МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА

Издание официальное

БЗ 11—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.343—15:543.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Методы определения золота и серебра

Copper concentrates.
Methods for determination of gold and silver

ГОСТ 15934.10—82*

Взамен ГОСТ 15934.10—80

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 12.10.82 № 3943 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты, не содержащие металлов платиновой группы, и устанавливает методы определения содержания золота и серебра:

- пробирно-гравиметрический при содержании золота от 1 г и выше и серебра свыше 10 г на 1 т концентрата;
- пробирно-фотометрический при содержании золота от 0,05 до 1 г на 1 т концентрата;
- атомно-абсорбционный при содержании золота от 1 г и выше и серебра свыше 10 г на 1 т концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27329—87.

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0—81 и ГОСТ 26100—84.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ПРОБИРНО-ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА

Метод основан на тигельной плавке концентрата либо непосредственно с шихтой при температуре 1000—1100 °С, либо после предварительного прокаливания при температуре 450—550 °С и растворении прокаленного концентрата в серной кислоте. Полученный свинцовый сплав, содержащий золото и серебро, подвергают окислительному расплавлению при температуре 900—950 °С. Массовую долю золота и серебра, полученных путем купеляции, определяют гравиметрическим методом.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные аналитические любого типа 2-го класса точности с погрешностью взвешивания по ГОСТ 24104—88.

Изложница чугунная или стальная коническая с размером верхнего диаметра 70 мм, высотой 150 мм.

Коробка шамотовая длиной 180 мм, шириной 80 мм, высотой 30 мм.

Молоток шлифовальный для расковки корольков.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

**Переиздание (май 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 7—85, 6—90)*

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Наковальня стальная для отбивки сплава.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева до 1000 °С.

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

Тигли и чашки фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Лодочки шамотовые или фарфоровые.

Тигли шамотовые вместимостью 500 см^3.

Щипцы тигельные.

Щипцы для капели.

Капели магнезитовые. Капели готовят из смеси, состоящей из 85 % магнезита по ГОСТ 4689—94 или магнезитового порошка любой марки по ГОСТ 10360—85 и 15 % портландцемента по ГОСТ 10178—85 марки не ниже 400, измельченных до размера частиц, проходящих через сито с сеткой 0071 К по ГОСТ 6613—86, с добавлением 10 % воды. Перед употреблением капели должны быть высушены.

Бура по ГОСТ 8429—77.

Серебро по ГОСТ 6836—80 или другой нормативно-технической документации.

Кварц или стекло, измельченные до размера частиц, проходящих через сито с сеткой 0071К по ГОСТ 6613—86.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 100 г/дм^3.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, раствор 100 г/дм^3.

Свинца (II) окись.

Сода кальцинированная техническая из нефелинового сырья по ГОСТ 10698—80.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76.

Фольга свинцовая из свинца по ГОСТ 3778—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1, 1:4.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Гидразин солянокислый, раствор 200 г/дм^3.

Золото по ГОСТ 6835—80 или другой нормативно-технической документации, или приготовленное в лаборатории следующим образом: ампулу, содержащую от 1 до 2 г золотохлористоводородной кислоты, вскрывают и соль растворяют в 50—100 см^3 воды в колбе вместимостью 250 см^3, затем приливают 5 см^3 соляной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния. Выпаривание повторяют еще два раза с 2 см^3 соляной кислоты до влажной соли. К остатку приливают 100—150 см^3 воды и раствор фильтруют через плотный фильтр, промывая его 2—3 раза водой, подкисленной соляной кислотой. К фильтрату приливают 30—40 см^3 раствора солянокислого гидразина и перемешивают. Выпадает бурый осадок золота. После отстаивания осадка и осветления раствора отфильтровывают осадок на плотный фильтр.

Осадок золота на фильтре промывают четыре раза водой, помещают в фарфоровый тигель, высушивают в сушильном шкафу при температуре 105—110 °С в течение 30 мин и озоляют фильтр при температуре 700 °С в течение 20—30 мин. Удаляют с золота остатки золы от фильтра и используют его для приготовления стандартных растворов и определения потерь при купелировании.

Уголь активированный по ГОСТ 4453—74 или ГОСТ 6217—74.

Бура по ГОСТ 8429—77.

Смесь кислот соляной и азотной в соотношении 3:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:300.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79.

Гидрохинон по ГОСТ 19627—74, раствор с молярной концентрацией 0,007—0,01 моль/дм^3: растворяют 0,8372 г гидрохинона в 400 см^3 воды с добавлением 20 см^3 соляной кислоты, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки. 1 см^3 раствора соответствует 1 мг золота. Более разбавленный раствор готовят соответствующим разбавлением основного раствора. Титр раствора проверяют по стандартному раствору золота (III).

Ортодианизидин, индикатор: растворяют 0,5 г индикатора в смеси 200 см^3 воды и 2 см^3 соляной кислоты, разбавляют водой до объема 500 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску медного концентрата массой 25 или 50 г (при содержании золота менее 3 г/т и серебра менее 200 г/т) помещают в низкий широкий фарфоровый тигель или фарфоровую (железную) чашку, или шамотовую (другую) лодочку и прокаливают (при необходимости) при температуре 450—550 °С в течение 30 мин, периодически осторожно перемешивая во избежание спекания.

Прокаленную навеску концентрата переносят в коническую колбу или стакан вместимостью 750—800 см^3, приливают 60 см^3 воды, 200 см^3 серной кислоты и нагревают при температуре 150—250 °С в течение 3—4 ч, перемешивая стеклянной палочкой. Затем раствор охлаждают, разбавляют водой до объема 600 см^3, перемешивают, снова нагревают и прибавляют при непрерывном перемешивании 15 или 30 см^3 (в зависимости от величины навески) раствора хлористого натрия, 5 или 10 см^3 раствора уксуснокислого свинца и кипятят в течение 5—10 мин. Стенки колбы или стакана обмывают водой, содержимое разбавляют водой до объема 750 см^3 и оставляют до коагуляции осадка на 30 мин, после чего фильтруют через плотный фильтр. Колбу (стакан) и осадок на фильтре промывают 2—3 раза водой.

Если навеску не прокаливают, ее помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 750 см^3, приливают 400 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают при температуре 150—250 °С в течение 3—4 ч. Далее поступают, как описано выше.

Фильтр с осадком сушат при температуре 100 °С. Затем фильтр сжигают при температуре 450 °С и после охлаждения остаток переносят в шихту для сплавления, состоящую из 50—70 г окиси свинца (в зависимости от состава анализируемой пробы), 1,5—2 г угля, 80—90 г соды, 25 г буры, 15 г стекла или кварца, и перемешивают. Полученную смесь высыпают в бумажный пакет, присоединяют фильтр с остатком и помещают в шамотный тигель, засыпают сверху тонким слоем буры. Плавят при температуре 1000—1100 °С в течение 30—45 мин, после чего выливают содержимое в изложницу.

После охлаждения отделяют свинцовый сплав от шлака, придают сплаву форму кубика, помещают в муфель на капель, предварительно нагретую в муфеле в течение 10 мин при 900 °С, и выдерживают при закрытой дверце муфеля 2—3 мин при той же температуре. Затем открывают дверцу муфеля и купелируют сплав, повышая к концу купелирования температуру до 920—950 °С.

В конце купелирования происходит бликование, а затем потемнение и затвердение золото-серебряного королька. После этого капель извлекают из муфеля, охлаждают, очищают королек от приставших частичек капели, расплющивают на наковальне в пластинку толщиной не более 0,3 мм и взвешивают. Масса пластинки составляет сумму масс золота и серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.2. Пластинку переносят в фарфоровый тигель, содержащий 4—5 см^3 раствора азотной кислоты 1:4, нагретого до температуры 75—90 °С. Содержимое тигля нагревают, избегая кипения, в течение 15—20 мин до образования рыхлой золотой корточки. Затем кислоту сливают из тигля, прибавляют 2 см^3 раствора азотной кислоты 1:1, нагревают в течение 10—15 мин, промывают золотую корточку горячей водой, высушивают, прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3—5 мин, охлаждают и взвешивают.

Допускается дальнейшее определение золота титриметрическим методом. Для этого золотую корточку помещают в фарфоровый тигель, приливают 4 см^3 смеси азотной и соляной кислот и выпаривают содержимое на водяной бане почти досуха (избегая пересушивания). Затем в тигель приливают 0,5 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают на водяной бане почти досуха. Обработку соляной кислотой повторяют. После этого в тигель добавляют 1 см^3 соляной кислоты (1:300), 2—3 капли индикатора ортодианизидина и через 5 мин титруют из микробюретки раствором гидрохинона с молярной концентрацией 0,007 моль/дм^3 до исчезновения розовой окраски раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2.3. При соотношении в золото-серебряном корольке серебра и золота меньше чем 3:1 к корольку следует добавлять металлическое серебро в количестве, дающем соотношение серебра и золота 4:1 или 5:1. Затем королек вместе с серебром завертывают в свинцовую фольгу массой 2—3 г, ставят в муфельную печь для купелирования и далее продолжают, как указано в п. 2.2.1.

2.2.4. Одновременно с анализом выполняют два контрольных опыта для определения потерь при купелировании (если в концентрате серебра меньше 400 г на 1 т концентрата, контрольный анализ не проводят). Для этой цели массу серебра, соответствующую ожидаемой в анализируемом концентрате, завертывают в свинцовую фольгу массой 30—35 г и купелируют, как указано в п. 2.2.1. Потери серебра при купелировании при проведении контрольного опыта прибавляют к результатам анализа концентрата. Определяют массовую долю серебра в окиси свинца и фольге и результат вычитают из результата анализа концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.5. Для определения золота и серебра непосредственно с шихтой навеску медного концентрата массой, в зависимости от массовой доли меди, смешивают с шихтой в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Наименование компонента	Состав шихты при массовой доле меди, %, до							
	10	15	20	25	30	35	40	Более 40
Навеска концентрата	25	25	25	20	20	15	15	10
Глет окись свинца	100	130	160	160	185	185	185	100
Сода	50	50	50	50	25	25	25	30
Прокаленная бура	20	20	20	20	10	10	10	20
Стекло	10	10	10	10	15	15	15	5

Для окисленных материалов в шихту вводят древесный уголь по расчету предварительной плавки, для сульфидных — добавляют натриевую селитру, азотнокислый натрий с расчетом получения веркблея массой 30—35 г.

Массу селитры (X) в граммах вычисляют по формуле

$$X = \frac{3{,}5 \cdot X_1 \cdot m}{100},$$

где 3,5 — количество азотнокислого натрия, необходимое для окисления 1 % серы, г;

X_1 — массовая доля серы в концентрате, %;

m — масса навески концентрата, г.

Полученную смесь высыпают в бумажный кулек, помещают в шамотовый тигель и плавят в печи типа р горн при температуре 950—1050 °С в течение 30—45 мин. Затем содержимое тигля выливают в изложницу и далее анализ проводят, как указано в п. 2.2.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю золота (X) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 \cdot 1000}{m},$$

где m_2 — масса королька золота, мг;

m — масса навески концентрата, г.

2.3.1а. Массовую долю золота (при титриметрическом определении) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot V \cdot m_2 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где T — титр раствора гидрохинона по золоту, г/см^3;

V — объем раствора гидрохинона, см^3;

m_2 — масса королька золота, мг;

m — масса навески концентрата, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.3.2. Массовую долю серебра (X_1) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2 + m_3 - m_4) \cdot 1000}{m},$$

где m_1 — суммарная масса королька золота и серебра, мг;

m_2 — масса королька золота, мг;

m_3 — потеря массы серебра при купелировании при проведении контрольного опыта, мг;

m_4 — масса серебра, содержащаяся в окиси свинца, мг;

m — масса навески концентрата, г.

2.3.3. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать абсолютных

допускаемых расхождений сходимости (d_n) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 2 для золота и в табл. 3 для серебра.

Таблица 2

Содержание золота, г/т	Абсолютное допускаемое расхождение, г/т	
	параллельных определений d_n	анализов D
От 0,5 до 1,0 включ.	0,4	0,6
Св. 1,0 » 4,0 »	0,6	0,9
» 4,0 » 15,0 »	2,2	2,8
» 15,0 » 30,0 »	4,4	6,5
» 30,0 » 60,0 »	5,9	7,9
» 60 » 100 »	7	9
100	10	15

Таблица 3

Содержание серебра, г/т	Абсолютное допускаемое расхождение, г/т	
	параллельных определений d_n	анализов D
От 10 до 20 включ.	5,5	8,8
Св. 20 » 40 »	7,3	12,4
» 40 » 80 »	12,6	15
» 80 » 150 »	15	18
» 150 » 300 »	18	22
» 300 » 600 »	28	35
» 600 » 1200 »	50	55
» 1000 » 1500 »	60	66
» 1500 » 2000 »	80	88

2.3.4. Контроль правильности результатов анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ 27329—87 не реже одного раза в месяц.

2.3.3, 2.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПРОБИРНО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения аниона $[AuCl_4]^-$ с кристаллическим фиолетовым в солянокислом растворе, экстрагируемого толуолом, и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 590 нм после растворения золото-серебряного королька, полученного пробирным методом.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 2.1 и дополнительно:

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любой марки, по точности соответствующий фотоэлектроколориметру.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 15 %-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 50 г/дм^3.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147—74, раствор 50 г/дм^3.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм^3.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Золото по ГОСТ 6835—80.

Стандартные растворы золота:

раствор А. Навеску золота массой 0,1 г растворяют в 10 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании на водяной бане. После удаления окиси азота раствор выпаривают до влажных солей. Добавляют 2—3 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Прибавляют 15—20 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, нагревают до растворения солей, прибавляют 0,1 г хлористого натрия, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты 1:1 и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг золота;

раствор Б. Отбирают микропипеткой 1 см^3 раствора А и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доводят до метки раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг золота. Раствор пригоден для применения в течение 10 сут.;

раствор В. Аликвотную часть 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,001 мг золота. Готовят в день употребления.

Фоновый раствор. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 40 см^3 соляной кислоты, 10 см^3 раствора хлористого натрия, 20 см^3 раствора треххлористого железа и 6 см^3 раствора перекиси водорода. Доводят водой до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Сплавление массы навески концентрата с шихтой и купеляцию проводят, как указано в пп. 2.2.1 и 2.2.5.

3.2.2. Взвешенную золото-серебряную пластинку переносят в фарфоровый тигель. Приливают 5 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), растворяют при температуре 60—70 °С. Затем раствор выпаривают на водяной бане до влажных солей. Приливают 0,5 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей. Выпаривание с 0,5 см^3 соляной кислоты повторяют еще один раз.

К остатку приливают 2 см^3 соляной кислоты, 0,5 см^3 раствора хлористого натрия, 1 см^3 треххлористого железа и 0,3 см^3 (4—5 капель) перекиси водорода. Нагревают при температуре 60—70 °С в течение 2—3 мин и после разбавления водой переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 . Охлаждают и доводят водой до метки, перемешивают.

Если есть необходимость, то раствор фильтруют через плотный фильтр и из фильтрата отбирают аликвотную часть, содержащую не более 0,05 мг золота. Переносят ее в делительную воронку вместимостью 100—150 см^3, разбавляют до объема 50 см^3 раствором фона. Добавляют 1 см^3 раствора кристаллического фиолетового, 10 или 25 см^3 толуола (в зависимости от количества золота в аликвотной части) и экстрагируют в течение 2 мин. При необходимости экстракт центрифугируют для обезвоживания приблизительно 3 мин.

Измеряют величину оптической плотности раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 590—600 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Раствором сравнения служит толуол.

3.2.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи стаканов вместимостью по 50 см^3 помещают соответственно 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 см^3 стандартного раствора В. Выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 (4—5 капель) соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Операцию повторяют еще один раз.

Приливают 2 см^3 соляной кислоты, 0,5 см^3 раствора хлористого натрия, 1 см^3 раствора треххлористого железа и 0,3 см^3 раствора перекиси водорода. Нагревают 2—3 мин при температуре 60—70 °С. Растворы переносят в делительные воронки вместимостью по 100—150 см^3 и доливают водой до объема 50 см^3. Добавляют по 1 см^3 раствора кристаллического фиолетового и далее продолжают по п. 3.2.2. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям золота строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю золота (X) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески концентрата, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.3.2. Массовую долю серебра в граммах на 1 т концентрата определяют по разности масс золото-серебряного королька и золота по п. 2.3.2.

3.3.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений величин, указанных в табл. 2. При содержании золота менее 0,5 г/т они не должны превышать 80 % отн.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА

Метод основан на растворении концентрата в кислотах, извлечении золота с метилизобутилкетоном или изоамиловым спиртом, или триалкиламином из 1 моль/дм^3 солянокислого раствора и измерении атомной абсорбции при длине волны 242,8 нм при введении раствора в воздушно-ацетиленовое или пропан-бутан-воздушное пламя.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Ацетилен газообразный технический по ГОСТ 5457—75 или пропан-бутан по ГОСТ 20448—90.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^2 - 6 \cdot 10^2$ кПа (2—6 кгс/см^2).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кальция гипохлорит.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 1 моль/дм^3.

Метилизобутилкетон (МИБК). Очищают перед употреблением следующим образом: 10 объемных частей МИБК встряхивают с 1 объемом раствора гидроокиси натрия в течение 1 мин. Органический слой сливают в другую делительную воронку и операцию повторяют. Затем промывают одной объемной частью воды два раза и сушат с сульфатом натрия. Фильтруют через неплотный фильтр в склянку из темного стекла.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79.

Смесь азотной и соляной кислот в отношении 1:3.

Триалкиламин в керосине.

Золото металлическое по ГОСТ 6835—80 или приготовленное по п. 2.1.

Стандартные растворы золота:

раствор А. Навеску золота массой 0,1 г растворяют в 10 см^3 соляной кислоты и 3 см^3 азотной кислоты при нагревании на водяной бане. После удаления окиси азота раствор выпаривают до влажных солей. Добавляют 5 см^3 соляной кислоты и выпаривают до влажных солей. Выпаривание с 5 см^3 соляной кислоты повторяют. Затем полученный остаток растворяют в 3 см^3 соляной кислоты и 50 см^3 воды. В полученный раствор добавляют 50 мг гипохлорита кальция и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг золота;

раствор Б. Отбирают аликвотную часть 10 см^3 раствора А и переносят ее в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг золота. Раствор Б пригоден для применения в течение 10 сут;

раствор В. Аликвотную часть 10 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,01 мг золота. Раствор В готовят непосредственно перед употреблением.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску медного концентрата массой 25 г помещают в стакан вместимостью 2000 см^3. Добавляют 200 см^3 серной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и кипятят в течение 1 ч до полного разложения навески. Часовое стекло (пластинку) снимают, раствор охлаждают, осторожно приливают 200 см^3 воды и перемешивают. Затем добавляют 30 г винной кислоты, перемешивают до ее растворения и разбавляют водой до объема 1000 см^3. Кипятят раствор до растворения сульфатов. Добавляют немного фильтробумажной массы, перемешивают и оставляют для отстаивания нерастворимого остатка от 10 до 15 ч (можно оставить на ночь).

Фильтруют через фильтр средней плотности и промывают 10 раз водой. Фильтрат отбрасывают.

Фильтр с золотосодержащим остатком сушат в кварцевом (фарфоровом, железном) тигле и прокаливают при температуре 650—700 °С.

Прокаленный остаток переносят в стакан вместимостью 250 см^3, обмывают тигель 3 см^3 соляной кислоты, содержащей 1 см^3 азотной кислоты, в течение 5 мин и затем еще 3 см^3 воды.

Добавляют в стакан 20 см^3 соляной кислоты и 5 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и нагревают несколько минут до выделения окиси азота. Затем отстаивают 30 мин без дальнейшего нагревания. Медленно нагревают и слабо кипятят 30 мин. Стекло (пластинку) снимают, обмывают его водой над стаканом и выпаривают раствор до объема 5 см^3. Добавляют 5 см^3 соляной кислоты и повторяют выпаривание.

После охлаждения прибавляют еще 5 см^3 соляной кислоты и 20 см^3 воды, 50 мг гипохлорита кальция и перемешивают. Переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (если содержание золота до 60 г/т) или 250 см^3 (если содержание золота свыше 60 г/т). Доводят водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора не более 50 см^3 (в зависимости от содержания золота) переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см^3 и добавляют соляную кислоту с таким расчетом, чтобы ее общее содержание составляло (4±0,5) см^3. Доводят объем в воронке водой до 50 см^3. Приливают 20 см^3 МИБК и экстрагируют в течение 30 с. После разделения слоев отбрасывают водную фазу, а органическую при необходимости центрифугируют в течение 2 мин.

Измеряют одновременно атомную абсорбцию золота в экстракте анализируемого раствора, в экстрактах, приготовленных для построения градуировочного графика, и растворе контрольного опыта.

4.2.1а. Допускается проведение анализа следующим образом: навеску медного концентрата массой 1,00 или 2,00 г набирают методом квартования и помещают в фарфоровую чашу, переносят чашу в муфельную печь, нагретую до 200 °С. Прокаливают навеску в течение 1,5—2 ч при температуре 500—600 °С. Через каждые 30—40 мин чашу вынимают из муфеля, охлаждают, содержимое чаши перемешивают стеклянной палочкой, растирая комки концентрата.

Обожженную навеску переносят в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 40 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают стакан покровным стеклом и нагревают при температуре 100—120 °С в течение 40—60 мин, периодически перемешивая. Затем стекло снимают, обмывают его водой над стаканом и раствор выпаривают при нагревании до объема 1—2 см^3. Приливают еще 25 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают покровным стеклом и нагревают при температуре 100—120 °С в течение 20—30 мин. Затем стекло снимают, обмывают его водой над стаканом и раствор выпаривают при нагревании до объема 2—3 см^3.

После этого в стакан добавляют 35 см^3 соляной кислоты 1 моль/дм^3, перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой, отделяя осадок от дна и стенок стакана.

Раствор фильтруют через плотный фильтр и промывают осадок 5—6 раз соляной кислотой 1 моль/дм^3, фильтр с осадком отбрасывают.

Фильтрат помещают в мерную колбу вместимостью 100 или 200 см^3 и доводят до метки соляной кислотой 1 моль/дм^3. Аликвотную часть анализируемого раствора объемом 100 см^3 переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 изоамилового спирта или триалкиламина, колбу закрывают пробкой и экстрагируют в течение 2 мин. Затем раствор с органическим слоем помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и после расслаивания распыляют верхний слой экстракта в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух, измеряя значение сигнала атомного поглощения при длине волны 242,8 нм. Массу золота определяют по градуировочному графику, для построения которого в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 см^3 стандартного раствора, содержащего в 1 см^3 10 мкг золота, и проводят экстракцию, как указано выше. По полученным данным строят график в прямоугольных координатах.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.2.2. В случае, если содержание свинца в медном концентрате превышает 2 %, то золотосодержащий остаток, полученный по п. 4.2.1, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и заливают горячей свежеприготовленной смесью, состоящей из 35 см^3 уксусной кислоты и 50 см^3 аммиака. Перемешивают и устанавливают pH раствора при помощи индикаторной бумаги. Значение pH должно быть от 8 до 8,5, которое достигают соответственным добавлением уксусной кислоты или аммиака.

Разбавляют полученный раствор водой до объема 150 см^3, накрывают часовым стеклом (пластинкой) и выдерживают при температуре 90—100 °С в течение 30 мин.

Через 10 мин фильтруют через фильтр средней плотности, промывают фильтр и стакан 10 раз водой и фильтрат отбрасывают.

Оба фильтра объединяют, сушат, озоляют, прокаливают и обрабатывают по п. 4.2.1.

4.2.3. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в пять из шести делительных воронок вместимостью по 100—150 см^3 помещают 1,25; 2,5; 3; 4; 5 см^3 (при содержании золота до 60 г/т) или 5; 8; 10; 12;

15 см³ (при содержании золота свыше 60 г/т) раствора В, добавляют по 4 см³ соляной кислоты и 10 см³ воды, доводят объем до 50 см³ и далее поступают, как указано в п. 4.2.1.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям золота строят градуировочный график.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю золота (X) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 1000}{m \cdot V_1},$$

где m_1 — количество золота, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.3.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений величин, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЕБРА

Метод основан на растворении концентрата в кислотах и измерении атомной абсорбции серебра в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух при длине волны 328,1 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Ацетилен газообразный технический по ГОСТ 5457—75 или пропан-бутан по ГОСТ 20448—90.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^2$—$6 \cdot 10^2$ кПа (2—6 кгс/см²).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Серебро металлическое по ГОСТ 6836—80.

Стандартные растворы серебра:

раствор А. Навеску серебра массой 1 г растворяют в 40 см³ раствора азотной кислоты 1:1 и выпаривают до влажных солей. Прибавляют 50—60 см³ воды и переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг серебра;

раствор Б. Отбирают аликвотную часть объемом 10 см³ раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску медного концентрата массой, установленной в зависимости от массовой доли серебра согласно табл. 4, помещают в стакан вместимостью 250—300 см³.

Таблица 4

Массовая доля серебра в 1 т концентрата, г	Масса навески, г	Объем мерной колбы, см³
От 10 до 50 включ.	1,0	50
Св. 50 » 500 »	1,0	100
» 500	0,5	250

Добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, закрывают часовым стеклом (пластинкой) и нагревают до прекращения выделения основной массы окиси азота. Снимают стекло (пластинку), обмывают его водой над стаканом и продолжают нагревание до получения влажных солей. Добавляют 15 см³ смеси соляной и азотной кислоты (3:1) и нагревают до получения влажных солей. Приливают 20 см³ соляной кислоты, 10 см³ воды и нагревают до растворения солей.

После охлаждения раствор вместе с нерастворимым остатком переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 3, добавляют еще 25 см³ соляной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

Анализируемый раствор, растворы для построения градуировочного графика и раствор контрольного опыта вводят в воздушно-ацетиленовое или пропан-бутан-воздушное пламя и измеряют величину поглощения линии серебра 328,1 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2.2. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают соответственно 0,5; 1; 2; 4; 5 см^3 стандартного раствора Б. Добавляют в каждую колбу по 20 см^3 соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию стандартных растворов серебра и по полученным данным строят градуировочный график.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю серебра (X_1) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

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

где m_1 — количество серебра, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — объем мерной колбы, см^3;

m — масса навески концентрата, г.

5.3.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений величин, указанных в табл. 3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3.3. При разногласиях в оценке массовой доли золота и серебра применяют пробирно-гравиметрический метод разд. 2.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 13.05.99. Подписано в печать 17.06.99. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,17.
Тираж 119 экз. С3118. Зак. 506.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru