ГОСТ 25363—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА

Издание официальное

БЗ 12—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:543.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Атомно-абсорбционные методы определения золота и серебра

Zinc concentrates.
Atomic-absorption methods for the determination of gold and silver contents

ГОСТ 25363—82

МКС 73.060.99
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт распространяется на все марки цинковых концентратов и устанавливает методы определения золота и серебра:

пробирно-атомно-абсорбционный — при содержании золота от 0,2 до 10 г и серебра от 10 до 600 г на 1 т концентрата;

экстракционно-атомно-абсорбционный — при содержании золота от 0,05 до 10 г на 1 т концентрата;

атомно-абсорбционный — при содержании серебра от 10 до 600 г на 1 т концентрата;

сорбционно-атомно-абсорбционный — при содержании золота от 1 до 10 г на 1 т концентрата.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4659—84 в части экстракционно-атомно-абсорбционного и атомно-абсорбционного методов определения золота и серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 14180.

2. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2.2. Определение золота и серебра проводят не менее чем на трех навесках.

2.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок или на стандартном образце предприятия не реже одного раза в месяц. Величина добавки должна соответствовать содержанию элемента в пробе.

Количество параллельных определений с добавкой и без нее должно быть одинаковым.

Результаты анализа считают правильными, если найденная величина стандартной добавки отличается от расчетного содержания не более чем на $0{,}34\sqrt{d_1^2 + d_2^2}$ при $n = 3$ и $P' = 0{,}95$, где d_1 и d_2 — допускаемые расхождения между результатами определений без добавки и с добавкой соответственно.

При использовании стандартного образца результат анализа считают правильным, если разность между результатом определения и аттестованным содержанием в стандартом образце не превышает 0,34 абсолютного допускаемого расхождения.

Допускается применять приборы, материалы и реактивы, обеспечивающие получение показателей точности не ниже установленных настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2004

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Все работы в лаборатории должны проводиться на приборах и электроустановках в соответствии с правилами устройства электроустановок Госэнергонадзора.

3.1а. Цинковый концентрат содержит в виде минералов цинк, мышьяк (сульфиды мышьяка), железо, кристаллический диоксид кремния, сульфиды свинца и относится согласно ГОСТ 12.1.005 к веществам 1-го класса опасности.

Вид опасности — отравление и фиброгенное воздействие. Пыль цинкового концентрата поступает в организм работающих через органы дыхания и желудочно-кишечный тракт, вызывая при этом атрофические и субатрофические катары верхних дыхательных путей, желудочно-кишечные расстройства, гипохромную анемию, пневмокониоз.

В воздухе рабочей зоны производственных помещений содержание вредных веществ с учетом однонаправленности их действия не должно превышать согласно ГОСТ 12.1.005: оксида цинка — 0,5 мг/м^3, кремнеземсодержащей пыли — 4 мг/м^3, мышьяковистого ангидрида — 0,1 мг/м^3, сульфида свинца — 0,01/0,007 мг/м^3, оксида железа — 6 мг/м^3.

Цинковый концентрат пожаровзрывобезопасен.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.2. Пробы цинкового концентрата, поступившие на анализ, необходимо хранить в пакетах из плотной бумаги, а реактивы, применяемые для анализа, — в фабричной упаковке в шкафах или боксах из органического стекла, оборудованных вентиляцией.

3.3. При использовании и эксплуатации электроприборов и электроустановок в процессе анализа должны соблюдаться правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей Госэнергонадзора, а также требования ГОСТ 12.3.019.

Все приборы должны быть снабжены устройствами для заземления, соответствующими требованиями ГОСТ 12.2.007.0 и обозначенными по ГОСТ 2.721. Заземление должно соответствовать требованиям правил устройства электроустановок Госэнергонадзора и ГОСТ 12.1.018.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. При выполнении анализов необходимо соблюдать основные правила безопасной работы в химических лабораториях Министерства химической промышленности СССР.

3.5. При использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа требуется соблюдать правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, Госгортехнадзора СССР.

3.6. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ, выделяющихся при распылении анализируемых растворов в пламя и вредно действующих на организм работающего, в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации, горелка атомно-абсорбционного спектрофотометра должна находиться внутри вытяжного устройства, оборудованного защитным экраном в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

3.7. Подготовка проб к анализу (сплавление, обжиг, купелирование, растворение, экстракция) должна проводиться в шкафах, оборудованных местным отсасывающим устройством.

3.8. При проведении анализа цинкового концентрата используются реактивы, которые оказывают вредное воздействие на организм человека: кислоты (соляная, азотная), толуол, сульфиды нефти, метилизобутилкетон, оксид свинца, бром, предельно допустимые концентрации их — по ГОСТ 12.1.005.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9. Пробы цинкового концентрата, оставшиеся от анализа, должны возвращаться изготовителю (заказчику).

Утилизацию, обезвреживание и уничтожение вредных веществ — отходов от производства анализов необходимо производить в соответствии с документацией, утвержденной в установленном порядке и согласованной с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

3.10. Помещения лаборатории должны иметь приточно-вытяжную вентиляцию, соответствующую требованиям ГОСТ 12.4.021.

3.11. Помещения лаборатории и их освещение должны соответствовать строительным нормам и правилам, утвержденным Госстроем СССР.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.12. Для предотвращения возникновения пожара необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

Помещения лаборатории должны быть оснащены средствами огнетушения и пожарной техникой по ГОСТ 12.4.009.

3.13. Лаборатория спектрального анализа должна обеспечиваться специальными бытовыми помещениями и устройствами согласно СНиП 2.09.04.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.14. Все работы при проведении анализов необходимо выполнять в сухой исправной одежде и предохранительных приспособлениях (резиновых перчатках, респираторе, защитных очках) согласно действующим типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии Государственного комитета по труду и социальным вопросам при Совете Министров СССР и по ГОСТ 12.4.011.

3.15. Правила использования и хранение спецодежды и предохранительных приспособлений должны соответствовать инструкции о порядке выдачи, хранения и пользования спецодеждой, спецобувью и предохранительными приспособлениями Государственного комитета по труду и социальным вопросам при Совете Министров СССР.

3.16. Работающие в химических и спектральных лабораториях должны обеспечиваться молоком или заменяющими его пищевыми продуктами согласно правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных пищевых продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и в других подразделениях с вредными условиями труда Государственного комитета по труду и социальным вопросам при Совете Министров СССР.

3.17. К работе в лабораториях должны допускаться лица не моложе 18 лет, обученные основным приемам работы на приборах и электроустановках согласно правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей Госэнергонадзора и методам анализа.

Поступающие на работу, а также работающие должны проходить:

предварительное обучение методам работы с вредными веществами и правилам обращения с защитными средствами;

инструктаж по технике безопасности с соответствующим оформлением в установленном порядке по ГОСТ 12.0.004.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОБИРНО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА

Метод основан на растворении золото-серебряного королька, полученного после сплавления навески цинкового концентрата с шихтой и купеляции, в смеси кислот и измерении поглощения аналитических линий золота и серебра при введении полученных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Печь электрическая муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 1000 °С с терморегулятором.

Печь тигельная, обеспечивающая температуру нагрева 1000—1100 °С с терморегулятором.

Весы технические с погрешностью взвешивания не более 0,2 г.

Весы лабораторные аналитические.

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

Тигли шамотовые вместимостью 500 $см^3$.

Капели магнезитовые с размером верхнего диаметра 35—38 мм, нижнего — 28—30 мм, глубиной 10 мм; капели готовят из смеси, состоящей из 85 % магнезита 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 или семи частей магнезита той же крупности с добавлением одной части жидкого стекла. Перед использованием капели должны быть высушены.

Изложница стальная или чугунная коническая с верхним диаметром 70 мм, высотой 150 мм.

Щипцы стальные для тиглей.

Щипцы стальные для капелей.

Наковальня стальная для отбивки сплава.

Молоток шлифованный для расковки корольков.

Пинцет.

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

Ацетилен в баллонах.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, проверенная на отсутствие хлор-ионов и разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 моль/дм^3.

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

Кислота золотохлористоводородная.

Бура по ГОСТ 8429, прокаленная.

Сода кальцинированная техническая по ГОСТ 5100.

Свинца оксид по ТУ 48—3810—8.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159, 4 %-ный раствор.

Серебро марки Ср 999 по ГОСТ 6836.

Золото марки Зл 999 по ГОСТ 6835 или приготовленное следующим образом: ампулу, содержащую 1—2 г золотохлористоводородной кислоты, вскрывают и содержимое растворяют в 50—100 см^3 воды в конической 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 бумажный фильтр, промывая его 2—3 раза водой, подкисленной соляной кислотой. К фильтрату приливают 30—40 см^3 раствора соляно-кислого гидразина и тщательно перемешивают. Выпадает бурый осадок золота. После отстаивания осадка и осветления раствора отфильтровывают осадок 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 температуре 700 °С в течение 20—30 мин. Удаляют с золота остатки золы от фильтра и используют для приготовления стандартных растворов.

Стандартные растворы золота:

раствор А: 0,1 г металлического золота растворяют в 10 см^3 смеси кислот при слабом нагревании и выпаривают до влажных солей. Добавляют 0,1 г хлористого натрия, 2—3 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Приливают 10 см^3 соляной кислоты, 40—50 см^3 дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин. После остывания раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг золота;

раствор Б: 10 см^3 раствора А переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг золота.

Стандартные растворы серебра:

раствор В: 0,1 г металлического серебра растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты при слабом нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 азотной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 1 мг серебра;

раствор Г: 10 см^3 раствора В переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 азотной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Г содержит 0,1 мг серебра.

Стандартные растворы серебра хранят в темном месте.

Стандартные растворы золота (А, Б) и серебра (В, Г) устойчивы в течение года.

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

4.2. Подготовка к анализу

4.2.1. Растворы для построения градуировочного графика при определении золота готовят из стандартного раствора Б. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 раствора Б, доводят до метки раствором соляной кислоты и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мкг/см^3 золота.

4.2.2. Растворы для построения градуировочного графика при определении серебра готовят из стандартного раствора Г. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 0,5; 1,0; 5,0;

10,0; 15,0 и 20,0 см^3 раствора Г, добавляют по 5 см^3 азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 мкг/см^3 серебра.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску цинкового концентрата массой 25 г перемешивают с 70 г соды, 40—75 г окиси свинца, 30 г буры и необходимым количеством азотнокислого натрия (из расчета получения веркблея массой 30—35 г светло-серого цвета).

Массу азотнокислого натрия (X) в граммах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески концентрата, г;

m_1 — массовая доля серы в цинковых концентратах, %.

Полученную смесь высыпают в бумажный кулечек, помещают в шамотовый тигель и плавят в тигельной печи при 1000—1100 °С в течение 40—45 мин. Затем выливают расплав в изложницу.

После затвердения отделяют свинцовый сплав от шлака, придают сплаву форму кубика, помещают в муфельную печь на капель, предварительно нагретую в течение 10 мин при температуре 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 950 °С.

После удаления последних следов свинца, что заметно по бликованию, последующему потемнению и затвердению золото-серебряного королька, капель постепенно двигают к краю 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.

Полученную золото-серебряную пластинку помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и растворяют в 3—4 см^3 разбавленной азотной кислоты при слабом нагревании. После растворения серебра раствор осторожно сливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, оставшуюся золотую корточку промывают несколько раз дистиллированной водой. Промывные воды сливают в ту же мерную колбу, доводят водой до метки и перемешивают. При содержании серебра более 80 г на 1 т концентрата растворы следует разбавить дистиллированной водой в 5—10 раз. Полученные растворы и растворы для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии серебра 328,0 нм.

Параллельно с анализируемыми пробами проводят контрольный опыт с целью определения содержания серебра в окиси свинца. Результаты контрольного опыта вычитают из результата анализа цинкового концентрата.

При содержании серебра более 200 г на 1 т концентрата одновременно с анализом проводят контрольный опыт для определения потерь серебра при купелировании. Контрольную пробу составляют из серебра, взятого в количестве, приблизительно равном количеству серебра в анализируемом концентрате (две навески). Каждую навеску завертывают в свинцовую фольгу массой 30 г и помещают в муфельную печь на капель вместе с основными пробами.

Потери серебра при купелировании пробы прибавляют к результатам основной пробы.

В стакан с оставшейся золотой корточкой приливают 5 см^3 смеси кислот и нагревают до ее растворения. Раствор выпаривают до влажной соли, добавляют 5—10 см^3 раствора соляной кислоты и снова упаривают. Остывший раствор доводят до объема 2—25 см^3 (в зависимости от содержания золота в пробе) тем же раствором кислоты, распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя одновременно с растворами для построения градуировочного графика и измеряют величину поглощения линии золота 242,8 нм. Однощелевую горелку устанавливают вдоль оптической оси таким образом, чтобы поглощение измерялось над конусом реакционной зоны пламени. Условия измерения подбирают в соответствии с типом применяемого прибора.

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

рация» после предварительной калибровки прибора по растворам, приготовленным для построения градуировочного графика. 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 определяемого элемента в растворе, мкг/см^3; I — высота пиков, мм.

При измерении величины поглощения по стрелочному прибору градуировочный график строят в координатах: C — массовая концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см^3; N — показания стрелочного прибора в тех величинах, в которых проградуирована шкала прибора.

Примечание. При содержании серебра более 100 г на 1 т концентрата допускается определять серебро по разности масс золото-серебряного королька и золота. Для этого золото-серебряный королек перед растворением необходимо взвесить.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Концентрацию золота (серебра) X_1 в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация определяемого элемента, списанная с табло прибора или рассчитанная по графику, мкг/см^3;

V — объем испытуемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.2. За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений. Разность между наибольшим и наименьшим из трех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значений допускаемого расхождения d_n трех результатов параллельных определений, рассчитанных по формулам:

$d_n = 0{,}5\,\bar{x}$ для массовой доли золота от 0,05 до 0,1 г/т;

$d_n = 0{,}3\,\bar{x}$ для массовой доли золота от 0,1 до 1 г/т;

$d_n = 0{,}2\,\bar{x}$ для массовой доли золота от 1 до 10 г/т и для массовой доли серебра от 10 до 100 г/т;

$d_n = 0{,}15\,\bar{x}$ для массовой доли серебра от 100 до 600 г/т, где $\bar{x}$ — среднеарифметическое результатов трех параллельных определений.

Разность между большим и меньшим из двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значений допускаемого расхождения d_a двух результатов анализа, рассчитанных по формулам:

$d_a = 0{,}5\,\bar{x}_a$ для массовой доли золота от 0,05 до 0,1 г/т;

$d_a = 0{,}3\,\bar{x}_a$ для массовой доли золота от 0,1 до 1 г/т;

$d_a = 0{,}2\,\bar{x}_a$ для массовой доли золота от 1 до 10 г/т и массовой доли серебра от 10 до 600 г/т,

где $\bar{x}_a$ — среднеарифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

5. ЭКСТРАКЦИОННО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА

Метод основан на растворении пробы 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

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки, позволяющий работать с кислыми средами.

Весы лабораторные.

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

Ацетилен в баллонах.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1 моль/дм^3, 1:1, а также растворы 1:4 и 1:9, насыщенные метилизобутилкетоном.

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

Толуол по ГОСТ 5789.

Сульфиды нефти или один из индивидуальных сульфидов (дигексилсульфид, дибутилсульфид, диоктилсульфид и др.), 0,1—0,2 М раствор в толуоле. Раствор готовят добавлением 25 см^3 сульфидов на 1 дм^3 толуола.

Золото по ГОСТ 6835 или приготовленное по п. 4.1.

Метилизобутилкетон (МИБК), насыщенный раствором соляной кислоты 1:1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Стандартные растворы золота:

растворы А и Б готовят по п. 4.1.;

раствор Д: 10 см^3 раствора Б переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором соляной кислоты 1 моль/дм^3.

1 см^3 раствора Д содержит 0,01 мг золота;

раствор Е: 10 см^3 раствора Д переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором соляной кислоты 1 моль/дм^3.

1 см^3 раствора Е содержит 0,001 мг золота.

раствор Ж: 2 см^3 раствора Б переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты 1:4 и перемешивают.

1 см^3 раствора Ж содержит 0,002 мг золота.

Стандартные растворы Д, Е, Ж готовят в день применения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Подготовка к анализу

5.2.1. Стандартные растворы для построения градуировочного графика при экстракции золота сульфидами нефти готовят непосредственно перед проведением анализа экстракцией золота из растворов Д и Е. В шесть конических колб вместимостью по 100 см^3 отбирают по 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 раствора Е и по 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 раствора Д, добавляют по 30—50 см^3 раствора соляной кислоты 1 моль/дм^3, 10 см^3 экстрагента и экстрагируют золото в тех же условиях, что и при анализе проб.

Полученные экстракты содержат 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мкг/см^3 золота.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2.2. Растворы для построения градуировочного графика при экстракции золота МИБК готовят из раствора Ж непосредственно перед проведением анализа. Для этого в 5 делительных воронок вместимостью 250 см^3 приливают по 20 см^3 раствора соляной кислоты 1:4 и соответственно 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Ж. Затем добавляют раствор соляной кислоты 1:4 до объема 100 см^3 (отметка на делительной воронке), приливают 10 см^3 МИБК и экстрагируют золото в тех же условиях, что и при анализе проб (п. 5.3.1.2).

Полученные экстракты содержат соответственно 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 и 2,0 мкг/см^3 золота.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.3. Проведение анализа

5.3.1. 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 обжигают в муфельной печи до рыжеватого оттенка. Вначале температуру устанавливают 500 °С, затем постепенно поднимают до 700 °С. Пробу при обжиге необходимо перемешать 3—4 раза.

Остывшую после обжига пробу помещают в термостойкую коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 30—60 см^3 царской водки (в зависимости от величины навески), накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 50—60 см^3 дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин. После охлаждения раствор фильтруют в колбу вместимостью 250 см^3, осадок на фильтре промывают 3—4 раза

горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой, и отбрасывают при использовании в качестве экстрагента сульфидов нефти.

Для экстракции золота в фильтрат из бюретки добавляют 3 $см^3$ раствора сульфидов при массе золота менее 0,2 г на 1 т концентрата и 5 $см^3$ при большей массе. Золото экстрагируют в колбах с притертыми пробками или закрытых пробками из инертного по отношению к раствору сульфидов материалу в течение 4 мин. Для встряхивания можно использовать механические встряхиватели или экстракторы. При этом время экстракции подбирают в зависимости от типа применяемого экстрактора. Раствор сливают в делительную воронку, фазы разделяют, водную фазу отбрасывают, а органическую сливают через горло воронки в бюксу с притертой крышкой.

Допускается органический слой, не отделяя от водного, переместить в узкую часть колбы, добавляя в нее дистиллированную воду.

Органическую фазу проб и растворов для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя, при этом расход ацетилена уменьшают до минимального (1 $дм^3$/мин). Распыление растворов регулируют таким образом, чтобы получалось прозрачное, стабильное пламя. Можно пользоваться пламенем толуол-воздух.

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

При использовании в качестве экстрагента МИБК остывшую после обжига пробу помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 1 г хлористого натрия, приливают 20—50 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, закрывают часовым стеклом и нагревают до прекращения выделения окислов азота. Затем часовое стекло снимают и продолжают нагревание до испарения жидкости и получения влажных солей. Добавляют 80 $см^3$ смеси кислот, закрывают снова часовым стеклом и нагревают до кипения. После охлаждения раствор вместе с нерастворимым остатком переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Полученный раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан. Первую порцию фильтрата отбрасывают.

Аликвотную часть раствора, содержащую 0,004—0,02 мг золота, переносят в делительную воронку, доводят раствором соляной кислоты 1:4 до объема 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ МИБК и экстрагируют 30 с. После разделения слоев водную фазу отбрасывают, а к органической приливают 30 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:9 и снова экстрагируют в течение 30 с. После разделения слоев водную фазу отбрасывают, а органическую центрифугируют в течение 2 мин.

Органическую фазу проб и растворов для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя, при этом расход ацетилена уменьшают до минимального (1 $дм^3$/мин), чтобы при распылении получилось прозрачное, стабильное пламя.

Условия и способ измерения подбирают в соответствии с применяемым атомно-абсорбционным спектрофотометром. Измеряют поглощение линии золота при длине волны 242,8 или 267,6 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3.2. Измерение величины поглощения линии золота проводят по п. 4.3.2.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Обработку результатов проводят по п. 4.4.

Концентрацию золота (X_1) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле, указанной в п. 4.4.1, где V — объем (аликвотная часть) полученного экстрагента, $см^3$;

m — масса навески пробы или масса навески, соответствующая аликвотной части.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4.2. Допускаемое расхождение между результатами трех параллельных определений и допускаемое расхождение между двумя результатами анализа одной и той же пробы рассчитывают по формулам, приведенным в п. 4.4.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5а. СОРБЦИОННО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, сорбционном выделении золота на активированном угле, озолении его, переведении золота в солянокислый раствор и распылении его в воздушно-ацетиленовое пламя.

5а.1. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы — по п. 5.1 с дополнением:

Уголь активированный марки БАУ, АУ, АГ.

5а.2. Проведение анализа

5а.2.1. Массу навески определяют в зависимости от массовой доли золота в пробе. При массовой доле золота от 1 до 5 г на 1 т концентрата масса навески составляет 30 г, при большей массовой доле золота — 15 г. Навеску пробы цинкового концентрата помещают в фарфоровую чашку или тигель и обжигают в муфельной печи до рыжеватого оттенка, постепенно повышая температуру от комнатной до 700 °С. При обжиге пробу необходимо перемешать 3—4 раза. Навеску 30 г делят приблизительно по 15 г в два тигля или чашки (эти две навески прокаливают и разлагают раздельно, а затем в виде золы объединяют).

Остывшую после обжига пробу помещают в термостойкую коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 60 $см^3$ смеси кислот, накрывают крышками и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, 50—60 $см^3$ дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин.

5а.2.2. Раствор фильтруют под вакуумом, осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой (1:10) и отбрасывают. В остывший фильтрат добавляют 0,2—0,4 г измельченного (не более 100 меш) активированного угля, перемешивают несколько раз и оставляют сорбироваться золото в течение 1—2 ч. Раствор фильтруют, уголь на фильтре промывают 2—3 раза холодной дистиллированной водой. Подсушенный фильтр помещают в тигель и озоляют при температуре 600 °С до полного выгорания угля. Полученную золу переносят из тигля в термостойкую колбу вместимостью 100—150 $см^3$ (если навеска пробы была разделена на два тигля, золу из двух тиглей объединяют), приливают 15 $см^3$ смеси кислот, упаривают до влажных солей, добавляют 2—3 $см^3$ соляной кислоты, 3—5 $см^3$ дистиллированной воды, доводят до кипения. Остывший раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы проб и растворы сравнения распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии золота 242,8 нм. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

5а.2.3. Растворы для построения градуировочного графика готовят из стандартного раствора Б. В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отбирают 1, 2, 5 и 10 $см^3$ раствора Б, добавляют по 8 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы содержат 1, 2, 5 и 10 $мкг/см^3$ золота.

5а.2.4. Измерение поглощения золота — по п. 4.3.2.

5а.3. Обработка результатов

5а.3.1. Обработка результатов — по п. 4.4.

Массу золота (X_1) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле, указанной в п. 4.4.1.

5а.3.2. Допускаемое расхождение результатов трех параллельных определений и допускаемое расхождение двух результатов одной и той же пробы вычисляют по формулам, приведенным в п. 4.4.2.

Разд. 5а. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЕБРА

Метод основан на растворении пробы в смеси 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.

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

Ацетилен в баллонах.

Бром по ГОСТ 4109.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:6.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

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

Серебро по ГОСТ 6836.

Стандартные растворы серебра:

растворы серебра В и Г готовят по п. 4.1.

6.2. Подготовка к анализу

6.2.1. Растворы для построения градуировочного графика готовят из стандартного раствора Г. В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отбирают по 0,2; 0,5; 1; 5; 10 $см^3$ раствора Г, добавляют по 15 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой, все время перемешивая. Полученные растворы содержат 0,2; 0,5; 1; 5 и 10 мкг/$см^3$ серебра.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Навеску цинкового концентрата массой 2 г при содержании серебра менее 100 г на 1 т концентрата 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, упаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 20 $см^3$ смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Упаривают до влажных солей, приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, 40—50 $см^3$ дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 или 100 $см^3$ в зависимости от содержания серебра в пробе, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Растворы проб и растворы для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии серебра 328,0 нм. Однощелевую горелку устанавливают вдоль оптической оси таким образом, чтобы поглощение измерялось над конусом реакционной зоны пламени. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

6.3.2. Измерение величины поглощения линии серебра проводят по п. 4.3.2.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Обработку результатов проводят по п. 4.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.4.2. Допускаемое расхождение между результатами трех параллельных определений и допускаемое расхождение между двумя результатами анализа одной и той же пробы рассчитывают по формулам, приведенным в п. 4.4.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.07.82 № 2928

Изменение № 3 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 2.721—74	3.3	ГОСТ 4233—77	4.1; 5.1
ГОСТ 12.0.004—90	3.17	ГОСТ 4461—77	4.1; 5.1; 6.1
ГОСТ 12.1.004—91	3.12	ГОСТ 4689—94	4.1
ГОСТ 12.1.005—88	3.1а; 3.8	ГОСТ 5100—85	4.1
ГОСТ 12.1.018—93	3.3	ГОСТ 5789—78	5.1
ГОСТ 12.1.019—79	3.6	ГОСТ 6613—86	4.1
ГОСТ 12.2.007.0—75	3.3	ГОСТ 6835—2002	4.1; 5.1
ГОСТ 12.3.019—80	3.3	ГОСТ 6836—2002	4.1; 6.1
ГОСТ 12.4.009—83	3.12	ГОСТ 8429—77	4.1
ГОСТ 12.4.011—89	3.14	ГОСТ 10178—85	4.1
ГОСТ 12.4.021—75	3.10	ГОСТ 14180—80	1.1
ГОСТ 3118—77	4.1; 5.1; 6.1	ГОСТ 22159—76	4.1
ГОСТ 4109—79	6.1	ТУ 48-3810-8—89	4.1
ГОСТ 4168—79	4.1	СНиП 2.09.04—87	3.13

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ (март 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в сентябре 1985 г., июне 1988 г., декабре 2000 г. (ИУС 12—85, 10—88, 3—2001)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *И.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.03.2004. Подписано в печать 30.03.2004. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,25. Тираж 122 экз. С 1300. Зак. 361.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Изменение № 3 ГОСТ 25363—82 Концентраты цинковые. Атомно-абсорбционные методы определения золота и серебра

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2413

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

Вводную часть дополнить абзацем:

«сорбционно-атомно-абсорбционный — при содержании золота от 1 до 10 г на 1 т концентрата».

Пункт 2.3 дополнить абзацем:

«Допускается применять приборы, материалы и реактивы, обеспечивающие получение показателей точности не ниже установленных настоящим стандартом».

Пункт 3.3. Заменить ссылки: ГОСТ 2.751—73 на ГОСТ 2.721—74, ГОСТ 12.1.018—86 на ГОСТ 12.1.018—93.

Пункт 3.13. Заменить слова: «строительным нормам и правилам по IIа группе производственных процессов, утвержденным Госстроем СССР» на СНиП 2.09.04—87.

(Продолжение см. с. 44)

Пункт 4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 3584—73 на ГОСТ 6613—86;
первый, второй абзацы дополнить словами: «с терморегулятором»;
третий, четвертый абзацы исключить;
двадцать четвертый абзац изложить в новой редакции:
«Свинца оксид по ТУ 48—3810—8—89».

Стандарт дополнить разделом — 5а:

«5а. Сорбционно-атомно-абсорбционный метод определения золота

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, сорбционном выделении золота на активированном угле, озолении его, переведении золота в солянокислый раствор и распылении его в воздушно-ацетиленовое пламя.

5а.1. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы — по п. 5.1 с дополнением:

Уголь активированный марки БАУ, АУ, АГ.

5а.2. Проведение анализа

5а.2.1. Массу навески определяют в зависимости от массовой доли золота в пробе. При массовой доле золота от 1 до 5 г на 1 т концентрата масса навески составляет 30 г, при большей массовой доле золота — 15 г. Навеску пробы цинкового концентрата помещают в фарфоровую чашку или тигель и обжигают в муфельной печи до рыжеватого оттенка, постепенно повышая температуру от комнатной до 700 °С. При обжиге пробу необходимо перемешать 3—4 раза. Навеску 30 г делят приблизительно по 15 г в два тигля или чашки (эти две навески прокаливают и разлагают раздельно, а затем в виде золы объединяют).

Остывшую после обжига пробу помещают в термостойкую коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 60 см³ смеси кислот, накрывают крышками и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, 50—60 см³ дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин.

5а.2.2. Раствор фильтруют под вакуумом, осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой (1:10) и отбрасывают. В остывший фильтрат добавляют 0,2—0,4 г измельченного (не более 100 меш) активированного угля, перемешивают несколько раз и оставляют сорбироваться золото в течение 1—2 ч. Раствор фильтруют, уголь на фильтре промывают 2—3 раза холодной дистиллированной водой. Подсушенный фильтр помещают в тигель и озоляют при температуре 600 °С до полного выгорания угля. Полученную золу переносят из тигля в термостойкую колбу вместимостью 100—150 см³ (если навеска пробы была разделена на два тигля, золу из двух тиглей объединяют), приливают 15 см³ смеси кислот, упаривают до влажных солей, добавляют 2—3 см³ соляной кислоты, 3—5 см³ дистилли-

(Продолжение см. с. 45)

рованной воды, доводят до кипения. Остывший раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы проб и растворы сравнения распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии золота 242,8 нм. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

5а.2.3. Растворы для построения градуировочного графика готовят из стандартного раствора Б. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают 1, 2, 5 и 10 см^3 раствора Б, добавляют по 8 см^3 соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы содержат 1, 2, 5 и 10 мкг/см^3 золота.

5а.2.4. Измерение поглощения золота — по п. 4.3.2.

5а.3. Обработка результатов

5а.3.1. Обработка результатов — по п. 4.4.

Массу золота (X_1) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле, указанной в п. 4.4.1.

5а.3.2. Допускаемое расхождение результатов трех параллельных определений и допускаемое расхождение двух результатов одной и той же пробы вычисляют по формулам, приведенным в п. 4.4.2».

(ИУС № 3 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru