УДК 669.215'234:546.59.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЗОЛОТО-ПАЛЛАДИЕВЫЕ

Метод определения золота

Gold-palladium alloys.
Method for the determination of gold

ГОСТ 12563.1—83

Взамен ГОСТ 12563—67 в части разд. 2

ОКП 17 5350

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1373 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения золота в золото-палладиевых сплавах (при массовой доле золота от 50,0 до 90,0 %).

Метод основан на восстановлении золота нитритом натрия в присутствии палладия; при этом палладий остается в растворе в виде нитропалладита натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22864—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения и образцовые по ГОСТ 24104—80.

Электропечь сопротивления лабораторная по ГОСТ 13474—79.

Тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147—80.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 500 см³.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1983

gost.e-ecolog.ru

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82, типа В.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Смесь кислот для растворения, состоящая из трех объемов концентрированной соляной кислоты и одного объема концентрированной азотной кислоты.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 5.
Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 7 М раствор.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску сплава массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ смеси кислот. Раствор выпаривают приблизительно до 3 см³ и разбавляют горячей водой с добавлением 1—2 см³ соляной кислоты до полного растворения солей палладия.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

При выпаривании раствора возможно частичное восстановление золота и выпадение его в виде мелкого осадка на дно колбы. Не отфильтровывая осадок, раствор разбавляют горячей водой до 300 см³ и осторожно приливают 100 см³ 7 М раствора азотистокислого натрия.

Раствор, поддерживая первоначальный объем, кипятят в течение 1,5—2 ч до удаления окислов азота и полной коагуляции осадка. При этом палладий остается в растворе в виде комплексного соединения, а золото и гидроокись железа переходят в осадок.

После охлаждения раствора осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента», наполненный на одну четверть бумажной пульпой, и промывают горячей водой до нейтральной реакции. Воронку с осадком переносят на другую колбу и заливают горячей серной кислотой (1 : 5) для растворения гидроокиси железа. Оставшийся на фильтре осадок золота промывают горячей водой до нейтральной реакции, просушивают, складывают в тарированный фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч до полного озоления фильтра (температура не более 800 °С). После охлаждения осадок в тигле заливают водой с несколькими каплями азотной кислоты для растворения натриевых солей, прогревают 20—30 мин, отфильтровывают, промывают горячей водой, просушивают, прокаливают и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы.

Параллельно с пробами проводят контрольный опыт. Для этого 30 см³ смеси кислот помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и проводят через все стадии анализа.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю золота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса осадка золота, г;

m_1 — масса осадка контрольного опыта, г;

m_2 — масса навески сплава, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов наибольшего и наименьшего параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,20 %.

Изменение № 1 ГОСТ 12563.1—83 Сплавы золото-палладиевые. Метод определения золота

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.11.88 № 3759

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22864—83.

(Продолжение см. с. 68)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12563.1—83)

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и допускаемые расхождения».

Раздел 2. Последний абзац. Заменить слова: «7 М раствор» на «раствор концентрации 7 моль/дм³»; исключить ссылку: «по ГОСТ 13474—79».

Раздел 4. Первый абзац. Заменить слова: «7 М раствора» на «раствора концентрации 7 моль/дм³».

(Продолжение см. с. 69)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12563.1—83)

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Разность между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $d=0,20$ %.

Разность двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в разных лабораториях, не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $D=0,35$ %».

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12563.1—83)

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Контроль точности результатов определения золота проводится воспроизведением его массовой доли в искусственной смеси химического состава, близкого составу анализируемого сплава, проведенной через весь ход анализа.

gost.e-ecolog.ru

Результаты анализа проб считаются точными, если абсолютная разность наибольшего и наименьшего значений массовой доли золота в искусственной смеси не превышает 0.17 %».

(ИУС № 2 1989 г.)