

ГОСТ 27973.3-88

Группа В59

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

### ЗОЛОТО

#### МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО АНАЛИЗА

#### GOLD. METHOD OF ATOMIC-ABSORPTION ANALYSIS

ОКСТУ 1709

Дата введения 1990-07-01

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

#### РАЗРАБОТЧИКИ

В.Д.Малых, канд. физ.-мат. наук (руководитель темы); Т.Д.Горностаева, канд. хим. наук; Г.Е.Еркович, канд. физ.-мат. наук; М.В.Усольцева; О.А.Денщикова; Т.П.Седых

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.12.88 N 4375

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13611.2-79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 849-97	2
ГОСТ 859-78	2
ГОСТ 1089-82	2
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3640-94	2
ГОСТ 4456-75	2
ГОСТ 5457-75	2
ГОСТ 5789-78	2
ГОСТ 5817-77	2
ГОСТ 5905-79	2
ГОСТ 6008-90	2
ГОСТ 6836-80	2
ГОСТ 10157-79	2
ГОСТ 10928-90	2
ГОСТ 11125-84	2
ГОСТ 12342-81	2
ГОСТ 13610-79	2
ГОСТ 14261-77	2

ГОСТ 14262-78	2
ГОСТ 14836-82	2
ГОСТ 14837-79	2
ГОСТ 20448-90	2
ГОСТ 22861-93	2
ГОСТ 25336-82	2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу N 7-95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-95)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 1999 г.

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

Метод основан на испарении и атомизации раствора пробы в пламени газовой горелки или нагреваемой графитовой печи и измерении атомного поглощения резонансных линий определяемых элементов. Связь величины поглощения 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, %
Серебро	От 0,0001 до 0,05
Медь	" 0,0001 " 0,05
Железо	" 0,0002 " 0,05
Платина	" 0,0002 " 0,05
Палладий	" 0,0002 " 0,01
Родий	" 0,0002 " 0,02
Висмут	" 0,0001 " 0,02
Свинец	" 0,0003 " 0,02
Сурьма	" 0,0002 " 0,02
Цинк	" 0,0002 " 0,02
Марганец	" 0,0002 " 0,02
Никель	" 0,0002 " 0,02
Хром	" 0,0002 " 0,02

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

Таблица 2

Массовая доля примеси, %	Норма погрешности, %
0,00010	$\pm 0,00004$
0,00030	$\pm 0,00008$
0,0005	$\pm 0,0001$
0,0010	$\pm 0,0002$
0,0030	$\pm 0,0005$
0,0050	$\pm 0,0008$
0,0080	$\pm 0,0010$
0,020	$\pm 0,0025$
0,050	$\pm 0,006$

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа по ГОСТ 27973.0.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, позволяющий работать с пламенами пропан-бутан-воздух и ацетилен-воздух, а также нагреваемой графитовой печью.

Лампы спектральные с полым катодом для определения серебра, родия, палладия, платины, свинца, висмута, цинка, меди, никеля, хрома, марганца, железа и сурьмы.

Весы аналитические 2-го класса.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Печь муфельная с терморегулятором.

Пропан-бутан в баллонах технический по ГОСТ 20448.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Стандартные образцы состава золота.

Ступка агатовая.

Пипетки вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup> с делениями по НТД.

Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные вместимостью 10 см<sup>3</sup> и мензурки вместимостью 50, 100, 250, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные вместимостью 50, 100, 200 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные или кварцевые делительные вместимостью 100 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Тигли корундовые.

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", "белая лента".

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

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

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

Толуол по ГОСТ 5789.

Дибутилсульфид.

Раствор дибутилсульфида в толуоле с молярной концентрацией 1,0 моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 175 см<sup>3</sup> дибутилсульфида помещают в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:5) и встряхивают в течение 3 мин. После расслаивания водную фазу сливают, в делительную воронку вновь приливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и операцию промывания дибутилсульфида повторяют. После расслаивания фаз дибутилсульфид переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки толуолом и перемешивают.

Раствор дибутилсульфида в толуоле с молярной концентрацией 0,5 моль/дм<sup>3</sup> готовят разбавлением раствора (1,0 моль/дм<sup>3</sup>) толуолом в отношении 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456.

Буферный раствор сернокислого кадмия, содержащий 5 мг/см<sup>3</sup> кадмия, готовят следующим образом: навеску сернокислого кадмия массой 11,4 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, прибавляют 500 см<sup>3</sup> воды, перемешивают до растворения соли, доводят до метки водой и перемешивают.

Бария пероксид по нормативно-технической документации.

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

Серебро по ГОСТ 6836\*.

---

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 6836-2002. - Примечание изготовителя базы данных.

Железо карбонильное, радиотехническое по ГОСТ 13610.

Медь по ГОСТ 859\*.

---

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 859-2001. - Примечание изготовителя базы данных.

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.

Хром металлический по ГОСТ 5905\*.

---

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 5905-2004. - Примечание изготовителя базы данных.

Палладий в порошке по ГОСТ 14836\*.

---

\* На территории Российской Федерации с 01.01.2008 г. действует ГОСТ 31291-2005. - Примечание изготовителя базы данных.

Платина в порошке по ГОСТ 14837\*.

---

\* На территории Российской Федерации с 01.01.2008 г. действует ГОСТ 31290-2005. - Примечание изготовителя базы данных.

Родий в порошке по ГОСТ 12342 или родий треххлористый четырехводный.

## 2.1 Приготовление основных стандартных растворов

Стандартные растворы, содержащие по 2 мг/см<sup>3</sup> висмута, железа, меди и никеля: навеску каждого из перечисленных металлов массой 200 мг растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2-3 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 2 мг/см<sup>3</sup> свинца: навеску свинца массой 200 мг растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

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

Стандартный раствор, содержащий 2 мг/см<sup>3</sup> сурьмы: навеску металлической сурьмы массой 200 мг растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2-3 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Стандартные растворы, содержащие по 2 мг/см<sup>3</sup> хрома, цинка и марганца: навеску каждого из перечисленных металлов массой 200 мг растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 2 мг/см<sup>3</sup> платины: навеску платины массой 200 мг растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании, раствор упаривают до объема 3-5 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 2 мг/см<sup>3</sup> палладия: навеску палладия массой 200 мг растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты при нагревании, раствор упаривают до объема 3-5 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Стандартный раствор, содержащий 2 мг/см<sup>3</sup> родия, готовят одним из приведенных ниже способов.

Навеску родия (в виде порошка) массой 200 мг тщательно перемешивают с 5-кратным 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. 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 треххлористого родия массой 546,7 мг растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> помещают по 5 см<sup>3</sup> основных стандартных растворов висмута, железа, меди, никеля, свинца, марганца, сурьмы, хрома, цинка, платины, палладия, родия и 10 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора серебра, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит по 100 мкг каждого из определяемых элементов.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора А, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит по 10 мкг каждого из определяемых элементов.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

### 3.1. Подготовка проб к анализу

3.1.1. Для выполнения анализа отбирают две навески золота массой 0,2-5,0 г (табл.3), каждую из которых помещают в стакан вместимостью 50-100 см<sup>3</sup> и очищают поверхность золота по ГОСТ 27973.0.

Навеску растворяют при слабом нагревании в 10-30 см<sup>3</sup> свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), прибавляя ее порциями по 5-7 см<sup>3</sup>. После полного растворения золота раствор упаривают до объема 3-5 см<sup>3</sup>,

снимают с плиты и прибавляют 5-10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:5). Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. Если число определяемых примесей не более пяти, а массовая доля каждой из них не превышает 0,004%, разведение раствора допускается проводить до объема 10 см<sup>3</sup> в мерном цилиндре вместимостью 10 см<sup>3</sup>. Для определения палладия и железа отбирают 5 см<sup>3</sup> приготовленного раствора пробы, помещают в колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> и используют для анализа.

Таблица 3

Массовая доля примеси, %	Масса навески, г	Объем раствора пробы, см <sup>3</sup>
От 0,0001 до 0,0005 включ.	2,5-5,0	10-25
Св. 0,005 " 0,0020 "	1,0-2,0	25
" 0,002 " 0,020 "	0,5-1,0	25-50
" 0,02 " 0,05 "	0,2-0,5	50

3.1.2. Оставшуюся часть раствора переносят в сухую делительную воронку, прибавляют 10-30 см<sup>3</sup> (в зависимости от массы навески) раствора дибутилсульфида в толуоле (1,0 моль/дм<sup>3</sup>) и экстрагируют золото в течение 3 мин. После расслаивания водную фазу сливают в другую делительную воронку, прибавляют 10-20 см<sup>3</sup> раствора дибутилсульфида в толуоле (0,5 моль/дм<sup>3</sup>) и повторно экстрагируют золото в течение 3 мин. При массе навески 5,0 г экстракцию золота проводят трижды. Для этого после второй экстракции водную фазу сливают в сухую делительную воронку, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора дибутилсульфида в толуоле (0,5 моль/дм<sup>3</sup>) и экстрагируют золото в течение 3 мин.

После расслаивания водную фазу сливают в сухую колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Полученный раствор поступает на анализ.

Регенерацию золота из органической фазы проводят по методике, приведенной в приложении.

Для отделения золота допускается использовать другие экстрагенты, не уступающие дибутилсульфиду в экстракционной способности по отношению к золоту, при условии получения метрологических характеристик методики не хуже указанных в данном стандарте

3.1.3. Определение содержаний серебра и меди более 0,02% допускается проводить без отделения золота. Для этого подготовку проб к анализу выполняют по п.3.1.1.

### 3.2. Приготовление растворов сравнения

3.2.1. Для определения примесей в растворах без отделения золота используют растворы сравнения, содержащие все определяемые элементы и золото.

Раствор, содержащий 50 мг/см<sup>3</sup> золота, готовят растворением навески золота высокой чистоты массой 5,0 г по п.3.1.1. Раствор золота переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Растворы сравнения с массовой концентрацией определяемых элементов 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 5,0 мкг/см<sup>3</sup> и золота 20 мг/см<sup>3</sup> готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают аликвотные части растворов А или Б (табл.4), прибавляют по 20 см<sup>3</sup> раствора, содержащего 50 мг/см<sup>3</sup> золота, доводят до метки раствором соляной

кислоты (1:5) и перемешивают.

Таблица 4

Раствор сравнения	Объем вводимого раствора А или Б, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация элементов, мкг/см <sup>3</sup>
	Раствор Б	
PC3-1	2,5	0,5
PC3-2	5,0	1,0
PC3-3	7,5	1,5
PC3-4	10	2,0
	Раствор А	
PC3-5	2,5	5,0

В колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> отбирают по 10-20 см<sup>3</sup> приготовленных растворов сравнения и используют для определения палладия, железа, меди и серебра.

3.2.2. Для определения хрома, сурьмы, платины и висмута при атомизации проб в графитовой печи используют растворы сравнения, приготовленные по п.3.2.1 с последующей экстракцией золота раствором дибутилсульфида в толуоле по п.3.1.2.

С этой целью оставшиеся объемы растворов переносят в сухие делительные воронки и экстрагируют золото раствором дибутилсульфида в толуоле в две стадии. После экстракции золота водную фазу сливают в колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Растворы сравнения с массовой концентрацией определяемых элементов 0,25, 0,50, 0,75 и 1,00 мкг/см<sup>3</sup> готовят разбавлением в два раза растворов, полученных после экстракции золота. В колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> помещают по 5 см<sup>3</sup> каждого раствора сравнения (PC3-1 - PC3-4), прибавляют по 5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты при определении сурьмы или по 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:5) при определении платины, хрома, висмута и перемешивают.

3.2.3. Для определения серебра, свинца, сурьмы, висмута, цинка, меди, никеля, марганца, хрома, родия и платины при атомизации проб в пламени используют растворы сравнения, приготовленные из стандартных растворов А и Б без добавления золота.

Растворы сравнения с массовой концентрацией определяемых элементов 0,2, 0,5, 1,0, 2,0 и 5,0 мкг/см<sup>3</sup> готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают аликвотные части растворов А или Б (табл.5), доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Таблица 5

Раствор сравнения	Объем вводимого раствора А или Б, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация элементов, мкг/см <sup>3</sup>
	Раствор Б	
PC-1	1,0	0,2
PC-2	2,5	0,5
	Раствор А	
PC-3	0,5	1,0
PC-4	1,0	2,0
PC-5	2,5	5,0

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

##### 4.1. Анализ с атомизацией проб в пламени

Атомно-абсорбционный спектрометр подготавливают к работе и включают согласно инструкции по эксплуатации прибора. Измерения атомного поглощения элементов проводят по аналитическим спектральным линиям с длинами волн, приведенными в табл.6.

Таблица 6

Определяемый элемент	Длина волны, нм
Серебро	328,07
Медь	324,75
Железо	248,33
Платина	265,94
Палладий	247,64
Родий	343,49
Висмут	223,06
Свинец	283,31
Сурьма	217,58
Цинк	213,86
Марганец	279,48
Никель	232,00
Хром	357,87

Способы подготовки проб к анализу и пламена, используемые для определения различных элементов, приведены в табл.7.

Таблица 7

Определяемые элементы	Способ подготовки проб	Пламя
Палладий, железо, серебро, медь	Растворение навески в смеси соляной и азотной кислот (3:1)	Пропан-бутан-воздух или ацетилен-воздух
Серебро, медь, цинк, свинец, сурьма, висмут, марганец, никель	Растворение навески и экстракционное отделение золота раствором дибутилсульфида в	Пропан-бутан-воздух или ацетилен-воздух

	толуоле	
Хром	Растворение навески и экстракционное отделение золота раствором дибутилсульфида в толуоле	Ацетилен-воздух (восстановительное пламя, обогащенное горючим газом)
Платина, родий	Растворы после экстракции золота с добавлением буферного раствора*	Пропан-бутан-воздух или ацетилен-воздух (окислительное пламя с избытком окислителя)

\* В колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора анализируемой пробы или раствора сравнения, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого кадмия и перемешивают.

Растворы сравнения и растворы анализируемых проб последовательно распыляют в пламя газовой горелки и измеряют атомное поглощение элемента. Для каждого элемента выполняют не менее двух измерений и вычисляют среднее значение поглощения.

Градуировочный график строят в координатах: значение поглощения (среднее из измеренных значений) - массовая концентрация определяемого элемента в растворе сравнения.

По среднему значению поглощения с помощью градуировочного графика находят концентрацию элемента (С) в растворе анализируемой пробы.

#### 4.2. Анализ с атомизацией проб в графитовой печи (типа ХГА)

Определение содержания висмута, хрома, сурьмы и платины при массовой доле менее 0,005% проводят с атомизацией проб в графитовой печи. Условия атомизации в печи ХГА-74 приведены в табл.8.

Таблица 8

Определяемый элемент	Объем вводимого раствора, х10 <sup>-3</sup> см <sup>3</sup>	Условия атомизации					
		Высушивание		Озольение		Атомизация	
		Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с
Висмут	20	150	30	1000	25	2650	15
Сурьма	20	150	30	1000	25	2650	15
Платина	50	150	60	1800	25	2650	20
Хром	20	150	30	1000	25	2650	15

На стадии атомизации используют режим "газ-стоп" или "минимального потока инертного газа".

Растворы сравнения и растворы анализируемых проб последовательно вводят в графитовую печь, включают программное устройство и нагревают печь по заданной программе (см. табл.8). Учет неселективного поглощения проводят с помощью дейтериевого фонового корректора.

При определении сурьмы во все анализируемые растворы добавляют раствор винной кислоты. С этой целью в колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> отбирают 2 см<sup>3</sup> раствора пробы, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и перемешивают. Для разбавления анализируемых растворов при определении сурьмы используют раствор винной

кислоты, а при определении висмута, хрома и платины - раствор соляной кислоты (1:5).

Измерение величины поглощения и построение градуировочного графика проводят в соответствии с п.3.1.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $C$  - массовая концентрация элемента, найденная по градуировочному графику, мкг/см<sup>3</sup>;

$V$  - объем основного раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$K$  - коэффициент, соответствующий степени разбавления основного раствора;

$m$  - масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

## 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  $d$ , приведенных в табл.9.

Таблица 9

Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение $d$ , %
0,00010	0,00004
0,00030	0,00008
0,0005	0,0001
0,0010	0,0002
0,0030	0,0005
0,0050	0,0008
0,008	0,001
0,020	0,003
0,050	0,008

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

6.2. Точность результатов анализа по ГОСТ 27973.0.

**ПРИЛОЖЕНИЕ**  
**Обязательное**

**МЕТОДИКА РЕГЕНЕРАЦИИ ЗОЛОТА ИЗ РАСТВОРА ДИБУТИЛСУЛЬФИДА В ТОЛУОЛЕ**

Органическую фазу, полученную после экстракции золота раствором дибутилсульфида в толуоле, помещают в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и выпаривают на плите при умеренном нагревании до влажных солей.

Стакан с золотом и остатками органических веществ снимают с плиты, охлаждают, прибавляют 5-10 см<sup>3</sup> серной кислоты и 15-20 см<sup>3</sup> азотной кислоты. После прохождения бурной реакции окисления органических веществ стакан с раствором помещают на плиту и выпаривают раствор до выделения паров серного ангидрида, затем стакан с золотом охлаждают, ополаскивают его стенки водой и вновь выпаривают раствор до выделения паров серного ангидрида.

После охлаждения в стакан прибавляют 150-200 см<sup>3</sup> воды, отфильтровывают восстановленное золото через фильтр ("белая лента") и промывают 4-5 раз горячей водой. Фильтр высушивают, озоняют, прокаливают.

Электронный текст документа  
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:  
официальное издание  
Золото. Методы анализа: Сб. ГОСТов. -  
М.: ИПК Издательство стандартов, 1999