



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۸۱۰۹

تجدیدنظر اول

۱۳۹۴

INSO

8109

1st. Revision

2016

آلیاژهای زینتی - اندازه گیری مقدار  
نقره در آلیاژهای زینتی نقره - روش  
حجم سنجی (پتانسیومتری) با استفاده  
از سدیم کلراید یا پتاسیم کلراید

**Jewellery- Determination of  
silver in silver jewellery alloys -  
Volumetric (potentiometric)  
method using sodium chloride or  
potassium chloride**

ICS: 39.060

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.org>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No.1294 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.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

Website: <http://www.isiri.org>

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به 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)<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 استانداردهای 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« آلیاژهای زینتی - اندازه گیری مقدار نقره در آلیاژهای زینتی نقره - روش حجم سنجی

(پتانسیومتری) با استفاده از سدیم کلراید یا پتاسیم کلراید «

(تجدید نظر اول)

رئیس:

رضایی، بهزاد

(دکترای شیمی تجزیه)

دبیر:

رجالی، فرحناز

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضوهیات علمی دانشگاه صنعتی اصفهان

اداره کل استاندارد استان اصفهان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آیتی، ابراهیم

(دکترای شیمی آلی)

آزمایشگاه طلای کوثر

احمدی، فضل اله

(کارشناسی)

آزمایشگاه زیریک

امیدی، زهرا

(کارشناسی شیمی)

کارشناس استاندارد

اعتزازیان، محمد تقی

(کارشناسی مدیریت)

شرکت یاس آوا

پورزرگر، آرش

(کارشناسی مهندسی صنایع)

شرکت بینا آزما

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

اداره کل استاندارد استان اصفهان	دولتشاهی، رضا (کارشناسی ارشد شیمی)
کارشناس استاندارد	رجالی، محمد رضا (کارشناسی مهندسی مکانیک)
اتحادیه طلا و جواهر و نقره و اصفهان	شیشه بران، هوشنگ (کارشناسی گوهر شناسی)
شرکت طلوع یاس سپاهان	شیرانی، محمد (کارشناسی متالوژی)
اتحادیه طلا و جواهر و نقره و اصفهان	طباحی، محسن (دیپلم فنی)
سازمان ملی استاندارد ایران	فرهمند، فرامرز (کارشناسی شیمی)
شرکت تهیه و تولید مواد معدنی ایران	محمدی، منوچهر (کارشناسی مهندسی متالوژی)
اداره کل استاندارد استان فارس	مصلائی، مهرداد (فوق لیسانس شیمی)
شرکت معیار گستر نقش جهان	ورد، احمد (کارشناسی ارشد مهندسی عمران)

ویراستار:

اداره کل استاندارد استان اصفهان	ربیعی مبارکه، افشین (کارشناسی مهندسی مواد)
---------------------------------	---

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول روش
۱	۴ مواد لازم
۲	۵ وسایل لازم
۳	۶ نمونه برداری
۳	۷ روش اجرای آزمون
۴	۸ بیان نتایج
۵	۹ گزارش آزمون

## پیش‌گفتار

استاندارد «آلیاژهای زینتی - اندازه‌گیری مقدار نقره در آلیاژهای زینتی نقره - روش حجم‌سنجی (پتانسیومتری)» با استفاده از سدیم کلراید یا پتاسیم کلراید « که نخستین بار در سال ۱۳۸۴ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزار و سیصد و سی و سومین اجلاس کمیته ملی مکانیک و فلزشناسی مورخ ۹۴/۱۱/۲۷ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، 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 ۸۱۰۹: سال ۱۳۸۴ می‌شود.

منبع و مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 13756:2015 Jewellery - Determination of silver in silver jewellery alloys - Volumetric (potentiometric) method using sodium chloride or potassium chloride

## آلیاژهای زینتی - اندازه گیری مقدار نقره در آلیاژهای زینتی نقره - روش حجم سنجی (پتانسیومتری) با استفاده از سدیم کلراید یا پتاسیم کلراید

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه گیری نقره، به روش حجم سنجی، در آلیاژهای زینتی نقره که بهتر است عیار آن‌ها در دامنه عیارهای مندرج در استاندارد ملی ایران به شماره ۲۱۳۲ سال ۱۳۹۲ قرار دارد، می‌باشد. این آلیاژها ممکن است حاوی مس، روی، کادمیوم و پالادیم باشد. به غیر از پالادیم که پیش از آغاز حجم سنجی رسوب می‌کند، سایر عناصر فوق در روش اندازه گیری، ایجاد مزاحمت نخواهد کرد.

**یادآوری-** این روش به عنوان روش جایگزین برای استاندارد ملی ایران به شماره ۸۱۱۱ آلیاژهای زینتی - اندازه گیری مقدار نقره در آلیاژهای زینتی نقره روش حجم سنجی (پتانسیومتری) با استفاده از پتاسیم بروماید، که یک روش مرجع است، به کار می‌رود.

### 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، مصنوعات تزئینی - عیارهای رسمی آلیاژ فلزات گرانبها.

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۶۹۶، آلیاژهای زینتی - نمونه برداری آلیاژ فلزات گرانبها برای آلیاژهای زینتی و مصنوعات مرتبط.

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۱۱، آلیاژهای زینتی - اندازه گیری مقدار نقره در آلیاژهای زینتی نقره - روش حجم سنجی (پتانسیومتری) با استفاده از پتاسیم بروماید

### ۳ اصول آزمون

نمونه را در نیتریک اسید رقیق حل کرده و مقدار نقره موجود در محلول توسط روش حجم سنجی با محلول پتاسیم کلرید و یا سدیم کلرید استاندارد، از طریق تعیین نقطه اکی والان به روش پتانسیومتری، اندازه گیری می‌شود.



#### ۴ مواد لازم

در تمام موارد و مراحل اندازه گیری، باید از مواد با درجه خلوص تجزیه ای و آب مقطر خالص و یا آب معادل آن، استفاده کنید.

۴-۱ نیتریک اسید ( $\text{HNO}_3$ ) ۳۳٪ جرمی

تا حد امکان عاری از هالیدها (با محلول نیترات نقره آزمایش کنید).

۴-۲ محلول سدیم کلرید، ۰/۱ مول در لیتر،  $c[\text{NaCl}] = 0.1 \text{ mol/lit}$

مقدار ۵/۸۴ گرم سدیم کلرید (خشک شده در ۱۰۵ درجه سلسیوس) را در آب حل کرده و حجم آن را به یک لیتر برسانید.

۴-۳ محلول پتاسیم کلرید، یک دهم مول در لیتر،  $c[\text{KCl}] = 0.1 \text{ mol/lit}$

۷/۴۴ گرم پتاسیم کلرید (خشک شده در دمای ۱۰۵ درجه سلسیوس) را در آب حل کرده و حجم آن را به یک لیتر برسانید.

۴-۴ محلول دی سدیم دی متیل گلی اکسیم ۸ آبه

مقدار ۱۰ گرم دی سدیم دی متیل گلی اکسیم هشت آبه را در یک لیتر آب حل کنید.

۴-۵ نقره با حداقل خلوص ۹۹۹/۹ قسمت در هزار وزنی (%)

#### ۵ وسایل

۵-۱ وسایل معمول آزمایشگاهی

۵-۲ بورت از نوع پیستونی و یا خودکار

با قابلیت اتصال به یک پتانسیومتر یا تیتروکننده خودکار که قادر به افزایش حجم ۰/۰۵ میلی لیتر در حوالی نقطه اکی والان باشد.

۵-۳ وسیله تیتراسیون

شامل الکتروود نقره یا الکتروود نقره با پوشش کلرید نقره و الکتروود جیوه /سولفات جیوه ( $\text{Hg} / \text{Hg}_2\text{SO}_4$ ) ، یا سایر الکتروودهای مرجع مناسب.

برای تهیه الکتروود نقره پوشش داده شده با کلرید نقره به روش الکترولیز، در یک ظرف محتوی محلول رقیق ۰/۱ مول بر لیتر اسید کلریدریک، یک میله نقره به عنوان آند قرار داده و شدت جریان  $1 \text{ mA/cm}^2$  به

مدت تقریبی یک ساعت اعمال کنید تا سطح نقره به طور کامل توسط کلرید نقره، پوشیده شود.

#### ۶ نمونه برداری

روش نمونه برداری برای آلیاژهای نقره باید مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۲۰۶۹۶ باشد.

## ۷ روش اجرای آزمون

هشدار- توصیه می شود شرایط سلامتی و ایمنی در زمان انجام آزمون رعایت شود.

### ۷-۱ اندازه گیری ضریب محلول استاندارد پتاسیم کلرید یا سدیم کلرید

#### ۷-۱-۱ تهیه محلول های استاندارد نقره

سه نمونه نقره (طبق بند ۴-۵) هر یک به وزن ۳۰۰ میلی گرم تا ۵۰۰ میلی گرم را با دقت ۰/۰۱ میلی گرم وزن کنید و به سه بشر شیشه ای منتقل کنید. مقدار ۵ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۴-۱) به هر بشر افزوده و به آرامی گرم کنید تا نقره حل شود. در بشرها را با شیشه ساعت بپوشانید و تا خاتمه خروج اکسیدهای نیتروژن، حرارت را ادامه دهید. پس از خنک شدن محلول، شیشه های ساعت را با آب مقطر در داخل بشر بشوئید. حداقل حجم آب مورد نیاز جهت تیتراسیون را، حدود ۲۰ میلی لیتر تا ۶۰ میلی لیتر، به محلول اضافه کرده و به دستگاه تیتراسیون (طبق بند ۳-۵)، منتقل و با هم زدن مداوم، اندازه گیری کنید.

جرم نمونه های نقره استاندارد، نباید از جرم نقره موجود در نمونه (طبق بند ۸-۱)، بیشتر از ۲۰ میلی گرم باشد.

#### ۷-۱-۲ تیتراسیون محلول استاندارد نقره

به یک بورت پیستونی (طبق بند ۵-۲) و در حال هم زدن مداوم، به مقدار کافی محلول استاندارد سدیم کلرید (طبق بند ۴-۲) یا پتاسیم کلرید (طبق بند ۴-۳)، اضافه کنید تا در حدود ۹۵٪ نقره موجود در محلول رسوب کند. باقی مانده نقره را طوری تیترا کنید که نقطه اکی والان را بتوان با افزودن ۰/۰۵ میلی لیتر محلول پتاسیم کلرید یا سدیم کلرید، تعیین کرد.

یادآوری- تیتراسیون ناپیوسته را می توان به صورت خودکار، با استفاده از تیترا تور خودکار که حجم محلول خروجی از آن برحسب اختلاف پتانسیل دو سر الکترودهای داخل ظرف تیتراسیون تغییر می کند، نیز انجام داد. (طبق بند ۵-۳).

#### ۷-۱-۳ محاسبه فاکتور محلول استاندارد کلرید پتاسیم و یا کلرید سدیم

ضریب محلول استاندارد پتاسیم بروماید،  $F$ ، با استفاده از فرمول (۱) به شرح زیر محاسبه می شود:

$$F = \frac{m_{AgF}}{V_{AgF}} \quad (1)$$

که در آن:

$m_{AgF}$  جرم نقره برحسب میلی گرم؛

$V_{AgF}$  حجم محلول پتاسیم کلرید یا سدیم کلرید در نقطه اکی والان برحسب میلی لیتر.

هریک از اندازه گیری ها برای تعیین ضریب، نباید بیشتر از ۰/۰۵٪ با هم دیگر تفاوت داشته باشد. میانگین ( $\bar{F}$ ) در محاسبات بعدی برای حداکثر صحت مورد استفاده قرار می گیرد. ضریب محلول استاندارد پتاسیم کلرید یا سدیم کلرید، باید بلافاصله قبل از اندازه گیری آزمون، تعیین شود.

## ۷-۲ روش اندازه گیری

### ۷-۲-۱ تهیه محلول نمونه

مقدار بین ۳۰۰ میلی گرم تا ۵۰۰ میلی گرم نمونه را با دقت ۰٫۰۱ میلی گرم وزن کنید و به یک بشر شیشه ای منتقل کنید. مقدار ۵ میلی لیتر نیتریک اسید (مطابق با بند ۴-۱) به آن افزوده و به آرامی گرم کنید تا آلیاژ حل شود. در بشرها را با شیشه ساعت بپوشانید و تا خاتمه خروج اکسیدهای نیتروژن، حرارت دادن را ادامه دهید. پس از خنک شدن محلول، شیشه های ساعت را با آب مقطر در داخل بشر بشوئید. حداقل حجم آب مورد نیاز جهت تیتراسیون را به محلول اضافه کرده و با هم زدن مداوم به دستگاه تیتراسیون (طبق بند ۳-۵)، منتقل کنید. مطابق بند ۷-۱-۱ آب اضافه کنید.

### ۷-۲-۲ حذف پالادیم

در صورت وجود پالادیم، باید آن را با افزایش محلول آبی دی سدیم دی متیل گلی اکسیم هشت آبه (مطابق با بند ۴-۴)، حذف کرد. برای هر ۱۰۰ میلی گرم پالادیم مقدار ۵۰ میلی لیتر از این محلول را پیش از آغاز تیتراسیون، اضافه کنید.

### ۷-۲-۳ تیتراسیون محلول نمونه

دقیقاً مانند محلول استاندارد، عمل کنید. ممکن است یک اندازه گیری آزمایشی و تقریبی برای تخمین حدود مقدار نقره موجود، مورد نیاز باشد.

## ۸ بیان نتایج

### ۸-۱ روش محاسبه

جرم نقره، ( $m_{Ags}$ )، در آزمون برحسب میلی گرم با استفاده از فرمول (۲) به دست می آید:

$$m_{Ags} = \bar{F} \cdot V_{Ags} \quad (2)$$

که در آن:

$\bar{F}$  میانگین مقدار ضریب محلول استاندارد پتاسیم کلرید یا سدیم کلرید، برحسب میلی گرم نقره در هر میلی لیتر محلول؛

$V_{Ags}$  حجم محلول پتاسیم کلرید یا سدیم کلرید در نقطه اکی والان، برحسب میلی لیتر.

مقدار نقره موجود در نمونه ( $W_{Ag}$ ) برحسب قسمت در هزار جرمی (%،) با استفاده از فرمول (۳) محاسبه می شود:

$$W_{Ag} = \frac{m_{Ags}}{m_s} \times 10^3 \quad (3)$$

که در آن:

$m_s$  جرم نمونه برحسب میلی گرم است.

## ۸-۲ تکرار پذیری

اختلاف نتایج دو آزمون بر روی یک نمونه، باید کمتر از یک قسمت در هزار قسمت جرمی (% نقره باشد و در صورت اختلاف بیشتر از این رقم، آزمون عیار سنجی باید مجدداً تکرار شود.

## ۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

الف- مشخصات نمونه شامل محل نمونه برداری، تاریخ دریافت و شکل نمونه؛

ب- روش نمونه برداری؛

پ- روش کار و ارجاع به این استاندارد ملی؛

ت- مقدار نقره در نمونه برحسب قسمت در هزار جرمی (% به صورت مقادیر جدا و مقادیر میانگین؛

ث- هر گونه انحراف، در صورت وجود، از روش شرح داده شده در این استاندارد؛

ج- تاریخ انجام آزمون؛

چ- مشخصات آزمایشگاهی که آزمون در آن انجام شده است؛

ح- امضاء مدیر آزمایشگاه و آزمون کننده.