

| | | |
|--|------------------------------------|--|
| HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH | N O R M A B R A N Ż O W A | BN-90 |
| | Metale wysokiej czystości | 0871-02 |
| | Srebro | Zamiast BN-70/0871-02 BN-70/0871-03 BN-70/0885-06 |
| | | Grupa katalogowa 03504 |

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest srebro wysokiej czystości w postaci proszku dendrytycznego, krążków prasowanych z proszku, granulek, taśm, drutów, prętów i wlewków. Srebro wysokiej czystości otrzymywane jest na drodze rafinacji elektrolitycznej, a niektóre wyroby z niego — dodatkowo na drodze rafinacji próżniowej oraz przeróbki plastycznej.

Srebro wysokiej czystości stosowane jest w postaci taśm, drutów, prętów, do wytwarzania targetów, do procesów napyłania, do wytwarzania stopów specjalnych.

drę

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od składu chemicznego wyróżnia się następujące gatunki srebra:

- Ag 6N zawartości Ag minimum 99,9999%
- Ag 5N5¹Ek zawartości Ag minimum 99,9995%
- Ag 5N o zawartości Ag minimum 99,999%

2.2. Postacie

- proszek dendrytyczny,
- krążki prasowane z proszku,
- granulki,
- taśmy,
- pręty,
- wlewki.

2.3. Przykład oznaczenia

a) wlewka ze srebra wysokiej czystości w gatunku Ag 5N5:

WLEWEK Ag 5N5 BN-90/0871-02

b) proszku dendrytycznego ze srebra wysokiej czystości w gatunku Ag 6N:

PROSZEK DENDRYTYCZNY Ag 6N BN-90/0871-02

3. WYMAGANIA

3.1. Powierzchnia

3.1.1. Powierzchnia proszku dendrytycznego i krążków prasowanych z proszku powinna być srebrzysta, wolna od zanieczyszczeń mechanicznych.

3.1.2. Powierzchnia granulek powinna być gładka, czysta, bez pęknięć, odłamań, plam oraz obcych wtrąceń.

3.1.3. Powierzchnia taśm, drutów i prętów powinna być gładka, czysta, bez pęknięć, rys, złuszczeń, pęcherzy, rozwarstwień, załamań, wyszczerbień, plam oraz obcych wtrąceń.

3.1.4. Powierzchnia wlewków powinna być skórowana, bez plam i obcych wtrąceń. Nie powinna mieć pęcherzy, łusek. Dopuszcza się miejscowe dłutowanie zanieczyszczeń, nie głębiej jednak niż 5 mm przy zachowaniu stosunku szerokości do głębokości dłutowania minimum 5:1. Ślady po usunięciu wad powinny mieć łagodne przejścia.

3.2. Kształt i wymiary

3.2.1. Kształt i struktura proszku dendrytycznego. Kształt i struktura ziarn są dendrytyczne.

3.2.2. Wymiary krążków prasowanych z proszku powinny wynosić:

- średnica: 50, 60, 70, 80, 90, 100, 120 mm ± 1 mm
- grubość: 10, 20, 30, 40, 50 mm ± 1 mm

Dopuszcza się produkcję krążków o innych wymiarach, po uprzednim uzgodnieniu pomiędzy wytwórcą a zamawiającym.

3.2.3. Kształt i wymiary granulek. Kształt granulek jest dowolny o wymiarach od 0,5 do 5 mm. Dopuszcza się granulki o większych wymiarach, po uprzednim uzgodnieniu pomiędzy wytwórcą a zamawiającym.

3.2.4. Wymiary taśm, drutów i prętów należy uzgodnić pomiędzy wytwórcą a zamawiającym.

3.2.5. Kształt i wymiary wlewków. Wlewki mają kształt ściętego stożka, zbieżnego ku dołowi, o średnicy stopy wlewka 40 ± 1 mm, a głowy wlewka 50 ± 1 mm. Długość wlewka — do 450 mm, masa — do 9,0 kg.

Dopuszcza się wlewki o innych wymiarach, po uprzednim uzgodnieniu pomiędzy wytwórcą a zamawiającym.

Zgłoszona przez Centrum Naukowo-Produkcyjne Materiałów Elektronicznych
Ustanowiona przez Dyrektora Naukowo-Produkcyjnego Centrum Półprzewodników dnia 22 lutego 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1990, poz. 11)

3.3. Zawartość zanieczyszczeń — wg tabl. 1.

Tablica 1

| Gatunek | | Skład zawartości zanieczyszczeń | | | | | | | | | | | |
|------------|--------|--|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|--------|
| | | Dopuszczalne zanieczyszczenia, $\times 10^{-4}\%$ wag. | | | | | | | | | | | |
| Znak | Cecha | Au | Fe | Cu | Bi | Pb | Pt | Pd | Cd | Al | Sb | Zn | ogółem |
| Ag 99,9999 | Ag 6N | 0,1 | 0,5 | 0,3 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,3 | 0,1 | 0,2 | 0,2 | 0,5 | 1 |
| Ag 99,9995 | Ag 5N5 | 0,3 | 0,8 | 0,5 | 0,1 | 0,3 | 0,5 | 1 | 0,3 | 0,5 | 0,3 | 3 | 5 |
| Ag 99,999 | Ag 5N | 0,5 | 1 | 0,5 | 0,1 | 0,5 | 1 | 3 | 0,3 | 0,5 | 0,3 | 5 | 10 |

Po uzgodnieniu między wytwórcą i zamawiającym dopuszcza się produkcję srebra wysokiej czystości o innej zawartości zanieczyszczeń przy zachowaniu warunku, że suma ich nie przekroczy dopuszczalnej zawartości podanej w tabl. 1.

3.4. Wilgotność proszku dendrytycznego, krążków prasowanych z proszku i granulek nie powinna przekraczać 0,1%. Wilgotności taśm, drutów, prętów i wlewków nie oznacza się.

3.5. „Czarny nalot“. Po przeprowadzeniu próby srebra na „czarny nalot“ na jego powierzchni nie powinny być widoczne zanieczyszczenia i plamy o zabarwieniu innym niż srebro.

3.6. Cechowanie. Wyrobów ze srebra wysokiej czystości bezpośrednio nie cechuje się.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Pakowanie proszku dendrytycznego. Proszek dendrytyczny należy pakować do podwójnego woreczka z folii polietylenowej. Masa jednostkowego opakowania nie powinna przekraczać 10 kg. Woreczki należy zgrzać i tymczasowo zamknąć w pojemnikach metalowych lub innych światłoszczelnych.

4.1.2. Pakowanie krążków prasowanych z proszku. Krążki należy pakować do podwójnego woreczka polietylenowego, woreczki zgrzać, następnie umieścić w opakowaniu zbiorczym. Masa jednostkowego opakowania w woreczku nie powinna przekraczać 10 kg.

4.1.3. Pakowanie granulek. Granulki należy pakować do podwójnych woreczków lub słoików polietylenowych. Masa jednostkowego opakowania granulek nie powinna przekraczać 10 kg. Na żądanie zamawiającego masy do 1,0 kg mogą być dostarczane w opakowaniach minimum 0,1 kg.

4.1.4. Pakowanie taśm i drutów. Taśmę i drut należy nawinąć na czystą szpulę z tworzywa sztucznego, bez poplątań, wielowarstwowo tak, aby warstwa zewnętrzna znajdowała się minimum 1 mm poniżej kołnierza szpuli. Każdą szpulę z taśmą lub drutem należy umieścić w woreczku polietylenowym i zamknąć go poprzez zgrzanie.

Masa jednostkowego opakowania taśmy lub drutu nie może przekraczać 5 kg.

4.1.5. Pakowanie prętów i wlewków. Każdy pręt i wlewkę należy pakować do woreczka polietylenowego i zamknąć go poprzez zgrzanie.

4.1.6. Pakowanie zbiorcze. Jednostkowe opakowania wyrobów ze srebra wysokiej czystości należy umieszczać w opakowaniu zbiorczym: pojemniku metalowym lub skrzynce drewnianej, wielowarstwowo. Warstwy krążków należy przełożyć i uszczelnić watą celulozową, w celu zabezpieczenia ich przed mechanicznym uszkodzeniem. Masa wyrobów w opakowaniu zbiorczym nie powinna przekraczać 50 kg.

Do każdego jednostkowego oraz zbiorczego opakowania wyrobów ze srebra wysokiej czystości należy przymocować przywieszkę, zawierającą co najmniej:

- znak wytwórcy,
- oznaczenie wyrobu,
- numer partii,
- masę netto,
- datę produkcji.

4.2. Przechowywanie. Wyroby opakowane wg 4.1 należy przechowywać w suchych, czystych pomieszczeniach, wolnych od par i gazów agresywnych wobec srebra i opakowań.

4.3. Transport. Wyroby opakowane wg 4.1 należy przewozić w czystych i krytych środkach transportowych z zachowaniem obowiązujących przepisów.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie powierzchni (3.1),
- sprawdzenie wymiarów (3.2),
- sprawdzenie zawartości zanieczyszczeń (3.3),
- sprawdzenie wilgotności (3.4),
- badanie na obecność „czarnego nalotu“ (3.5) — wykonuje się tylko na żądanie zamawiającego.

5.2. Kontrola jakości wyrobów

5.2.1. Partia. Partię wyrobów stanowi proszek dendrytyczny, krążki prasowane z proszku, granulki, taśmy, druty, pręty lub wlewki pochodzące z jednego cyklu technologicznego, począwszy od procesu rafinacji elektrolitycznej. Wielkości partii nie ogranicza się.

5.2.2. Pobieranie próbek

5.2.2.1. Próbki do sprawdzenia powierzchni

a) wygląd proszku dendrytycznego i granulek sprawdza się na próbkach o masie 60 g, pobranych z trzech losowo wybranych jednostkowych opakowań przez odsypanie po 20 g z każdego i uśrednienie przez wymieszanie,

b) sprawdzeniu podlega 10% losowo pobranych krążków prasowanych z proszku, z każdego opakowa-

nia zbiorczego, metr bieżący każdej szpuli taśmy i drutu, po odwinięciu z nich pierwszych trzech metrów wyrobu oraz wszystkie pręty i wlewki.

5.2.2.2. Próbkki do sprawdzenia wymiarów. Sprawdzeniu wymiarów podlega 10% losowo pobranych krążków prasowanych z proszku, z każdego opakowania zbiorczego, wszystkie taśmy, druty, pręty i wlewki. Pomiar taśm i drutów przeprowadza się w odległości 250 i 500 mm od ich początku.

5.2.2.3. Próbkki do sprawdzenia zawartości zanieczyszczeń. Sprawdzenie zawartości zanieczyszczeń dla każdej partii wyrobu wykonuje się na próbkach pobranych z każdego opakowania zbiorczego:

a) z proszku dendrytycznego i granulek — wg 5.2.2.1a),

b) z krążków prasowanych z proszku — przez nacięcie nożem ze stali szybko tnącej trzech krążków pobranych losowo z trzech opakowań jednostkowych,

c) z taśm, drutów i prętów — przez odcięcie nożem ze stali szybko tnącej w odległości nie większej niż 500 mm od ich początku z trzech losowo wybranych opakowań jednostkowych,

d) z wlewków — przez nawiercenie wiertłem ze stali szybko tnącej trzech wlewków w trzech miejscach. Próbkki należy pobrać na $\frac{4}{5}$, $\frac{1}{2}$ i $\frac{3}{4}$ wysokości wlewka.

Masa uśredniona przez wymieszanie próbki powinna wynosić co najmniej 40 g. Próbkę należy opakować w torebkę z folii polietylenowej. Na torebce należy umieścić przywieszkę zawierającą:

- nazwę wyrobu,
- numer partii,
- datę pobrania próbki,
- masę próbki.

5.2.2.4. Próbkki do sprawdzenia wilgotności. Sprawdzenie wilgotności:

a) proszku dendrytycznego i granulek przeprowadza się na próbce pobranej wg 5.2.2.1a),

b) krążków prasowanych z proszku — na próbce pobranej wg 5.2.2.3b).

Masa próbki do oznaczania wilgotności powinna wynosić co najmniej 30 g.

5.2.2.5. Próbkki do sprawdzenia „czarnego nalotu“.

Sprawdzenie obecności „czarnego nalotu“ wykonuje się na próbkach pobranych wg 5.2.2.2 (wykonuje się tylko na żądanie zamawiającego).

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzenie powierzchni przeprowadza się nie uzbrojonym okiem.

5.3.2. Sprawdzenie wymiarów

a) granulek — przeprowadza się pod lupą o powiększeniu 3- 4-krotnym z podziałką,

b) krążków prasowanych z proszku, taśm, drutów, prętów i wlewków — przeprowadza się przyrządami zapewniającymi dokładność pomiaru o jedną klasę wymiarową wyższą niż żądana tolerancja wymiarowa danego wyrobu.

5.3.3. Sprawdzenie zawartości zanieczyszczeń

5.3.3.1. Metoda oznaczania. Sprawdzenie składu chemicznego należy przeprowadzić metodą spektrometryczną. Oznaczaniu podlegają zanieczyszczenia podane

w tabl. 1. Metoda oznaczania polega na rozpuszczeniu próbki w kwasie azotowym, oddzieleniu srebra w postaci osadu $AgCl$, analizie spektrograficznej zanieczyszczeń osadzonych na kolektorze grafitowym, wzbudzeniu widm wzorców i próbek, rejestracji na płycie fotograficznej, wykreśleniu krzywych analitycznych dla wszystkich pierwiastków na podstawie pomiaru fotometrycznego zaczerwień linii w próbkach wzorcowych i następnie odczytaniu z krzywych analitycznych zawartości oznaczonych pierwiastków w badanych próbkach.

5.3.3.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrograf kwarcowy średniej dyspersji.

b) Trójstopniowy osłabiacz platynowy o przepuszczalności 10, 50 i 100%.

c) Generator łuku prądu stałego.

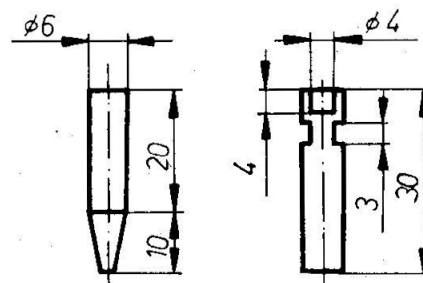
d) Mikrofotometr nierejestrujący.

e) Komora z wyciągiem hermetyzująca proces analizy.

f) Urządzenie grzewcze bez odkrytych części metalowych (w celu uniknięcia zanieczyszczenia próbki).

5.3.3.3. Materiały pomocnicze i odczynniki

a) Elektrody z węgla spektralnie czystego o średnicy 6 mm i kształcie, jak na rysunku.



BN-90/0871-02

b) Płyty fotograficzne twarde (np. ORWO, WK2).

c) Mieszanina podstawowa: proszek węglowy spektralnie czysty zawierający 0,005% Ag i 4% $NaCl$.

d) Kwas solny spektralnie czysty, roztwór 1:1.

e) Kwas azotowy (1,4) spektralnie czysty i roztwór 1:6.

f) Woda o oporności właściwej minimum 0,8 $M\Omega\text{cm}$.

g) Alkohol etylowy spektralnie czysty.

h) Wywoływacz:

roztwór I — 10 g metolu, 100 g siarczynu sodu bezwodnego, 30 g hydrochinonu, 22,5 g bromku potasu rozpuścić w wodzie i dopełnić do objętości 11;

roztwór II — 130 g węglanu sodu bezwodnego rozpuścić w wodzie i dopełnić do objętości 11.

i) Utrwalacz kwaśny.

j) Wzorce: do 3 g mieszaniny podstawowej dodać po 3 ml roztworów wzorcowych (zawierających w 1 ml 0,1 mg) Au , Fe , Pb , Cu , Pd , Pt , Bi , Sb , Cd , Al , dokładnie wymieszać, odparować do sucha i utrzeć w moździerzu agatowym, dodając 5 ml alkoholu etylowego. Po utarciu alkohol odparować promiennikiem podczerwieni, a wzorec umieścić w naczyniu z polipropylenu

lub teflonu. Mieszanina ta stanowi wzorzec podstawowy (1) o zawartości 0,01% każdego z oznaczanych pierwiastków.

Serię wzorców obejmujących zakres $0,005 \div 0,0001\%$ przygotować przez kolejne rozcieńczenie wzorca podstawowego mieszaniną podstawową. Tak uzyskane wzorce mieszać w moździerzu agatowym z dodatkiem 3 ml alkoholu etylowego, odparować podpromiennikiem i przechowywać w naczyniach z polipropylenu lub teflonu. Serię wzorców przygotować wg tabl. 2.

Tablica 2

| Numer mieszaniny wyjściowej | Ilość mieszaniny wyjściowej, mg | Ilość mieszaniny podstawowej, mg | Stężenie pierwiastków mieszaniny końcowej, % | Numer wzorca |
|-----------------------------|---------------------------------|----------------------------------|--|--------------|
| 1 | 1000 | 1000 | 0,005 | 2 |
| 2 | 700 | 700 | 0,0025 | 3 |
| 3 | 200 | 1800 | 0,00025 | 4 |
| 2 | 200 | 1800 | 0,0005 | 5 |
| 1 | 200 | 1800 | 0,001 | 6 |
| 6 | 200 | 1800 | 0,001 | 7 |

5.3.3.4. Wykonanie oznaczania. 1 g srebra w postaci wiórków umieścić w zlewce kwarcowej pojemności 100 ml i rozpuścić w 4 ml kwasu azotowego (1,4), lekko ogrzewając na urządzeniu grzewczym. Po rozpuszczeniu roztwór ogrzewać około 5 min w celu odpędzenia tlenków azotu, a następnie rozcieńczyć 10 ml wody. W celu strącenia chlorku srebra do gorącego roztworu dodać kroplami 2 ml kwasu solnego (1:1), zawartość zlewki dobrze wymieszać i odstawić w ciemne miejsce na kilka godzin. Po odstaniu się płyn z nad osadu zdekantować lub przesączyć do tygla kwarcowego, osad przemyć 10 razy porcjami po 2 ml gorącego roztworu kwasu azotowego (1:6), 3 razy gorącą wodą i dołączyć roztwory z przemywania do zdekantowanego płynu. Osad odrzucić. Roztwór odparować do objętości około 2 ml, dodać 30 g mieszaniny podstawowej (5.3.3.3c) i odparować do sucha. Mieszaniną tą napełnić kratery elektrod węglowych opisanych w 5.3.3.3a). Równoległe z analizą badanej próbki należy przeprowadzić ślepa próbę ze wszystkimi odczynnikami stosowanymi w analizie.

5.3.3.5. Wzbudzenie i rejestracja widm. Szerokość szczeliny spektrografu ustawić na 15 μm . Elektrody umieścić w uchwycie spektrografu w odległości 2 mm. Wzbudzenie widm przeprowadzać generatorem łuku prądu stałego 10 A. Widmo rejestrować na płycie fotograficznej przez osłabiacz trójstopniowy w ciągu 40 s bez przedpalania. Na tej samej płycie wykonać trzykrotnie widma ślepej próby oraz co najmniej dwukrotnie wzorców.

5.3.3.6. Obróbka fotograficzna płyt. Roztwory I i II wywoływacza zmieszać przed użyciem w stosunku 1:1. Czas wywoływania przy temperaturze 20°C powinien wynosić 3 min. Po przemyciu wodą płytę utrwalić, a następnie starannie wypłukać w bieżącej wodzie w ciągu około 30 min.

5.3.3.7. Fotometrowanie. Szerokość szczeliny mikro-fotometru ustawić na 0,25 mm, a wysokość na 16 mm. Pomiary zaciernienia linii wykonywać na skali logarytmicznej. W przypadku stosowania mikro-fotometru fir-

my ZEISS pomiary przeprowadzić na skali logarytmicznej W.

Fotometrować następujące linie analityczne:

| | | |
|----|-----------|-----------------------------|
| Au | 267,55 nm | na stopniu osłabiacza 100%, |
| Fe | 259,95 nm | na stopniu osłabiacza 100%, |
| Cu | 324,75 nm | na stopniu osłabiacza 10%, |
| Pd | 324,12 nm | na stopniu osłabiacza 10%, |
| Al | 309,22 nm | na stopniu osłabiacza 10%, |
| Bi | 306,77 nm | na stopniu osłabiacza 50%, |
| Pt | 265,94 nm | na stopniu osłabiacza 100%, |

| | | |
|----|-----------|------------------------------------|
| Pb | 283,30 nm | na stopniu osłabiacza 100 lub 50%, |
| Zn | 334,50 nm | na stopniu osłabiacza 10%, |
| Cd | 228,80 nm | na stopniu osłabiacza 100%, |
| Sb | 259,80 nm | na stopniu osłabiacza 100%. |

Przygotować krzywą analityczną dla każdego pierwiastka. Na osi odciętych odkładać wartość logarytmu stężenia badanego pierwiastka, a na osi rzędnych zaciernienie linii. Wykresy analityczne sporządzone dla wzorców stanowią podstawę do odczytywania stężenia pierwiastków w badanych próbkach.

5.3.3.8. Obliczanie wyników. Obliczenia zawartości zanieczyszczeń w próbce badanej wykonać po wykreśleniu krzywych analitycznych dla wzorców wyrażających zależność zaciernienia linii od stężenia badanego pierwiastka (X).

Wyniki obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{m_1(C-C_1)}{m} \quad (1)$$

w którym:

- m_1 — masa suchej pozostałości, g,
- C — stężenie pierwiastka w suchej pozostałości, %,
- C_1 — stężenie pierwiastka w ślepej próbce, %,
- m — odważka, g.

5.3.3.9. Dokładność oznaczania. Przy oznaczaniu stężenia poszczególnych pierwiastków wyniki nie powinny się różnić między sobą o więcej niż $\pm 30\%$.

5.3.3.10. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równoległych oznaczeń zgodnych z 5.3.3.9. Dopuszcza się stosowanie metod analitycznych skomputeryzowanych. W przypadkach analizy rozjemczej stosuje się metodę podaną w 5.3.3.1.

5.3.4. Sprawdzenie wilgotności

5.3.4.1. Zasada oznaczania. Suszenie badanej próbki w temperaturze $102 \div 105^\circ\text{C}$. Obliczanie wilgotności z różnicy mas przed i po wysuszeniu próbki.

5.3.4.2. Aparatura i przyrządy

- a) Naczynko wagowe szklane z doszlifowaną pokrywką o średnicy 50 mm i wysokości 30 mm.
- b) Suszarka laboratoryjna z regulacją temperatury.

c) Eksykator wypełniony wysuszonym silikażelem zawierającym wskaźnik wilgoci lub pięciotlenek fosforu.

d) Waga analityczna.

5.3.4.3. Wykonanie oznaczenia. 4 g badanej próbki odważyć do naczynka wagowego, uprzednio suszonego w temperaturze $102 \div 105^\circ\text{C}$ w ciągu 30 min, umieścić w suszarce i suszyć bez przykrycia w temperaturze $102 \div 105^\circ\text{C}$ do stałej masy (co najmniej 60 min). Po wysuszeniu przykryć naczynko przykrywką, ochłodzić w ciągu 45 min w eksykatorze i ponownie zważyć.

5.3.4.4. Obliczanie wyników. Zawartość wilgoci (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m — masa próbki przed wysuszeniem, g,

m_1 — masa próbki po wysuszeniu, g.

5.3.4.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej z dwóch równoległych oznaczeń.

5.3.4.6. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości wilgoci:

do 0,01% — 0,003%,

0,01 do 0,1% — 0,006%,

powyżej 0,1% — 0,01%.

5.3.5. Sprawdzenie obecności „czarnego nalotu“

5.3.5.1. Zasada oznaczania. Odpowiednio przygotowaną próbkę srebra, przeznaczoną do badania na obecność „czarnego nalotu“, należy umieścić na płytce ze stopu NiCu30 i stopić w ampule kwarcowej w próżni rzędu $1,33 \times 10^{-3}$ Pa. Stop NiCu30 na płytce podłożowej otrzymuje się przez topienie w próżni.

5.3.5.2. Przygotowanie próbki srebra. Próbkę pobraną wg 5.2.2.3 należy odtłuścić w wodorotlenku potasowym (1 g KOH na 25 ml wody), dokładnie przemyć wodą destylowaną o oporności nie mniejszej niż 5 k Ω , trawić w kwasie azotowym sp.cz. (1:1). Następnie przemyć wodą destylowaną j.w., zobojętnić amoniakiem sp.cz. (1:5). Przemyć wodą destylowaną j.w. i osuszyć bibułą do sączenia.

5.3.5.3. Przygotowanie płytki NiCu30. Płytki o wymiarach $1,5 \times 25 \times 25$ mm należy odtłuścić (jak w 5.3.5.2), przepłukać wodą destylowaną i osuszyć bibułą do sączenia. Tak przygotowane płytki wyżarzyc w próżni rzędu $1,33 \times 10^{-3}$ Pa w temperaturze 800°C w ciągu $20 \div 30$ s.

5.3.5.4. Wykonanie próby na obecność „czarnego nalotu“. Na przygotowanej wg 5.3.5.3 płytce umieszcza się próbkę srebra (przygotowaną wg 5.3.5.2) w możliwie cienkiej warstwie. Całość umieszcza się w ampule kwarcowej i podłącza do układu próżniowego. Po uzyskaniu próżni rzędu $1,33 \times 10^{-3}$ Pa włącza się grzanie indukcyjne. Nagrzewa się badaną próbkę do temperatury topnienia srebra. Po stopieniu srebra układ grzewczy należy wyłączyć, a próbkę pozostawić w próżni do całkowitego ostygnięcia.

O obecności „czarnego nalotu“ świadczy wygląd powierzchni próbki ocenianej nie uzbrojonym okiem. „Czarny nalot“ objawia się obecnością czarnych punkcików lub czarnych plamek na powierzchni próbki.

5.4. Ocena wyników badań

a) Jeżeli proszek dendrytyczny, krążki prasowane z proszku, granulki, taśmy, druty, pręty lub wlewki nie spełniają wymagań wg 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5 należy partię uznać za niezgodną z wymaganiami normy.

b) Jeżeli wilgotność proszku dendrytycznego, granulek lub krążków prasowanych z proszku nie odpowiada wymaganiom normy wg 3.4 partię wyrobu należy poddać ponownemu suszeniu i powtórnie przedstawić do odbioru.

5.5. Zaświadczenie o jakości. Do każdej partii wyrobu, zgodnie z oznaczeniem wg 2.3, dołączyć atest zawierający stwierdzenie zgodności z wymaganiami normy oraz co najmniej:

- nazwę wytwórcy,
- nazwę wyrobu,
- numer partii,
- wyniki badań,
- masę partii,
- numer normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/0871-02, BN-70/0871-03, BN-70/0885-06

- zamiast proszku AgE5N wprowadza się proszek dendrytyczny,
- rozszerzono asortyment wyrobów o granulki, prasowane krążki z proszku, taśmy i druty,
- rozszerzono gatunki o wyroby o czystości 5N5.

3. Normy międzynarodowe i zagraniczne
NORME EXPERIMENTALE A 91-107 Dépôts électrolytiques d'argent pour applications industrielles

ASTM Designation: B 413-69 Standard Specification for refined silver

ASTM Designation: E 378-69 Standard Method for spectrochemical analysis of silver by the powder -d-c arc technique

CSRS ČSN 42 1393 Plechy ze sřibra a slitin sřibra

ČSN 42 1394 Draty ze sřibra a slitin sřibra

ČSN 42 3830 Sřibro ryzi Ag 99,9

НЫКК ГОСТ 6836-72 Серебро и серебряные сплавы. Марки ГОСТ 6902-75 Золото и серебро сусальное.

4. Autorzy projektu normy: dr inż. Mieczysław Kusowski, dr inż. Wanda Sokołowska, mgr Hanna Bliźniak, mgr inż. Henryk Mogielnicki.