



2829.1—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

ЛОМ И ОТХОДЫ
ДРАГОЦЕННЫХ
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения золота

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ УКРАИНЫ
Киев

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Госстандарта Украины № 260 от 31 октября 1994 г.

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 РАЗРАБОТЧИКИ: А. М. Апанасенко, канд. техн. наук; Т. С. Коваль; Л. В. Кукса; В. Г. Левицкий, канд. техн. наук; Л. А. Малыгина; Л. И. Нестименко; Л. Г. Скрыбина, канд. техн. наук (руководитель разработки)

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Украины

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования	3
4 Фотометрический метод	4
4.1 Сущность метода	4
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы	4
4.3 Проведение анализа	5
4.4 Обработка результатов	6
5 Пробирно-химический метод (при массовой доле золота от 50 % до 99 %)	7
5.1 Сущность метода	7
5.2 Аппаратура, реактивы и растворы	7
5.3 Подготовка пробы	7
5.4 Проведение анализа	7
5.5 Обработка результатов	8
6 Пробирно-химический метод (при массовой концентрации золота от 0,5 г/дм³ до 10 г/дм³)	9
6.1 Сущность метода	9
6.2 Аппаратура, реактивы и растворы	9
6.3 Проведение анализа	9
6.4 Обработка результатов	10
Приложение А	11
Приложение Б	12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения золота

БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Методи визначення золота

SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS

Methods for determination of gold

Дата введения 1996—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лом и отходы драгоценных металлов и сплавов и устанавливает методы анализа пробы лома изделий из золота, методы определения золота в пробах лома изделий из его сплавов, в пробах лома изделий из серебра, платины, палладия и их сплавов, а также фотометрический метод определения золота (при массовой доле от 0,5 % до 2 %) в анодном шламе. Стандарт устанавливает также пробирно-химические методы определения золота в пробах отходов шламов от фильтрации электролита золочения, металлических отходов гальванического производства золочения: бракованных деталей, отходов от подвесных приспособлений (при массовой доле от 50 % до 99 %) и в пробах электролита золочения (при массовой концентрации от 0,5 г/дм³ до 10 г/дм³).

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ДСТУ 2829.0—94 Лом и отходы драгоценных металлов и сплавов. Общие требования к методам анализа

- ГОСТ 1012—72 Бензины авиационные. Технические условия
- ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3778—77 Е Свинец. Технические условия
- ГОСТ 4160—74 Калий бромистый. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 6835—80 Золото и золотые сплавы. Марки
- ГОСТ 10929—76 Е Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 12225—80 Палладий. Методы анализа
- ГОСТ 12226—80 Платина. Методы анализа
- ГОСТ 12550.2—82 Сплавы палладиево-иридиевые. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12551.2—82 Сплавы платино-медные. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12552.2—77 Сплавы платино-никельские. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12553.2—77 Сплавы платино-палладиевые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12554.2—83 Сплавы платино-рутениевые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12555.2—83 Сплавы серебряно-платиновые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12556.2—82 Сплавы платино-родиевые. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12558.2—78 Сплавы палладиево-серебряные. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12559.2—82 Сплавы платино-иридиевые. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12560.2—78 Сплавы палладиево-серебряно-кобальтовые. Метод спектрального анализа

ГОСТ 12561.2—78 Сплавы палладиево-серебряно-медные. Метод спектрального анализа

ГОСТ 12562.1—82 Сплавы золото-платиновые. Метод определения золота

ГОСТ 12563.1—83 Сплавы золото-палладиевые. Метод определения золота

ГОСТ 12564.1—83 Сплавы золото-палладиево-платиновые. Метод определения золота, палладия, платины

ГОСТ 17234—71 Золотые сплавы. Метод определения массовой доли золота и серебра

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 22159—76 Гидразин дигидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 27973.1—88 Золото. Методы атомно-эмиссионного определения примесей

ГОСТ 27973.2—88 Золото. Метод атомно-эмиссионного анализа с индукционной плазмой

ГОСТ 27973.3—88 Золото. Метод атомно-абсорбционного анализа

ГОСТ 28353.1—89 Серебро. Метод атомно-эмиссионного анализа

ГОСТ 28353.2—89 Серебро. Метод атомно-эмиссионного анализа с индукционной плазмой

ГОСТ 28353.3—89 Серебро. Метод атомно-абсорбционного анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ДСТУ 2829.0.

3.2 Анализ проб лома изделий из золота проводят по ГОСТ 27973.1 — ГОСТ 27973.3.

3.3 Содержание золота в пробах лома изделий из золото-платиновых сплавов определяют по ГОСТ 12562.1, из золото-палладиевых сплавов — по ГОСТ 12563.1, из золото-палладиево-платиновых сплавов — по ГОСТ 12564.1, из сплавов золота (золото-серебряно-медных, золото-медных, золото-серебряных) — по ГОСТ 17234, из серебра — по ГОСТ 28353.1 — ГОСТ 28353.3, из палладиево-серебряных сплавов — по ГОСТ 12558.2, из серебряно-платиновых сплавов — по ГОСТ 12555.2,

из платины — по ГОСТ 12226, из платино-никелевых сплавов — по ГОСТ 12552.2, из платино-палладиевых сплавов — по ГОСТ 12553.2, из платино-медных сплавов — по ГОСТ 12551.2, из платино-рутениевых сплавов — по ГОСТ 12554.2, из платино-родиевых сплавов — по ГОСТ 12556.2, из платино-иридиевых сплавов — по ГОСТ 12559.2, из палладия — по ГОСТ 12225, из палладиево-иридиевых сплавов — по ГОСТ 12550.2, из палладиево-серебряно-кобальтовых сплавов — по ГОСТ 12560.2, из палладиево-серебряно-медных сплавов — по ГОСТ 12561.2.

4 Фотометрический метод

4.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения золота с бромидом калия, экстрагируемого диэтиловым эфиром из солянокислого раствора.

Серебро отделяют осаждением соляной кислотой.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- колориметрические пробирки вместимостью 30 см³ с притертой пробкой;
- кислота азотная — по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1;
- кислота соляная — по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:40 и 1:5;
- кислота серная — по ГОСТ 4204;
- смесь кислот 1: соляную и азотную кислоты смешивают в соотношении 3:1;
- смесь кислот 2 готовят следующим образом: к 100 см³ воды осторожно, при охлаждении, приливают 100 см³ серной кислоты, 100 см³ азотной кислоты и перемешивают;
- калия бромид — по ГОСТ 4160;
- натрия хлорид — по ГОСТ 4233;
- диэтиловый эфир — по нормативной документации;
- золото — по ГОСТ 6835;
- стандартные растворы золота:
 - раствор А: 0,1 г золота металлического растворяют в 20 см³ смеси кислот (1) при нагревании, раствор упаривают до объема 3 —

5 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:5, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г золота;

— раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г золота.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ раствора азотной кислоты и разлагают при слабом нагревании до прекращения выделения оксидов азота. Затем добавляют 10 см³ соляной кислоты, выдерживают 25 — 30 мин при слабом нагревании, добавляют 0,5 г хлорида натрия и упаривают до объема 5 см³. Обрабатывают два раза соляной кислотой по 5 см³, упаривая до влажных солей. Прибавляют 50 см³ воды, доводят до кипения и сразу же фильтруют в стакан вместимостью 250 см³ через фильтр «синяя лента» с фильтробумажной массой, предварительно промытый соляной кислотой, разбавленной 1:40. Осадок на фильтре промывают 2 — 3 раза соляной кислотой, разбавленной 1:40. Полученный раствор (фильтрат 1) упаривают до объема 5 см³. Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором проводилось разложение пробы, прибавляют 10 см³ смеси кислот (2) и растворяют осадок при нагревании до выделения густых паров диоксида серы. Стакан охлаждают, осторожно по стенке стакана прибавляют 4 — 5 капель азотной кислоты и снова нагревают до густых паров диоксида серы. Операцию прибавления азотной кислоты повторяют до полного растворения хлорида серебра. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают, прибавляют 10 см³ азотной кислоты, 100 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Затем к раствору осторожно по каплям прибавляют 3 см³ соляной кислоты и сразу же фильтруют в стакан с упаренным фильтратом 1 через фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей соляной кислотой, разбавленной 1:40.

Осадок хлорида серебра на фильтре промывают 5 — 6 раз этим же раствором горячей кислоты.

Фильтр с осадком хлорида серебра переносят в стакан вместимостью 250 см³ и далее ведут анализ согласно 4.3.2 и 4.4 ДСТУ 2829.2.

Фильтрат упаривают до влажных солей. Прибавляют 20 см³ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят этим же раствором кислоты до метки и перемешивают.

4.3.2 Аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в колориметрическую пробирку, прибавляют 0,1 г бромида калия, доводят водой до объема 20 см³, хорошо перемешивают, приливают 3 см³ диэтилового эфира и встряхивают 1 минуту. Сливают органический слой и измеряют оптическую плотность при длине волны 400 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, в который не добавляют раствор золота.

4.3.3 Для построения градуировочного графика в шесть колориметрических пробирок помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, прибавляют 1,0; 0,8; 0,6; 0,4; 0,2; 0 см³ соляной кислоты, 0,1 г бромида калия, доводят водой до объема 20 см³, перемешивают и далее поступают, как указано в 4.3.2.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям золота строят градуировочный график в координатах «значение оптической плотности — масса золота, г».

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю золота (x) в процентах рассчитывают по формуле

$$x = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса золота, найденная по градуировочному графику, г;
 m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора

4.4.2 Расхождение результатов трех параллельных определений и результатов анализа одной и той же пробы не должно превышать допускаемых (доверительная вероятность 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля золота			Абсолютное допускаемое расхождение	
			результатов параллельных определений	результатов анализа
От	0,5 до 1,0	включ.	0,07	0,09
Св.	1,0	* 2,0	* 0,15	0,20

5 Пробирно-химический метод (при массовой доле золота от 50 % до 99 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на разложении пробы азотной кислотой и переведении золота в раствор с помощью смеси соляной и азотной кислот, восстановлении золота дигидрохлоридом гидразина с последующим его купелированием.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

- кислота азотная — по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:2;
- кислота соляная — по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:20;
- смесь кислот: соляную и азотную кислоты смешивают в отношении 3:1;
- этанол — по ГОСТ 18300;
- бензин авиационный Б-70 — по ГОСТ 1012;
- спирто-бензиновая смесь: этанол и бензин смешивают в отношении 1:1;
- натрия хлорид — по ГОСТ 4233;
- гидразина дигидрохлорид — по ГОСТ 22159, раствор 100 г/дм³;
- серебра нитрат — по ГОСТ 1277, раствор 25 г/дм³;
- свинец марки СО — по ГОСТ 3778;
- фольга из свинца толщиной 0,3 — 0,5 мм;
- капли из цемента, изготовленные согласно приложениям А и Б.

5.3 Подготовка пробы

Лом при необходимости измельчают ножницами, промывают спирто-бензиновой смесью.

Пробу в виде шлама тщательно измельчают в агатовой ступке и сушат в сушильном шкафу при температуре 104 °С (до постоянной массы), охлаждают в эксикаторе.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,2 г, подготовленной в соответствии с 5.3, помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2. Осторожно нагревают до полного растворения основы, сливая раствор по мере насыщения через фильтр «красная лента», стараясь не переносить осадка на фильтр. Нерастворившийся в стакане осадок и фильтр промывают 4 -- 5 раз горячей водой. Фильтр переносят в стакан с осадком, добавляют 20 см³

смеси кислот и осторожно нагревают до растворения осадка. Стакан с раствором помещают на водяную баню, добавляют несколько кристаллов (около 0,1 г) хлорида натрия (для предотвращения восстановления золота) и упаривают до влажных солей. Прибавляют 2 — 3 см³ соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Повторяют указанную обработку до полного удаления оксидов азота.

Осадок смачивают 3 см³ соляной кислоты, добавляют 150 см³ воды, нагревают до кипения, стакан снимают с плиты и осаждают золото 30 см³ горячего раствора дигидрохлорида гидразина, приливая его небольшими порциями, нагревают, не доводя до кипения, для коагуляции золота.

Горячий раствор с осадком отфильтровывают через фильтр «сися лента», промывают два раза горячим раствором соляной кислоты а затем горячей водой до отрицательной реакции на ионы хлора (проба с нитратом серебра).

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, сушат, озолжают и прокалывают в муфельной печи при температуре (600 — 700) °С в течение 20 минут.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе, переносят содержимое тигля с помощью беличьей кисточки в пакетик из свинцовой фольги (2 — 3 г), обжимают плоскогубцами, придавая кубическую форму, помещают щипцами в капель, предварительно нагретую в муфельной печи при температуре (900 — 950) °С в течение 15 минут, и проводят купелирование при температуре (900 — 1000) °С. Необходимо следить, чтобы указанная температура поддерживалась в течение всего процесса, особенно к концу купелирования, когда резко изменяется соотношение свинца и золота.

Расплавившаяся проба вначале покрывается темной пленкой оксидов свинца, которая через несколько минут исчезает. Сплав принимает сферическую форму (королек). На поверхности его из-за остатков оксидной пленки может наблюдаться интерференция света - «цветение» королька, бликование. Затем королек вспыхивает ярким светом, после чего тускнеет, а затем становится светлым и затвердевает. За 3 — 5 минут капли осторожно извлекают щипцами из муфельной печи и охлаждают на воздухе. Королек золота снимают с капли, обжимают плоскогубцами для снятия частиц капли нижней поверхности королька и очищают его щеткой.

Чистый королек взвешивают на аналитических весах.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю золота (x) в процентах рассчитывают по формуле

$$x = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

m — масса полученного после купелирования королька, г;

m_1 — масса навески пробы, г.

5.5.2 Расхождение результатов трех параллельных определений должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,95) значение, равное 0,8 %.

5.5.3 Расхождение результатов анализа одной и той же пробы должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,95) значение, равное 1,3 %.

6 Пробирно химический метод

(при массовой концентрации золота от 0,5 г/дм³ до 10 г/дм³)

6.1 Сущность метода

Метод основан на восстановлении золота из цианистого комплекса в кислой среде с последующим его купелированием.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

— кислота серная — по ГОСТ 4204;

— кислота азотная — по ГОСТ 4461;

— водорода пероксид — по ГОСТ 10929;

— кислота щавелевая — по ГОСТ 22180;

— свинец марки СО — по ГОСТ 3778;

— фольга из свинца толщиной 0,3 — 0,5 мм;

— капли из цемента, подготовленные согласно приложениям А и Б.

6.3 Проведение анализа

Анализируемый раствор хорошо взбалтывают, отбирают 10 см³, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и осторожно, при охлаждении, приливают 20 см³ серной кислоты и 5 см³ азотной кислоты. Закрывают колбу воронкой и нагревают, не допуская кипения, до появления густых паров серного ангидрида и коагуляции золота в виде бурого осадка.

Если раствор темный, его охлаждают, прибавляют 30 см³ пероксида водорода или 2 — 3 г щавелевой кислоты и кипятят до появления густых белых паров.

Если раствор при этом посветлел, снимают воронку, осторожно смывают с нее и со стенок колбы следы раствора водой, разбавляют водой до 100 — 150 см³ и кипятят 10 — 15 минут. При этом следует избегать бурного кипения, чтобы не было разбрызгивания раствора.

Если раствор после прибавления пероксида водорода не посветлел, его охлаждают, приливают еще 30 см³ пероксида водорода или 2 — 3 г щавелевой кислоты и кипятят до полной коагуляции золота.

Осадок золота отфильтровывают через беззольный фильтр «белая лента», промывают 5 — 7 раз горячей водой, затем помещают в фарфоровый тигель, подсушивают на плитке, затем прокалывают в муфельной печи при температуре (800 — 850) °С до постоянной массы. Затем проводят купелирование. Для этого осторожно переносят содержимое тигля с помощью беличьей кисточки в пакетик из свинцовой фольги массой 1 — 2 г, обжимают плоскогубцами и далее ведут анализ, как указано в 5.4.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую концентрацию золота (x) в г/дм³ рассчитывают по формуле

$$x = \frac{m}{V} \cdot 1000, \quad (3)$$

где m — масса полученного после купелирования королька, г;
 $V = 10$ — объем раствора пробы, см³.

6.4.2 Расхождение результатов трех параллельных определений и результатов анализа одной и той же пробы не должно превышать допусковых (доверительная вероятность 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

В граммах на кубический дециметр

Массовая концентрация золота			Абсолютное допустимое расхождение	
			результатов параллельных определений	результатов анализа
От	0,5 до 2,0	включ.	0,05	0,08
Св.	2,0 «	4,0 «	0,10	0,16
Св.	4,0 «	10,0 «	0,20	0,30

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Методика изготовления цементной капли

А.1 Область применения

Цементные капли изготавливаются из цемента и предназначены для поглощения неблагородных металлов, окисленных свинцом, при анализе проб, содержащих драгоценные металлы.

А.2 Материалы и оборудование:

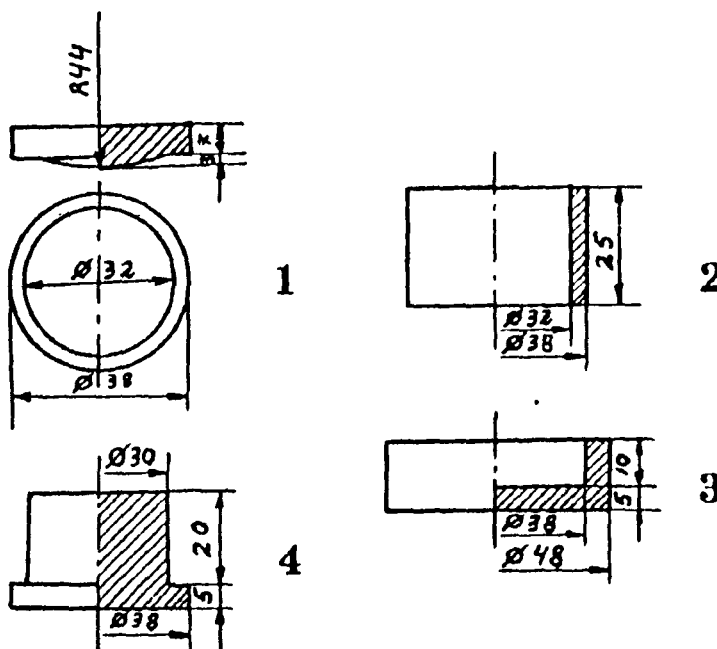
- цемент марки 600 и выше;
- пресс ручной ударного действия;
- кристаллизатор;
- сито с сеткой 1;
- эксикатор с водой;
- приспособление для изготовления капель (см. приложение Б).

А.3 Ход изготовления

Цемент просеивают через сито в кристаллизатор, добавляют воду (18 см³ воды на 82 г цемента), хорошо перемешивают до образования однородной смеси. Выдерживают 30 минут на воздухе и приступают к формированию капель. Для этого используют приспособление для изготовления капель. Вставляют цилиндр в основание и наполняют всю эту часть приспособления приготовленным цементом, уплотняя его шпателем. После заполнения всего приспособления дают избыток цемента (укладывают «горкой»). Накрывают сверху крышкой, придавливая ее руками, а затем 2 — 3 раза прессом. Убирают форму из-под пресса, снимают крышку, вынимают цилиндр с каплей из основания и легким нажатием выталкивателя извлекают каплю из цилиндра.

Отпрессованные капли помещают в эксикатор с водой на дне (для создания определенной влажности воздуха), перекладывая каждый ряд фильтровальной бумагой, и выдерживают 24 часа. Затем капли выкладывают в деревянный ящик, перекладывая фильтровальной бумагой и выдерживают 60 суток. После этого капли готовы для проведения анализа.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)



1 — крышка; 2 — цилиндр; 3 — основание; 4 — выталкиватель

Рисунок 1 — Приспособление для изготовления капсул

УДК 669.21/.23.48:543.2

В59

Ключевые слова: лом и отходы драгоценных металлов и сплавов, золото, фотометрический метод, пробирно-химический метод
