УДК 622.34—15.001.4:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВИСМУТОВЫЙ

Методы определения золота и серебра

Bismuth concentrate.
Methods for determination of gold and silver

ГОСТ
28407.4—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на висмутовые концентраты всех марок и устанавливают пробирно-гравиметрический метод определения массовых долей золота от 0,5 до 100 г/т, серебра — от 10 до 2500 г/т и пробирно-фотометрический метод определения золота от 0,02 до 0,5 г/т.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28407.0.

2. ПРОБИРНО-ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ЗОЛОТА ОТ 0,5 ДО 100 г/т И СЕРЕБРА ОТ 10 ДО 2500 г/т)

Метод основан на сплавлении висмутового концентрата с шихтой, содержащей металл — коллектор благородных металлов — свинец и флюсы (соду, буру, стекло), в присутствии селитры. В результате сплавления получают свинцовый сплав, содержащий серебро и золото, и шлак. Свинец отделяют от золота и серебра путем купеляции сплава на капели при 900—950°С с получением золото-серебряного королька

Золото отделяют от серебра посредством растворения серебра в азотной кислоте.

Массу серебра определяют по разности масс королька и золота.

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь электрическая муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 1000°С.

gost.e-ecolog.ru

Печь (типа горна), обеспечивающая температуру нагрева 1100°С.

Шкаф сушильный лабораторный.

Щипцы стальные для капелей.

Щипцы тигельные.

Термометр термоэлектрический платинородий-платиновый типа ТПП.

Термометр термоэлектрический хромель-алюмелевый типа ТХА.

Тигли фарфоровые вместимостью 10 см³ по ГОСТ 9147.

Тигли шамотовые вместимостью 500 см³.

Весы микроаналитические типа ВЛМ-1 с погрешностью взвешивания до 0,02 мг или типа ВЛР-20 г с погрешностью взвешивания до 0,015 мг или весы аналогичных типов.

Изложница чугунная или стальная коническая; верхний диаметр 70 мм, высота 150 мм.

Наковальня стальная для отбивки сплава.

Молоток шлифованый для расковки корольков.

Пинцет.

Капели магнезитовые, размер верхнего диаметра 35—38 мм, нижнего 28—30 мм, глубина 11 мм; капели готовят из смеси, состоящей из 85% магнезита по ГОСТ 4689 и 15% портландцемента по ГОСТ 10178 марки не ниже 400, измельченных до размера частиц, проходящих через сито с сеткой № 0071 по ГОСТ 6613, с добавлением 10% воды.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, проверенная на отсутствие хлор-ионов и разбавленная 1 : 5.

Бура по ГОСТ 8429, прокаленная.

Сода кальцинированная техническая по ГОСТ 5100.

Свинца (II) окись по ГОСТ 9199.

Кварц или стекло, измельченные до размера частиц, проходящих через сито с сеткой № 0071 по ГОСТ 6613.

Фольга свинцовая толщиной 0,1—0,3 мм, изготовленная из свинца марки не ниже С0 по ГОСТ 3778.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168.

Серебро марки Ср 999 по ГОСТ 6836.

2.2. **Проведение анализа**

Навеску висмутового концентрата массой 25,0 г при массовой доле серебра менее 1000 г/т или 15,0 г при массовой доле серебра более 1000 г/т перемешивают с 80 г соды, 100 г окиси свинца, 30 г буры, 10 г стекла и необходимым количеством (для получения веркблея массой 30—35 г) азотнокислого натрия.

Массу азотнокислого натрия (X) в граммах вычисляют по формуле

$$X = \frac{3{,}5 \cdot m_1 \cdot m}{100},$$

где 3,5 — коэффициент для подсчета массы азотнокислого натрия, необходимой для окисления серы;

m_1 — массовая доля серы в висмутовом концентрате, %;

m — масса навески концентрата, г.

Полученную смесь высыпают в бумажный кулечек, помещают в шамотовый тигель и плавят в горне при 1000—1100°С в течение 45—50 мин.

Процесс считается законченным после прекращения выделения газов.

Расплав выливают из тигля в изложницу.

После охлаждения отделяют свинцовый сплав от шлака, придают сплаву форму кубика, помещают в муфельную печь на капель, предварительно нагретую в течение 10 мин при 900—950°С, и выдерживают при закрытой дверце 2—3 мин. Температура в печи при этом не должна быть ниже 900°С.

Купелирование ведут при открытых дверцах печи, повышая температуру к концу купелирования до 980°С.

По окончании купелирования, что видно по бликованию, последующему потемнению и затвердению золото-серебряного королька, тигель постепенно двигают к краю печи, чтобы не произошло разбрызгивание серебра вследствие выделения кислорода, поглощаемого им при высоких температурах. Затем капель извлекают из муфельной печи, охлаждают, пинцетом снимают королек с капели, очищают от приставших частиц капельной массы, расплющивают на наковальне в тонкую пластинку и взвешивают на микроаналитических весах (масса серебра и золота).

В фарфоровый тигель наливают 6 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 5, нагревают до 75—90°С и опускают в раствор золото-серебряную пластинку.

Кислоту поддерживают в горячем состоянии, не доводя до кипения, до полного растворения серебра и образования золотой корточки. Затем сливают из тигля раствор азотнокислого серебра, оставшуюся золотую корточку промывают три раза декантацией горячей водой, осторожно подсушивают на плите и прокаливают в муфельной печи при 400—500°С в течение 3—5 мин. После охлаждения золото переносят на чашу микроаналитических весов и взвешивают.

Массу серебра определяют по разности масс золото-серебряного королька и золота.

Параллельно с исследуемой пробой проводят контрольный опыт с целью определения содержания серебра в окиси свинца. Результаты контрольного опыта вычитают из результата анализа висмутового концентрата.

При массовой доле серебра 400 г на 1 т концентрата и более одновременно с анализом ведут контрольную пробу для определения потерь серебра при купелировании. Контрольную пробу состав-

ляют из серебра, взятого в количестве, приблизительно равном количеству серебра в анализируемом концентрате (две навески). Каждую навеску завертывают в свинцовую фольгу массой 30—35 г и помещают в муфельную печь на капель вместе с основными пробами.

Потери серебра при купелировании контрольной пробы прибавляют к результатам основной пробы.

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Массовую долю золота (X_1) в г/т вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 1000}{m},$$

где m_1 — масса золота, мг;

m — масса навески пробы, г.

2.3.2. Массовую долю серебра (X_2) в г/т вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2 - m_3 + m_4) \cdot 1000}{m},$$

где m_1 — масса золото-серебряного королька, мг;

m_2 — масса золотой корточки, мг;

m_3 — масса серебра в контрольном опыте, мг;

m_4 — масса потери серебра при купелировании контрольной пробы, мг;

m — масса навески пробы, г.

2.3.3. Результаты вычислений округляют до первого десятичного знака при массовой доле золота и серебра до 100 г/т и до целого числа при массовой доле золота и серебра свыше 100 г/т.

2.3.4. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов золота и серебра не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Массовая доля золота, г/т	Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализов, г/т
От 0,5 до 1,0 включ.	0,4
Св. 1,0 » 2,0 »	0,6
» 2,0 » 5,0 »	1,0
» 5,0 » 10,0 »	2,0
» 10,0 » 20,0 »	3,0
» 20,0 » 40,0 »	4,0
» 40,0 » 80,0 »	5,0
» 80,0 » 100 »	6,0

Таблица 2

Массовая доля серебра, г/т	Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализов, г/т
От 10,0 до 20,0 включ.	4,0
Св. 20,0 » 30,0 »	6,0
» 30,0 » 70,0 »	12,0
» 70,0 » 150 »	18,0
» 150 » 300 »	25
» 300 » 500 »	30
» 500 » 1000 »	50
» 1000 » 2000 »	70
» 2000	80

2.3.5. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0.

3. ПРОБИРНО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ЗОЛОТА ОТ 0,02 ДО 0,5 г/т)

Метод основан на образовании извлекаемого толуолом комплекса золота с кристаллическим фиолетовым и измерении его оптической плотности в области длин волн 580—610 нм.

Золото и серебро предварительно отделяют от сопутствующих компонентов методом пробирной плавки.

Серебро определяют по разности масс золото-серебряного корольки и золота, найденного фотометрическим методом.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Для проведения анализа применяют аппаратуру, реактивы и растворы, указанные в п. 2.1, и дополнительно:

фотоэлектроколориметр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1 : 6;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1 : 1 и 1 : 7;

смесь азотной и соляной кислот в отношении 1 : 3 (царская водка) и смесь кислот, разбавленную 1 : 1;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

водорода перекись по ГОСТ 10929;

толуол по ГОСТ 5789;

кристаллический фиолетовый по ТУ 6—09—4119, раствор с массовой долей 0,2 %;

стандартные растворы золота:

раствор А: 0,0500 г золота растворяют в 10 см³ царской водки и выпаривают на водяной бане до влажных солей. Добавляют 3—5 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до влажного остатка. Приливают 15—20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагре-

вают до растворения солей, прибавляют 100 мг хлористого натрия, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг золота;

раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг золота;

раствор В: 5 см³ раствора Б помещают в стакан вместимостью 50 см³ и выпаривают на водяной бане до влажных солей. Приливают 1—1,5 см³ царской водки и вновь выпаривают до влажного остатка. Приливают 5 капель разбавленной 1 : 1 смеси кислот, затем 12,5 см³ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 5 мкг золота. Раствор В готовят в день применения.

3.2. **Проведение анализа**

При массовой доле золота от 0,02 до 0,1 г/т анализ проводят параллельно в шести навесках, при массовой доле золота свыше 0,1 г/т — в трех навесках.

Сплавление навески с шихтой, купеляцию сплава на капели с получением золото-серебряного королька проводят, как указано в п. 2.1. Затем две золото-серебряные пластинки при содержании золота до 0,1 г/т или одну при содержании золота свыше 0,1 г/т помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 3 4 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1 : 6. После растворения серебра раствор осторожно сливают. К остатку приливают 2—3 см³ царской водки, прибавляют на кончике шпателя 20—30 мг хлористого натрия и нагревают на водяной бане до растворения золотых корточек. Раствор выпаривают до влажных солей. Затем приливают пять капель смеси кислот, разбавленной 1 : 1, 4 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 7, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до объема 40 см³. Приливают шесть капель перекиси водорода, 25 см³ толуола, 1 см³ раствора кристаллического фиолетового и экстрагируют золото в течение 1 мин.

Экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 100 см³ и закрывают стеклянной пробкой или тампоном из ваты. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 20 или 50 мм.

Раствором сравнения служит толуол.

Массу золота в экстракте находят по градуировочным графикам.

3.3. **Построение градуировочных графиков**

Для построения градуировочных графиков в пять из шести делительных воронок вместимостью 100 см³ последовательно отмеривают пипеткой 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 см³ стандартного раствора В для кюветы 50 мм, что соответствует 1; 2; 4; 6 и 8 мкг золота и 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора В для кюветы 20 мм, что соответствует 5; 10; 15; 20 и 25 мкг золота.

Приливают по 4 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 7, разбавляют водой до объема 40 см³ и далее продолжают, как описано в п. 3.2. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям золота строят градуировочные графики.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю золота (X_3) в г/т вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1}{m},$$

где m_1 — масса золота, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля золота, г/т	Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализов, г/т
От 0,02 до 0,05 включ.	0,03
Св. 0,05 » 0,10 »	0,04
» 0,1 » 0,3 »	0,1
» 0,3 » 0,5 »	0,3

3.4.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. Е. Вохрышева, канд. хим. наук; **А. К. Кухарев**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.12.89 № 4091**

3. **Срок первой проверки — 1995 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ОСТ 48—136.4—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3778—77	2.1
ГОСТ 4168—79	2.1
ГОСТ 4233—77	3.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 4689—74	2.1
ГОСТ 5100—85	2.1
ГОСТ 5789—78	3.1
ГОСТ 6613—86	2.1
ГОСТ 6836—80	2.1
ГОСТ 8429—77	2.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 9199—77	2.1
ГОСТ 10178—85	2.1
ГОСТ 10929—76	3.1
ТУ 6—09—4119—75	3.1

gost.e-ecolog.ru