

СУРЬМА

Метод определения золота

Antimony. Method for the determination of aurum

ГОСТ
1367.3—83Взамен
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 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100, 250 см³.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2, 5, 10 см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 3 моль/дм³ раствор и разбавленная 1:1.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Сульфоксид, дибутилсульфид 0,2 моль/дм³ раствор в толуоле.

Золото металлическое по ГОСТ 6835—2002.

Стандартные растворы золота.

Раствор А: 0,1 г золота помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ 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 см³, доводят до метки соляной кислотой (1:1) и перемешивают. Раствор хранят в темном месте.

1 см³ раствора А содержит 1 мг золота.

Раствор Б: 1 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки 3 моль/дм³ 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).

1 см³ 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 см³, приливают 40 см³ смеси концентрированных кислот соляной и азотной (3:1) и нагревают до растворения навески. Содержимое стакана выпаривают до влажных солей, прибавляют 40 см³ 3 моль/дм³ раствора соляной кислоты, 5 г винной кислоты и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, приливают 3 моль/дм³ раствора соляной кислоты до объема 100—120 см³, 5 см³ 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/дм³ 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 см³ приливают последовательно 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 см³ стандартного раствора Б, по 20—25 см³ 3 моль/дм³ раствора соляной кислоты, по 10 см³ 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/см³. 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 $\bar{A} = \frac{1}{3}(A_1 + A_2 + A_3)$ 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 \bar{A} , полученному для экстракта пробы, мкг/см³;

V — объем экстракта анализируемой пробы, см³;

m — масса навески сурьмы, г.

С. 3 ГОСТ 1367.3—83

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).