



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران

۸۱۰۷

تجدید نظر دوم

۱۴۰۲

INSO

8107

2nd Revision

2024

Identical with  
ISO 11490:2023

جواهر و فلزات گرانبها - تعیین مقدار  
پالادیم - وزن سنجی با  
دی متیل گلی اکسیم

Jewellery and precious metals -  
Determination of palladium -  
Gravimetry using dimethylglyoxime

ICS: 39.060

استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۰۷ (تجدیدنظر دوم): سال ۱۴۰۲

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱-۲۶ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴-۲۶ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@inso.gov.ir](mailto:standard@inso.gov.ir)

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

### **Iran National Standards Organization (INSO)**

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: [standard@inso.gov.ir](mailto:standard@inso.gov.ir)

Website: <http://www.inso.gov.ir>

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روز رسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«جواهر و فلزات گرانبها - تعیین مقدار پالادیم - وزن سنجی با دی متیل گلی اکسیم»

### رئیس:

رضائی، بهزاد  
(دکتری شیمی تجزیه)

### دبیر:

رجالی، فرحناز  
(دکتری شیمی تجزیه)

### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدزاده، داریوش  
(کارشناسی ارشد مدیریت استراتژیک)

احمدی نیری، غلامحسین  
(کارشناسی مهندسی متالورژی استخراجی)

اعتزازیان، محمدتقی  
(کارشناسی مدیریت)

بابایی، حمید  
(دکتری شیمی کاربردی)

بذر افشان، نادر  
(دیپلم)

جابری، مهدی  
(کارشناسی مدیریت امور بانکی)

حبیب‌الهی، ابراهیم  
(دکتری حقوق)

حقیقی، علی  
(کارشناسی ارشد مهندسی پزشکی)

### سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه صنعتی اصفهان

اداره کل استاندارد استان اصفهان، دبیر کمیته متناظر TC174

اداره کل استاندارد استان خوزستان

شرکت مواد معدنی تخت سلیمان

شرکت طلوع یاس سپاهان

شرکت نوین شیمیار

اتحادیه طلا و جواهر تهران

اداره نشر اسکناس بانک مرکزی

کمیسیون فلزات گرانبهای اتاق بازرگانی اصفهان

واحد تولیدی آسمان طلا

سمت و/یا محل اشتغال:

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

واحد تولیدی آسیا

خرم، نوید

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

کارشناس رسمی استاندارد

رجالی، محمدرضا

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

دایره ارزیابی اشیای گران‌بهای بانک مرکزی

زاهد، مهدی

(کارشناسی ارشد مدیریت صنعتی)

واحد تولیدی سعیدنیا

سعیدنیا، محمد

(کارشناسی ارشد کارآفرینی)

انجمن تولیدکنندگان و صادرکنندگان طلا، جواهر، نقره و

شفائی، حجت

سنگ‌های قیمتی تهران

(کارشناسی مدیریت)

انجمن تولیدکنندگان و صادرکنندگان طلا، جواهر، نقره و

طلامینایی، محسن

سنگ‌های قیمتی اصفهان

(دیپلم فنی)

عضو هیئت مدیره انجمن تولیدکنندگان و صادرکنندگان طلا،

غلامزاده، مجتبی

جواهر، نقره و سنگ‌های قیمتی اصفهان

(دیپلم)

گروه نشریات تخصصی طلا و جواهر

فخر موحدی، میترا

(کارشناسی ارشد مدیریت)

اداره کل استاندارد یزد

قیصری، ناهید

(کارشناسی ارشد شیمی)

دفتر توسعه گوهر سنگ (ایمیدرو)

فراهانی، ابوالفضل

(دکتری شیمی)

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

**سمت و/یا محل اشتغال:**

محمدی، منوچهر

(کارشناسی مهندسی متالورژی)

معدن طلای گودکان

موزرانی، علی

(کارشناسی مهندسی صنایع)

اتحادیه طلا و جواهر و نقره اصفهان

موسوی، گلناز

(دکتری مهندسی نساجی)

گروه ارزیابی کیفیت کالاهای صادراتی سازمان ملی استاندارد  
ایران

ناظری نژاد، قاسم

(دیپلم بازرگانی)

مدیر واحد تولیدی آسیا

نبی نوری، محمد

(کارشناسی زمین شناسی اقتصادی)

شرکت توسعه معادن پارس تامین

**ویراستار:**

اقبال، فریده

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

اداره کل استاندارد استان هرمزگان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۱	۴ اصول آزمون
۲	۵ واکنش‌گرها
۳	۶ دستگاه‌ها
۳	۷ نمونه‌برداری
۳	۸ روش آزمون
۵	۹ محاسبات و بیان نتایج
۶	۱۰ گزارش آزمون
۷	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) نمونه تجهیزات احیاکنندگی
۸	کتاب‌نامه

## پیش‌گفتار

استاندارد «جواهر و فلزات گرانبها- تعیین مقدار پالادیم- وزن‌سنجی با دی‌متیل‌گلی‌اکسیم» که نخستین بار در سال ۱۳۸۴ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی / منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در دویست و چهاردهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فلزشناسی مورخ ۱۴۰۲/۱۱/۲ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۰۷: سال ۱۳۹۴ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به‌روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 11490:2023, Jewellery and precious metals - Determination of palladium - Gravimetry using dimethylglyoxime



## جواهر و فلزات گرانبها - تعیین مقدار پالادیم - وزن سنجی با دی متیل گلی اکسیم

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش وزن سنجی برای اندازه گیری پالادیم در ماده ای است که همگن در نظر گرفته می شود. مقدار پالادیم نمونه بهتر است بین ۵۰ و ۹۹۹ قسمت در هزار (%۱۰۰) جرمی باشد. عیار بالاتر از %۹۹۹ را می توان با استفاده از روش طیف سنجی تفاضلی تعیین کرد (به عنوان مثال به استاندارد ISO 15093 مراجعه شود).

این روش به عنوان یکی از روش های توصیه شده برای تعیین عیار در آلیاژهای جواهر در دامنه استاندارد ISO 9202 در نظر گرفته شده است.

### ۲ مراجع الزامی

این استاندارد، مراجع الزامی ندارد.

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاح و تعریف زیر به کار می رود:<sup>۱</sup>

۱-۳

اسفنج پالادیم

**palladium sponge**

پالادیم به دست آمده پس از کلسینه شدن رسوب پالادیم دی متیل گلی اکسیم

### ۴ اصول آزمون

نمونه در تیزاب سلطانی حل شده و پالادیم با دی متیل گلی اکسیم رسوب داده می شود. رسوب کمپلکس پالادیم دی متیل گلی اکسیم حاصله، سوزانده می شود تا به پالادیم فلزی تبدیل شده و سپس وزن می شود. در صورت وجود نقره در نمونه، نقره به صورت نقره کلرید جدا می گردد.

---

۱ - اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه های [www.iso.org/obp](http://www.iso.org/obp) و [www.electropedia.org/](http://www.electropedia.org/) قابل دسترس است.

اسفنج پالادیم مجدد حل می‌شود تا عناصر آلیاژی هم‌رسوب‌شده با آن، آزمون شوند، برای مثال با استفاده از یک طیف‌سنج نشر نوری پلاسما جفت شده القایی (ICP-OES)<sup>۱</sup> اندازه‌گیری و تصحیح اعمال می‌شود.

## ۵ واکنش‌گرها

در طول آزمون فقط از واکنش‌گرهایی با درجه تجزیه‌ای معلوم و از آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید، مگر این‌که این‌که به‌گونه دیگری ذکر شده باشد.

۱-۵ هیدروکلریک اسید (HCl)، با درصد جرمی تقریباً ۳۰٪ تا ۳۷٪ از HCl.

۲-۵ هیدروکلریک اسید رقیق، شامل مخلوطی از یک حجم هیدروکلریک اسید (به زیربند ۱-۵ مراجعه شود) و یک حجم آب.

۳-۵ نیتریک اسید (HNO<sub>3</sub>)، با درصد جرمی تقریباً ۶۵٪ تا ۷۰٪ از HNO<sub>3</sub>.

۴-۵ نیتریک اسید رقیق، شامل مخلوطی از یک حجم نیتریک اسید (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود) و یک حجم آب.

۵-۵ تیزاب سلطانی، شامل مخلوطی از سه حجم هیدروکلریک اسید (به زیربند ۱-۵ مراجعه شود) و یک حجم نیتریک اسید (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود).

۶-۵ اتانول، با درصد جرمی ۹۶٪.

۷-۵ دی‌متیل‌گلی‌اکسیم.

۸-۵ محلول آبی اشباع دی‌متیل‌گلی‌اکسیم، با مخلوط کردن دی‌متیل‌گلی‌اکسیم (به زیربند ۷-۵ مراجعه شود) در آب جوش تا زمانی که دی‌متیل‌گلی‌اکسیم دیگر حل نشود و ماندن محلول در طی یک شب به‌دست می‌آید.

۹-۵ محلول اتانول اشباع دی‌متیل‌گلی‌اکسیم، با مخلوط کردن دی‌متیل‌گلی‌اکسیم (به زیربند ۷-۵ مراجعه شود) در اتانول (به زیربند ۶-۵ مراجعه شود) تا زمانی که دی‌متیل‌گلی‌اکسیم دیگر حل نشود و ماندن محلول در طی یک شب به‌دست می‌آید.

۱۰-۵ گاز احیاکننده، مانند گاز هیدروژن یا مخلوطی از گاز هیدروژن/ نیتروژن.

۱۱-۵ گاز خنثی، مانند گاز کربن دی‌اکسید یا نیتروژن.

## ۶ دستگاه‌ها

- ۱-۶ وسایل معمول آزمایشگاهی.
- ۲-۶ تجهیزات لازم برای احیا، به شکل الف-۱ مراجعه شود.
- ۳-۶ بوته‌های چینی، ترجیحاً با حجم ۲۰ میلی لیتر تا ۴۵ میلی لیتر.
- ۴-۶ ICP-OES، با قابلیت اندازه‌گیری مقدار ناچیز فلزات.
- ۵-۶ کوره مافل، با قابلیت تولید دمایی حداقل ۹۰۰ درجه سلسیوس.
- ۶-۶ کاغذ صافی بدون خاکستر، با قابلیت نگه‌داشتن ذرات بزرگ‌تر از ۳ میکرومتر.
- ۷-۶ ترازوی آزمایشگاهی، با کمینه قابلیت خوانش  $0.01$  میلی گرم.

## ۷ نمونه‌برداری

توصیه می‌شود فرایند نمونه برداری مطابق استاندارد ISO 11596 انجام شود.

## ۸ روش آزمون

### ۱-۸ آزمون اولیه

هشدار - دستورات عمل‌های ایمنی و بهداشتی مناسب رعایت شود.

هنگامی که ترکیب نمونه‌ها ناشناخته است، باید از یک آزمون اولیه با ابزار مناسب، به‌عنوان مثال آزمون XRF (فلوئورسانس اشعه X) برای تعیین ترکیب تقریبی ماده استفاده شود.

### ۲-۸ تهیه نمونه‌های عاری از نقره

نمونه را نورد کنید (اگر لازم است) تا ضخامت آن به کمتر از  $0.5$  میلی‌متر برسد، دست‌کم دو نمونه از آلیاژ حاوی تقریباً ۲۵۰ میلی‌گرم پالادیم را با دقت  $0.1$  میلی‌گرم وزن کنید و آن را به یک بشر شیشه‌ای (ترجیحاً ۱۵۰ میلی‌لیتری) منقل کنید.

جرم نمونه را می‌توان افزایش داد تا حاوی یک گرم پالادیم باشد، مشروط بر این‌که تمام جرم‌ها و حجم‌های دیگر با جرم نمونه مطابقت داده شوند. رسوب پالادیم حجیم است و توصیه می‌شود این موضوع برای تصمیم‌گیری در مورد جرم نمونه در نظر گرفته شود.

۱۰ میلی‌لیتر تا ۱۵ میلی‌لیتر تیزاب سلطانی (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) اضافه کنید و روی دستگاه صفحه داغ حل کنید. پس از انحلال، محلول را تبخیر کنید تا به حجم ۵ میلی‌لیتر تا ۷ میلی‌لیتر برسد و چند قطره هیدروکلریک اسید (به زیربند ۵-۱ مراجعه شود) به آن اضافه کنید. اجازه دهید خنک شود.

انحلال ممکن است در یک ظرف در بسته تحت فشار انجام شود. در آن صورت، ممکن است برای انحلال بهتر، حجم تیزاب سلطانی (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) متناسب شود.

#### ۳-۸ تهیه نمونه‌های حاوی نقره

نمونه را نورد کنید (اگر لازم است) تا ضخامت آن به کمتر از ۰/۵ میلی‌متر برسد، دست‌کم دو نمونه از آلیاژ حاوی تقریباً ۲۵۰ میلی‌گرم پالادیم را با کمینه قابلیت خوانش ۰/۰۱ میلی‌گرم وزن کنید و آن را به یک بشر شیشه‌ای (ترجیحاً ۱۵۰ میلی‌لیتری) منقل کنید.

۱۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید رقیق (به زیربند ۵-۴ مراجعه شود) به آن اضافه کنید، بشر را با یک شیشه ساعت بپوشانید و در دمای ۷۰ درجه سلسیوس تا ۸۰ درجه سلسیوس به مدت ۲۰ دقیقه حرارت دهید. ۳۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید (به زیربند ۵-۱ مراجعه شود) اضافه کنید. نقره کلرید نامحلول تشکیل می‌شود. برای انعقاد خوب رسوب، حرارت دهید و محلول را تبخیر کنید تا به حجم ۲۰ میلی‌لیتر برسد. به مدت ۱۲ ساعت محلول را در یک مکان تاریک نگاه دارید.

محلول رویی را صاف کرده و رسوب را در بشر نگه دارید. محلول صاف شده را در یک بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری جمع‌آوری کنید. اگر رسوب نقره کلرید زرد رنگ است، ۱ میلی‌لیتر تا ۲ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید رقیق (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) به آن اضافه کنید و به مدت ۱ دقیقه تا ۲ دقیقه بجوشانید، محلول را صاف کنید و این کار را تکرار کنید تا رسوب سفید شود. رسوب را با آب بشویید.

#### ۴-۸ رسوب‌دهی پالادیم با دی‌متیل‌گلی‌اکسیم

محلول زیربند ۸-۲ یا محلول صاف شده زیربند ۸-۳ را به یک ارلن مایر ۱۰۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. ۱۰۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید رقیق (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) اضافه کنید و خوب مخلوط کنید. ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول آبی اشباع دی‌متیل‌گلی‌اکسیم (به زیربند ۵-۸ مراجعه شود) را اضافه کنید و خوب مخلوط کنید. آب داغ را با حجم تقریبی (۴۵۰-۵۰۰) میلی‌لیتر اضافه کنید و خوب مخلوط کنید. ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول اتانول اشباع دی‌متیل‌گلی‌اکسیم (به زیربند ۵-۹ مراجعه شود) را اضافه کرده و خوب مخلوط کنید. آب داغ را با حجم تقریبی ۷۵۰ میلی‌لیتر تا ۸۰۰ میلی‌لیتر اضافه کنید.

اجازه دهید محلول به مدت یک ساعت بماند، روی کاغذ صافی (به زیربند ۶-۶ مراجعه شود) صاف کنید و با ۶۰۰ میلی‌لیتر تا ۷۰۰ میلی‌لیتر آب داغ بشویید. محلول صاف‌شده را برای اندازه‌گیری پالادیم توسط ICP-OES (به زیربند ۶-۴ مراجعه شود) جمع‌آوری کنید. ممکن است از روش‌های فیلتراسیون جایگزین، مانند فیلتراسیون خلاء روی قیف گوجه، استفاده شود. ارلن مایر را با کاغذ صافی (به زیربند ۶-۶ مراجعه شود) دوم پاک کنید. رسوب و کاغذ صافی را به بوته چینی (به زیربند ۶-۳ مراجعه شود) انتقال دهید. روی کاغذ صافی ضربه بزنید تا سطح صافی به دست‌آید و در گرمخانه با دمای ۱۱۰ درجه سلسیوس تا ۱۲۰ درجه سلسیوس به مدت ۳ ساعت خشک کنید.

ابتدا بوته را به آرامی (برای مدت زمان ۴۰ دقیقه) حرارت دهید تا کاغذ، نیم‌سوز شود و سپس کمپلکس پالادیم، تجزیه شود. پس از آن که خروج دود و بخارات از بوته متوقف گردید، آن را در دمای  $(50 \pm 80)$  درجه سلسیوس به مدت یک ساعت در داخل کوره نگه دارید.

جذب قابل توجه‌ای از اکسیژن می‌تواند در هنگام احتراق صورت گیرد. با کلسینه کردن تحت گاز احیاکننده (به زیربند ۵-۱۰ مراجعه شود)، با استفاده از دستگاه یا معادل ارائه شده در پیوست الف و به دنبال آن خنک‌سازی تحت گاز خنثی (به زیربند ۵-۱۱ مراجعه شود) یا گاز احیاکننده (به زیربند ۵-۱۰ مراجعه شود) می‌توان از اکسیداسیون اجتناب کرد. عدم استفاده از گاز احیاکننده می‌تواند منجر به وجود مقدار زیادی اکسید شود. در این صورت، پالادیم نیمه‌اکسید شده باید با حرارت دادن آن در حضور گاز احیاکننده (به زیربند ۵-۱۰ مراجعه شود) به حالت فلزی احیا شود.

اسفنج پالادیم به دست آمده را وزن کنید.

**یادآوری ۱-** کاغذ صافی را می‌توان به بوته‌ای که قبلاً وزن شده و در بوته بزرگ‌تر قرار داده شده، منتقل کرد. جرم اسفنج پالادیم را می‌توان با توزین بوته با اسفنج و با کسر وزن بوته تعیین کرد.

**یادآوری ۲-** بوته با اسفنج باید قبل از وزن کردن اسفنج، در دسیکاتور (خشکانه) نگهداری شود.

اسفنج پالادیم را در ۲۰ میلی‌لیتر تیزاب سلطانی (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) حل کنید. با ابزارهای مناسبی مانند ICP-OES (به زیربند ۶-۴ مراجعه شود) با استفاده از محلول‌های کالیبراسیون با ترکیبی شبیه به ترکیب اسفنج پالادیم، عناصر هم‌رسوبی را اندازه‌گیری کنید.

## ۹ محاسبات و بیان نتایج

### ۱-۹ محاسبات

در صورتی که ماده توزین شده نهایی تنها شامل پالادیم باشد، مقدار پالادیم،  $W_{Pd}$  را برحسب قسمت در هزار (%،) با استفاده از فرمول (۱) محاسبه کنید:

$$W_{Pd} = \frac{m_3 + m_2}{m_1} \cdot 10^3 \quad (1)$$

که در آن:

$m_1$  جرم نمونه بر حسب میلی‌گرم؛

$m_2$  جرم پالادیم در محلول صاف شده بر حسب میلی‌گرم؛

$m_3$  جرم نهایی اسفنج پالادیم بر حسب میلی‌گرم، است.

در صورتی که ماده توزین شده نهایی شامل عناصر دیگری هم باشد، مقدار پالادیم  $W_{Pd}$  را برحسب قسمت در هزار (%،) با استفاده از فرمول (۲) محاسبه کنید:

$$W_{Pd} = \frac{m_3 + m_2 - m_x}{m_1} \cdot 10^3 \quad (2)$$

که در آن:

$m_x$  جرم تمام عناصر دیگر موجود در اسفنج پالادیم بر حسب میلی گرم است.

## ۲-۹ تکرارپذیری

نتایج دو بار اندازه گیری، نباید بیشتر از ۳ قسمت در هزار (‰) پالادیم تفاوت داشته باشد. اگر این اختلاف بزرگ تر باشد، عیارسنجی باید دوباره تکرار شود.

## ۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دست کم، شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- مشخصات نمونه شامل منبع، تاریخ وصول و شکل نمونه؛

ب- روش نمونه برداری؛

پ- روش مورد استفاده با ارجاع به این استاندارد (یعنی استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۰۷: سال ۱۴۰۲)؛

ت- مقدار پالادیم در نمونه، بر حسب قسمت در هزار (‰) جرمی، به صورت مقادیر منفرد و مقادیر میانگین؛

ث- در صورت لزوم، هرگونه انحراف از روش مشخص شده در این استاندارد؛

ج- هرگونه شرایط غیرمعمول مشاهده شده در هنگام اندازه گیری؛

چ- تاریخ انجام آزمون؛

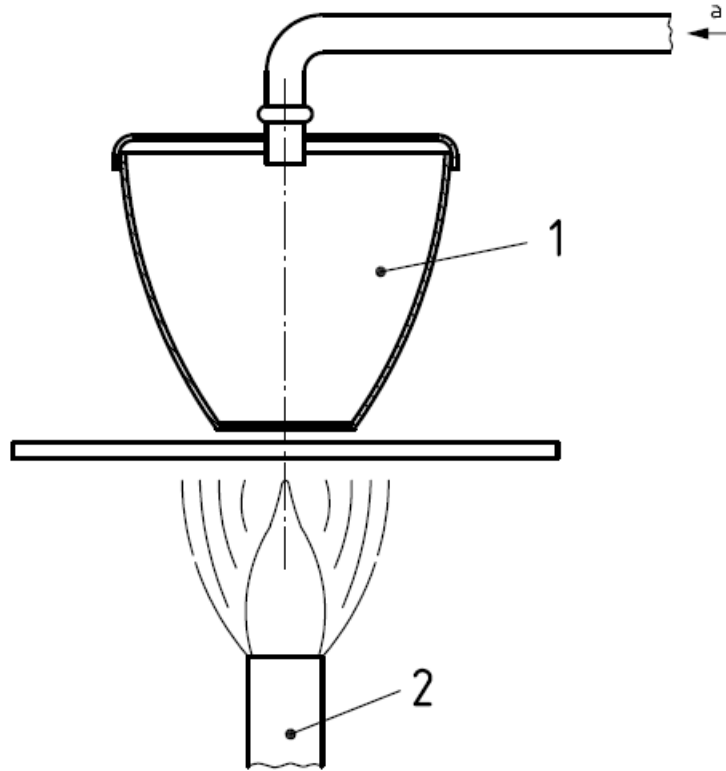
ح- مشخصات آزمایشگاهی که آزمون در آن صورت می گیرد؛

خ- نام خانوادگی و امضا آزمون کننده و مدیر آزمایشگاه.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

نمونه تجهیزات احیاکنندگی



راهنما:

- 1 بوتله
- 2 مشعل گازی
- a جریان گاز

شکل الف-۱- تجهیزات احیاکنندگی

## کتابنامه

- [1] ISO 9202, Jewellery and precious metals — Fineness of precious metal alloys  
یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۳۲: سال ۱۳۹۹، جواهر و فلزات گرانبها- عیارهای رسمی آلیاژهای فلزات گرانبها، با استفاده از استاندارد ISO 9202:2019 تدوین شده است.
- [2] ISO 11596, Jewellery and precious metals — Sampling of precious metals and precious metal alloys  
یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۶۹۶: سال ۱۳۹۴، آلیاژهای زینتی -نمونه برداری آلیاژ فلزات گرانبها برای آلیاژهای زینتی و مصنوعات مرتبط، با استفاده از استاندارد ISO 11569:2008 تدوین شده است.
- [3] ISO 15093, Jewellery and precious metals — Determination of high purity gold, platinum and palladium — Difference method using ICP-OES  
یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۲۸ : سال ۱۴۰۰، جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها- تعیین عیار طلا، پلاتین و پالادیم با خلوص بالا- روش تفاضل با استفاده از طیفسنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES)، با استفاده از استاندارد ISO 15093:2021 تدوین شده است.