

WYROBY JUBILERSKIE	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Oznaczanie srebra w stopach złota metodą kupelacyjną	8528-01
		Grupa katalogowa III 59

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości srebra w stopach złota metodą kupelacyjną.

1.2. Zakres stosowania. Oznaczanie srebra metodą kupelacyjną należy stosować w przypadku analizy próbek stopów złota pochodzącego z wlewków lub gąsek przeznaczonych do rafinacji.

1.3. Normy związane

PN-75/H-82201 Ołów

PN-75/H-87206 Stopy srebra. Gatunki

BN-66/8528-02 Oznaczanie złota metodą kupelacyjną

2. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SREBRA

2.1. Zasada oznaczania. Stopienie próbki z odpowiednimi dodatkami ołowiu i srebra, na kupelce magnezytowej w piecu muflowym, celem usunięcia metali nieszlachetnych. Określenie masy otrzymanego po kupelacji srebrno-złotego ziarna, rozpuszczenie zawartego w nim srebra przez gotowanie w kwasie azotowym i zważenie czystego złota.

2.2. Aparatura i przyrządy

- Piec muflowy z odciąganiem, gazowy lub elektryczny o temperaturze roboczej 1100°C .
- Kupelki magnezytowe ϕ 25 mm o chłonności 10 g ołowiu.
- Miseczki gliniane-szamatowe.
- Szczypce stalowe długoramienne do chwytania kupelki.
- Szczypce płaskie.
- Szczoteczka mosiężna do czyszczenia srebrno-złotego ziarna.
- Tacki metalowe z gniaздkami na przygotowane ładunki próbek.
- Kowadło i młotek stalowy.
- Walcarka ręczna.

j) Kolby ze szkła odpornego na zmiany temperatury, z długą szyjką o pojemności 30 cm^3 , do wygotowywania zwiteków (kolby Kjeldahla lub tzw. kolby do gotowania złota), lub kolbki stożkowe o pojemności 100 cm^3 .

k) Statyw szafkowy do kolb z palnikami gazowymi, połączony z wyciągiem lub szafa wyciągowa i łaźnia piaskowa.

l) Sprzęt ochronny – rękawice azbestowe i ciemne okulary.

2.3. Odczynniki i materiały

- Kwas azotowy cz. wolny od chloru – roztwory (1,2) i (1,3).
- Ołów gatunku PbO wg PN-75/H-82201 w postaci krążków o masie 1; 1,5; 2,5 i prostokątów z folii o masie około 3 g i o wymiarach $70 \times 55 \times 0,07\text{ mm}$.
- Srebro gatunku AgO wg PN-75/H-87206.
- Woda destylowana.
- Mączka kostna lub magnezyt.

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Wstępne oznaczanie zawartości złota i srebra metodą przybliżoną. Przybliżoną zawartość złota i srebra w badanym stopie oznacz metodą przybliżoną wg BN-66/8528-02 p. 2.4.1.

2.4.2. Odważenie próbki – wg BN-66/8528-02 p. 2.4.2.

2.4.3. Przygotowanie ładunku do kupelacji. Dodatek ołowiu do kupelacji i srebra do zinkwantowania próbki należy przygotować wg BN-66/8528-02 w p. 2.4.3 i 2.4.4. Srebro użyte do inkwantacji zważyć z dokładnością do $0,01\text{ mg}$. Ładunek należy zawinąć w folię ołowianą, jak w p. 2.4.7 wg BN-66/8528-02

2.4.4. Kupelacja. Przygotowane ładunki skupelować w piecu muflowym w temperaturze $950 \pm 100^{\circ}\text{C}$. Otrzymane srebrno-złote ziarno oczyścić mosiężną szczoteczka i ważyć na wadze półmikroanalizacyjnej. Dalejszy tok postępowania wg BN-66/8528-02. Otrzymany zwitek złoty zważyć na wadze półmikroanalizacyjnej.

Centrala Jubilerska „Jubiler”
Ustanowiona przez Dyrektora Centrali Jubilerskiej „Jubiler” dnia 4 marca 1966 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 13 maja 1966 r.
(Mon. Pol. nr 21/1966 poz. 116)

2.4.5. Obliczanie wyników. Zawartość srebra (x) obliczyć w próbach wg wzoru

$$x = \frac{k - (s + z)}{a}$$

w którym:

x - zawartość srebra,

a - odważka próbki, g,

k - masa srebrnozłotego ziarna otrzymanego po kupelacji, g,

s - masa srebra użytego do zinkwartowania próbki, g,

z - masa zwitka złotego, g.

2.4.6. Dokładność oznaczania. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,015.

2.4.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń wg 2.4.6.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Uwagi do wydania III

Uaktualniono normy związane.