



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲۱۳۳
تجدید نظر اول
۱۳۹۹

INSO

2133

1st Revision

2021

Modification of
IS 2113:2014

جواهر و فلزات گرانبها -
عیارسنجی نقره در آلیاژهای نقره به روش
جرمسنجی - روش آزمون

**Jewellery and precious metals —
Assaying silver in silver alloys by
gravimetric method —
Test methods**

ICS: 39.060

استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۳۳ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۹

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 (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴۰۳۲۸ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization 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@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.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 پیشنهادهای 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)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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 - عیارسنجی نقره در آلیاژهای نقره به روش جرم‌سنجی - روش آزمون »

رئیس:

رضایی، بهزاد

(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

رجالی، فرحناز

(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیات علمی دانشگاه صنعتی اصفهان

رئیس گروه پژوهشی منطقه ای اصفهان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اعتزازیان، محمدتقی

(کارشناسی مدیریت)

مدیر عامل شرکت طلوع یاس سپاهان

امیدی، زهرا

(کارشناسی شیمی)

کارشناس استاندارد

بابائی، حمید

(دکتری شیمی تجزیه)

مدیر کنترل کیفیت شرکت نوین شیمیاری

خرم، نوید

(کارشناسی ارشد مکانیک)

مدیر کنترل کیفیت واحد تولیدی آسیا

ذهب صنیعی، محمد

(کارشناسی مکانیک)

مدیر واحد تولیدی ساوا

رجالی، محمد رضا

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

کارشناس استاندارد

سیفی، اسفندیار

(کارشناسی ارشد مدیریت صنعتی)

مدیر واحد تولیدی سیفی

اعضاء (اسامی به ترتیب حروف الفبا):

شجاعی، پیمان

(دیپلم برق)

شیشه بران، هوشنگ

(کارشناسی گوهرشناسی)

فرقدانی، مسعود

(کارشناسی ارشد مکانیک)

فرهمند، فرامرز

(کارشناسی شیمی)

محمدی، منوچهر

(کارشناسی مهندسی متالوژی)

نصر اصفهانی، پریسا

(دکتری شیمی تجزیه)

یوسفی، شیلا

(دکتری شیمی تجزیه)

ویراستار:

دولت‌شاهی، رضا

(کارشناسی ارشد شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

کارشناس اداره کل استاندارد استان اصفهان

رئیس اتحادیه طلا و جواهر و نقره و اصفهان

مدیر عامل شرکت نقره فرقدانی

رئیس گروه نظارت بر اجرای استانداردهای مکانیک و فلزشناسی

مدیر کنترل کیفیت معدن طلای موته

کارشناس پژوهشگاه استاندارد

کارشناس استاندارد

معاون ارزیابی انطباق اداره کل استاندارد استان اصفهان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ نمونه‌برداری
۲	۵ خلوص مواد موردنیاز
۳	۶ روش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد « جواهر و فلزات گرانبها- عیارسنجی نقره در آلیاژهای نقره به روش جرم‌سنجی - روش آزمون » که نخستین بار در سال ۱۳۷۳ 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 اشاره‌شده در مورد پ، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در اجلاس شماره ۱۰۶ کمیته ملی استاندارد فلزشناسی مورخ ۱۴/۱۱/۱۳۹۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان 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 خواهند 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 ۲۱۳۳: سال ۱۳۷۳ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد زیر به روش «ترجمه تغییر یافته» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی همراه با اعمال تغییرات با توجه به مقتضیات کشور است:

IS 2113:2014+Amd1:2016, Assaying silver in silver and silver alloys — Methods

جواهر و فلزات گرانبها - عیارسنجی نقره در آلیاژهای نقره به روش جرمسنجی - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین عیار نقره در نقره و آلیاژهای آن به روش جرمسنجی است. این روشها برای تعیین عیار نقره در آلیاژهای نقره در دامنه عیار استاندارد ملی ۲۱۳۲ (بهجز عیار ۹۹۹/۹ قسمت در هزار و بالاتر که در این موارد ناخالصیهای آلیاژ باید با روشی طبق توافق طرفین مشخص شود)، مناسب است.

یادآوری- برای تعیین عیار نقره، روشهای حجمسنجی مندرج در استانداردهای ملی ایران شماره ۸۱۱۱ و ۸۱۰۹ و برای آلیاژهای نقره ۹۹۹ قسمت در هزار استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۲۹ با استفاده از روش ICP-OES نیز استفاده می‌شود. **هشدار-** شرایط ایمنی و بهداشت در زمان انجام آزمون رعایت باید شود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۳۲، جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها- عیارهای رسمی آلیاژهای فلزات گرانبها

۲-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۲۰۶۹۶، آلیاژهای زینتی - نمونه‌برداری آلیاژ فلزات گرانبها برای آلیاژهای زینتی و مصنوعات.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

ترازوی حساس با دقت ۰/۰۱ میلی‌گرم استفاده می‌شود. برای محاسبه عیار نقره بر حسب قسمت در هزار به زیربند ۶-۶ مراجعه شود.

۲-۳

نقره شاهد

check silver

نقره‌ای با عیار معین کمینه ۹۹۹ قسمت در هزار است.

۴ نمونه‌برداری

نمونه‌برداری باید مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۶۹۶ انجام شود.

۵ خلوص مواد مورد نیاز

برای کلیه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با درجه تجزیه‌ای و از آب مقطر استفاده شود، به‌جز در مواردی که مشخص شده باشد.

۶ روش آزمون

۱-۶ اصول روش

نمونه در نیتریک اسید حل می‌شود و نقره با هیدروکلریک اسید به‌عنوان نقره کلرید رسوب می‌کند. رسوب از طریق صافی شیشه‌ای متخلخل (قیف بوخنر) که قبلاً توزین شده است، صاف، شستشو و خشک می‌شود.

۲-۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۲-۶ نیتریک اسید رقیق [۱:۱ (حجمی/حجمی) و ۳:۹۷ (حجمی/حجمی)]

۲-۲-۶ هیدروکلریک اسید رقیق [۱:۹ (حجمی/حجمی)]

۳-۶ وسایل لازم

۱-۳-۶ ترازو با حساسیت ۰/۰۱ میلی گرم

۲-۳-۶ بشرهای شیشه‌ای با ظرفیت ۲۵۰ میلی لیتر

۳-۳-۶ شیشه‌های ساعت با قطر ۷۵ میلی متر

۴-۳-۶ میله‌های شیشه‌ای با دو انتهای گرد

۵-۳-۶ صافی‌های شیشه‌ای متخلخل شماره ۳ (با تخلخل متوسط)

۶-۳-۶ پیست آب

۷-۳-۶ پمپ خلأ

۸-۳-۶ خشک کن تا دمای ۲۵۰ درجه سلسیوس

۹-۳-۶ خشکانه

۴-۶ روش کار

از هر نمونه سه آزمون به مقدار تقریبی ۱/۰۰ گرم با دقت ۰/۰۱ میلی گرم وزن کنید. سپس نمونه‌ها را به سه بشر ۲۵۰ میلی لیتری انتقال دهید. ۱۵ میلی لیتر نیتریک اسید رقیق به نسبت حجمی (۱:۱) اضافه کنید. سطح بشرها را با شیشه ساعت بپوشانید و به آرامی روی صفحه‌ی داغ حرارت دهید تا زمانی که نمونه‌ها کاملاً حل شوند. تمام بخارات نیتروز را خارج کنید.

بشرها را از صفحه‌ی داغ بردارید و شیشه ساعت‌ها را به‌دقت با آب شستشو دهید. محتویات بشرها را حدوداً با ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر رقیق کنید. مقدار ۲۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید رقیق به نسبت حجمی (۱:۹) به هرکدام یک از بشرها اضافه نمایید و به‌آرامی هم بزنید. جهت جلوگیری از هدر رفت نقره کلرید، هنگام هم زدن، بشرها را با شیشه ساعت بپوشانید. سپس آن‌ها روی صفحه داغ قرار دهید ولی نباید به نقطه‌ی جوش برسد. بعد از یک ساعت، با اضافه کردن چند قطره هیدروکلریک اسید رقیق به نسبت حجمی (۱:۹)، رسوب‌گیری کامل نقره را کنترل کنید. بشرها و محتویات آن‌ها را دست‌کم به مدت دو ساعت روی صفحه داغ نگه‌دارید (ترجیحاً در طول شب و در مکانی تاریک قرار دهید).

شیشه ساعت‌ها را از روی بشرها بردارید و آرام با آب مقطر شستشو دهید. همچنین دیواره بشرها را با آب شستشو دهید و از طریق صافی شیشه‌ای متخلخل که قبلاً تمیز، خشک و توزین شده است، با استفاده از پمپ خلأ صاف نمایید. با تغییر فشار پمپ، سرعت صاف کردن را طوری تنظیم نمایید که نه خیلی سریع و نه خیلی کند باشد. ۲ تا ۳ بار رسوب را با نیتریک اسید رقیق به نسبت حجمی (۳:۹۷) و سپس ۵ تا ۶ بار با آب مقطر بشویید.

صافی‌های شیشه‌ای متخلخل را همراه رسوب نقره کلرید در خشکانه در دمای ۱۴۰ درجه سلسیوس، در دست‌کم زمان یک ساعت، خشک کنید. صافی‌ها را در خشکانه قرار دهید و تا دمای اتاق خنک کنید و بعد از یک ساعت توزین کنید. این مراحل را آن‌قدر تکرار کنید تا جرم ثابت به دست آید.

۵-۶ محاسبات

عیار نقره مطابق فرمول شماره ۱ محاسبه می‌شود.

$$\text{نقره (برحسب قسمت در هزار)} = \frac{A}{B} \times 0.7526 \times 10^3 \quad (۱)$$

که در آن:

A جرم رسوب نقره کلرید برحسب گرم؛

B جرم نمونه برحسب گرم است.

یادآوری ۱- اگر طلا در آلیاژ وجود داشته باشد، پس از حل شدن نمونه‌ها در نیتریک اسید به نسبت حجمی (۱:۱)، نمونه را از طریق کاغذ صافی شماره ۱ صاف کنید. کاغذ صافی حاوی طلا را چندین بار با آب بشویید تا عاری از نقره شود.

یادآوری ۲- در صورت وجود قلع، محتویات را با حرارت کم تبخیر کنید تا تغلیظ گردد و قلع به‌عنوان متا استاتیک اسید رسوب کند. ۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید به نسبت حجمی (۱:۱) و ۲۰ میلی‌لیتر آب اضافه کنید و زمان دهید بشر روی صفحه داغ بماند تا رسوب ته‌نشین شود. رسوب را از طریق کاغذ صافی واتمن شماره ۴۲ صاف کنید و دست‌کم ۵-۶ بار با نیتریک اسید بشویید تا زمانی که عاری از نقره شود. سپس رسوب شدن نقره با هیدروکلریک اسید را مانند زیربند ۸-۵ ادامه دهید.

۶-۶ تکرارپذیری

نتایج تعیین مقدار تکرارهای سه‌گانه نباید اختلاف عیاری بیشتر از ۱ قسمت در هزار (‰) داشته باشد. اگر اختلاف بیشتر از این مقدار باشد، عیارسنجی باید تکرار شود.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

تغییرات اعمال شده در این استاندارد در مقایسه با استاندارد منبع

الف-۱ بخش‌های اضافه شده

- در عنوان استاندارد «به روش جرم‌سنجی» اضافه شده است
- در بند ۱، یادآوری اضافه شده است.
- همه مراجع الزامی بند ۲ اضافه شده است.
- در بند ۱، خط آخر، جمله «هشدار- شرایط ایمنی و بهداشت در زمان انجام آزمون باید رعایت شود.» اضافه شده است.
- کتاب‌نامه اضافه شده است.

الف-۲ بخش‌های جایگزین شده

- در بند مراجع الزامی، مرجع ردیف ۱-۲ جایگزین استاندارد IS 2112:2002 شده است.
- در بند ۴ جمله «نمونه‌برداری باید مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۶۹۶ انجام شود.» جایگزین متن بند ۴ شده است.
- شماره زیربندهای ۱-۵-۶، ۲-۵-۶، ۳-۵-۶ و ۴-۵-۶، حذف و متون زیر بندهای مذکور، به صورت یکجا در زیر بند ۵-۶ آورده شده است.

الف-۳ بخش‌های حذف شده

- در بند مراجع الزامی مراجع IS 264، IS 265، IS 1070 حذف شده اند.
- در بند ۱، عبارت «روش حجم‌سنجی» حذف شده است. از ورود به این موضوع در این استاندارد چشم‌پوشی شده است و موضوع به استانداردهای ملی ۸۱۱۱ و ۸۱۰۹ ارجاع شده است.
- در بند ۱ پاراگراف سوم

"The volumetric method can be used for silver of fineness 99.5 percent and below. These alloys may contain copper, zinc, cadmium and palladium. These elements, except palladium, which must be precipitated before titration, do not interfere with this method of determination of silver".

حذف شده است.

- در بند ۲ مراجع

264 : 1976 Nitric acid (second revision)

265 : 1993 Hydrochloric acid (fourth revision)

1 070 : 1 992 Reagent grade water (third revision)

2112: 2002 Silver jewellery/artefacts — Fineness and hallmarking

حذف شده است.

- بندهای ۷، ۸، ۹ و ۱۰ که مربوط به روش حجم‌سنجی بوده‌اند، حذف شده‌اند.

کتابنامه

1- ISO 11427, Jewellery - Determination of silver in silver jewellery alloys - Volumetric (potentiometric) method using potassium bromide

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۱۱، سال ۱۳۹۵، اندازه‌گیری مقدار نقره در آلیاژهای زینتی نقره - روش حجم‌سنجی (پتانسیومتری) با استفاده از پتاسیم بروماید، با استفاده از استاندارد ISO 11427:2014 تدوین شده است.

2- ISO 13756, Jewellery — Determination of silver in silver jewellery alloys - Volumetric (potentiometric) method using sodium chloride or potassium chloride

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۰۹: سال ۱۳۹۵، آلیاژهای زینتی - اندازه‌گیری مقدار نقره در آلیاژهای زینتی نقره - روش حجم‌سنجی (پتانسیومتری) با استفاده از سدیم کلراید یا پتاسیم کلراید، با استفاده از استاندارد ISO 13756:2015 تدوین شده است.

3- ISO 15096, Jewellery — Determination of silver in 9990/00 silver jewellery alloys
Difference method using ICP-OES

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۲۹: سال ۱۳۹۵، آلیاژهای زینتی - تعیین نقره در آلیاژهای نقره ۹۹۹ در هزار - روشی متفاوت با استفاده از ICP-OES، با استفاده از استاندارد ISO 15096:2014 تدوین شده است.