УДК 669.215:546.57.06+669.215:546.59.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЗОЛОТЫЕ СПЛАВЫ

Метод определения содержания золота и серебра

Gold alloys. Method for the determination of gold and silver content

ГОСТ 17234—71

Взамен
ГОСТ 7980—56
в части разд. III и IV

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25/X 1971 г. № 1759 срок введения установлен

с 1/I 1973 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на золото-серебряно-медные, золого-медные и золото-серебряные сплавы и устанавливает пробирный метод определения содержания золота и серебра.

Метод основан на коллектировании золота и серебра свинцом, с последующим купелированием, которое состоит в окислительном плавлении свинца в результате чего получается золото-серебряный королек.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17233—71.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

Весы пробирные.

Вальцы со стальными валиками для прокатывания корольков.

Печь муфельная.

Капели из магнезита или цемента.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, плотностью 1,372—1,405 г/см³.

Фольга из свинца марки СО по ГОСТ 3778—65, толщиной 0,3—0,5 мм.

Серебро по ГОСТ 6836—54 марки Ср999,9.

Золото по ГОСТ 6835—56 марки Зл999,9.

Медь по ГОСТ 859—66 марки М1.

gost.e-ecolog.ru

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Проба берется в виде стружки, измельченной ленты или проволоки. Для определения содержания золота взвешивают две навески по 500 мг (при содержании золота до 60%) или по 250 мг (при содержании золота свыше 60%) и две навески для определения содержания серебра.

На каждые две пробы анализируемого сплава берут две контрольные пробы (чеки), одну пробу — для введения поправки при определении содержания золота, другую — для введения поправки при определении содержания серебра. Чек составляют из компонентов, содержащихся в анализируемом сплаве, соответственно их процентному содержанию.

3.2. Подготовка к купелированию

Для взятия навесок чека и анализируемого сплава готовят свинцовые пакетики массой 3,0 г (для золото-серебряных сплавов). Количество свинцовой фольги (для золото-серебряно-медных и золото-медных сплавов) берут в зависимости от содержания меди в анализируемом сплаве (см. таблицу).

Содержание меди в сплаве, %	Количество свинца в г на 1 г навески
От 1 до 5	8
Св. 5 » 10	12
» 10 » 20	16
» 20 » 30	20
» 30 » 40	24
» 40 » 50	28
» 50	32

Затем рассчитывают необходимое количество серебра для присадки к навескам, взятым для определения содержания золота. Для того чтобы в дальнейшем ходе анализа отделить серебро от золота, необходимо, чтобы серебра в навеске было в 2,2 раза больше, чем золота. Соотношение навесок серебра к золоту 2,2:1.

Навески свинца и серебра взвешивают на аналитических весах с точностью до второго знака.

Приготовив пакетики из свинца и навески серебра для присадки, берут навески анализируемого сплава и составные навески для чека. К навескам анализируемого сплава и чека, взятым для определения содержания золота, добавляют присадку серебра.

Навески ссыпают в свинцовые пакетики, аккуратно свертывают, обжимают плоскогубцами и помещают на медную доску с ячейками так, чтобы чек был в середине между навесками анализируемого сплава.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Купелирование

Пакетики с подготовленными навесками помещают в разогретые капели при температуре муфеля 950—1000°С. Купелирование ведут таким образом, чтобы в течение всего процесса поддерживалась указанная температура, особенно к концу купелирования, когда резко падает соотношение свинца и благородных металлов. В конце процесса можно наблюдать явление «цветения» королька, после чего королек тускнеет, а затем становится светлым. Через 1—2 мин капели вынимают из муфеля, снимают корольки с капелей плоскогубцами, помещают их на медную доску в соответствующие пробам ячейки, обжимают плоскогубцами, чтобы выкрошить частицы капели с нижней поверхности, и очищают щеткой.

Золото-серебряные корольки, полученные без присадки серебра, взвешивают на пробирных весах.

Корольки золота, полученные с присадкой серебра, отжигают для эластичности при 800°С в течение 1—2 мин и прокатывают на полированных валках в длинную ленту (корточку) толщиной 0,1—0,15 мм. Затем корточку отжигают при 700°С в течение 2—3 мин, свертывают с обоих концов в виде восьмерки и разваривают в азотной кислоте для удаления серебра.

4.2. Разваривание корточек

Разваривание корточек производят в платиновой корзинке, состоящей из 30 отделений. В каждое отделение вставлен платиновый тигелек (наперсток) с прорезанными в дне щелями.

Корточки помещают в наперсток в определенном порядке, затем погружают корзину в фарфоровую чашку, заливают кипящей, разбавленной 1:1 азотной кислотой и разваривают корточки на горячей бане в течение 20 мин. Затем корзинку за ручку вынимают из раствора и выливают раствор в серебряный слив. Корзинку вновь помещают в фарфоровую чашку, заливают разбавленной 2:1 кипящей азотной кислотой и разваривают корточки в течение 20 мин. После чего корзинку вновь вынимают и раствор сливают в слив. Затем корзинку погружают на 2—3 мин в 4%-ный раствор аммиака, промывают 2—3 раза водой, просушивают на бане, прокаливают в муфеле при 600°С и охлаждают. Охлажденные корточки взвешивают на пробирных весах и вычисляют процентное содержание компонентов анализируемого сплава.

5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Содержание золота (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(g - g_1) \cdot 100}{G},$$

где:

g — средняя масса золота в мг;

g_1 — поправка, полученная при купелировании чека, в мг;

G — навеска в мг.

5.2. Содержание серебра (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(g_2 - g_3) \cdot 100}{G} - X,$$

где:

g_2 — масса золото-серебряного королька в мг;

g_3 — поправка, полученная при купелировании чека, в мг;

G — навеска в мг;

X — содержание золота в %.

Примечание. Если поправка, полученная при купелировании чека, имеет отрицательное значение, то ее прибавляют к массе золота или массе золото-серебряного королька.

Пример расчета для сплава Au 58,3+Ag 3,0+Cu.

Навеска 500 мг.

Чек Au взят 291,5 мг, получено 291,56 мг, засада равна +0,06 мг.

Чек Au—Ag — сплава взят 331,5 мг, получено 332,09 мг, засада равна +0,59 мг.

Масса корточки золота	Масса королька Au—Ag сплава
1) навеска 291,69 мг	1) 333,00 мг
2) навеска 291,68 мг	2) 333,00 мг
ср. 291,68 мг	

Подставив эти значения в формулы, получим:

Содержание золота

$$X = \frac{(291,68 - 0,06)}{500} \cdot 100 = 58,32\%.$$

Содержание серебра

$$X_1 = \frac{(333,0 - 0,59)}{500} \cdot 100 - 58,32 = 8,13\%.$$

5.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать по содержанию золота 0,05%, по содержанию серебра 0,10%.

Изменение № 1 ГОСТ 17234—71 Золотые сплавы. Метод определения содержания золота и серебра

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.02.85 № 351 срок введения установлен

с 01.09.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

(Продолжение см. стр. 36)

(Продолжение изменения к ГОСТ 17234—71)

По всему тексту стандарта заменить слово и единицу измерения: «содержание» на «массовая доля», мг на г.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «содержания золота и серебра» на «золота (при массовой доле от 35,0 до 99,3 %) и серебра (при массовой доле от 0,3 до 42,0 %)».

Раздел 1. Заменить ссылку: ГОСТ 17233—71 на ГОСТ 22864—83.

(Продолжение см. стр. 37)

Раздел 2. Шестой абзац. Заменить значения: 0,3—0,5 мм на 0,1—0,2 мм;

дополнить абзацем: «Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 4%-ный раствор»;

заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3778—65 на ГОСТ 3778—77, ГОСТ 6836—54 на ГОСТ 6836—80, ГОСТ 6835—56 на ГОСТ 6835—80, ГОСТ 859—66 на ГОСТ 859—78.

Пункт 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Проба должна быть в виде стружки, тонкой ленты или проволоки. От каждой анализируемой пробы берут по две навески для определения золота и серебра массой по 0,25 г (при массовой доле золота свыше 60,0 %) и по 0,5 г (при массовой доле золота до 60,0 %)».

Пункт 3.2. Таблица. Наименования граф изложить в новой редакции: «Массовая доля меди в сплаве, %»; «Масса свинца на 1 г навески, г».

Пункт 4.1. Последний абзац. Заменить значения: 700 °С на 700—800 °С, 2—3 мин на 1—2 мин.

Пункт 4.2. Второй абзац. Заменить слова: «при 600 °С» на «при 600—800 °С до тех пор, пока корточки не примут желтый цвет»;

дополнить абзацем: «Разваривание корточек допускается проводить в термостойких и кварцевых стаканах вместимостью 100 $см^3$, оперируя при этом обычными аналитическими приемами».

Раздел 5. Наименование изложить в новой редакции: «5. **Обработка результатов**».

Пункт 5.2. Пример расчета для сплава Au 58,3+Ag 3,0+Cu изложить в новой редакции:

«Пример расчета для сплава ЗлСрМ 583—80.

Навеска 0,5 г.

Чек золота 0,29150 г, получено 0,29124 г, поправка — 0,00026 г.

(Продолжение см. стр. 38)

Чек золото+серебро 0,33150 г, получено 0,33190 г, поправка равна +0,00040 г.

Масса карточек золота	Масса королька золото+серебро
0,29131 г	0,33210 г
0,29114 г	0,33250 г

Подставив эти значения в формулы, получим:

Массовая доля золота

$$X_1 = \frac{0,29131+0,00026}{0,5} \cdot 100 = 58,314\ \%$$

$$X_2 = \frac{0,29114+0,00026}{0,5} \cdot 100 = 58,280\ \%$$

среднее: 58,297 %

Массовая доля серебра

$$X_1 = \frac{0,33210-0,00040}{0,5} \cdot 100 - 58,297 = 8,043\ \%$$

$$X_2 = \frac{0,33250-0,00040}{0,5} \cdot 100 - 58,297 = 8,123\ \%$$

среднее: 8,083 %

gost.e-ecolog.ru

Пункт 5.3 после слов «параллельных определений» дополнить словами: «при доверительной вероятности $P=0,95$».

(ИУС № 5 1985 г.)