МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ



Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы
Методика № 131 - С

ЗОЛОТО

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛАМЕННЫМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ ЭКСТРАКЦИИ ИЗОАМИЛОВЫМ СПИРТОМ

(редакция 2010 г.)

Отраслевая методика III категории точности

Москва, 2010

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ



Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы
Методика № 131 - С

ЗОЛОТО

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛАМЕННЫМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ ЭКСТРАКЦИИ ИЗОАМИЛОВЫМ СПИРТОМ

(редакция 2010 г.)

Отраслевая методика III категории точности

Москва, 2010

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа горных пород, полиметаллических и золотосодержащих руд, продуктов их первичной переработки, отходов минерального происхождения для определения в них массовой концентрации золота в диапазоне от 0,1 до 20 г/т пламенным атомно-абсорбционным методом после экстракции изоамиловым спиртом.

Методика не применима к анализу проб, содержащих графит.

2 ХАРАКТЕРИСТИКА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Границы суммарной погрешности результата измерений содержания золота в определяемых объектах приведены в таблице 1.

Указанные в таблице 1 погрешности соответствуют требованиям к погрешности измерений, установленным ОСТ 41-08-212-04 и принятым в МПР России.

Таблица 1 – Границы суммарной погрешности

Диапазон измерений золота, г/т	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, г/т			Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, г/т			Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95), ±Δ, г/т		
	Au крупностью частиц до 0,1 мм	Au крупностью частиц до 0,6 мм	Au крупностью частиц более 0,6 мм	Au крупностью частиц до 0,1 мм	Au крупностью частиц до 0,6 мм	Au крупностью частиц более 0,6 мм	Au крупностью частиц до 0,1 мм	Au крупностью частиц до 0,6 мм	Au крупностью частиц более 0,6 мм
От 0,10 до 0,50 вкл.	0,15 С	0,15 С	0,15 С	0,30 С	0,30 С	0,30 С	0,59 С	0,59 С	0,59 С
св 0,50 до 2,0 вкл.	0,14 С	0,15 С	0,15 С	0,27 С	0,30 С	0,30 С	0,53 С	0,59 С	0,59 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,09 С	0,14 С	0,15 С	0,18 С	0,27 С	0,30 С	0,35 С	0,53 С	0,59 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,09 С	0,14 С	0,12 С	0,18 С	0,27 С	0,24 С	0,35 С	0,53 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,041 С	0,06 С	0,10 С	0,082 С	0,12 С	0,20 С	0,16 С	0,24 С	0,39 С

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

3.1 Средства измерений

- Атомно-абсорбционный спектрометр с дейтериевой лампой или с эффектом Зеемана для коррекции фона.
- Спектральная лампа, излучающая спектр золота.
- Весы аналитические лабораторные, I (специального) класса точности с дискретностью 1 мг и средним квадратическим отклонением не более 1,5 мг по ГОСТ Р 53228-2008.
- Пипетки мерные 1-2-1-1 (2) по ГОСТ 29227.
- Пипетки мерные 1-2-5 (10) по ГОСТ 29169.
- Колбы мерные 1-50 (100, 200, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.
- Цилиндры мерные 1-5 (10, 50, 100) по ГОСТ 1770.

3.2 Вспомогательное оборудование, посуда

- Газ ацетилен в баллонах, снабженных редуктором по ГОСТ 5457.
- Газ пропан-бутан в баллонах, снабженных редуктором по ГОСТ 15860.
- Компрессор для получения сжатого воздуха или воздух сжатый в баллонах.
- Муфельная печь с температурой нагрева не ниже 1000°С по ТУ 16-531-641.
- Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.
- Баня водяная по ТУ 64-1-2850 или ТУ 10-23.103.
- Стаканы В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.
- Колбы конические КН 1-250 ТХС по ГОСТ 25336.
- Воронки ВФ-1-56(75) - 140 (175) ХС по ГОСТ 25336.
- Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.
- Воронки делительные ВД-1-50 ХС по ГОСТ 25336.
- Капельница по ГОСТ 23932.
- Чашки фарфоровые диаметром 90 мм по ГОСТ 9147.
- Лодочки фарфоровые прямоугольные типа А3 по ГОСТ 9147.

3.3 Стандартные образцы состава

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава раствора золота (ГСО 8429-2003) с аттестованным значением 1,0 мг/см^3 и погрешностью не более 1% при $P = 0,95$.

3.4 Реактивы и материалы

- Азотная кислота, чда по ГОСТ 4461.
- Соляная кислота, чда по ГОСТ 3118.
- Фтористоводородная кислота, 40%-ная, чда по ГОСТ 10484.
- Аммоний азотнокислый, чда по ГОСТ 22867.
- Золото ЗЛ 999,9 по ГОСТ 6835.
- Изоамиловый спирт, ч по ТУ 6-09-14-1907.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
- Желатин пищевой по ГОСТ 11293.
- Фильтры обеззоленные «белая лента» диаметром 11 см по ТУ 6-09-1678.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды, вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем приведенные в п. 3.1, 3.2. Все используемые реактивы п. 3.4. должны иметь аналитический класс чистоты (чда или хч).

4 МЕТОД АНАЛИЗА

Методика заключается в кислотном разложении пробы и извлечении золота из солянокислого раствора изоамиловым спиртом. Полученный экстракт распыляют в воздушно-пропановое или воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение излучения резонансной линии золота образующимися в пламени свободными атомами золота [1, 2].

В качестве источника резонансного излучения используют лампу, излучающую спектр золота. Абсорбцию измеряют по линии золота λ=242,8 нм.

Анализ выполняют по методу трех эталонов. Благодаря использованию избирательной экстракции методика в основном свободна от влияния состава анализируемых проб. Определению золота мешает только железо при содержании его в экстракте более 400 мкг/см^3, что возможно при анализе проб, содержащих более 30% железа. При таких содержаниях железа изоамиловый экстракт приобретает янтарный оттенок. Для исключения влияния железа его реэкстрагируют водой.

Органическое вещество пробы может сорбировать золото. Предварительный обжиг навески при $t = 600 - 650°C$ в течение 3-4 часов с доступом воздуха обеспечивает удаление органического вещества и серы сульфидов.

Если в пробе содержится мышьяк, то при обжиге при $t = 600 - 650°C$ возникают потери золота. В этом случае пробы обжигают при $t = 450 \pm 30°C$ в течение 1,5-2 часов, а затем повышают температуру обжига до $t = 600 - 650°C$ и проводят обжиг пробы еще 3-4 часа. Обожженную пробу обрабатывают смесью азотной и соляной кислот (1:3) или сначала соляной кислотой, а затем смесью соляной и азотной кислот. Обработка пробы соляной кислотой перед разложением смесью кислот способствует растворению железа, гидроксиды которого могут сорбировать золото; при этом одновременно удаляется сера в виде сероводорода (обработка пробы сразу смесью кислот может привести к образованию свободной серы, которая также сорбирует золото). Кроме того, при анализе карбонатных проб удаление углекислого газа происходит до начала окислительного действия «царской водки», что предотвращает бурное кипение и разбрызгивание.

При анализе проб, содержащих большое количество силикатов, значительная часть золота удерживается гелем кремниевой кислоты, обладающим сильными сорбционными свойствами. При введении в раствор небольшого количества желатина (*возможно использование 0,03%-ного раствора полиакриламида в 1М соляной кислоте*) в качестве стабилизатора уплотняется осадок, изменяются его свойства, в результате уменьшается сорбция золота, что благоприятно сказывается на результатах анализа.

При анализе глинистых сланцев пробы после обжига обрабатывают смесью соляной и фтористоводородной кислот (15:1).

Пробы с повышенным содержанием органического и углистого вещества обжигают в присутствии нитрата аммония сначала при температуре $200 - 300°C$ до разложения реагента в муфельной печи, а затем при температуре $t = 600 - 650°C$ проводят обычное прокаливание.

Для уменьшения ошибки, связанной с неоднородным распределением золота в пробе, анализируют навеску 20 г или две параллельные навески по 10 г, отобранные путем предварительного квартования пробы. Если золото в пробе однородно распределено, то для анализа достаточно использовать пробу массой 10 г.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении анализа следует соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электро-безопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

При выполнении анализа необходимо соблюдать меры безопасности, предусмотренные в Инструкции по технике безопасности при лабораторных работах и руководстве по эксплуатации приборов.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению анализа и обработке его результатов допускают лиц, имеющих высшее или среднее техническое образование, опыт работы в химической лаборатории. Специалист должен пройти соответствующий инструктаж, освоить метод.

Перед выполнением анализа оператор проводит оперативный контроль процедуры анализа в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

При подготовке к выполнению анализа и при его проведении необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20±5;
атмосферное давление, кПа (мм. рт. ст.)	101±4 (760±30);
относительная влажность воздуха, %	65±15;
напряжение в сети, В	220±22;
частота переменного тока, Гц	50±1.

8 ОТБОР, ПОДГОТОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб горных пород, полиметаллических и золотосодержащих руд, продуктов их первичной переработки осуществляют по действующим у заказчика нормативным документам.

Подготовку и хранение проб выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-249-85.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА

При подготовке к выполнению анализа проводят следующие работы:

9.1 Подготовка прибора к работе

Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра к работе и оптимизацию условий анализа производят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора. Прибор должен быть поверен.

9.2 Приготовление вспомогательных растворов

9.2.1 Соляная кислота, разбавленная 1:1.

К объему дистиллированной воды приливают равный объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.2 Соляная кислота с молярной концентрацией 1 моль/дм^3

В мерную колбу на 1000 см^3 наливают 500 см^3 дистиллированной воды, добавляют 83 см^3 соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.3 Смесь соляной и азотной кислот (3:1).

К трем объемам соляной кислоты приливают один объем азотной кислоты, перемешивают. Готовят в день применения.

9.2.4 Смесь соляной и фтористоводородной кислот (15:1)

К пятнадцати объемам соляной кислоты приливают один объем фтористоводородной кислоты, перемешивают. Готовят в день применения.

9.2.5 Желатин, 1%-ный свежеприготовленный раствор

Навеску 1,0 г желатина растворяют при перемешивании в 100 см^3 дистиллированной воды, нагретой ~ до 70°С . Готовят в день применения.

9.3 Приготовление градуировочных растворов золота

9.3.1 Приготовление градуировочных растворов из металла

9.3.1.1 Приготовление раствора А

Навеску 0,10 г золота растворяют в стакане на 250 $см^3$ при нагревании в 20 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1). Раствор упаривают до сиропообразного состояния, приливают 3-4 $см^3$ соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной (1:1), переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, доливают этой же кислотой до метки, перемешивают. 1 $см^3$ полученного раствора содержит 200 мкг золота. Раствор хранят в темном месте в течение 6 месяцев.

9.3.1.2 Приготовление раствора Б

В мерную колбу на 100 $см^3$ помещают 5 $см^3$ раствора А, доливают до метки 1М раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 $см^3$ полученного раствора содержит 10 мкг золота. Раствор хранят в темном месте не более 3 месяцев.

9.3.2 Приготовление градуировочных растворов из ГСО состава раствора золота

9.3.2.1 Вскрывают ампулу ГСО состава раствора золота с концентрацией 1 мг/$см^3$, отбирают 5 $см^3$ ГСО раствора и помещают в мерную колбу на 50 $см^3$, прибавляют до метки раствор соляной кислоты, разбавленной (1:1), перемешивают. 1 $см^3$ полученного раствора содержит 100 мкг золота. Раствор хранят в темном месте в течение 6 месяцев.

9.3.2.2 В мерную колбу на 100 $см^3$ отбирают 10 $см^3$ раствора, приготовленного в п. 9.3.2.1, доливают до метки 1 М раствором соляной кислоты, перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 10 мкг золота. Хранят в темном месте не более 3 месяцев.

9.4 Построение градуировочных характеристик

Шкалу градуировочных растворов готовят с каждой партией исследуемых проб.

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$ раствора золота с массовой концентрацией 10 мкг/$см^3$, доливают до 100 $см^3$ 1М раствором соляной кислоты с добавлением 2-3 капель азотной кислоты, перемешивают. В колбы приливают 10 $см^3$ изоамилового спирта и энергично встряхивают в течение двух минут. По окончании экстракции и расслоения фаз (3–5 минут), приливают дистиллированную воду, чтобы поднять экстракт в

узкую часть (горло) колбы. Изоамиловый спирт частично растворяется в водной фазе (~3 $см^3$ в 100 $см^3$ 1М солянокислого раствора), поэтому объемы получаемых экстрактов составляют ~7 $см^3$. Так как такие же потери изоамилового спирта имеют место и при экстрагировании золота из анализируемых растворов, то условно считают, что полученные экстракты градуировочной характеристики содержат 1; 2; 5 и 10 мкг золота в 1 $см^3$. Экстракты пригодны для работы в течение пяти дней.

Измерение абсорбции образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочной характеристики абсорбцию каждого раствора измеряют три раза с целью исключения случайных результатов и берут среднеарифметическое значение.

Градуировочную характеристику строят в координатах A и C, где

A - атомное поглощение в относительных величинах;

C - среднее арифметическое значение массовой концентрации золота в экстракте градуировочных растворов, мкг/$см^3$.

9.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят одновременно с измерением анализируемых растворов. Средствами контроля являются приготовленные растворы для градуировки (не менее трех растворов, отвечающих по массовой концентрации определяемого элемента приблизительно началу, середине и концу градуировочной характеристики).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого раствора градуировки следующего условия:

$$|C - C_0| \le 0{,}33\,\Delta,$$

где C – результат контрольного измерения массовой концентрации золота в растворе для градуировки;

C_0 – аттестованное значение массовой концентрации золота в растворе для градуировки;

Δ – значение характеристики погрешности, соответствующее массовой концентрации золота в растворе для градуировки.

Значения Δ приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо приготовить и выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика не стабильна, что может быть вызвано изменением условий анализа (давления и расхода газа, засорением распылителя и т.д.), выясняют причины. После устранения несоответствий готовят новые градуировочные растворы, по которым строят новую градуировочную характеристику.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

При выполнении анализа объектов для определения содержания золота выполняют следующие операции.

10.1 Разложение пробы

Навеску тонкоизмельченной пробы (до 0,074 мм), массой 20,0 г или 10,0 г, в зависимости от предполагаемого содержания или равномерности распределения золота, насыпают ровным слоем в фарфоровую прямоугольную лодочку размером 80×50 мм, помещают в холодную муфельную печь, температуру которой постепенно поднимают до $450 \pm 30^{\circ}C$, чтобы исключить возможность потери связанного с мышьяком золота и выдерживают при указанной температуре в течение 1,5 - 2 часов с доступом воздуха. Затем температуру повышают до $t = 600 - 650^{\circ}C$ и выдерживают при ней еще 3-4 часа. В отсутствии мышьяка и при высоком содержании органического вещества можно сразу повысить температуру до $t = 600 - 650^{\circ}C$ и обжигать пробу при этой температуре в течение 3-4 часов.

Остывшую пробу помещают в фарфоровую чашку диаметром 90 мм, смачивают дистиллированной водой, приливают 40 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), покрывают чашку стеклом и ставят на водяную баню. Через 40-50 минут снимают стекло и выпаривают содержимое чашки до влажных солей. Приливают еще 25 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), покрывают стеклом, снова нагревают и выпаривают до влажных солей. Прибавляют 35 $см^3$ 1М горячего раствора HCl, перемешивают содержимое чашки стеклянной палочкой, отделяя осадок от дна и стенок чашки, и фильтруют через воронку Бюхнера или через воронку с двойным фильтром «белая лента» диаметром 11 см, собирая фильтрат, в стакан или коническую колбу на 250 $см^3$. Чашку и осадок на фильтре тщательно промывают 1М горячим раствором HCl. Промывание проводят до полного исчезновения жёлтой окраски железа на фильтре. Промывные воды собирают в стакан

с фильтратом, охлаждают, переносят в мерную колбу на 200 $см^3$ 1М раствором соляной кислоты, доливают содержимое этой же кислотой до метки, перемешивают.

При анализе проб с повышенным содержанием силиката обожженную пробу разлагают смесью соляной и азотной кислот, как описано выше. Содержимое чашки количественно переносят в стакан на 250 $см^3$ с помощью горячего 1М раствора соляной кислоты. В стакан прибавляют 10 $см^3$ свежеприготовленного 1%-ного раствора желатина, перемешивают стеклянной палочкой в течение 5 минут и фильтруют через двойной фильтр («белая лента») в стакан или коническую колбу на 250 $см^3$. Стакан и осадок на фильтре тщательно промывают 1М горячим раствором *HCl*. Промывание проводят до полного исчезновения жёлтой окраски железа на фильтре. Промывные воды собирают в стакан с фильтратом, охлаждают, переносят в мерную колбу на 200 $см^3$ 1М раствором соляной кислоты, доливают содержимое этой же кислотой до метки, перемешивают.

При анализе карбонатных проб для предотвращения сильного вспенивания к обоженной пробе в фарфоровую чашку приливают дистиллированную воду (15-20 $см^3$), добавляют порциями 15 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и нагревают при перемешивании до прекращения вспенивания. Затем приливают 40 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), покрывают чашку стеклом и ставят на водяную баню. Через 40-50 минут снимают стекло и выпаривают содержимое чашки до влажных солей. Приливают еще 25 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), покрывают стеклом, снова нагревают и выпаривают до влажных солей. По окончании разложения прибавляют 35-40 $см^3$ 1М горячего раствора *HCl*, перемешивают содержимое чашки стеклянной палочкой, отделяя осадок от дна и стенок чашки, и фильтруют через воронку Бюхнера или через воронку с двойным фильтром «белая лента», собирая фильтрат, в стакан или коническую колбу на 250 $см^3$. Чашку и осадок на фильтре тщательно промывают 1М горячим раствором *HCl*. Промывание проводят до полного исчезновения жёлтой окраски железа на фильтре. Промывные воды собирают в стакан с фильтратом, охлаждают, переносят в мерную колбу на 200 $см^3$ 1М раствором соляной кислоты, доливают содержимое этой же кислотой до метки, перемешивают.

При анализе глинистых сланцев обожженную навеску переносят в стакан или коническую колбу на 250 $см^3$, добавляют 15 $см^3$ смеси соляной и фтористоводородной кислот (15:1), нагревают при перемешивании 30 мин, добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, перемешивают еще 1 час и упаривают до влажных солей. Затем приливают 25 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), покрывают стеклом, снова нагревают и выпаривают до влажных солей. По окончании разложения прибавляют 35 $см^3$ 1М горячего раствора *HCl*, перемешивают содержимое стеклянной палочкой, отделяя осадок от

дна и от стенок стакана (колбы), и фильтруют через воронку Бюхнера или через воронку с двойным фильтром «белая лента» диаметром 11 см, собирая фильтрат, в конические колбы на 250 $см^3$. Стакан (колбу) и осадок на фильтре тщательно промывают 1М горячим раствором HCl. Промывание проводят до полного исчезновения жёлтой окраски железа на фильтре. Промывные воды собирают в стакан с фильтратом, охлаждают, переносят в мерную колбу на 200 $см^3$ 1М раствором соляной кислоты, доливают фильтрат этой же кислотой до метки, перемешивают.

Пробы с повышенным содержанием органического (например, углистого) вещества или сульфидные пробы обжигают в присутствии нитрата аммония. Навеску нитрата аммония 1,0-10 г (в зависимости от количества органического вещества или сульфидов) помещают в фарфоровую лодочку, насыпают сверху навеску пробы и обжигают в муфельной печи сначала при $200-300^{\circ}C$ до разложения реагента, а затем при $t=600-650^{\circ}C$. Сульфидные пробы следует обжигать особенно тщательно. Обжиг таких проб может продолжаться 3 часа или более: его проводят, обеспечив доступ кислорода, и заканчивают после прекращения выделения продуктов разложения. Далее ведут кислотное разложение, как описано выше.

10.2 Концентрирование золота

В мерную колбу на 200 $см^3$ помещают аликвотную часть 100 $см^3$ анализируемого раствора (при высоком содержании золота аликвотную часть уменьшают, доводя объём до 100 $см^3$ 1М раствором соляной кислоты), добавляют пипеткой 10 $см^3$ изоамилового спирта, закрывают пробкой и встряхивают в течение 2 минут. По окончании экстракции экстракту дают отстояться в течение 2-3 минут, доливают дистиллированную воду, чтобы поднять экстракт в узкую часть (горло) колбы. После расслоения фаз верхний слой распыляют в пламя.

Измерения проводят в условиях повторяемости.

Если экстракт пробы имеет янтарный оттенок, отбирают 5 $см^3$ экстракта в делительную воронку емкостью 50 $см^3$, добавляют 15 $см^3$ дистиллированной воды, встряхивают одну минуту для реэкстракции железа и после расслоения фаз органический слой распыляют в пламя. Так же поступают с экстрактами градуировочных растворов, по которым затем строят градуировочную характеристику.

10.3 Измерение атомной абсорбции золота

Полученный экстракт распыляют в воздушно-пропан-бутановое или воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют величину атомного

поглощения резонансного излучения нейтральными атомами золота, образующимися в процессе атомизации пробы. Измерения проводят в условиях повторяемости.

Включение, настройку и измерение абсорбции проводят в соответствии с прилагаемой к прибору инструкцией и паспортом спектральной лампы, излучающей спектр золота.

При анализе больших партий проб экстракты градуировочной характеристики измеряют через каждые 30 минут. Результаты повторных измерений усредняют.

Концентрацию золота в анализируемом растворе рассчитывают по градуировочной характеристике.

При определении высоких содержаний золота или, если требуется высокая точность измерений, используют «способ ограничивающих растворов».

При измерении этим методом получают отсчеты для раствора экстракта пробы и для экстрактов двух градуировочных растворов, подобранных таким образом, чтобы один из них дал отсчет больший, а другой - меньший, чем отсчет от экстракта раствора пробы. Повторяют все три измерения (пробы и двух градуировочных растворов) в обратном порядке и берут среднее арифметическое значение из двух полученных отсчетов.

В обоих случаях градуировочную характеристику строят по результатам измерения экстрактов градуировочных растворов в координатах A и C, где

A - величина абсорбции,

C - массовая концентрация золота в экстракте градуировочных растворов, мкг/см^3.

Примечание:

В рабочих журналах регистрируются величины навески, объем экстракта, атомные поглощения анализируемого и градировочных растворов.

11 ОБРАБОТКА (ВЫЧИСЛЕНИЕ) РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Вычисление результатов анализа при определении содержания золота проводят следующим образом.

11.1 Содержание золота (C) в пробе, найденное по градуировочной характеристике рассчитывают по формуле 1:

$$C = \frac{C_1 \cdot V}{m} \text{ (г/т)}, \qquad (1)$$

где C_1 - массовая концентрация золота в экстракте, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см^3;

V - объём экстракта, $см^3$;

m - навеска, соответствующая объему раствора, поступившего на экстракцию, г.

Содержание золота в пробе, найденное по способу ограничивающих растворов, рассчитывают по соответствующей градуировочной характеристики и далее по формуле 1.

Примечание:

Обработку результатов промежуточных измерений регистрируют и оформляют в электронном виде или на бумажном носителе.

11.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 2.

11.3 Расхождения между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должны превышать предела воспроизводимости $R = 2{,}8\sigma_R$. Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает R, эти результаты анализа считают согласующимися, и в качестве окончательного результата может использоваться их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости указаны в таблице 2. Если предел воспроизводимости R превышен, выясняют причины этого превышения (ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5.3).

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений золота, г/т	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, г/т			Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), R, г/т		
	Au крупностью частиц до 0,1 мм	Au крупностью частиц до 0,6 мм	Au крупностью частиц более 0,6 мм	Au крупностью частиц до 0,1 мм	Au круп-остью частиц до 0,6 мм	Au крупностью частиц более 0,6 мм
От 0,10 до 0,50 вкл.	0,42 С	0,42 С	0,42 С	0,83 С	0,83 С	0,83 С
св 0,50 до 2,0 вкл.	0,37 С	0,42 С	0,42 С	0,75 С	0,83 С	0,83 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,25 С	0,37 С	0,42 С	0,50 С	0,75 С	0,83 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,17 С	0,25 С	0,37 С	0,33 С	0,50 С	0,75 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,11 С	0,17 С	0,28 С	0,23 С	0,33 С	0,55 С

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$x \text{ и } \Delta,\ P = 0{,}95,$$

где x – результат определения золота, г/т,

Δ – показатель точности применяемой методики количественного химического анализа.

Значения Δ приведены в таблице 1. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

Оперативный контроль исполнителем процедуры анализа в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

Приемочный контроль партии рабочих проб выполняется в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

Для обеспечения достоверности анализа должен выполняться внутрилабораторный контроль правильности в соответствии с ОСТ 41- 08-265-04.

Для контроля систематических расхождений должен выполняться внешний лабораторный контроль по ОСТ 41-08-265-04.

ЛИТЕРАТУРА

1. Фишкова Н.Л., Фалькова О.В., Казарина Т.М., Мешалкина Р.Д. Атомно-абсорбционное определение золота и серебра в рудах. В кн. "Спектральный анализ в геологии". Материалы IV семинара по спектральному анализу для работников организаций МГ СССР. М., 1971, стр. 243.

2. Фишкова Н.Л., Фалькова О.Б., Мешалкина Р.Д. Атомно-абсорбционное определение золота в рудах и оценка влияния неоднородности его распределения на результат анализа. ЖАХ, 27, №10, 1972, стр. 1916.

gost.e-ecolog.ru