МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУРЬМА

Метод определения золота

Antimony. Method for the determination of aurum

ГОСТ 1367.3—83

Взамен ГОСТ 1367.3—76

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6012 дата введения установлена 01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения золота от $1 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ % в сурьме марок Су0000, Су00000, Су0000П, Су000, Су00, Су0 и Су2.

Метод основан на измерении атомного поглощения золота при введении растворов проб и растворов сравнения в пламя пропан—бутан—воздух или ацетилен—воздух.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный Перкин-Элмер 503 или другой аналогичный атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448—90.

Механический перемешиватель типа АП-1.

Стаканы или колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100, 250 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100, 250 $см^3$.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 3 моль/$дм^3$ раствор и разбавленная 1:1.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Сульфоксид, дибутилсульфид 0,2 моль/$дм^3$ раствор в толуоле.

Золото металлическое по ГОСТ 6835—2002.

Стандартные растворы золота.

Раствор А: 0,1 г золота помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 30 $см^3$ царской водки (смесь кислот, состоящая из азотной и соляной кислот (1:3) и нагревают до полного растворения золота. Затем раствор золота охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки соляной кислотой (1:1) и перемешивают. Раствор хранят в темном месте.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг золота.

Раствор Б: 1 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки 3 моль/$дм^3$ раствором соляной кислоты и перемешивают, готовят в день применения.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89).

gost.e-ecolog.ru

1 см^3 раствора Б содержит 10 мкг золота.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сурьмы массой 1 г (для сурьмы марок Су00000, Су0000П, Су0000 — 5 г) помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 100—250 см^3, приливают 40 см^3 смеси концентрированных кислот соляной и азотной (3:1) и нагревают до растворения навески. Содержимое стакана выпаривают до влажных солей, прибавляют 40 см^3 3 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, 5 г винной кислоты и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, приливают 3 моль/дм^3 раствора соляной кислоты до объема 100—120 см^3, 5 см^3 раствора сульфоксида в толуоле и экстрагируют золото с помощью механического перемешивателя в течение 30 мин. При отсутствии в лаборатории механического перемешивателя экстракцию проводят ручным перемешиванием раствора в течение 5 мин. Затем в колбу приливают 3 моль/дм^3 раствора соляной кислоты до перемещения органического слоя в узкую часть колбы и закрывают пробкой (ватный тампон, тигель и т. п.).

3.2. Условия работы на спектрофотометрах разных типов выбирают согласно инструкции по их эксплуатации.

Измерение величины поглощения линии золота проводят при распылении экстракта в пламя, обедненное горючим газом. Предварительно перед замером абсорбции устанавливают нуль на приборе, распыляя в пламя толуол. Экстракт распыляют в пламя и измеряют абсорбцию при длине волны 242,8 нм.

Массу золота в экстракте определяют по градуировочному графику. Если величина абсорбции анализируемого экстракта превосходит максимальное значение абсорбции градуировочного графика, экстракт разбавляют толуолом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 приливают последовательно 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 см^3 стандартного раствора Б, по 20—25 см^3 3 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, по 10 см^3 раствора сульфоксида в толуоле и экстрагируют золото в течение 15 мин на механическом перемешивателе или 3 мин при ручном перемешивании. Концентрация золота в полученных экстрактах соответственно равна 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мкг/см^3. Затем в колбы наливают воды до перемещения органического слоя в их узкую часть и закрывают пробкой (ватный тампон, тигель и т. п.).

Полученные экстракты распыляют в пламя в порядке возрастания содержания золота.

Измерение аналитического сигнала A для каждого из полученных экстрактов сравнения и экстрактов от проб проводят по три раза и вычисляют соответствующие средние арифметические значения $\overline{A} = \frac{1}{3}(A_1 + A_2 + A_3)$ для каждого экстракта. По средним значениям A для экстрактов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрацию золота, а по оси ординат — абсорбцию.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю золота (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где c — концентрация золота в экстракте анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику и по среднему значению $\overline{A}$, полученному для экстракта пробы, мкг/см^3;

V — объем экстракта анализируемой пробы, см^3;

m — масса навески сурьмы, г.

5.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в таблице.

Массовая доля золота, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От $10 \cdot 10^{-7}$ до $20 \cdot 10^{-7}$ включ.	$7 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-7}$
Св. $20 \cdot 10^{-7}$ » $50 \cdot 10^{-7}$ »	$15 \cdot 10^{-7}$	$17 \cdot 10^{-7}$
» $50 \cdot 10^{-7}$ » $10 \cdot 10^{-6}$ »	$30 \cdot 10^{-7}$	$40 \cdot 10^{-7}$
» $10 \cdot 10^{-6}$ » $20 \cdot 10^{-6}$ »	$50 \cdot 10^{-7}$	$60 \cdot 10^{-7}$
» $20 \cdot 10^{-6}$ » $50 \cdot 10^{-6}$ »	$10 \cdot 10^{-6}$	$12 \cdot 10^{-6}$
» $50 \cdot 10^{-6}$ » $10 \cdot 10^{-5}$ »	$20 \cdot 10^{-6}$	$25 \cdot 10^{-6}$
» $10 \cdot 10^{-5}$ » $20 \cdot 10^{-5}$ »	$5 \cdot 10^{-5}$	$6 \cdot 10^{-5}$
» $20 \cdot 10^{-5}$ » $50 \cdot 10^{-5}$ »	$10 \cdot 10^{-5}$	$12 \cdot 10^{-5}$
» $50 \cdot 10^{-5}$ » $10 \cdot 10^{-4}$ »	$20 \cdot 10^{-5}$	$25 \cdot 10^{-5}$
» $10 \cdot 10^{-4}$ » $20 \cdot 10^{-4}$ »	$5 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru