МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (ВИМС)

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Химические методы

Инструкция № 173-Х

# ЗОЛОТО

Москва
1980

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа Министра геологии № 496 от 29 октября 1976 г.

4. При выполнении анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами и Научным советом по аналитическим методам.

Воспроизводимость и правильность результатов анализа руд и горных пород оценивается согласно Методическим указаниям НСАМ "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ".

Примечание: Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим способом.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам
при ВИМСе

Химические методы
Инструкция № 173-Х

*Согласовано*
*Начальник Управления*
*научно-исследовательских*
*организаций Мингео СССР*
*член коллегии*
*Н.П.Лаверов*

# ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА С БРИЛЛИАНТОВЫМ ЗЕЛЕНЫМ

Всесоюзный научно-исследовательский институт
минерального сырья (ВИМС)

Москва, 1980

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. инструкция № 173-Х рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория .

(Протокол № 33 от 30.I.79 г.)

Председатель НСАМ Г.В.Остроумов

Зам.председателя секции химических методов Л.Н.Любимова

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № 173-Х рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 33 от 30.I.79) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I.УШ.80

# ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА С БРИЛЛИАНТОВЫМ ЗЕЛЕНЫМ[x/]

## Сущность метода

Методика экстракционно-фотометрического определения золота, разработанная Н.В.Марковой, Н.С.Сумаковой и А.К.Полторыхиной[2,3,4], основана на способности золота Ш в виде хлоридного анионного комплекса ( $AuCl_4$ ) образовывать с бриллиантовым зеленым соединение зеленовато-голубого цвета, которое извлекается бутилацетатом из раствора, 0,I н. по соляной кислоте[I]. Окраска устойчива в течение I2 часов. Максимум светопоглощения достигается при длине волны 630 нм ( E= 6I000).

Оптическую плотность экстракта измеряют на электрофотоколориметре ФЭК-М с красным светофильтром, ФЭК-Н-57 со светофильтром № 8 или на спектрофотометре "Спекол".

Определению золота мешают элементы, которые в условиях анализа дают окраску с бриллиантовым зеленым и извлекаются бутилацетатом: таллий Ш, сурьма У, большие количества ртути, молибдена и палладия. Для отделения золота от мешающих примесей его сорбируют на активированном угле из раствора, полученного при разложении навески анализируемого материала царской водкой. Уголь сжигают, остаток растворяют в азотной и серной кислотах в присутствии элементной серы, способствующей восстановлению золота Ш до металла. Металлическое золото растворяют в соляной кислоте в присутствии перекиси водорода для получения хлоридного комплекса.

Метод рекомендуется для определения золота в породах, сульфидных рудах и минералах, а также в кварцевых рудах. Метод позволяет определять от 0,00005 до 0,0I% или от 0,5

x/ Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ЦНИГРИ.

до 100 г/т золота. При анализе сульфидных и кварцевых руд навеска составляет 5-10 г, при анализе минералов - 1 г.

В табл. 1 приведены допустимые расхождения[5] при определении золота, расхождения между повторными определениями по данным авторов инструкции и запас точности.

Таблица 1

Допустимые расхождения ($Д_{доп}$), фактические расхождения ($Д_{эксп}$) и запас точности ( $Z = Д_{доп}/Д_{эксп}$)

| Содержание золота | | $Д_{доп}$ | $Д_{эксп}$ | Z |
|---|---|---|---|---|
| % | г/т | отн.% | отн.% | |
| 0,005 - 0,0099 | 50-99 | 9 | 11 | 0,9 |
| 0,002 - 0,0049 | 20-49 | 15 | 20 | 0,8 |
| 0,001 - 0,0019 | 10-19 | 23 | - | - |
| 0,0005-0,00099 | 5-9,9 | 35 | - | - |
| 0,0002 - 0,00049 | 2-4,9 | 50 | 25 | 2,0 |
| 0,00005 - 0,00019 | 0,5-1,9 | 75 | 25 | 3,0 |
| 0,00001 -0,000049 | 0,1-0,49 | 83 | 22 | 3,8 |

Реактивы и материалы

1. Азотная кислота, ос.ч.(не содержащая хлора) $d$ [x/] 1,40.

2. Серная кислота $d$ 1,84.

3. Соляная кислота $d$ 1,19; разбавленная 1:1; 1 н. раствор; 0,1 н. раствор.

4. Фтористоводородная кислота.

5. Царская водка (смесь азотной кислоты $d$ 1,40 и соляной кислоты $d$ 1,19 в отношении 1:3).

6. Натрий хлористый, 20%-ный водный раствор.

7. Перекись водорода, 30%-ный водный раствор (пергидроль).

8. Бриллиантовый зеленый, 0,01%-ный водный раствор, свежеприготовленный.

9. Бутилацетат перегнанный.

10. Сера черенковая, измельченная.

[x/] $d$ - относительная плотность.

II. Уголь активированный марки "Карболен".

I2. Стандартные растворы золота:

Раствор А. Навеску 0,0I г чистого металлического золота (99,9%) растворяют при нагревании в царской водке. Раствор упаривают на водяной бане до влажных солей, прибавляют 3 капл. 20%-ного раствора хлористого натрия, I мл соляной кислоты d I,I9, 3-5 капель пергидроля и снова упаривают до влажных солей. Обработку соляной кислотой и перекисью водорода повторяют трижды. Остаток растворяют в I н. растворе соляной кислоты, переносят в мерную колбу на I00 мл, доливают до метки той же кислотой и перемешивают. I мл раствора А содержит I00 мкг золота.

Раствор Б. В мерную колбу на I00 мл помещают 5 мл раствора А, добавляют 50 мл 0,I н. раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. I мл раствора Б содержит 5 мкг золота. Раствор готовят перед употреблением.

Раствор В. В мерную колбу на I00 мл помещают I0 мл раствора Б, доливают до метки 0,I н. соляной кислотой и перемешивают. I мл раствора В содержит 0,5 мкг золота. Раствор готовят перед употреблением.

## Ход анализа

### Разложение пробы

Сульфидные руды. Навеску 5-I0 г[x] тонкоизмельченной (-200 меш) руды помещают в стакан емкостью I50 мл, добавляют 50 мл царской водки и растворяют при нагревании и перемешивании в течение I-I,5 часов. Раствор упаривают до объема ~I5-I6 мл, доливают водой до I00 мл, кипятят до растворения солей и фильтруют в коническую колбу емкостью 250 мл через фильтр с белой лентой. Фильтр с осадком 5-6 раз промывают горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой. Фильтрат доливают водой до I50 мл и отделяют золото от примесей с помощью активированного угля.

Кварцевые руды. Навеску 5-I0 г тонкоизмельченной руды помещают в платиновую чашку, приливают 20-25 мл фтористоводородной кислоты и 5-I0 мл серной кислоты d I,84 и упаривают

x/ При анализе сульфидных минералов берут навеску I г и I0-I5 мл царской водки.

до густых паров серной кислоты. Фтористоводородную кислоту добавляют несколько раз. Упаривают до влажных солей. К остатку добавляют 10–15 мл соляной кислоты 1:1, нагревают до растворения солей и переносят в стакан емкостью 150 мл. Раствор упаривают, остаток растворяют в царской водке и далее как при разложении сульфидных руд.

Отделение золота от мешающих примесей

В полученный после разложения навески фильтрат вносят 1,5 таблетки активированного угля и в течение 20 мин. перемешивают на электрическом встряхивателе или вручную стеклянной палочкой в стакане на 300–400 мл. Уголь отфильтровывают и промывают горячей дистиллированной водой. Фильтрат отбрасывают. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, подсушивают в сушильном шкафу, сжигают в муфельной печи с доступом воздуха и прокаливают в течение 15–20 минут при 600–700°С. В остывший тигель добавляют 2 мл азотной кислоты $d$ 1,40, 6–7 капель серной кислоты $d$ 1,84, нагревают на бане до выделения густых паров серной кислоты и добавляют 50 мг измельченной серы. Выдерживают на бане 5 минут, приливают 5 мл дистиллированной воды, фильтруют через фильтр с белой лентой и промывают горячей дистиллированной водой. Фильтрат отбрасывают. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, сжигают в муфельной печи и прокаливают при 600°С для полного восстановления золота до металла (20–30 минут).

Фотометрическое определение золота

Для растворения золота в остывший тигель вносят 1 мл соляной кислоты $d$ 1,19, 5–6 капель пергидроля, закрывают крышкой и нагревают на водяной бане в течение 15–20 минут, прибавляя периодически по 5–6 капель пергидроля до полного растворения золота. Содержимое тигля переносят в делительную воронку[x], доливают водой до 30 мл, прибавляют 15–20 капель раствора бриллиантового зеленого, 10 мл бутилацетата и экст-

x/ При содержании золота в навеске более 50 мкг (о чем свидетельствует сиреневый цвет остатка после восстановления золота элементарной серой) солянокислый раствор золота помещают в мерную колбу и берут для экстракции аликвотную часть.

рагируют в течение одной минуты. После расслоения жидкостей водную фазу сливают в другую делительную воронку, приливают к ней 10 капель бриллиантового зеленого, 10 мл бутилацетата и повторяют экстракцию. Оба эфирных экстракта (суммарный объем 20 мл) сливают в мерную колориметрическую трубку на 20 мл. Если объем раствора окажется несколько меньше 20 мл, доливают до этого объема бутилацетатом. Затем раствор переливают в кювету с толщиной слоя от 10 до 30 мм (в зависимости от содержания золота)[x] и измеряют оптическую плотность при $\lambda$ =630 нм, используя в качестве нулевого раствора бутилацетат. Содержание золота определяют по градуировочному графику. Через все стадии анализа ведут глухой опыт.

Построение градуировочного графика. В делительные воронки на 100 мл помещают 0;0,1; 0,2; 0,5; 0,8; 1,0; 1,2; 1,5;1,8;2,0; 2,4; 2,8; 3,0 мл стандартного раствора Б(0; 0,5; 1,0; 2,5; 4,0; 5,0; 6,0; 7,5; 9,0; 10,0; 12,0; 14,0; 15,0 мкг золота), доливают 0,1 н. раствором соляной кислоты до 30 мл, добавляют 5-6 капель пергидроля, 15-20 капель бриллиантового зеленого и далее экстрагируют как анализируемый раствор. Измеряют оптическую плотность полученных экстрактов и по результатам измерения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание золота в мкг, по оси ординат - оптическую плотность.

## Определение золота визуальным колориметрированием

Визуальное колориметрирование рекомендуется при анализе руд, содержащих 0,025-0,5 г/т золота. Выделенное и прокаленное золото растворяют в тигле в 10 каплях HCl d 1,19 с добавлением 3-4 капель пергидроля. Содержимое тигля переносят в делительную воронку, доливают водой до 15 мл, прибавляют 10 капель раствора бриллиантового зеленого, 1 мл бутилацетата и экстрагируют в течение одной минуты. Экстракт отделяют от водной фазы и помещают в пробирку из бесцветного стекла с притертой пробкой емкостью 3 мл. Окраску экстрактов сравнивают со шкалой стандартных растворов.

---

[x] В спектрофотометре "Спекол" толщина слоя в кювете составляет 10 мм.

Приготовление шкалы. В делительные воронки на 50 мл помещают 0; 0,05; 0,12; 0,25; 0,5; 1,0 мл стандартного раствора В(0; 0,025; 0,06; 0,125; 0,25; 0,5 мкг золота), добавляют 15 мл 0,1 н. соляной кислоты, 3–4 капли пергидроля, 10 капель раствора бриллиантового зеленого, 1 мл бутилацетата и экстрагируют в течение одной минуты. Экстракт отделяют от водной фазы и помещают в пробирки из бесцветного стекла с притертой пробкой емкостью 3 мл.

## Вычисление результатов анализа

Содержание золота в исследуемом материале вычисляют по формуле:

$$C = \frac{A}{H} \text{ г/т} \quad \text{или} \quad C = \frac{A \cdot 100}{H \cdot 10^6} \%,$$

где С – содержание золота в исследуемом материала, г/т или %;

А – количество золота, найденное по градуировочному графику или по шкале при визуальном колориметрировании, мкг;

Н – навеска, г.

## Литература

1. Лапин Л.К., Гейн В.О. Труды комиссии по аналитической химии АН СССР, 21, 1956.

2. Маркова Н.В., Полторыхина А.К. Труды ЦНИГРИ, вып.60, 1964.

3. Маркова Н.В., Полторыхина А.К., Якубцева Т.В., Сумакова Н.С. Труды ЦНИГРИ, вып. 82, 1969.

4. Маркова Н.В., Сумакова Н.С. В сб. Опыт работы пробирно-аналитических лабораторий, 1969.

5. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ, ВИМС, М., 1975.

Инструкция № 173-Х

Заказ № 214. Л-69757. Подписано к печати 18/VII-80 г.
Объем 0,7 уч.-изд.л. Тираж 1000
Ротапринт ОЭП ВИМСа

ВНЕСЕНО
Научным советом по аналитическим методам
I.XII.1974г.

"УТВЕРЖДАЮ"
Начальник управления научно-исследовательских организаций Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974г. Н.П.ЛАВЕРОВ

# КЛАССИФИКАЦИЯ

## ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

| Категория | Наименование анализа | Воспроизводимость методов анализа | Коэффициент к допустимому среднеквадратичному отклонению |
|---|---|---|---|
| I | Особо точный анализ | Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля[x] (см. Приложение) | 0,33 |
| II | Полный анализ | Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений | I |
| | | Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±I,50% | |
| | | Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±I,50% | |
| | | Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения | 0,33 |
| | | Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения | I |
| | | Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±0,80% | |
| | | Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±0,80% | |
| III | Анализ рядовых проб | Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений | I |
| IУ | Анализ технологических продуктов | Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком) | I-2 |
| У | Особо точный анализ геохимических проб | Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений | 0,5 |
| УI | Анализ рядовых геохимических проб | Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения | 2 |
| УII | Полуколичественный анализ | | Воспроизводимость определения 4-I0 интервалов (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68% |
| УIII | Качественный анализ | | Точность определения не нормируется |

Количественный анализ

x) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", ВИМС, 1975г.

gost.e-ecolog.ru