УДК 622.34—15.001.4:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВИСМУТОВЫЙ

Атомно-абсорбционный метод определения золота

Bismuth concentrate.
Atomic absorption method for determination of gold

ГОСТ 28407.7—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91 до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на висмутовые концентраты всех марок и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли золота от 0,2 до 20 г/т.

Метод основан на измерении поглощения резонансного излучения золота в воздушно-пропан-бутановом пламени или пламени ацетилен-воздух при распылении в него анализируемых и градуировочных растворов.

Золото предварительно выделяют в органическую фазу экстракцией раствором сульфидов нефти в толуоле.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28407.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм), в зависимости от используемой аппаратуры.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Бутан-пропан в баллонах.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 3 моль/дм^3 (3 М) и 1 моль/дм^3 (1 М).

Смесь азотной и соляной кислот в отношении 1:3.

Мочевина по ГОСТ 6691.

Толуол по ГОСТ 5789.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Гидразин солянокислый по ГОСТ 22159, раствор с массовой долей 4%.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Сульфиды нефти или один из индивидуальных сульфидов: дибутилсульфид по ТУ 6—09—13—657, дигексилсульфид по ТУ 6—09—13—568, диоктилсульфид по ТУ 6—09—13—163, раствор 0,1—0,2 моль/дм^3 в толуоле; готовят разбавлением сульфида толуолом в отношении 1 : 20.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962.

Кислота золотохлористоводородная.

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 см^3 воды в колбе вместимостью 250 см^3, затем приливают 5 см^3 соляной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния. Выпаривание повторяют еще два раза с 2 см^3 соляной кислоты до влажной соли.

К остатку приливают 100—150 см^3 воды и раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента». Колбу и фильтр 2—3 раза промывают водой, подкисленной соляной кислотой. К фильтрату приливают 30—40 см^3 раствора солянокислого гидразина и тщательно перемешивают. Выпадает бурый осадок золота. После отстаивания осадка и осветления раствора осадок отфильтровывают на плотный беззольный фильтр «синяя лента». Осадок на фильтре промывают 3—4 раза водой, помещают в фарфоровый тигель, сушат в сушильном шкафу при 105—110°С в течение 30 мин и прокаливают в муфельной печи при 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: 0,1000 г золота помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в 30 см^3 смеси кислот при нагревании. Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 10 см^3 соляной кислоты и выпаривание до влажных солей повторяют. Добавляют 10 см^3 воды и вновь выпаривают до влажных солей. Прибавляют около 100 мг хлористого натрия, 30 см^3 3 М раствора соляной кислоты, нагревают до растворения соли. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки 3 М раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 1 мг золота.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки 3 М раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг золота.

Растворы А и Б устойчивы в течение года.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки 3 М раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 0,01 мг золота.

Раствор Г: 10 см³ раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки 3 М раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 см³ раствора Г содержит 0,001 мг золота.

Растворы В и Г готовят в день употребления.

Градуировочные растворы готовят непосредственно перед проведением анализа экстракцией золота из раствора Г следующим образом: в конические колбы вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см³ раствора Г, приливают 30—40 см³ 3 М раствора соляной кислоты и экстрагируют золото, как описано в разд. 3. Полученные экстракты содержат 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мкг/см³ золота.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмутового концентрата массой 2,000 или 5,000 г, взятую в зависимости от массовой доли золота согласно табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ смеси кислот, добавляют около 50 мг хлористого натрия, накрывают часовым стеклом или стеклянным шариком и растворяют при медленном нагревании и периодическом перемешивании в течение 1,5—2 ч. Раствор не должен кипеть.

Таблица 1

Массовая доля золота, г/т	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,2 до 2,0 включ.	5,000	Весь раствор
Св. 2,0 » 10,0 »	2,000	50,0
» 10,0 » 20,0 »	2,000	20,0

Если раствор содержит корольки серы, навеску пробы необходимо предварительно прокалить. Для этого навеску помещают в фарфоровую чашку или тигель и выдерживают в муфельной печи при 600°С до изменения цвета пробы в рыжевато-коричневый. В процессе прокаливания пробу необходимо перемешать 3—4 раза. Остывшую после прокаливания пробу перетирают пестиком, пере-

носят в мерную колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ смеси кислот и далее продолжают, как описано выше.

Колбу открывают, добавляют около 0,1 г мочевины и продолжают нагревание до полного удаления оксидов азота.

При массовой доле золота до 2 г/т раствор выпаривают до влажных солей, прибавляют 10 см³ соляной кислоты, 50—60 см³ горячей воды, 0,2—0,3 г марганцовокислого калия и нагревают до кипения. Горячий раствор фильтруют под вакуумом через плотный фильтр «синяя лента». Колбу и осадок на фильтре 2—3 раза промывают горячим 1 М раствором соляной кислоты. После охлаждения весь фильтрат используют для экстракции золота.

При массовой доле золота свыше 2 г/т раствор охлаждают, переносят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки 3 М раствором соляной кислоты и перемешивают. Фильтруют через плотный фильтр «синяя лента» в сухую колбу вместимостью 100 см³; первые порции фильтрата отбрасывают.

Аликвотную часть раствора или весь раствор, взятые согласно табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 5 см³ экстрагента и встряхивают в течение 3 мин. Колбу закрывают резиновой пробкой, обернутой калькой; для встряхивания можно использовать механические встряхиватели или экстракторы. Для разделения фаз раствор сливают в делительную воронку. Водную фазу отбрасывают, органическую сливают через горло воронки в бюксу с притертой крышкой.

Органическую фазу проб и растворов для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое или бутан-пропановое пламя, при этом расход ацетилена (бутан-пропана) уменьшают до минимального. Распыление растворов регулируют таким образом, чтобы получилось прозрачное, стабильное пламя. Горелку устанавливают вдоль оптической оси. Поглощение линии золота 242,8 нм измеряют над конусом реакционной зоны пламени. Начало отсчета устанавливают при распылении в пламя экстрагента.

Условия измерения подбирают в зависимости от используемого прибора. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают в этом режиме, получая результат на табло в мкг/см³. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «поглощение», работают по градуировочному графику, построенному в координатах «концентрация золота, мкг/см³ — поглощение» или, если измерения проводились на самопишущем потенциометре, — «концентрация золота, мкг/см³ — длина пиков, мм», при работе со стрелочными приборами градуировочный график строят в координатах «концентрация золота, мкг/см³ — показания стрелочного прибора».

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю золота (X) в г/т вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot V_1}{m \cdot V_2},$$

где m_1 — концентрация золота в анализируемом растворе пробы, мкг/см^3, найденная по градуировочному графику или полученная другими способами по разд. 3;

V — вместимость мерной колбы для разбавления раствора пробы, см^3;

V_1 — объем экстрагента, см^3;

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора взятый для анализа, см^3.

4.2. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля золота, г/т	Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализов, г/т
От 0,2 до 0,3 включ.	0,1
Св. 0,3 » 0,5 »	0,2
» 0,5 » 1,0 »	0,4
» 1,0 » 2,0 »	0,6
» 2,0 » 5,0 »	1,0
» 5,0 » 10,0 »	2,0
» 10,0 » 20,0 »	3,0

4.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. Е. Вохрышева, канд. хим. наук; Т. И. Трещеткина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.12.89 № 4091

3. Срок первой проверки — 1995 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ОСТ 48—136.7—78

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5457—75	2
ГОСТ 5789—78	2
ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 6691—77	2
ГОСТ 6835—80	2
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 22159—76	2
ТУ 6—09—13—163—75	2
ТУ 6—09—13—568—77	2
ТУ 6—09—13—657—78	2

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *И. Л. Асауленко*

Сдано в наб. 29.01.90 Подп. в печ. 14.05.90 3,0 усл. п. л. 3,13 усл кр.-отт. 2,78 уч-изд. л. Цена 55 к.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер. 6. Зак. 1575