
**Zərgərlik məmulatları və qiymətli metallar —
Yüksək təmizlikli qızılın, platinin və palladiumun
təyini — ICP-OES üsulundan istifadə olunmaqla
fərqlər üsulu**

**Jewellery and precious metals — Determination
of high purity gold, platinum and palladium —
Difference method using ICP-OES**



Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olmadan tam və ya hissə-hissə yenidən çap oluna, çoxaldıla və yayıla bilməz

Elçin İsaqzadə küç., 7-ci köndələn
Telefon: +994 12 514 96 03
Email: office@azstand.gov.az

MÜQƏDDİMƏ

1. Bu standart “AzerGold” QSC tərəfindən işlənilib hazırlanıb və “Qiymətli metallar və qiymətli daşlar” standartlaşdırma üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK 36) tərəfindən təqdim edilib.

2. “Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu” PHŞ-nin “_____” _____2024-cü il tarixli _____ sayılı Qərarı ilə təsdiq edilib.

3. Bu standart beynəlxalq standartı ISO 15093:2020 ilə eynidir (İDT).
This standart is identical (İDT) to the international standard ISO 15093:2020

4. İlk dəfə tətbiq edilir.

5. Dövlət standartında müəyyən edilən tələblərin beynəlxalq standartlara, norma, qayda və tövsiyələrə və digər dövlətlərin müvafiq mütərəqqi milli standartlarına, elm, texnika və texnologiyanın müasir nailiyyətlərinə əsaslanmasını müəyyən etmək üçün standartın ilkin yoxlama müddəti 2025-ci il, dövrü yoxlama müddəti ildə 1 dəfədir.

MÜNDƏRİCAT

Ön söz	V
1 Tətbiq dairəsi	1
2 Normativ istinadlar	1
3 Termin və təriflər	1
4 Mahiyyət	1
5 Reagentlər	1
6 Cihazlar	2
7 Nümunə götürülmə	2
8 Prosedur	3
8.1 Ümumi müddəalar	3
8.2 Nümunə məhlulu	3
8.3 Kalibrəmə məhlulları	3
8.4 Ölçmə	3
9 Sınaq nəticələrinin hesablanması və təqdim olunması	4
9.1 Kalibrəmə ayriləri	4
9.2 Hesablama	4
9.3 Təkrarlanabilirlik	4
10 Sınağın hesabatı	4
Əlavə A	5
Əlavə B	8
Bibliografiya	10

ÖN SÖZ

Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı (ISO) milli standartlaşdırma orqanlarının (ISO-nun üzv orqanları) ümumdünya federasiyasıdır. Beynəlxalq standartların hazırlanması işi adətən ISO-nun texniki komitələri vasitəsilə həyata keçirilir. Texniki komitənin yaradılma məqsədini təşkil edən predmetdə maraqlı olan hər bir üzv orqan həmin komitədə təmsil olunmaq hüququna malikdir. Bu işdə ISO ilə əlaqələndirmə şəraitində, beynəlxalq təşkilatlar, həmçinin hökumət və qeyri-hökumət təşkilatları da iştirak edir. ISO bütün elektrotexniki standartlaşdırma məsələlərində Beynəlxalq Elektrotexnika Komissiyası (IEC) ilə yaxından əməkdaşlıq edir.

Bu sənədi hazırlamaq üçün istifadə olunan və onun sonrakı saxlanması üçün nəzərdə tutulan prosedurlar ISO/IEC Direktivlərinin 1-ci hissəsində təsvir edilir. Müxtəlif növ ISO sənədləri üçün tələb olunan fərqli təsdiq meyarları xüsusilə qeyd edilməlidir. Bu sənəd ISO/IEC Direktivlərinin 2-ci hissəsinin redaksiya qaydalarına uyğun olaraq tərtib olunub (bax: www.iso.org/directives).

Bu sənədin bəzi elementlərinin patent hüquqlarının predmeti ola biləcəyi ehtimalına diqqət yetirilir. ISO bu cür patent hüquqlarının hər hansı birinin və ya hamısının müəyyən edilməsinə görə məsuliyyət daşımır. Sənədin hazırlanması zamanı müəyyən edilmiş hər hansı patent hüquqlarının təfərrüatları "Giriş" bölməsində və/yaxud ISO-nun daxil olmuş patent bəyannamələrinin siyahısında təqdim olunacaq (bax: www.iso.org/patents).

Bu sənəddə istifadə edilən hər hansı ticarət adı istifadəçilərin rahatlığı üçün verilən informasiyadır və onun dəstəkləndiyini ehtiva etmir.

Standartların könüllü xarakterinin, uyğunluğun qiymətləndirilməsinə dair ISO-nun xüsusi terminlərinin və ifadələrinin izahı, həmçinin ISO tərəfindən Ticarətdə Texniki Baryerlərə (TBT) münasibətdə Ümumdünya Ticarət Təşkilatının (WTO) prinsiplərinə riayət olunmasına dair məlumatın əldə edilməsi üçün www.iso.org/iso/foreword.html veb-səhifəsinə baxın.

Bu sənəd Zərgərlik məmulatları və qiymətli metallar üzrə ISO/TC 174 sayılı Texniki Komitə tərəfindən hazırlanmışdır.

Texniki baxımdan yenidən baxılmış və aşağıdakı dəyişiklikləri ehtiva edən hazırkı üçüncü nəşr ikinci nəşri (ISO 15093:2015) ləğv edir və onu əvəz edir. İlk nəşr ilə müqayisədə əsas dəyişikliklər aşağıdakılardan ibarətdir:

- a) standartın adının dəyişdirilməsi;
- b) həmçinin nominal miqdarı 999 %-dən (mində bir hissə) yuxarı olan qızıl, platin və palladiumun ölçülmə diapazonunun dəyişdirilməsi;
- c) ISO 15096 standartının quruluşuna uyğunluğunun təmin olunması məqsədilə bu sənədə yenidən baxılması.

Bu sənədlə bağlı istənilən rəy və ya suallar istifadəçinin milli standartlaşdırma qurumuna¹ yönəldilməlidir. Bu qurumların tam siyahısını www.iso.org/members.html veb-səhifəsində tapa bilərsiniz.

¹ "Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu" PHŞ

**Zərgərlik məmulatları və qiymətli metallar —
Yüksək təmizlikli qızılın, platinin və
palladiumun təyini — ICP-OES üsulundan
istifadə olunmaqla fərqlər üsulu**

AZS ISO 15093:2024

**Jewellery and precious metals —
Determination of high purity gold,
platinum and palladium —
Difference method using ICP-OES**

Tətbiq edilmə tarixi “ ” 2024-cü il

1 TƏTBİQ DAİRƏSİ

Bu sənəddə nominal miqdarı 999 ‰ (mində bir hissə) və yuxarı olan qızılın, platinin və palladiumun təyini üçün analitik prosedur müəyyən olunur.

Bu sənəddə əyarı 999 ‰ və yuxarı olan qızılın, platinin və palladiumun təyini üçün tövsiyə olunan üsul kimi istifadəsi nəzərdə tutulan üsul müəyyən olunur. 999.9 ‰ və yuxarı əyarın müəyyən olunması üçün Əlavə B-də təsvir olunan düzəlişlər tətbiq edilir.

2 NORMATİV İSTİNADLAR

Aşağıdakı sənədlərə tam və ya qismən normativ qaydada istinad olunur və onlar bu sənədin tətbiqi üçün zəruridir. Tarixi göstərilmiş istinadlar üçün yalnız istinad olunan nəşrdən istifadə edilir. Tarixi göstərilməmiş istinadlar üçün istinad edilən sənədin ən son nəşri (istənilən düzəlişlər daxil olmaqla) şamil edilir.

ISO 11596, *Zərgərlik məmulatları — Zərgərlik məmulatları və onlarla əlaqəli məhsullar üçün və onlarda qiymətli metal erintiləri nümunələrinin götürülməsi*

3 TERMİN VƏ TƏRİFLƏR

Bu sənəddə heç bir termin və anlayış təqdim olunmur. ISO və IEC standartlaşdırmada istifadə üçün terminoloji məlumat bazalarını aşağıdakı ünvanlarda saxlayır:

- ISO Onlayn baxış platforması: <http://www.iso.org/obp> saytıdan əldə edə bilər
- IEC Elektropediya: <http://www.electropedia.org/> saytıdan əldə edə bilər.

4 MAHİYYƏT

Nümunə çəkilir və 10 q/l qatılıqlı məhlul (daha yüksək qatılıq 999.9 ‰ və yuxarı əyar üçün istifadə olunur) hazırlamaq üçün çar arağında həll edilir. Qatışıqlar ICP-OES üsulu ilə müəyyən edilir (dalğa uzunluqları üçün Cədvəl A.1-ə baxın), qiymətli metalın miqdarı isə 1000 ‰-dən nümunədəki qatışıqların ümumi miqdarı çıxılmaqla əldə edilir. 999.9 ‰ və yuxarı əyarın müəyyən olunması üçün Əlavə B -də təsvir olunan düzəlişlər tətbiq edilməlidir.

5 REAGENTLƏR

Analiz zamanı digər göstərişlər olmadığı təqdirdə yalnız qəbul edilmiş analitik təmizlik

dərəcəsinə malik reagentlərdən və yalnız distillə olunmuş sudan, yaxud ekvivalent təmizlik dərəcəsinə malik sudan istifadə edin.

5.1 Xlorid turşusu (HCl), 30-37% HCl (kütlə payı).

5.2 Nitrat turşusu (HNO₃), 65-70% HNO₃ (kütlə payı).

5.3 Çar arağı (istifadədən dərhal əvvəl hazırlanmalıdır). Üç həcm xlorid turşusu (5.1) və bir həcm nitrat turşusu (5.2) qarışdırılır.

5.4 İlkin məhlul A (tərkibində xlorid olmamalıdır), Ag, Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn (hər biri 100 mq/l) 3-7 % HNO₃-də (5.2) (kütlə payı).

QEYD - İlkin "A" məhlulu adətən 10% (ümumi həcm) 1000 mq/l qatılıqlı hər monoelement məhlulunun 5% nitrat turşusu (5.2) (həcm payı) ilə qarışdırılması və su ilə durulaşdırılması vasitəsilə hazırlanır. Düzgün saxlanma şəraitində o, 12 aya qədər saxlanıla bilər.

5.5 İlkin məhlul B (tərkibində həm xloridlər, həm də nitratlar ola bilər), Bi, Co, Ga, In, Se, Sn, Te, Ti, Zn (hər biri 100 mq/l) 3-7 % çar arağında (5.3) (həcm payı).

5.6 İlkin məhlul C (tərkibində həm xloridlər, həm də nitratlar ola bilər), As, Ni, Pb, Sb, Si, Ti, W, Zr (hər biri 100 mq/l) 3-7 % çar arağında (5.3) (həcm payı).

5.7 İlkin məhlul D (tərkibində həm xloridlər, həm də nitratlar ola bilər), Au, Ir, Pd, Pt, Rh, Ru (hər biri 100 mq/l) 3-7% çar arağında (5.3) (həcm payı).

QEYD 1 Analizi tələb olunmayan elementlər diqqətə alınmaya bilər. Digər elementlər əlavə edilə bilər, bir şərtlə ki, onlar stabil olsunlar və əhəmiyyətli maneələr yaratmasınlar.

QEYD 2 İlkin "B" və "D" məhlulları adətən 10% (ümumi həcm) 1000 mq/l qatılıqlı hər monoelement məhlulunun 5% çar arağı (5.3) (həcm payı) ilə qarışdırılması və su ilə durulaşdırılması vasitəsilə hazırlanır. Düzgün saxlanma şəraitində onlar 12 aya qədər saxlanıla bilər.

5.8 Standart nümunələr: qızıl, platin və ya palladium, 999.9 ‰ minimal təmizlikli. Hər bir qatışıqın miqdarı dəqiq müəyyənləşdirilməli və kalibrlemə zamanı nəzərə alınmalıdır.

6 CİHAZLAR

6.1 Adi laboratoriya cihazları.

6.2 İnduktiv birləşdirilmiş plazma-optik emissiya spektrometriyası (ICP-OES), minimal optik icazəsi 0.02 nm, aşkarlama həddi 0.02 mq/l və ya daha yüksək, fon korreksiyası qabiliyyəti olan.

QEYD Ən çox istifadə olunan dalğa uzunluqları üçün [Əlavə A](#)-ya baxın.

6.3 Analitik tərəzi, ölçmə dəqiqliyi 0.1mq.

7 NÜMUNƏ GÖTÜRÜLMƏ

Nümunə götürülmə proseduru ISO 11596 standartına uyğun olaraq həyata keçirilməlidir.

8 PROSEDUR

8.1 Ümumi müddəalar

XƏBƏRDARLIQ — Əməyin mühafizəsi və texniki təhlükəsizlik üzrə təlimatlara riayət olunmalıdır.

Bütün qablar və reagent flakonları teflon (məsələn, PFA, FEP) və ya plastik olmalıdır.

8.2 Nümunə məhlulu

Analiz olunacaq hər bir nümunə üçün aşağıdakı kimi iki nümunə məhlulu hazırlanmalı və analiz edilməlidir. İstənilən səthi çirkənləmələri təmizləmək üçün nümunə istifadədən əvvəl turşu ilə işlənməli, yuyulmalı və qurudulmalıdır.

Tərəzidə 0.1 mq dəqiqliklə (500 ± 10) mq nümunə çəkilir, tutumu 50 ml olan menzurkaya tökülür və 20 ml çar arağı (5.3) əlavə edilir. Nümunə tam həll olana qədər müvafiq temperaturda qızdırın və azot oksidlərinin xaric olması üçün qızdırmağa davam edilir. Soyumağa qoyulur, tutumu 50 ml olan ölçü kolbasına tökülür, su ilə durulaşdırmaqla həcmi 50 ml-ə çatdırılır və yaxşıca qarışdırılır. Həll etmə alternativ olaraq birbaşa kimyəvi və temperatura davamlı ölçü kolbalarında həyata keçirilə bilər.

Həll olmayan material müşahidə edildiyi təqdirdə həll olma təzyiq altında həyata keçirilməlidir.

8.3 Kalibrləmə məhlulları

Tərəzidə hər biri (500 ± 10) mq olmaqla standart nümunənin (5.8) üç porsiyası çəkilir və 8.2-də göstəriləyi kimi həll edilir, soyudulur və hər birini tutumu 50 ml olan ölçü kolbasına tökülür.

8.3.1 Boş məhlul (blank).

Su ilə durulaşdırmaqla həcmi 50 ml-ə çatdırın və yaxşıca qarışdırın.

8.3.2 Kalibrləmə məhlulu 1.

5 ml ilkin məhlul A (5.4) və 5 ml ilkin məhlul B (5.5) əlavə edilir, su ilə durulaşdırmaqla həcmi 50 ml-ə çatdırılır və yaxşıca qarışdırılır. Bu məhlul zaman keçdikcə qeyri-stabil olur və istifadədən dərhal əvvəl hazırlanmalı və ya stabilliyi təsdiqlənməlidir.

8.3.3 Kalibrləmə məhlulu 2.

5 ml ilkin məhlul C (5.6) və 5 ml ilkin məhlul D (5.7) əlavə edilir, su ilə durulaşdırmaqla həcmi 50 ml-ə çatdırılır və yaxşıca qarışdırılır. Bu məhlul zaman keçdikcə qeyri-stabil olur və istifadədən dərhal əvvəl hazırlanmalı və ya stabilliyi təsdiqlənməlidir.

İlkin məhlulların həcmi nümunədəki qatışıqların qatılığına uyğun olaraq azaldılmalıdır. Digər qatılıqlı kalibrləmə məhlullarını əlavə etməklə çox nöqtəli kalibrləmədən istifadə etmək mümkündür.

8.4 Ölçmə

Cihaz istehsalçının təlimatlarına uyğun olaraq qurulur və müvafiq fon korreksiyası vəziyyətlərini seçilir. Təmiz məşəl, püskürtmə kamerası və nümunə götürmə borularından istifadə edilməli, plazma isə cihaz istehsalçısının tövsiyələrinə uyğun olaraq istifadədən əvvəl stabilləşdirilməlidir.

Boş məhlul, 1 (8.3.2) və 2 (8.3.3) kalibrləmə məhlulları cihazın müəyyən edilmiş kalibrləmə proseduruna uyğun olaraq püskürdülür, sonra isə nümunə məhlulları üçün analitik prosedur yerinə yetirilir. Müvafiq elementlərin aşkarlanma hədlərində qatılıqların dəqiq göstərilməsini təmin etmək üçün nəticə kifayət sayda onda birlərlə göstərilməlidir.

Hər bir məhlul ən azı 30 san stabilləşmə müddətinə malik olmalıdır, bunun ardınca xalis intensivliklərin (fona düzəliş edilməklə) müəyyən edilməsi məqsədilə onlardan hər biri üçün ən azı üç inteqrallama olmalıdır.

Hər bir ölçmə arasındakı yuyulma müddəti hər bir qatışıqın siqnalının ilkin vəziyyətə qayıtmasına imkan vermək üçün kifayət edəcək qədər olmalıdır.

9 SINAQ NƏTİCƏLƏRİNİN HESABLANMASI VƏ TƏQDİM OLUNMASI

9.1 Kalibrlemə əyriləri

Standart nümunə (5.8) vasitəsilə məhlula daxil edilən qatışıqları nəzərə almaqla boş məhlulda və kalibrlemə məhlulunda qatılığı təyin edin və boş məhlul və kalibrlemə məhlulu üçün alınan xalis intensivliklərdən istifadə edərək hər bir element üçün kalibrlemə əyrisini hesablayın.

9.2 Hesablama

Kalibrlemə əyriləri vasitəsilə (9.1-ə baxın) xalis intensivlik qiymətlərini qatılıq qiymətlərinə çevirin və hər bir müvafiq elementin kütlə payını (W_i) hesablamaq üçün Formul (1)-dən istifadə edilir.

$$W_i = \frac{c_i \times V_s}{m_s} \quad (1)$$

burada

- c_i nümunə məhlulunda i elementinin mq/l ilə ifadə olunan qatılığı;
 V_s nümunə məhlulunun litr ilə ifadə olunan həcmi;
 m_s metal nümunənin milliqram ilə ifadə olunan kütləsidir.

Aşkarlanma həddi boş məhlulda ölçülmüş hər bir ayrı elementin qatılığının üç orta kvadratik kənarçıxması kimi müəyyən edilir.

Qiymətli metalın mində bir hissə (‰) ilə ifadə olunan əyarı (W_{sp}) beləliklə, Formul (2) əsasında hesablanır:

$$W_{sp} = 1000 - (\sum W_i \times 1000) \quad (2)$$

burada

$\sum W_i$ hər bir elementin aşkarlanma həddindən yuxarı müəyyən olunmuş kütlə payının cəmidir.

9.3 Təkrarlanabilirlik

Təkrar müəyyən etmələr qatışıqların cəmi üçün 10%-dən az fərqlənən nəticələr verməlidir. Fərq bundan çox olduğu təqdirdə sınaq təkrar edilməlidir.

10 SINAĞIN HESABATI

Sınağın hesabatında ən azı aşağıdakı məlumatlar olmalıdır:

- nümunənin mənbəyi, alınması tarixi və forması daxil olmaqla nümunənin identifikasiyası;
- nümunə götürmə proseduru;
- bu sənədə, yeni ISO 15093:2020 istinad edilməklə istifadə olunan üsul;
- nümunədə ayrı qiymətlər və orta qiymətlər şəklində mində bir (‰) kütlə hissə ilə ifadə olunan qiymətli metalların miqdarı, bu zaman nəticə dörd mühüm rəqəmlə bildirilir;
- tələb olunduğu təqdirdə bu sənədə göstərilən üsuldən istənilən kənarçıxmalar;
- təyin etmə zamanı müşahidə olunan istənilən qeyri-adi xüsusiyyətlər;
- sınağın tarixi;
- sınağı həyata keçirən laboratoriyanın identifikasiyası;
- laboratoriya rəhbərinin və operatorun imzası.

ƏLAVƏ A
(məlumat)
DALĞA UZUNLUQLARI

A.1 Ümumi müddəalar

Cədvəl A.1, A.2 və A.3-də göstərilən dalğa uzunluqlarından başqa digər dalğa uzunluqlarından da istifadə oluna bilər. Bütün hallarda spektral maneələrə diqqət yetirilməlidir. Bu cədvəllər müfəssəl deyil. Digər elementlər mövcud olduğu təqdirdə onlar analiz edilməlidir.

Cədvəl A.1 — Qızılın tərkibindəki qarışıqların ölçülməsi üçün dalğa uzunluqları

Element	Təvsiyə olunan nm	Alternativ nm	Alternativ nm
Ag	328.068	338.289	—
Al	167.08	396.152	—
As	189.04	193.76	—
Au ^a	389.786	302.920	—
Bi	190.24	223.061	—
Cd	214.438	226.502	228.802
Co	228.616	238.892	—
Cr	205.618	359.349	360.533
Cu	327.396	324.754	—
Fe	238.204	259.941	261.187
Ga	287.424	141.44	417.206
In	303.936	325.609	158.636
Ir	215.268	183.246	—
Mg	279.553	280.270	—
Mn	259.373	294.921	257.611
Ni	352.454	221,648	231.604
Pb	168.22	220.353	283.305
Pd	340.458	360.955	—
Pt	177.71	214.423	203.646
Rh	343.489	233.437	—
Ru	240.272	—	—
Sb	206.833	217.581	—
Se	196.09	204.050	—
Si	251.612	288.158	—
Sn	189.99	147.52	—
Te	214.281	225.902	—
Ti	336.121	334.941	—
Tl	190.86	—	—
W	239.709	207.911	—
Zn	202.613	206.200	213.856
Zr	339.198	343.823	—

^a Təklif olunan matris xətti (yalnız nümunənin düzgün hazırlanmasını və analizini təmin etmək üçün istifadə olunur, 9.2-də təsvir olunduğu kimi hesablamalara daxil edilməməlidir).

Cədvəl A.2 — Platinin tərkibindəki qatışıqların ölçülməsi üçün dalğa uzunluqları

Element	Təvsiyə olunan nm	Alternativ nm	Alternativ nm
Ag	328.068	338.289	—
Al	167.08	396.152	—
As	189.04	197.26	—
Au	267.595	—	—
Bi	223.061	—	—
Cd	226.502	—	—
Co	228.616	238.892	—
Cr	205.618	283.563	—
Cu	327.396	324.754	—
Fe	259.941	261.187	—
Ga	294.364	417.206	—
In	230.606	158.636	—
Ir	212.681	215.268	183.246
Mg	279.553	280.270	—
Mn	257.611	260.569	—
Mo	202.095	203.909	281.615
Ni	231.604	221.648	—
P	168.60	169.40	—
Pb	168.22	220.353	—
Pd	324.270	340.458	—
Pt ^a	212.861	330.186	273.396
Rh	343.489	233.437	369.236
Ru	240.272	273.425	—
Sb	206.833	217.581	—
Se	196.09	—	—
Si	251,612	288.158	—
Sn	189,99	147.52	140.05
Ta	240.063	268.517	—
Te	214.281	225.902	—
Ti	336.121	334.941	—
Tl	190.86	132.17	—
W	239,709	207,911	209,475
Zn	202,613	213,856	—
Zr	349,621	343,823	339,198

^a Təklif olunan matris xətti (yalnız nümunənin düzgün hazırlanmasını və analizini təmin etmək üçün istifadə olunur, 9.2-də təsvir olunduğu kimi hesablamalara daxil edilməməlidir).

Cədvəl A.3 — Palladiumun tərkibindəki qatışıqların ölçülməsi üçün dalğa uzunluqları

Element	Tövsiyə olunan nm	Alternativ nm	Alternativ nm
Ag	328.068	338.289	—
Al	167.08	396.152	—
As	200.334	—	—
Au	242.795	267.595	—
Bi	222.825	—	—
Cd	226.502	228.802	—
Co	228.616	238.892	—
Cr	267.716	283.563	357.869
Cu	213.598	324.754	—
Fe	259.941	261.187	—
Ga	294.364	287.424	417.206
Ge	209.426	259.253	—
Ir	205.222	224.268	183.246
Mn	257.611	260.569	—
Mo	202.095	203.909	—
Ni	231.604	222.486	352.454
Pb	220.353	283.305	405.078
Pd ^a	300.978	416.984	257.710
Pt	273.396	203.711	306.471
Rh	343.489	233.437	369.236
Ru	240.272	273.425	—
Sb	206.833	217.581	—
Si	251.612	288.158	—
Sn	189.99	147.52	—
Te	214.281	225.902	—
Ti	336.121	334.941	—
Tl	190.86	—	—
W	239.709	207.911	209.475
Zn	202.613	213.856	—
Zr	349.621	343.823	—

^a Təklif olunan matris xətti (yalnız nümunənin düzgün hazırlanmasını və analizini təmin etmək üçün istifadə olunur, 9.2-də təsvir olunduğu kimi hesablamalara daxil edilməməlidir).

ƏLAVƏ B
(məcburi)
999.9 ‰ VƏ YUXARI ƏYARIN TƏYİNİ

B.1 Ümumi müddəalar

Bu sənəd 999.9 ‰ və yuxarı əyarın təyini üçün tətbiq edildiyi təqdirdə kalibrləməni tənzimləmək və ICP-OES spektrometrinin həssaslığını nəzərə almaq üçün prosedura aşağıdakı dəyişikliklər tətbiq edilməlidir.

ICP-OES spektrometrinin həssaslığının artırılmasının ən asan yolu standartlarda və sınaq nümunələrində matrisin qatılığının artırılmasıdır. Qızıl, palladium və platin üçün matrisin qatılığı 20q/l ilə 50 q/l arasında artırılmalıdır. Aşağıdakı prosedur 40 q/l qatılıq üçün nəzərdə tutulmuşdur.

B.2 Reagentlər**B.2.1 Standart nümunələr**

B.2.1.1 Qızıl, 999.99 ‰ minimal təmizlikli.

B.2.1.2 Platin və palladium, 999.95 ‰ minimal təmizlikli.

Hər bir qatılığın miqdarı dəqiq müəyyənləşdirilməli və kalibrləmə zamanı nəzərə alınmalıdır.

B.3 Prosedur**B.3.1 Ümumi müddəalar**

XƏBƏRDARLIQ — Əməyin mühafizəsi və texniki təhlükəsizlik üzrə təlimatlara riayət olunmalıdır.

Bütün qablar və reagent flakonları teflon (məsələn, PFA, FEP) və ya plastik olmalıdır.

B.3.2 Nümunə məhlulu

Analiz olunacaq hər bir nümunə üçün aşağıdakı kimi iki nümunə məhlulu hazırlanmalı və analiz edilməlidir.

İstənilən səthi çirklənmələri təmizləmək üçün nümunə istifadədən əvvəl turşu ilə işlənməli, yuyulmalı və qurudulmalıdır.

Tərəzidə 0.1 mq dəqiqliklə (2000±10) mq nümunə çəkin, tutumu 50 ml olan menzurkaya tökün və 20 ml çar arağı (5.3) əlavə edin. Nümunə tam həll olana qədər müvafiq temperaturda qızdırın və azot oksidlərinin xaric olması üçün qızdırmağa davam edin. Soyumağa qoyun, tutumu 50 ml olan ölçü kolbasına tökün, su ilə durulaşdırmaqla həcmi 50 ml-ə çatdırın və yaxşıca qarışdırın. Həll olunma alternativ olaraq birbaşa kimyəvi və temperatura davamlı ölçü kolbalarında həyata keçirilə bilər.

Həll olmayan material müşahidə edildiyi təqdirdə həll olma təzyiq altında həyata keçirilməlidir.

B.3.3 Kalibrləmə məhlulları

Tərəzidə hər biri (2000±10) mq olmaqla standart nümunənin (B.2.1) üç porsiyasını çəkin və B.3.2-də göstəriləni kimi həll edin, soyudun və hər birini tutumu 50 ml olan ölçü kolbasına tökün. Lazım olduğu təqdirdə kalibrləmə məhlullarının sayı artırıla bilər.

B.3.3.1 Boş məhlul.

Su ilə durulaşdırmaqla həcmi 50 ml-ə çatdırın və yaxşıca qarışdırın.

B.3.3.2 Kalibrləmə məhlulu 1.

2 ml ilkin məhlul A(5.4) və 2 ml ilkin məhlul B (5.5) əlavə edin, su ilə durulaşdırmaqla həcmi 50 ml-ə çatdırın və yaxşıca qarışdırın. Bu məhlul qeyri-stabildir və istifadədən dərhal əvvəl hazırlanmalıdır.

B.3.3.3 Kalibrləmə məhlulu 2.

2 ml ilkin məhlul C (5.6) və and 2 ml ilkin məhlul D (5.7) əlavə edin, su ilə durulaşdırmaqla həcmi 50 ml-ə çatdırın və yaxşıca qarışdırın. Bu məhlul qeyri-stabildir və istifadədən dərhal əvvəl hazırlanmalıdır.

İlkin məhlulların həcmi nümunədəki qatışıqların qatılığına uyğun olaraq azaldılmalıdır. Digər qatılıqlı kalibrləmə məhlullarını əlavə etməklə çox nöqtəli kalibrləmədən istifadə etmək mümkündür.

B.4 Sınaq nəticələrinin hesablanması və təqdim olunması

B.4.1 Nəticələrin təkrarlanabilirliyi

Təkrar müəyyən etmələr qatışıqların cəmi üçün 5%-dən az fərqlənən nəticələr verməlidir. Fərq bundan çox olduğu təqdirdə sınaq təkrar edilməlidir

LAYIHƏ

BİBLİOQRAFIYA

- [1] AZS ISO 9202, Zərgərlik məmullatları və qiymətli metallar — Qiymətli metal ərıntilərinin əyarı

LAYIHƏ

ICS 39.060

Açar sözləri: qiymətli metallar, qızıl, palladium, platinum, qiymətli metalların təyini, ICP-OES üsulu, fərqlər üsulu

LAQYIHE



Rəsmi nəşr
“Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu”
publik hüquqi şəxs

AZS ISO 15093:2024
Zərgərlik məmulatları və qiymətli metallar —
Yüksək təmizlikli qızılın, platinin və
palladiumun təyini — ICP-OES üsulundan
istifadə olunmaqla fərqlər üsulu