УДК 669.21.001.4:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЗОЛОТО

Метод атомно-эмиссионного анализа с индукционной плазмой

ГОСТ 27973.2—88

Gold.
Method of atomic-emission analysis
with inductive plasma

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07. 90

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионный (с индукционной высокочастотной плазмой) метод определения содержания примесей: серебра, меди, железа, платины, палладия, родия, висмута, свинца, сурьмы, цинка, марганца, никеля, хрома и олова в золоте с массовой долей золота не менее 99,9 %.

Метод основан на возбуждении атомов пробы в индукционной высокочастотной плазме и измерении интенсивности аналитической спектральной линии определяемого элемента при распылении раствора анализируемой пробы в плазму. Связь интенсивности линии с концентрацией элемента в растворе устанавливают с помощью градуировочного графика.

Метод позволяет определять массовые доли примесей в интервалах, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Определяемый элемент	Массовая доля, %
Серебро	От 0,0001 до 0,04	Свинец	От 0,0001 до 0,01
Медь	» 0,0003 » 0,01	Сурьма	» 0,0002 » 0,01
Железо	» 0,0002 » 0,02	Цинк	» 0,0001 » 0,01
Платина	» 0,0002 » 0,02	Марганец	» 0,0001 » 0,01
Палладий	» 0,0001 » 0,02	Никель	» 0,0001 » 0,01
Родий	» 0,0002 » 0,01	Хром	» 0,0002 » 0,01
Висмут	» 0,0002 » 0,01	Олово	» 0,0002 » 0,01

Нормы погрешности результатов анализа определяемых значений массовых долей примесей с доверительной вероятностью P=0,95 приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля примеси, %	Норма погрешности, %	Массовая доля примеси, %	Норма погрешности, %
0,00010	± 0,00006	0,0050	± 0,0007
0,00030	± 0,00015	0,008	± 0,001
0,0005	± 0,0002	0,020	± 0,002
0,0010	± 0,0003	0,040	± 0,005
0,0030	± 0,0005		

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа по ГОСТ 27973.0.

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрально-аналитический комплекс, состоящий из высокочастотного генератора мощностью 0,8 — 1,5 кВт, плазменной горелки с распылительной системой, квантометра (полихроматора) или монохроматора с обратной линейной дисперсией не хуже 0,5 нм/мм и фотоэлектрической регистрацией интенсивности излучения, управляющей ЭВМ, дисплея и печатающего устройства.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Весы аналитические 2-го класса.

Печь муфельная с терморегулятором.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Автоклав аналитический.

Ступка агатовая.

Стаканы термостойкие вместимостью 100 и 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Тигли корундовые.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ с делениями по НТД.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента», «белая лента».

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:5 и 1:9.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262 и разбавленная 1:9.

Бария пероксид по нормативно-технической документации.

Золото высокой чистоты с массовой долей золота не менее 99,999 %.

Серебро по ГОСТ 6836.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610.

Медь по ГОСТ 859.

Висмут по ГОСТ 10928.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861.

Цинк по ГОСТ 3640.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Никель по ГОСТ 849.

Олово по ГОСТ 860.

Хром металлический по ГОСТ 5905.

Палладий в порошке по ГОСТ 14836.

Платина в порошке по ГОСТ 14837.

Родий в порошке по ГОСТ 12342 или родий треххлористый четырехводный.

Стандартные образцы состава золота.

2.1. Приготовление основных стандартных растворов

Стандартные растворы, содержащие по 1 мг/$см^3$ висмута, меди, никеля, свинца и железа: навеску каждого из перечисленных металлов массой 100 мг растворяют в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 1 мг/$см^3$ серебра: навеску металла массой 100 мг растворяют в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Затем добавляют 50 $см^3$ соляной кислоты и кипятят до полного растворения осадка хлорида серебра. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:1) и перемешивают.

Стандартные растворы, содержащие по 1 мг/$см^3$ цинка, хрома и марганца: навеску массой 100 мг каждого из перечисленных металлов растворяют в 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:9) и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 1 мг/$см^3$ сурьмы: навеску металлической сурьмы массой 100 мг растворяют в 20 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании, раствор упаривают до объема 2 — 3 $см^3$, прибавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 1 мг/$см^3$ олова: навеску металла массой 100 мг растворяют в 10 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:9) и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 1 мг/см^3 платины: навеску платины массой 100 мг растворяют в 20 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании, раствор упаривают до объема 3 — 5 см^3, приливают 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 1 мг/см^3 палладия: навеску палладия массой 100 мг растворяют в 10 см^3 азотной кислоты при нагревании, раствор упаривают до объема 3 — 5 см^3, приливают 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 1 мг/см^3 родия, готовят одним из приведенных ниже способов.

Навеску родия (в виде порошка) массой 100 мг тщательно перемешивают с пятикратным количеством пероксида бария, перетирают в агатовой ступке, переносят в корундовый тигель и спекают в течение 2 — 3 ч при температуре 800 — 900 °С (тигель ставят в холодный муфель). Спек охлаждают, переносят в стакан вместимостью 200 см^3, смачивают водой и растворяют в растворе соляной кислоты (1:1) до полного растворения. Если после растворения спека в растворе соляной кислоты остается остаток, спекание и растворение повторяют. Полученный раствор разбавляют водой до объема 50 см^3 и осаждают сульфат бария добавлением раствора серной кислоты (1:9) порциями при постоянном перемешивании. Раствор нагревают до температуры 60 — 70 °С. Через 2 — 3 ч проверяют полноту осаждения сульфата бария и отфильтровывают его через фильтр «синяя лента» или двойной фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок на фильтре промывают 4 — 5 раз горячим раствором соляной кислоты (1:5), а затем 5 — 6 раз горячей водой. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Навеску трехлористого родия массой 273,4 мг растворяют в 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

2.2. Приготовление стандартных растворов, содержащих сумму определяемых элементов

Раствор А: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 1 см^3 основных стандартных растворов серебра, платины, палладия, родия, железа, меди, висмута, хрома, марганца, никеля, олова, сурьмы, свинца и цинка, добавляют 20 см^3 соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит по 10 мкг каждого из определяемых элементов. Раствор устойчив в течение месяца.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора А, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит по 1 мкг каждого из определяемых элементов. Раствор Б готовят в день применения.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Растворение проб в открытой системе

Для выполнения анализа отбирают две навески золота массой 0,5 — 1,0 г, каждую из которых помещают в стакан вместимостью 50 — 100 см^3, очищают поверхность золота в соответствии с ГОСТ 27973.0, добавляют 10 — 20 см^3 свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1) и растворяют металл под часовым стеклом при слабом нагревании. После растворения навески раствор упаривают до объема 4 — 5 см^3, добавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на чистоту реактивов.

3.2. Растворение проб в закрытой системе

Отбирают две навески золота массой 0,5 — 1,0 г, каждую из которых помещают во внутренний фторопластовый стаканчик автоклава. Очищают поверхность золота по ГОСТ 27973.0, добавляют 2 — 3 см^3 свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), автоклав герметизируют и помещают в сушильный шкаф. Растворение ведут при температуре не выше 160 °С в течение 2 ч.

Автоклав вынимают из сушильного шкафа, охлаждают и содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляя 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1). Объем в колбе доводят до метки водой и перемешивают.

3.3. Приготовление растворов сравнения

Для определения примесей в золоте используют растворы сравнения, содержащие все определяемые элементы и золото.

Раствор, содержащий 50 мг/см^3 золота, готовят растворением навески золота высокой чистоты массой 5,0 г по п. 4.1. Раствор золота переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Растворы сравнения с массовой концентрацией каждой из определяемых примесей 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,1, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1,0, 2,0 мкг/см^3 и золота — 10 мг/см^3: в мерные колбы вместимостью 50 см^3 помещают по 10 см^3 раствора золота, содержащего 50 мг/см^3 золота, аликвотные части растворов А или Б (табл. 3), доводят до метки раствором соляной кислоты (1:9) и перемешивают.

Таблица 3

Раствор сравнения	Объем вводимого раствора А или Б, см^3	Массовая концентрация элементов, мкг/см^3
	Раствор Б	
РС-1	1,0	0,02
РС-2	2,0	0,04
РС-3	3,0	0,06
РС-4	4,0	0,08
РС-5	5,0	0,10
	Раствор А	
РС-6	1,5	0,3
РС-7	3,0	0,6
РС-8	5,0	1,0
РС-9	10	2,0
РС-10	25	5,0

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Спектрально-аналитический комплекс готовят к работе и включают согласно «Рабочей инструкции по эксплуатации прибора» (РИ).

Длины волн аналитических спектральных линий приведены в табл. 4.

Таблица 4

Определяемый элемент	Длина волны, нм	Определяемый элемент	Длина волны, нм
Серебро	328,07	Свинец	220,35
Медь	324,75	Сурьма	206,83
Железо	238,20	Цинк	213,86
Платина	265,95	Марганец	257,61
Палладий	340,40	Никель	231,60
Родий	343,49	Хром	205,55
Висмут	223,06	Олово	235,48

Последовательно вводят в плазму растворы сравнения и с помощью специальной программы методом наименьших квадратов получают числовые значения коэффициентов полиномов, аппроксимирующих градуировочные характеристики для каждого из определяемых элементов, которые вводят в долговременную память ЭВМ.

Градуировочные характеристики получают в координатах (I — C), где I — интенсивность аналитической линии определяемого элемента за вычетом интенсивности излучения спектра для раствора контрольного опыта на длине волны аналитической линии определяемого элемента; C — концентрация определяемого элемента в растворах сравнения, мкг/см^3.

Растворы анализируемых проб последовательно вводят в плазму и измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов. В соответствии с программой для каждого раствора выполняют по 3 измерения интенсивности и вычисляют среднее значение, по которому с помощью градуировочной характеристики находят концентрацию элемента (в мкг/см^3) в растворе пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю определяемого элемента (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 10^{-4},$$

где C — массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3,

m — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, каждое из которых выполнено из отдельной навески.

6. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

6.1. При контроле сходимости и воспроизводимости расхождения результатов параллельных определений и результатов двух анализов (разность большего и меньшего) с доверительной вероятностью P=0,95 не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
0,00010	0,00008	0,0050	0,0006
0,0003	0,0002	0,0080	0,0006
0,0005	0,0003	0,0200	0,0007
0,0010	0,0005	0,0400	0,0008
0,0030	0,0005		

Для промежуточных значений массовых долей допускаемые расхождения рассчитывают методом линейной интерполяции.

6.2. Точность результатов анализа оценивают по ГОСТ 27973.0.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Главным Управлением драгоценных металлов и алмазов при Совете Министров СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Ю.А. Карпов, д-р хим. наук (руководитель темы); **О.И. Ширяева,** канд. хим. наук; **Л.Н. Рязанова; В,И, Балуда; И.Н. Владимирская; С.В. Соколов**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.12.88 № 4375**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 849—97	2	ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 859—78	2	ГОСТ 12342—81	2
ГОСТ 860—75	2	ГОСТ 13610—79	2
ГОСТ 1089—82	2	ГОСТ 14261—77	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 14262—78	2
ГОСТ 3640—94	2	ГОСТ 14836—82	2
ГОСТ 5905—79	2	ГОСТ 14837—79	2
ГОСТ 6008—90	2	ГОСТ 22861—93	2
ГОСТ 6836—80	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 10157—79	2		
ГОСТ 10928—90	2		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 1999 г.**

gost.e-ecolog.ru