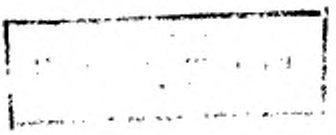
ГОСТ 14047.3—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА

Издание официальное



БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 21.06.2000. Подписано в печать 30.08.2000. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,25. Тираж 108 экз. С 5754. Зак. 764.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

УДК 622.344.5-15:543.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Методы определения золота и серебра

ГОСТ 14047.3—81

Lead concentrates. Methods for the determination of gold and silver

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает пробирно-гравиметрический метод определения золота от 1 г и выше и серебра от 10 г и выше на 1 т концентрата; пробирно-фотометрический метод определения золота от 0,02 до 1 г на 1 т концентрата; пробирно-атомно-абсорбционный метод определения золота от 0,04 до 100 г на 1 т концентрата; экстракционно-атомно-абсорбционный метод определения золота от 0,05 до 100 г на 1 т концентрата и атомно-абсорбционный метод определения серебра от 10 до 3000 г на 1 т концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Отбор проб — по ГОСТ 14180.

1.3. Взвешивание навесок массой более 10 г производят с погрешностью не более 0,02 г.

1.4. Определение золота и серебра проводят в трех навесках.

1.5. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.6. Точность анализа контролируют по стандартным образцам состава свинцовых концентратов не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе. Анализ стандартного образца проводят одновременно с анализом проб. Анализ проб считают точным, если результат анализа стандартного образца отличается от аттестованной характеристики не более, чем на $\sqrt{\Delta_{AT}^2 + 0{,}5D^2}$, где Δ_{AT} — погрешность аттестации стандартного образца, D — допускаемое расхождение между результатами анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ПРОБИРНО-ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА

Метод основан на сплавлении свинцового концентрата при 1000—1100 °С с шихтой, содержащей металл-коллектор благородных металлов — свинец, и купеляции сплава на капели при 900—950 °С с получением золото-серебряного королька и дальнейшем растворении серебра в азотной или серной кислотах.

Массу серебра определяют по разности масс королька и золота.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 1000 °С.

Печь тигельная, обеспечивающая температуру нагрева 1000—1100 °С;

Шкаф сушильный лабораторный.

Термометр термоэлектрический платинородий-платиновый ТПП.

Термометр термоэлектрический хромель-алюмелевый.

Весы микроаналитические с погрешностью взвешивания не более 0,02 мг.

Весы технические с погрешностью взвешивания не более 0,02 г.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Тигли фарфоровые низкие вместимостью 10 см³ по ГОСТ 9147.

Тигли шамотовые конической формы вместимостью 500 см³.

Капели периклазовые размером верхнего диаметра 35—38 мм, нижнего 28—30 мм, глубиной 10 мм; капели готовят из смеси, состоящей из 85 % периклаза по ГОСТ 4689 и 15 % портландцемента марки не ниже 400 по ГОСТ 10178, измельченных до размера частиц, проходящих через сито с сеткой № 0071 по ГОСТ 6613, с добавлением 10 % воды; перед употреблением капели должны быть высушены.

Изложница стальная коническая верхним диаметром 70 мм, высотой 150 мм.

Щипцы стальные для тиглей.

Щипцы стальные для капелей.

Наковальня стальная для отбивки сплава.

Молоток шлифовальный для расковки королька.

Пинцет.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, не ниже х. ч. и разбавленная 1:6.

Кислота серная по ГОСТ 4204, не ниже х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, не ниже х. ч., разбавленная 1:1 и 1:7.

Кислота золотохлористоводородная.

Бура по ГОСТ 8429, предварительно прокаленная.

Сода кальцинированная техническая по ГОСТ 5100.

Свинец (II) окись.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Гидразина дигидрохлорид по ГОСТ 22159, раствор с массовой долей 4 %.

Серебро зернистое марки Ср 999 по ГОСТ 6836.

Золото марки Зл 999 по ГОСТ 6835 или приготовленное в лаборатории следующим образом: ампулу, содержащую 1—2 г золотохлористоводородной кислоты, вскрывают и соль растворяют в 50—100 см³ воды в колбе вместимостью 250 см³, затем приливают 5 см³ соляной кислоты и выпаривают до консистенции сиропа. Выпаривание повторяют еще два раза с 2 см³ соляной кислоты до влажной соли. К остатку приливают 100—150 см³ воды и раствор фильтруют через плотный бумажный фильтр, промывая его 2—3 раза водой, подкисленной соляной кислотой. К фильтрату приливают 30—40 см³ раствора дигидрохлорида гидразина и тщательно перемешивают. Выпадает бурый осадок золота. После отстаивания осадка и осветления раствора осадок отфильтровывают на плотный беззольный фильтр. Осадок золота на фильтре промывают 3—4 раза водой, помещают в фарфоровый тигель, сушат в шкафу при 105—110 °С в течение 30 мин и озоляют фильтр при 700 °С в течение 20—30 мин. Удаляют с золота остатки золы от фильтра и используют для приготовления стандартных растворов и определения потерь при купелировании.

Стекло оконное по ГОСТ 111, измельченное до размера частиц, проходящих через сито с сеткой № 014 по ГОСТ 6613.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 25 г (при массе серебра менее 1000 г на 1 т концентрата) или 15 г (при массе серебра более 1000 г на 1 т концентрата) перемешивают с 65 г соды, 40—75 г окиси свинца, 20 г буры, 10 г стекла и необходимым количеством (для получения веркблея массой 35—40 г) азотнокислого натрия или калия.

Массу азотнокислого натрия (X) в граммах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — массовая доля серы в свинцовом концентрате, %;

m — масса навески концентрата, г.

Полученную смесь высыпают в бумажный кулечек, помещают в шамотовый тигель и плавят в тигельной печи при 1000—1100 °С в течение 35—45 мин. Плавление необходимо проводить осторожно, так как оно протекает с выделением газов. Процесс считается оконченным, когда прекратится выделение газов. Расплав выливают в изложницу с коническим гнездом, где восстановленный свинец собирается на дне. После затвердения свинец отделяют, очищают от шлака и придают ему форму кубика.

Сплав свинца помещают в муфельную печь на купель, предварительно нагретую в течение 10 мин до 900—950 °С, и выдерживают при закрытой дверце 2—3 мин. Температура при этом не

должна быть ниже 900 °С. После того как сплав свинца расплавится окончательно, купелирование ведут при приоткрытых дверцах печи, повышая температуру к концу купелирования до 950 °С.

После удаления последних следов свинца, что заметно по бликованию, последующему потемнению и затвердению золото-серебряного королька, капель постепенно двигают к устью печи, чтобы не произошло разбрызгивания серебра вследствие выделения кислорода, поглощаемого им при высоких температурах. Затем капель извлекают из печи, охлаждают, пинцетом снимают королек с капели, очищают от приставших частиц капельной массы, расплющивают на наковальне в тонкую пластинку и взвешивают на микроаналитических весах. Полученная масса составляет суммарную массу золота и серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.2.2. В фарфоровый тигель наливают 6 см^3 разбавленной 1:6 азотной или 25 см^3 серной кислоты и нагревают на плите до температуры 60—70 °С, опускают золото-серебряную пластинку, полученную по п. 2.2.1. Кислоту поддерживают в горячем состоянии, не доводя до кипения, до полного растворения серебра и образования золотой корточки. Затем сливают из тигля раствор серебра, оставшуюся золотую корточку промывают три раза декантацией горячей водой, осторожно подсушивают на плите и прокаливают в печи при 400—500 °С в течение 3—5 мин. После охлаждения золото ссыпают на чашку микроаналитических весов и взвешивают.

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

2.2.3. Если масса золота более 80 г и серебра более 600 г на 1 т концентрата, то одновременно с анализом свинцового концентрата проводят два контрольных анализа для определения потерь золота и серебра при купелировании. Для этого серебро и золото (массой, соответствующей ожидаемой массе в анализируемом концентрате) завертывают в свинцовую фольгу массой 30—35 г и купелируют в условиях анализа.

Потерю в массе золота и серебра при купелировании контрольной пробы прибавляют к результату анализа свинцового концентрата.

Параллельно с исследуемой пробой проводят контрольный опыт с целью определения содержания серебра в окиси свинца и свинцовой фольге. Результат контрольного опыта вычитают из результата анализа свинцового концентрата.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массу золота (X_1) в граммах на 1 т свинцового концентрата вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2\,1000}{m},$$

где m_2 — масса королька золота, мг;

m — масса навески концентрата, г.

2.3.2. Массу серебра (X_2) в граммах на 1 т свинцового концентрата вычисляют по формуле

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

где m_1 — суммарная масса золото-серебряного королька, мг;

m_2 — масса королька золота, мг;

m_3 — масса серебра в контрольном опыте, мг;

m — масса навески концентрата, г.

2.3.3. Допускаемые расхождения между наиболее отличающимися результатами трех параллельных определений и между двумя результатами анализа не должны превышать значений величин, указанных в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Допускаемые расхождения при определении золота

Массовая доля золота в г на 1 т концентрата	Допускаемое расхождение	
	при параллельных определениях в г на 1 т концентрата	при двух результатах анализа в г на 1 т концентрата
До 0,1	0,04	0,05
Св. 0,1 до 0,5	0,1	0,1
» 0,5 » 1,0	0,4	0,4
» 1,0 » 2,0	0,5	0,6
» 2,0 » 4,0	1,0	1,0
» 4,0 » 8,0	1,5	2,0
» 8,0 » 10,0	2,0	2,5
» 10,0 » 15,0	2,5	3,0

Продолжение табл. 1

Массовая доля золота в г на 1 т концентрата	Допускаемое расхождение	
	при параллельных определениях в г на 1 т концентрата	при двух результатах анализа в г на 1 т концентрата
Св. 15,0 до 20,0	3,0	3,5
» 20,0 » 30,0	3,5	3,5
» 30,0 » 40,0	4,0	5,0
» 40,0 » 50,0	4,5	5,0
» 50,0 » 60,0	5,0	6,0
» 60,0 » 70,0	5,5	7,0
» 70,0 » 80,0	6,0	7,0
» 80,0 » 90,0	6,5	8,0
» 90,0 » 100,0	7,0	8,0

Таблица 2

Допускаемые расхождения при определении серебра

Массовая доля серебра в г на 1 т концентрата	Допускаемое расхождение	
	при параллельных определениях в г на 1 т концентрата	при двух результатах анализа в г на 1 т концентрата
От 10 до 20	4,0	6,0
Св. 20 » 40	8,0	8,5
» 40 » 80	12,0	12,0
» 80 » 150	15,0	16,0
» 150 » 300	25,0	26,0
» 300 » 600	40,0	50,0
» 600 » 1000	50,0	60,0
» 1000 » 1500	60,0	70,0
» 1500 » 2000	70,0	80,0
» 2000 » 2500	80,0	80,0
» 2500 » 3000	90,0	90,0
» 3000 » 3500	100,0	100,0
» 3500 » 4000	110,0	115,0

Если расхождение между наиболее отличающимися результатами параллельных определений превышает приведенное значение величины, определение повторяют в новых навесках.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОБИРНО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА

Метод основан на фотометрическом определении золота с кристаллическим фиолетовым при длине волны 600 нм после сплавления навески свинцового концентрата с шихтой, купеляции и получения золото-серебряного королька.

Серебро определяют по разности масс золото-серебряного королька и золота, найденного по градуировочному графику, и обрабатывают результаты, как указано в пробирно-гравиметрическом методе.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

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

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр;

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

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

пероксид водорода по ГОСТ 10929;

толуол по ГОСТ 5789;

кристаллический фиолетовый, индикатор, раствор с массовой долей 0,2 %;

стандартные растворы золота:

раствор А; готовят следующим образом: 50 мг золота растворяют в нескольких миллилитрах царской водки и выпаривают на водяной бане до влажных солей. Приливают 3—5 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают до влажной соли. Приливают 15—20 $см^3$ разбавленной 1:1 соляной

кислоты, нагревают до растворения соли, прибавляют около 100 мг хлористого натрия, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки разбавленной 1:1 соляной кислотой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг золота;

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

раствор В; готовят следующим образом: 5 см³ раствора Б помещают в стакан вместимостью 50 см³ и выпаривают на водяной бане до влажной соли. Приливают 1—1,5 см³ царской водки и снова выпаривают до влажных солей. К остатку приливают пять капель разбавленной 1:1 царской водки, затем 12,5 см³ соляной кислоты, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 5 мкг золота. Раствор В готовят в день применения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. При массе золота от 0,02 до 0,1 г на 1 т концентрата анализ проводят параллельно в шести навесках, при массе золота свыше 0,1 г на 1 т концентрата — в трех навесках.

Сплавление массы навески с шихтой, затем купеляцию сплава на капели с получением золото-серебряного королька проводят, как указано в п. 2.2.1. Затем две золото-серебряные пластинки при массе золота до 0,1 г на 1 т концентрата или одну при массе золота более 0,1 г на 1 т концентрата помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 3—4 см³ горячей разбавленной 1:6 азотной кислоты. 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 5 капель разбавленной 1:1 царской водки, 4 см³ разбавленной 1:7 соляной кислоты, количественно переливают в делительную воронку вместимостью 100 см³ и доливают водой до объема 40 см³. Затем приливают 6 капель пероксида водорода, 25 см³ толуола, 1 см³ раствора кристаллического фиолетового и экстрагируют золото в течение 1 мин.

Экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 50 или 100 см³, закрывают пробкой и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 600 нм или на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью пропускания 580—610 нм, в кювете с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора 20 или 50 мм.

Раствором сравнения служит толуол.

По значению оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массу золота по градуировочным графикам.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2.2. Для построения градуировочных графиков в делительные воронки вместимостью по 100 см³ последовательно отбирают 0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2 и 1,6 см³ стандартного раствора В для кюветы длиной 50 мм, что соответствует 0, 1, 2, 4, 6 и 8 мкг золота и 0, 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора В для кюветы длиной 20 мм, что соответствует 0, 5, 10, 15, 20 и 25 мкг золота.

Приливают по 4 см³ разбавленной 1:7 соляной кислоты, доливают водой до объема 40 см³ и далее поступают, как указано в п. 3.2.1.

По полученным значениям оптической плотности растворов и известной массе золота строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массу золота (X_3) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески концентрата, г.

3.3.2. Расхождение между наиболее отличающимися результатами трех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать значений величин, указанных в табл. 1.

4. ПРОБИРНО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА

Метод основан на растворении золото-серебряного королька, полученного после сплавления навески свинцового концентрата с шихтой и купеляции, в смеси соляной и азотной кислот и измерении поглощения аналитической линии золота при введении растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

При содержании золота менее 1 г/т экстрагируют его метилизобутилкетоном и измеряют атомную абсорбцию в органических экстрактах.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

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

спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки, позволяющий работать с кислыми средами;

весы лабораторные аналитические;

воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5 — 6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм);

ацетилен или бутан-пропан в баллонах;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и раствор 1 моль/дм^3;

смесь кислот соляной и азотной 3:1 (царская водка);

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

метилизобутилкетон (МИБК), предварительно насыщенный раствором соляной кислоты. Для насыщения необходимый для анализа объем МИБК переносят в делительную воронку и доливают равный объем соляной кислоты. Перемешивают в течение 2—3 мин. После расслаивания кислотный слой отбрасывают. Допускается применение других экстрагентов, обеспечивающих чувствительность и точность данного метода;

стандартные растворы золота:

раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г металлического золота растворяют в 10 см^3 смеси кислот на водяной бане и выпаривают до влажных солей. Добавляют около 0,1 г хлористого натрия, 2—3 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Для растворения остатка приливают 10 см^3 соляной кислоты, 40—50 см^3 воды и кипятят 2—3 мин. После остывания переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 1 мг золота;

раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг золота;

раствор В; готовят следующим образом: 1 см^3 раствора Б переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают, 1 см^3 раствора В содержит 1 мкг золота.

Стандартные растворы для построения градуировочного графика готовят из раствора Б. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 1, 2, 5, 10, 15 и 20 см^3 раствора Б, добавляют по 10 см^3 HCl, до метки доливают дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы содержат 1, 2, 5, 10, 15 и 20 мкг золота в 1 см^3 раствора.

Стандартные растворы для построения градуировочного графика при определении золота в экстрактах готовят из раствора В. В пять делительных воронок наливают по 20 см^3 раствора соляной кислоты, отбирают по 0,5; 2,0; 5,0; 10,0; 25,0 см^3 стандартного раствора В золота, в каждую из воронок добавляют раствор соляной кислоты до объема 50 см^3 и 5 см^3 МИБК и экстрагируют в течение 30 с. После разделения слоев водную фазу отбрасывают, а органическую — центрифугируют в течение 2 мин. Полученные экстракты содержат 0,1; 0,4; 1,0; 2,0; 5,0 мкг золота в 1 см^3 раствора.

Стандартные растворы хранят в темном месте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Золото-серебряную пластинку, полученную по п. 2.2.1, помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и растворяют в 3—4 см^3 разбавленной азотной кислоты 1:6 при слабом нагревании. После растворения серебра приливают 5 см^3 царской водки, растворяют золото при слабом нагревании и выпаривают до влажных солей. Остаток растворят в 5 см^3 1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и после остывания переливают в мерную колбу вместимостью 10, 50 или 100 см^3 в зависимости от содержания золота. Доливают до метки тем же раствором соляной кислоты и перемешивают. После отстаивания растворы проб и стандартные растворы для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя или пламя бутан-пропан-воздух и измеряют величину поглощения линии золота 242,8 нм. Горелку однощелевую устанавливают вдоль оптической оси таким образом, чтобы поглощение измерялось над конусом реакционной зоны пламени. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

При содержании золота в анализируемой пробе менее 1 г/т раствор, полученный при растворении золото-серябряной пластинки и содержащий его от 0,6 до 25 мкг, переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, доливают раствором соляной кислоты до объема 50 см^3, добавляют 5 см^3 МИБК и экстрагируют в течение 30 с. После разделения слоев водную фазу отбрасывают, а органическую — центрифугируют в течение 2 мин. Измеряют атомную абсорбцию золота в экстрактах растворов для построения градуировочного графика анализируемой пробы и контрольного опыта. В качестве «нулевого» раствора используют МИБК, насыщенный раствором соляной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.2.2. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора. На спектрофотометрах фирмы «Перкин Элмер» измерение проводят в режиме «концент-

рация». На табло получают результаты в мкг/см³. На спектрофотометрах других моделей работают в режиме «поглощение». Если измерение проводят с записью на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: C — массовая концентрация золота в растворе в мкг/см³ — l — высота пиков в миллиметрах. При измерении величины поглощения линии золота по стрелочному прибору градуировочный график строят в координатах: C — массовая концентрация золота в растворе в мкг/см³ — N — показания стрелочного прибора в тех величинах, в которых проградуирована шкала прибора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массу золота (X_4) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{C \cdot V}{m},$$

где C — массовая концентрация золота, списанная с табло прибора или рассчитанная по графику, мкг/см³;

V — объем раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

Массу золота, определенную с применением экстракции (X_4^1), в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

$$X_4^1 = \frac{C^1 \cdot V^1}{m},$$

где C^1 — массовая концентрация золота, списанная с табло прибора или рассчитанная по графику, мкг/см³;

V^1 — объем экстракта, см³;

m — масса навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3.2. Допускаемые расхождения между наиболее отличающимися результатами трех параллельных определений и двумя результатами анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5. ЭКСТРАКЦИОННО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА

Метод основан на растворении золота в смеси соляной и азотной кислот, экстракционном выделении золота в органическую фазу и измерении поглощения аналитической линии золота при введении полученного экстракта в воздушно-ацетиленовое пламя.

5.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки.

Ацетилен или бутан-пропан в баллонах.

Весы лабораторные аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Весы лабораторные технические с погрешностью взвешивания не более 0,02 г.

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 800 °С.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5 — 6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм).

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 1 моль/дм³.

Смесь кислот соляной и азотной 3:1 (царская водка).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Толуол по ГОСТ 5789.

Сульфиды нефти или один из индивидуальных сульфидов (дигексилсульфид, дибутилсульфид, диоктилсульфид и др.), раствор 0,1 моль/дм³ в толуоле. Раствор готовят добавлением 25 см³ сульфидов на 1 дм³ толуола.

Допускается применение других экстрагентов, обеспечивающих чувствительность и точность данного метода.

Золото по ГОСТ 6835 или приготовленное в лаборатории по п. 2.1.

Стандартные растворы золота:

растворы А и Б готовят по п. 4.1;

раствор В; готовят следующим образом: 10 см³ раствора Б переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 0,01 мг золота;

раствор Г; готовят следующим образом: 10 см³ раствора В переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 см³ раствора Г содержит 0,001 мг золота.

Стандартные растворы хранят в темном месте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Величину навески определяют в зависимости от массы золота в пробе. При массе золота менее 1 г на 1 т концентрата навеска должна быть 10—15 г. При большей массе навеска может быть 5 г. Навеску пробы помещают в фарфоровую чашку или тигель и прокаливают в муфельной печи до коричневого цвета с рыжим оттенком. Вначале температуру устанавливают 500 °С, затем постепенно поднимают до 700 °С. Пробу в течение прокаливания необходимо перемешивать 3—4 раза. Остывшую после прокаливания пробу перетирают пестиком, помещают в термостойкую коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ смеси кислот и растворяют под крышкой при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, 70—80 см³ дистиллированной воды и кипятят под крышкой 2—3 мин. После охлаждения раствор отфильтровывают в коническую колбу вместимостью 250 см³. Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой, а затем просто дистиллированной водой и отбрасывают.

Для экстракции золота в фильтрат из бюретки добавляют 3 см³ раствора сульфидов при массе золота менее 0,2 г на 1 т концентрата и 5 см³ при большей массе.

Фильтраты проб, содержащих золото более 10 г на 1 т концентрата, переливают в мерные колбы вместимостью по 200 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты 1 моль/дм³, перемешивают, отбирают аликвотную часть 20—50 см³ в конические колбы вместимостью по 250 см³, доливают 1 моль/дм³ соляной кислоты примерно до 100 см³ и 5 см³ экстрагента.

Золото экстрагируют в колбах с притертыми пробками или закрытых пробками из инертного по отношению к раствору сульфидов материала в течение 4 мин. Для встряхивания можно использовать механические встряхиватели или экстракторы. При этом время экстракции подбирают в зависимости от типа применяемого экстрактора. Водную фазу отбрасывают, а органическую сливают через горло воронки в бюксу с притертой крышкой.

Стандартные растворы для построения градуировочного графика готовят непосредственно перед проведением анализа экстракцией золота из растворов В и Г. В конические колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 2, 5 и 10 см³ раствора Г и 2,5 и 10 см³ раствора В, приливают по 30—50 см³ 1 моль/дм³ соляной кислоты, 10 см³ экстрагента и экстрагируют золото в тех же условиях, что и пробы.

Органическую фазу проб и стандартных растворов для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя, при этом расход ацетилена уменьшают до минимального (примерно 1 дм³/мин). Распыление растворов регулируют таким образом, чтобы получилось прозрачное, стабильное пламя. Можно пользоваться пламенем толуол-воздух или бутан-пропан-воздух.

Горелку устанавливают вдоль оптической оси. Поглощение линии золота 242,8 нм измеряют над конусом реакционной зоны пламени. Начало отсчета устанавливают при распылении в пламя толуола. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5.2.2. Измерение величины поглощения линии золота проводят по п.4.3.1.

5.3. Обработка результатов

5.3.1 Массу золота (X_5) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{C\,V\,K}{m},$$

где C — массовая концентрация золота, списанная с табло прибора или найденная по графику, мкг/см³;

V — объем органической фазы, см³;

m — масса навески пробы, г.

K — коэффициент разбавления, вычисляемый по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем колбы, в которую перелили фильтрат, см³;

V_2 — объем части раствора, используемый для экстракции, см³.

Если для экстракции используется весь объем, то $K = 1$.

5.3.2. Допускаемые расхождения между наиболее отличающимися результатами трех параллельных определений и двумя результатами анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЕБРА

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и измерении поглощения аналитической линии серебра при введении полученных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

6.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки, позволяющий работать с кислыми средами.

Весы лабораторные аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5 - 6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм).

Ацетилен или бутан-пропан в баллонах.

Бром по ГОСТ 4109.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Смесь кислот соляной и азотной 3:1 (царская водка).

Серебро по ГОСТ 6836.

Стандартные растворы серебра:

раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г серебра растворяют в 10 $см^3$ разбавленной 1:3 азотной кислоты при слабом нагревании, переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ азотной кислоты, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг серебра;

раствор Б; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора А переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ азотной кислоты, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг серебра.

Азотная кислота и дистиллированная вода, применяемые для приготовления растворов А и Б, не должны содержать ионов хлора.

Стандартные растворы для построения градуировочного графика; готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ отбирают 0,5; 1; 5; 10; 15 и 20 $см^3$ раствора Б, приливают по 15 $см^3$ соляной кислоты, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,5; 1; 5; 10; 15 и 20 мкг/$см^3$ серебра соответственно. Стандартные растворы хранят в темном месте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

6.2. Проведение анализа

6.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 2 г при содержании серебра менее 100 г/т и массой 1 г при больших содержаниях помещают в термостойкую коническую колбу, вместимостью 250 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты и 3 $см^3$ брома и оставляют на бортике плиты под крышкой на 30 мин. Затем пробу нагревают и упаривают до влажных солей. Пробу охлаждают, добавляют 20 $см^3$ смеси кислот, растворяют под крышкой и упаривают до влажных солей. Добавляют 15 $см^3$ соляной кислоты, 40—50 $см^3$ дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу на 100 $см^3$ при содержании серебра менее 2000 г/т, при большем содержании — на 200 $см^3$. При этом добавляют еще 15 $см^3$ соляной кислоты. Доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Растворы и стандартные растворы для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя или пламя бутан-пропан-воздух и измеряют величину поглощения линии серебра 328,0 нм. Горелку однощелевую устанавливают вдоль оптической оси таким образом, чтобы поглощение измерялось над конусом реакционной зоны пламени. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором. При измерении применяют метод «ограничивающих растворов», что означает получение отсчетов для раствора пробы и двух стандартных растворов, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы. На бумажной ленте записывают по два пика при измерении каждой пробы или стандартного раствора.

6.2.2. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора. На спектрофотометрах фирмы «Перкин Элмер» измерение проводят в режиме «концентрация». На табло получают результаты в мкг/$см^3$. На спектрофотометрах других моделей работают в режиме «поглощение». Если измерение проводят с записью на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: C — массовая концентрация серебра в растворе в мкг/$см^3$ — l — высота пиков в миллиметрах. При измерении величины поглощения линии серебра по стрелочному прибору градуировочный график строят в координатах: C — массовая концентрация серебра в растворе в мкг/$см^3$, N — показания стрелочного прибора в тех величинах, в которых проградуирована шкала прибора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3. Обработка результатов

6.3.1. Массу серебра (X_6) в пробе в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{C\,V}{m},$$

где C — массовая концентрация серебра, списанная с табло прибора или найденная по графику, мкг/см^3;

V — объем раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

6.3.2. Допускаемые расхождения между наиболее отличающимися результатами трех параллельных определений и двумя результатами анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам 27.02.81 № 1091

Изменение № 3 ГОСТ 14047.3—81 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12—97 от 21 ноября 1997 г.)

За принятие проголосовали

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 ВЗАМЕН ГОСТ 14047.3—77

4 Срок проверки — 01.01.03

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 111—90	2.1	ГОСТ 6613—86	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 4.1.1, 5.1, 6.1	ГОСТ 6835—80	2.1, 5.1
ГОСТ 3778—93	2.1	ГОСТ 6836—80	2.1, 6.1
ГОСТ 4109—79	6.1	ГОСТ 8429—77	2.1
ГОСТ 4168—79	2.1	ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 10178—85	2.1
ГОСТ 4217—77	2.1	ГОСТ 10929—76	3.1.1
ГОСТ 4233—77	3.1.1, 4.1.1, 5.1	ГОСТ 14047.5—78	1.5
ГОСТ 4461—77	2.1, 5.1, 6.1	ГОСТ 14180—80	1.2
ГОСТ 4689—94	2 1	ГОСТ 22159—76	2.1
ГОСТ 5100—85	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 5789—78	3.1.1, 5.1		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

7. ИЗДАНИЕ (июль 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1986 г., мае 1990 г., феврале 2000 г. (ИУС 3—87, 8—90, 4—00)

gost.e-ecolog.ru