

METODY BADAŃ	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Pobieranie próbek ze stopów złota oraz ze stopów srebra do analiz ilościowych	0890-01
		Zamiast BN-64/0890-01
		Grupa katalogowa III 59

1. WSTĘP

1.1. **Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są sposoby pobierania próbek do analiz ilościowych dla określenia podstawowych składników.

1.2. **Zakres stosowania normy.** Norma ma zastosowanie przy pobieraniu próbek z wyrobów, półwyrobów i z ciekłego metalu w celu oznaczania złota metodą kupelacyjną wg BN-66/6528-02 oraz do oznaczania srebra metodą Volharda i metodą wagową wg BN-64/8520-02.

1.3. Określenia

1.3.1. **Partia** — określona ilość półwyrobów lub wyrobów wytwarzanych w jednakowych warunkach technologicznych z jednego stopu złota lub jednego gatunku stopu srebra.

1.3.2. **Próbka wyjściowa** — określona część półwyrobów lub wyrobów pobrana z partii.

1.3.3. **Próbka pierwotna** — określona ilość stopu złota albo stopu srebra otrzymana przez obróbkę wiórową lub cięcie z próbki wyjściowej.

1.3.4. **Próbka ogólna** — łączna ilość próbek pierwotnych pobranych z partii.

1.3.5. **Średnia próbka laboratoryjna** — próbka otrzymana przez pomniejszenie próbki ogólnej, charakteryzująca średni skład chemiczny badanej partii, opakowana i przechowywana w sposób zabezpieczający jej identyczność.

1.4. Normy związane

BN-64/8520-02 Sprawdziany i metody badań zawartości metali szlachetnych w stopach. Oznaczenie zawartości srebra

BN-65/8520-03 Złoto i jego stopy ze srebrem i miedzią. Klasyfikacja

BN-65/8520-04 Srebro i stopy srebra z miedzią. Klasyfikacja

BN-66/8520-05 Wyroby i półwyroby złote. Wymagania techniczne

BN-66/8528-02 Oznaczanie złota metodą kupelacyjną

2. OGÓLNE POSTANOWIENIA DOTYCZĄCE POBIERANIA PRÓBEK

2.1. Sposoby pobierania próbek

- a) przez nawiercenie,
- b) przez odcinanie,
- c) z ciekłego metalu,
- d) z metalu zgranulowanego.

2.2. Wymagania przy pobieraniu próbek

2.2.1. **Wymagania dla narzędzi.** Narzędzia do pobierania próbek powinny być czyste i suche bez pozostałości obcego metalu.

2.2.2. **Wymagania dla stopów metali.** Powierzchnie metalu w miejscach pobierania próbki powinny być wolne od zanieczyszczeń oraz tlenków. Czyszczenie powierzchni należy przeprowadzić skrobakiem. Niedopuszczalne jest czyszczenie powierzchni w miejscach pobierania próbki środkami mogącymi mieć wpływ na zmianę składu chemicznego badanego stopu.

2.2.3. **Wymagania przy cechowaniu.** Przy cechowaniu półwyrobu lub wyrobu oznaczeniem podającym zawartość złota lub srebra, próbki pobiera pracownik laboratorium dokonującego oznaczenia w obecności przedstawiciela zgłaszającego wykonanie badania.

2.2.4. Masa próbek

2.2.4.1. **Masa próbki pierwotnej.** Najmniejsza masa próbki pobranej z próbki wyjściowej z jednego miejsca półwyrobu lub wyrobu albo z ciekłego metalu powinna wynosić 2,10 g.

2.2.4.2. **Masa średniej próbki laboratoryjnej** pobranej z próbki pierwotnej powinna wynosić 1,05 g.

2.2.4.3. **Masa próbki analitycznej** pobrana z próbki laboratoryjnej powinna wynosić 0,25 g co równoważne jest 500 jednostkom probierczym.

Centrala Jubilerska „Jubiler”

Ustanowiona przez Dyrektora Centrali Jubilerskiej „Jubiler” dnia 29 stycznia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 października 1972 r. (Dz. Norm. i Miar nr 3/1972 poz. 4)

3. POBIERANIE PRÓBEK PIERWOTNYCH I PRZYGOTOWANIE PRÓBKII OGÓLNEJ

3.1. Pobieranie próbek pierwotnych przez nawiercenie. Próbkę należy pobierać z góry i z dołu wlewka po przekątnej w ilościach podanych w 2.2.4.1.

Przy pobieraniu próbek ze stopów pochodzących z przetopów wtórnych dopuszcza się pobranie próbki tylko w jednym miejscu, tzn. z dołu wlewka. Otwór należy wiercić wiertłem stalowym o średnicy 5 mm do połowy grubości wlewka oraz w odległości co najmniej 10 mm od krawędzi. Pobranych próbek nie należy wyżarzać oraz poddawać działaniu roztworów chemicznych. W celu stwierdzenia jednorodności wlewka, próbek pierwotnych pobranych z wlewka po jego przekątnej nie należy ze sobą mieszać.

3.2. Pobieranie próbek pierwotnych przez odcinanie. Próbkę należy pobrać przez odcięcie dwóch naroży przeciwległych w przypadku wlewka lub blachy, albo z dwóch końców w przypadku drutu i taśmy. Odciętą próbkę należy przygotować do pobrania próbki laboratoryjnej przez kucie lub walcowanie najwyżej do grubości 0,50 mm. Do wykonania próbki laboratoryjnej należy używać, przy spłaszczaniu przez kucie, młotka i kowadełka polerowanego. Spłaszczając próbkę przez walcowanie, boczki walca powinny być czyste i wypolerowane.

Przy spłaszczaniu próbek pierwotnych nie należy stosować wyżarzania oraz poddawania próbki działaniu roztworów chemicznych. Przy pobieraniu próbek ze stopów pochodzących z przetopów wtórnych dopuszcza się pobieranie próbki z jednego końca wyrobu lub półwyrobu.

3.3. Pobieranie próbek wyjściowych z ciekłego stopu. Czerpak do pobierania próbek powinien być grafitowy i oczyszczony oraz nie powinien zawierać żadnych pozostałości metalowych. Powinien być suchy a przed pobraniem próbki nagrany do temperatury ciekłego stopu. Próbkę należy pobrać z dna tygla po uprzednim wymieszaniu ciekłego stopu bezpośrednio przed samym odlewaniem. Po pobraniu próbki należy ją pozostawić w czerpaku aż do całkowitego zakrzepnięcia stopu. Przygotowania próbki wyjściowej do pobrania próbki laboratoryjnej oraz wymagania dla próbki powinny być zgodne z 3.2.

3.4. Pobieranie próbek wyjściowych i przygotowanie próbki ogólnej z metali zgranulowanych

3.4.1. Pobieranie próbki wyjściowej. Z partii granulek stopu złota do 0,100 kg i stopu srebra do 1,0 kg należy pobrać próbkę wyjściową w liczbie 5 granulek. Z partii większych należy odpowiednio na każde następne 0,100 kg stopu złota

lub 1,0 kg stopu srebra pobrać dodatkowo 3 granulki. Pobrane w ten sposób granulki należy spłaszczyć zgodnie z 3.2 oraz pociąć na drobne wiórki i wymieszać. Pobranych próbek nie należy wyżarzać oraz poddawać działaniu roztworów chemicznych.

3.4.2. Przygotowanie próbki ogólnej. Otrzymaną wg 3.4.1 ilość metalu miesza się dokładnie przez usypywanie z niej stożka co najmniej trzykrotnie, każdorazowo w innym miejscu. Ostatni stożek należy rozplaszczyc do kształtu koła lub czworoboku i podzielić na cztery symetryczne części, z których dwie przeciwległe odrzucić. Z pozostałych wiórków należy uformować nowy stożek. Postępując w ten sposób należy zmniejszyć próbkę wyjściową do wielkości wymaganej średniej próbki laboratoryjnej. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 1,05 g.

4. POBIERANIE ŚREDNIEJ PRÓBKII LABORATORYJNEJ I PRÓBKII ANALITYCZNEJ

Z próbki ogólnej należy pobrać próbkę laboratoryjną o masie 1,05 g przez odważenie na wadze technicznej potrzebnej ilości wiórków lub ścinek z przeznaczeniem do analizy ruchowej. Pozostała część próbki ogólnej stanowi próbkę rozjemczą. Próbki laboratoryjnej nie należy topić, wyżarzać i poddawać działaniu roztworów chemicznych.

Z próbki laboratoryjnej przeznaczonej do analizy ruchowej należy odważyć dwie próbki analityczne po 0,25 g na wadze analitycznej lub wadze probierczej w celu prowadzenia dwóch równoległych oznaczeń.

5. PAKOWANIE PRÓBEK LABORATORYJNYCH I OKRES PRZECHOWYWANIA

5.1. Próbki do analizy rozjemczej. Próbkę rozjemczą, stanowiącą pozostałość z próbki ogólnej po pobraniu próbki laboratoryjnej należy pozostawić u zgłaszającego i zapakować w mocną, podwójną torebkę papierową. Torebka powinna być zaklejona i zalakowana pieczętką pobierającego oraz zaopatrzona podpisami osób uczestniczących w pobieraniu próbki laboratoryjnej. Klejenie i lakowanie torebki powinno zabezpieczać prawidłową jej zawartość.

Próbka rozjemcza powinna być przechowywana do czasu uzyskania świadectwa badań i wyrażenia zgody na jego wynik przez osobę zgłaszającą lub dostawcę.

5.2. Próbki do analizy ruchowej. Pobraną próbkę laboratoryjną należy pakować zgodnie z 5.1 z tym, że lakowanie torebek powinno być wykonane pieczętką zgłaszającego. Przy pobieraniu próbek do rozliczeń wewnętrzzakładowych dopuszcza się

lakowanie torebek w obu przypadkach pieczętą osoby nie zainteresowanej wynikami oznaczeń.

5.3. Znakowanie opakowań

Na każdej torebce powinny być umieszczone następujące dane:

- a) nazwa dostawcy lub osoby zgłaszającej próbkę,
- b) numer zlecenia produkcyjnego lub inny znak rozpoznawczy,
- c) cecha stopu zgodnie z BN-65/8520-03 dla próbek złotych lub BN-65/8520-04 dla próbek srebrnych. Jeżeli stop nie posiada cechy, to powinna być podana próba deklarowana w tysięcz-

nych częściach (np. przy przetapianiu złomu różnych prób),

- d) masa próbki w gramach z dokładnością do 0,050 g,
- e) nazwiska osób uczestniczących przy pobieraniu i pakowaniu próbek oraz ich podpisy,
- f) data pobrania próbki.

6. ZWROT PRÓBEK PO ANALIZIE

Zwrot próbek po analizie powinien nastąpić w postaci wlewka oddzielnie stopionych czystych metali szlachetnych i oddzielnie stopionych nie wykorzystanych pozostałości próbek.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/0890-01

- 1) Wprowadzono określenie poszczególnych rodzajów próbek.
- 2) Z opisu pobierania próbek wg BN-64/0890-01 wyeliminowano rys. 1 i 2, dopuszczając pobieranie próbki tylko z dwóch miejsc.

3) Wyeliminowano tablicę mas próbek wyjściowych i pierwotnych podając tylko masę próbki pierwotnej pobranej z jednego miejsca.

4) Dopuszczono przy pobieraniu próbek ze stopów pochodzących z przetopów wtórnych pobranie próbki tylko z jednego miejsca.

2. Uwagi do wydania II — bez zmian.