



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۸۱۱۱

تجدیدنظر اول

۱۳۹۴

INSO

8111

1st. Revision

2016

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

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

ICS: 39.060

استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۱۱ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۴

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

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

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)^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 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 پتاسیم بروماید»

(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 زرینک

اعتزازیان، محمد تقی

(کارشناسی مدیریت)

شرکت یاس آوا

پورزرگر، آرش

(کارشناسی مهندسی صنایع)

شرکت بینا آزما

دولت‌شاهی، رضا

(کارشناسی ارشد شیمی)

اداره کل استاندارد استان اصفهان

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	طبّاحی، 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
۲	۶ نمونه برداری
۳	۷ روش اجرای آزمون
۴	۸ بیان نتایج
۴	۹ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد «آلیاژهای زینتی - اندازه‌گیری مقدار نقره در آلیاژهای زینتی نقره - روش حجم‌سنجی (پتانسیومتری) با استفاده از پتاسیم بروماید» 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 ۸۱۱۱: سال ۱۳۸۴ می‌شود.

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

ISO 11427:2014, Jewellery -Determination of silver in silver jewellery alloys -Volumetric (potentiometric) method using potassium bromide

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

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه گیری نقره در آلیاژهای زینتی نقره‌ای که ترجیحا عیار آن‌ها در دامنه عیارهای مندرج در استاندارد ملی ایران به شماره ۲۱۳۲ سال ۱۳۹۲ قرار دارد، به روش حجم سنجی 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 شرح داده شده در بالا در روش اندازه گیری، ایجاد مزاحمت نخواهد کرد. این روش، به عنوان روش مرجع در موارد داوری برای اندازه گیری خلوص نقره در آلیاژهای دارای فلزات گرانبهایی که در استاندارد ملی ایران به شماره ۲۱۳۲ ذکر شده اند، 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 ۲۱۳۲- مصنوعات تزئینی - عیارهای رسمی آلیاژ فلزات گرانبها.

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

۳-۲ اصول روش

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

۴ مواد لازم

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

۱-۴ نیتریک اسید % ۳۳ (جرمی)

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

۲-۴ پتاسیم بروماید، $c[\text{KBr}] = 0.1 \text{ mol/lit}$

محلول ۰٫۱ مول در لیتر KBr، مقدار ۱۱٫۹۰۱ گرم پتاسیم بروماید (خشک شده در ۱۰۵ درجه سلسیوس) را در آب حل کرده و حجم آن را به یک لیتر برسانید.

۳-۴ محلول دی سدیم متیل گلی اکسیم هشت آبه

مقدار ۱۰ گرم دی سدیم متیل گلی اکسیم هشت آبه را در آب حل کرده و حجم آن را به یک لیتر برسانید.

۴-۴ نقره خالص

با حداقل خلوص ۹۹۹٫۹ قسمت در هزار وزنی

۵ وسایل مورد نیاز

۱-۵ وسایل معمول آزمایشگاهی

۲-۵ 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.

۳-۵ وسیله تیتراسیون

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

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 ایمنی و بهداشت در زمان انجام آزمون رعایت شود.

۱-۷ اندازه گیری ضریب پتاسیم برماید

۲-۷ تهیه استانداردهای نقره

سه نمونه نقره (طبق بند ۴-۴) 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 به محلول اضافه کرده و با هم زدن مداوم به دستگاه تیتراسیون (طبق بند ۵-۳)، منتقل کنید.

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

۲-۱-۷ تیتراسیون محلول استاندارد نقره

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

۳-۱-۷ محاسبه ضریب محلول استاندارد پتاسیم بروماید

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 بروماید 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 و میانگین (\bar{F}) در محاسبات بعدی برای حداکثر صحت مورد استفاده قرار گیرد. ضریب پتاسیم بروماید، باید بلافاصله قبل از اندازه گیری آزمون، تعیین شود.

۲-۷ روش اندازه گیری

۱-۲-۷ 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 (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 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.

۲-۲-۷ حذف پالادیم

در صورت وجود پالادیم، باید آن را با افزایش محلول آبی دی سدیم دی متیل گلی اکسیم هشت آبه (طبق بند ۳-۴)، حذف کرد. برای هر ۱۰۰ میلی گرم پالادیم مقدار ۵۰ میلی لیتر از این محلول را پیش از آغاز تیتراسیون، اضافه کنید.

۳-۲-۷ 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

۱-۸ محاسبات

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

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

\bar{F} میانگین مقدار ضریب محلول پتاسیم بروماید برحسب میلی گرم نقره در هر میلی لیتر محلول؛ V_{Ags} حجم محلول پتاسیم بروماید در نقطه اکی والان برحسب میلی لیتر.

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

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

که در آن:

m_s جرم نمونه برحسب میلی گرم (طبق بند ۱-۲-۷) است.

۲-۸ 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- غلظت نقره در نمونه برحسب قسمت در هزار جرمی (%) به صورت مقادیر مجزا 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.