



REPUBLIKA SLOVENIJA
MINISTRSTVO ZA GOSPODARSKI RAZVOJ IN TEHNOLOGIJO
URAD RS ZA MEROSLOVJE



Mednarodni sistem
merskih enot SI

Merjenje masnega deleža zlata v zlatih zlitinah z metodo kupelacije

SIST EN ISO 11426:2016

Tatjana Tkavc

Celje, 12. november 2020



Gravimetrična metoda – metoda kupelacije

- Za merjenje masnega deleža zlata v zlatih zlitinah uporabljamo **gravimetrično metodo- metodo kupelacije**(SIST EN ISO 11426:2016)
- Destruktivna kvantitativna kemijska metoda
- Območje merjenja: med 333 ‰ in 999 ‰ Au v zlitini
- Modifikacije: Au zlitine čistine nad 990 ‰
Pd belo Au





Postopek analize zlitin rumenega Au (585 ‰)

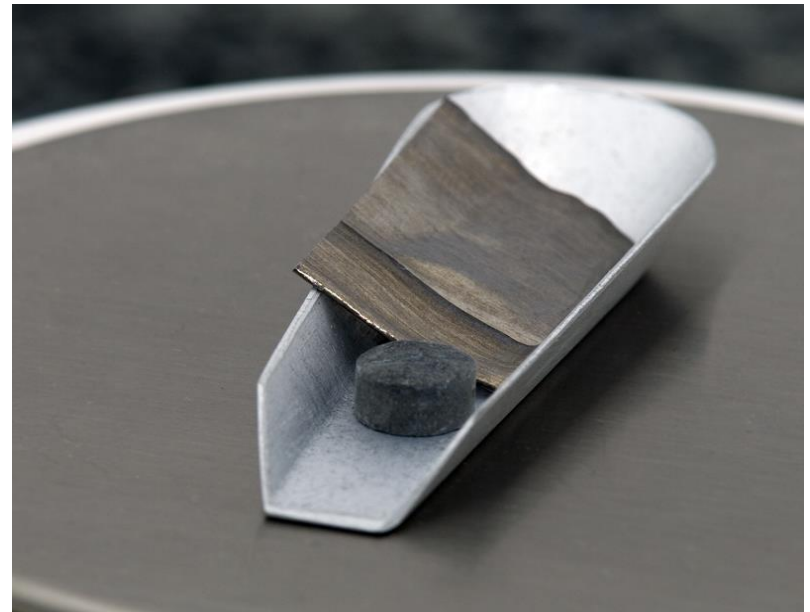
Postopek analize poteka v naslednjih korakih:

- vzorec razrežemo na čim manjše delčke, zatehtamo **220 mg** na 0,01 mg natančno





- v naslednjem koraku vzorec prenesemo v predhodno pripravljeno **Pb vrečko**. Skupna masa Pb tabletk in folije je **6 g**.





- vzorcu dodamo 300 mg čistega Ag (Ag 999,9%)
- Pb vrečko z vzorcem in kvartacijskim dodatkom srebra previdno zvijemo v čim manjši zvitek.





- Skupaj z vzorci analiziramo tudi **referenčno zlitino**, ki vsebuje **certificirani masni delež zlata**. Z njeno analizo ovrednotimo izgube pri analiznem postopku.

Sestava referenčne zlitine: zatehtamo **129 mg čistega Au (Au 999,99‰)** dodamo **29 mg čistega Cu (Cu 999‰)** in **62 mg čistega Ag (Ag 999,9‰)**

Certificate of Analysis Alfa Aesar
A Johnson Matthey Company

Product Number: 14725
Product: Gold wire Premion® 99.999 %
0.5 mm (0.02 in) dia
(metals basis)
Batch: 61000737

Purity		99.999 %	
Ca	0.3 ppm	Cu	0.1 ppm
Pt	0.2 ppm	Fe	0.4 ppm
Pd	0.04 ppm	Ni	0.1 ppm
Pb	< 0.01 ppm	Cr	0.04 ppm
Be	0.07 ppm	Cd	0.2 ppm
Zn	0.1 ppm	Mg	0.05 ppm
Ag	2.2 ppm	Si	0.9 ppm

This document has been electronically generated and does not require a signature.

www.alfa.com

NORTH AMERICA
Tel: +1 800 343-6000 or
+1 978 321-3300
Fax: +1 800 343-6757
Email: info@alfa.com

GERMANY
Tel: +49 2020 4504-0000 or
+49 202 4504-200
Fax: +49 2020 4504-2111 or
+49 202 4504-2000

UNITED KINGDOM
Tel: +44 (0)1454 610100 or
+44 (0)1454 610101
Fax: +44 (0)1454 610102
Email: ukinfo@alfa.com

FRANCE
Tel: +33 (0)3 65 11 41 41 or
+33 (0)3 65 11 41 42
Fax: +33 (0)3 65 11 41 43
Email: france@alfa.com

INDIA
Tel: +91 800 81 7424 or
+91 800 81 7425 or
+91 800 81 7426
Fax: +91 800 81 7427
Email: india@alfa.com

CHINA
Tel: +86 (0)21 5011 8000
Fax: +86 (0)21 5011 8001
Email: china@alfa.com

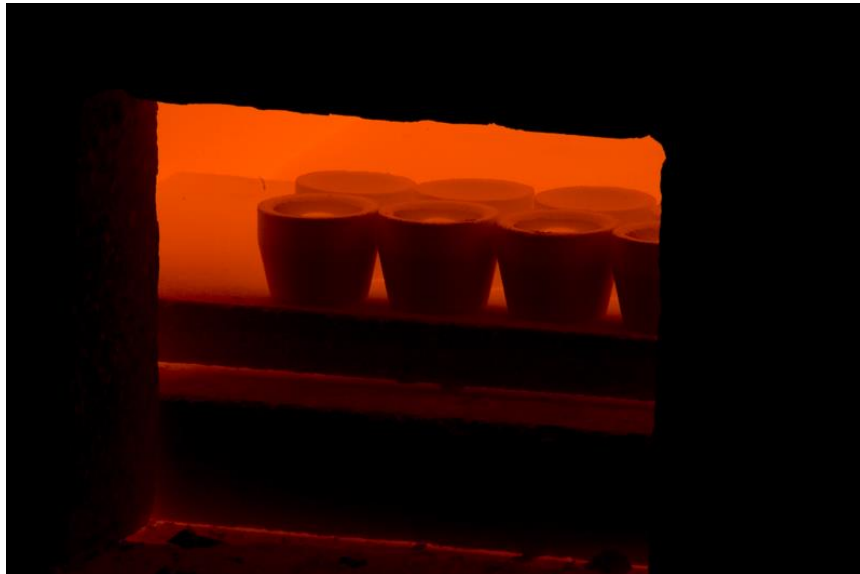
KOREA
Tel: +82 2 3100-0000
Fax: +82 2 3100-0001
Email: korea@alfa.com



Kupelacija vzorcev

- na predhodno segrete kupele položimo 4g Pb tabletke, da ustvarimo tki. "svinčeno posteljico".

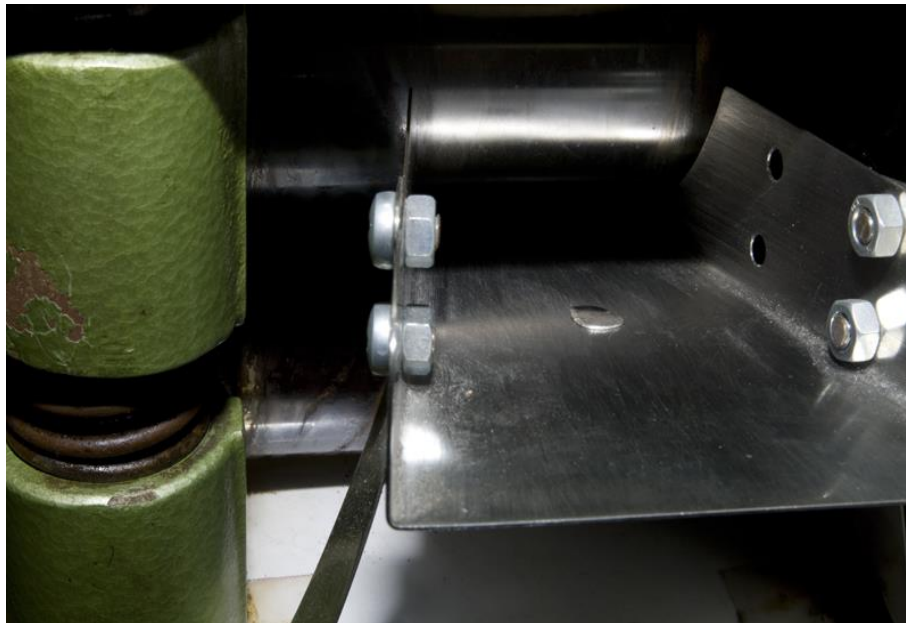
Vzorci in referenčno zlitino kupeliramo v kupelacijski peči pri 1060°C
Čas trajanja kupelacije: 25 minut





Kupelacija vzorcev

- zlata zrna nastala po kupelaciji počasi ohlajamo. Ohlajena očistimo- odstranimo ostanke nastalih oksidov
- zrna sploščimo s kladivom in zvaljamo v tanke lističe, lističe žarimo 5 minut pri 905°C in jih nato po končanem žarenju zvijemo v trdne zvitke





Raztapljanje vzorcev v dušikovi (V) kislini

- v Kjeldahlove bučke nalijemo 20mL 33% dušikove (V) kisline in jo na peščeni kupeli segrejemo do vrelišča. Zvitke prenesemo v bučke in jih raztapljamo tako dolgo, dokler ne prenehajo izhajati dušikovi oksidi
- raztopino odlijemo in v bučke nalijemo 20mL 49% dušikove (V) kisline. Grejemo na meji vrenja 20 minut
- Postopek z 49% dušikovo (V) kislino nato ponovimo še enkrat, le da je čas gretja na meji vrenja tokrat 15 minut
- kislino po končanem segrevanju odlijemo, zvitke speremo z deionizirano vodo, prenesemo v žarilne lončke ter žarimo pri 750°C 5 minut
- po žarenju zlate zvitke ohladimo, stehtamo ter izračunamo masni delež zlata v vzorcih.





Izračun masnega deleža zlata v vzorcih

$$w_{\text{Au}} = \frac{\frac{m_2}{m_1} \cdot 10^3}{\eta}$$

Enačba št. 1

m_2 - masa ostanka vzorca po kupelaciji v mg

m_1 - masa vzorca pred kupelacijo v mg

w_{Au} - masni delež zlata v zlitini v ‰

η - izkoristek

$$\eta = \frac{m_{2,\text{Au}}}{m_{1,\text{Au}}}$$

Enačba št. 2

$m_{2,\text{Au}}$ – masa ostanka referenčne zlitine po kupelaciji v mg

$m_{1,\text{Au}}$ – masa čistega zlata v referenčni zlitini pred kupelacijo v mg

η - izkoristek



Podajanje rezultatov- izračun povprečnega rezultata meritev

Merjenje masnega deleža zlata v zlatih zlitinah z metodo kupelacije izvajamo preko dveh paralelnih meritev

Končni rezultat izračunamo kot povprečje rezultatov dveh paralelk

V primeru, da je razlika med rezultatoma dveh paralelk vzorca (Au 585 ‰) večja kot **0,5 ‰** meritve **ponovimo!!**





Podajanje rezultatov- izračun povprečnega rezultata meritev

Če je pri ponovljenih meritvah razlika med paralelkama znotraj dovoljenih meja, izračunamo končni rezultat **kot povprečje dveh paralelk ponovljenih meritev.**

Če je pri ponovljenih meritvah razlika med paralelkama ponovno večja od **0,5 ‰**, izračunamo končni rezultat **kot povprečje rezultatov vseh štirih paralelk vzorca.**

V tem primeru na poročilo o preskusu vpišemo, da je vzorec **nehomogen!**



Poročanje o rezultatih

Za poročanje o rezultatih merjenja masnega deleža zlata v zlatih zlitinah z metodo kupelacije uporabljamo **obrazec OB-LAK 4.4-13**



REPUBLIKA SLOVENIJA
MINISTRSTVO ZA GOSPODARSKI RAZVOJ IN TEHNOLOGIJO
URAD RS ZA MEROSLOVJE

Sektor za nacionalne etalone in kemijska merjenja **POROČILO O PRESKUSU S KVANTITATIVNO**
Tkalska 15, 3000 Celje **KEMIJSKO METODO**
T: 03 428 07 50, F: 03 428 07 60



SLOVENSKA
AKREDITACIJA
SPOI EN ISO-15001
LP-024

Št. zadeve: 6432-53/2020 (Št. vzorca 1)

Ime in naslov stranke: ANDREJ GRM s.p. Levec 56 A 3301 Petrovče

Datum sprejema: 20.08.2020

Knjiga analiz - zap. št.: 47/2020

Datum vzorčenja in preskusa: 21.08.2020

Opombe:

Izdelek: Prstan 1 kos m= 2.11 g (belo)

Preskusna metoda in vzorčenje: SIST EN ISO 11426 (2016)-belo zlato in DN-LAK 5.4-03

Rezultati paralelnih meritev: 586.13/1000; 586.27/1000

Material: Povprečni rezultat:
Zlato (Au) 586.2/1000

Merilna negotovost:

$U = \pm 0,8/1000$

Vzorčenje in preskus opravil:
Pilih Valentina

Pooblaščen oseba
(datum, podpis)

24.8.2020

*Podana je razširjena merilna negotovost (U), ki jo dobimo, ko standardno merilno negotovost pomnožimo s faktorjem pokritja $k=2$, ki pri normalni porazdelitvi ustreza verjetnosti 95%.

Rezultati se nanašajo izključno na preskušani vzorec!

Poročila o preskusu brez pisnega dovoljenja laboratorija ni dovoljeno reproducirati, razen v celoti!



simbol Au
izhaja iz Egipčanske besede
Aurum