УДК 669.76:546.59.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

Химико-спектральный метод определения содержания золота

ГОСТ 16274.9—77

Bismuth.
Spectrochemical method for determination of gold content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на висмут марок Ви0000, Ви000 и устанавливает химико-спектральный метод определения содержания золота при содержании золота от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Метод основан на химическом обогащении золота путем экстракции его диэтиловым эфиром из солянокислого раствора с молярной концентрацией 6 моль/дм^3 и последующем спектральном анализе концентрата по методу трех эталонов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16274.0.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый типа ИСП-30 (комплектная установка).

Источник постоянного тока для питания дуги, обеспечивающий напряжение 200—400 В и силу тока 20 А. Обогащение ведут из двух параллельных навесок.

Станок токарный с набором фасонных резцов для заточки угольных электродов.

Электроды угольные марок С-2 и С-3.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий (комплектная установка).

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Фотопластинки спектрографические типа III.

Чашки кварцевые по ГОСТ 19908.

Печь электрическая муфельная, позволяющая регулировать температуру до 700 °С.

Плитка электрическая нагревательная с закрытой спиралью.

Колодка для электродов.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор с молярной концентрацией 6 моль/дм^3.

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

Висмута окись спектрально-чистая; готовят, как указано в ГОСТ 16274.8.

Эфир этиловый (диэтиловый).

Воронка делительная.

Торзионные весы типа ВТ, предел взвешивания до 1000 мг.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463 или полученный из угольных электродов.

Образцы сравнения для определения золота, приготовленные по приложению к ГОСТ 16274.1.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектров и других спектральных приборов, других реактивов, материалов и фотопластинок, обеспечивающих получение показателей точности, установленных настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Концентрирование золота

Навеску висмута массой 5 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют при слабом нагревании в 15—20 см^3 царской водки. Растворы выпаривают до получения влажных солей, приливают 3 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Осадок растворяют в 40 см^3 раствора соляной кислоты и переводят в делительную воронку, затем прибавляют 60 см^3 эфира и воронку энергично встряхивают в течение 2 мин. Затем экстракцию повторяют дважды, добавляя каждый раз новые порции эфира по 60 см^3.

Эфирные вытяжки объединяют в чашке для выпаривания и выпаривают до объема 8—10 см^3. К осадку добавляют 50 мг спектрально-чистого оксида висмута, прибавляют 5 см^3 азотной кислоты,

разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Затем осадок дважды обрабатывают 2—3 $см^3$ азотной кислоты, каждый раз выпаривая досуха. Полученный осадок прокаливают на горячей электроплитке, а затем в муфеле при температуре 500—550 °С в течение 15 мин, взвешивают. Обогащение ведут из четырех параллельных навесок.

Через все стадии анализа проводят контрольную пробу. В качестве основы для пробы используют спектрально-чистый оксид висмута в количестве, равном массе обогащенной пробы.

Коэффициент (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{m_1}{m \cdot 0{,}897},$$

где m_1 — масса исходной пробы висмута, г;

m — масса обогащенной пробы, г;

0,897 — коэффициент пересчета оксида висмута на висмут.

Обогащенную пробу и пробу контрольного опыта передают на спектральный анализ.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Спектральное определение золота в экстракте.

Угольные электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока силой 12 А в течение 15 с.

Полученный концентрат золота анализируемой пробы, контрольной пробы и образца сравнения смешивают с графитовым порошком в соотношении 5:1 и по 27 мг помещают в каналы графитовых электродов. Спектры фотографируют на спектрографе ИСП-30 в дуге постоянного тока силой 12—13 А. Время экспонирования 50 с. Ширина щели спектрографа 0,01 мм.

Кварцевый конденсор с фокусным расстоянием 75 мм устанавливают от источника света на расстоянии 100 мм и от щели на 316 мм.

Изображение электродов проектируют на промежуточную диафрагму 5 мм, расположенную от щели на 100 мм. Спектр фотографируют на фотопластинку типа III.

Для определения содержания золота используют аналитическую линию 267,6 нм. Почернение линии и фона рядом с линией на спектрограмме измеряют на микрофотометре.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Подсчет результатов анализа производят по методу, приведенному в ГОСТ 16274.8 (п. 2.4.5). За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов четырех параллельных определений, полученных на двух фотопластинках (по два определения на каждой фотопластинке, каждое определение из двух спектрограмм). За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (каждое определение из двух спектрограмм), полученных на одной фотопластинке.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

5.2. Расхождения результатов двух параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля золота, %	Расхождение результатов двух параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
$1 \cdot 10^{-6}$	$0{,}8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
$3 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$1 \cdot 10^{-5}$	$0{,}8 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
$3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$0{,}8 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции или по формулам:

$d = 0{,}8\overline{C}$; $D = \overline{\overline{C}}$,

где $\overline{C}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

$\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое результатов двух анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

П.С. Поклонский, Ф.М. Мумджи, Г.В. Хабарова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.01.77 № 172**

3. **Периодичность проверки 5 лет**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 16274.0—77	1.1
ГОСТ 16274.1—77	4.1
ГОСТ 16274.8—77	Разд. 2
ГОСТ 19908—90	Разд. 2
ГОСТ 23463—79	Разд. 2

6. **Постановлением Госстандарта от 30.07.92 № 836 снято ограничение срока действия**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1983 г., июне 1987 г., июле 1992 г. (ИУС 5—83, 11—87, 10—92)**

gost.e-ecolog.ru