

Изменение № 3 ГОСТ 25363—82 Концентраты цинковые. Атомно-абсорбционные методы определения золота и серебра

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2413

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

Вводную часть дополнить абзацем:

«сорбционно-атомно-абсорбционный — при содержании золота от 1 до 10 г на 1 т концентрата».

Пункт 2.3 дополнить абзацем:

«Допускается применять приборы, материалы и реактивы, обеспечивающие получение показателей точности не ниже установленных настоящим стандартом».

Пункт 3.3. Заменить ссылки: ГОСТ 2.751—73 на ГОСТ 2.721—74, ГОСТ 12.1.018—86 на ГОСТ 12.1.018—93.

Пункт 3.13. Заменить слова: «строительным нормам и правилам по IIIа группе производственных процессов, утвержденным Госстроем СССР» на СНиП 2.09.04—87.

(Продолжение см. с. 44)

Пункт 4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 3584—73 на ГОСТ 6613—86;
первый, второй абзацы дополнить словами: «с терморегулятором»;
третий, четвертый абзацы исключить;
двадцать четвертый абзац изложить в новой редакции:
«Свинца оксид по ТУ 48—3810—8—89».

Стандарт дополнить разделом — 5а:

«5а. Сорбционно-атомно-абсорбционный метод определения золота»

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, сорбционном выделении золота на активированном угле, озолении его, переводе золота в солянокислый раствор и распылении его в воздушно-ацетиленовое пламя.

5а.1. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы — по п. 5.1 с дополнением:

Уголь активированный марки БАУ, АУ, АГ.

5а.2. Проведение анализа

5а.2.1. Массу навески определяют в зависимости от массовой доли золота в пробе. При массовой доле золота от 1 до 5 г на 1 т концентрата масса навески составляет 30 г, при большей массовой доле золота — 15 г. Навеску пробы цинкового концентрата помещают в фарфоровую чашку или тигель и обжигают в муфельной печи до рыжеватого оттенка, постепенно повышая температуру от комнатной до 700 °С. При обжиге пробу необходимо перемешать 3—4 раза. Навеску 30 г делят приблизительно по 15 г в два тигля или чашки (эти две навески прокаливают и разлагают раздельно, а затем в виде золы объединяют).

Остывшую после обжига пробу помещают в термостойкую коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 60 см³ смеси кислот, накрывают крышками и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, 50—60 см³ дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин.

5а.2.2. Раствор фильтруют под вакуумом, осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой (1:10) и отбрасывают. В остывший фильтрат добавляют 0,2—0,4 г измельченного (не более 100 меш) активированного угля, перемешивают несколько раз и оставляют сорбироваться золото в течение 1—2 ч. Раствор фильтруют, уголь на фильтре промывают 2—3 раза холодной дистиллированной водой. Подсушенный фильтр помещают в тигель и озоляют при температуре 600 °С до полного выгорания угля. Полученную золу переносят из тигля в термостойкую колбу вместимостью 100—150 см³ (если навеска пробы была разделена на два тигля, золу из двух тиглей объединяют), приливают 15 см³ смеси кислот, упаривают до влажных солей, добавляют 2—3 см³ соляной кислоты, 3—5 см³ дистилли-

(Продолжение см. с. 45)

рованной воды, доводят до кипения. Остывший раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы проб и растворы сравнения распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии золота 242,8 нм. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

5а.2.3. Растворы для построения градуировочного графика готовят из стандартного раствора Б. В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают 1, 2, 5 и 10 см³ раствора Б, добавляют по 8 см³ соляной кислоты, доводят

до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы содержат 1, 2, 5 и 10 мкг/см³ золота.

5а.2.4. Измерение поглощения золота — по п. 4.3.2.

5а.3. Обработка результатов.

5а.3.1. Обработка результатов — по п. 4.4.

Массу золота (X_i) в граммах на 1 т концентрата вычисляют по формуле, указанной в п. 4.4.1.

5а.3.2. Допускаемое расхождение результатов трех параллельных определений и допускаемое расхождение двух результатов одной и той же пробы вычисляют по формулам, приведенным в п. 4.4.2».

(ИУС № 3 2001 г.)