

ГОСТ 27973.0-88 — ГОСТ 27973.3-88

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Е С Т А Н Д А Р Т Ы

ЗОЛОТО

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 12—98

**ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва**

ЗОЛОТО

Общие требования к методам анализа

Gold.
General requirements for methods of analysisГОСТ
27973.0 — 88

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.90

1. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа золота с массовой долей золота не менее 99,9 %.

2. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации на данный вид продукции.

3. Для проведения анализов и приготовления растворов применяют реактивы квалификации не ниже ч. д. а. и бидистиллированную воду.

4. Чистота металлов, применяемых для приготовления стандартных растворов, должна быть не менее 99,9 %.

5. Взвешивание навесок проводят с погрешностью не более:

0,0002 г — для методов, основанных на предварительном растворении золота;

0,002 г — для атомно-эмиссионного метода (при анализе образцов произвольной формы).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. В выражении «разбавленная 1:1, 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые объемные части воды.

7. Термин «горячая вода» (раствор) означает, что вода (раствор) имеет температуру выше 70 °С.

8. Для проведения анализов применяют лабораторную мерную посуду не ниже 2-го класса точности.

9. Допускается применение другой аппаратуры, материалов, посуды и реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в соответствующих стандартах на методы анализа.

10. Перед выполнением анализа поверхность золота очищают; навеску пробы (в виде стружки, ленты, пластины и т. д. или в виде стержня) помещают в стакан вместимостью 50 — 100 см³, прибавляют 10 — 20 см³ (для стержня — 50 см³) раствора соляной кислоты (1:1) и кипятят в течение 5 — 10 мин. Раствор сливают и промывают 6 — 7 раз водой декантацией. Таким же образом обрабатывают стандартные образцы состава золота. В случае анализа губчатого золота или золотого порошка навески предварительно прессуют в стальной пресс-форме и химической очистке не подвергают. Допускается сплавление навески в королек.

11. При отсутствии паспорта или спецификации на анализируемую пробу проводят предварительный анализ золота на содержание основного компонента. Анализ проводят гравиметрическим методом, основанным на восстановлении золота из растворов солянокислым гидразином.

11.1. Аппаратура, реактивы, материалы

Весы аналитические.

Печь муфельная с терморегулятором.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Стаканы термостойкие вместимостью 200 см³ по ГОСТ 25336

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159, раствор 50 г/дм³.

11.2. Проведение анализа

Навеску металла массой 100 — 200 мг помещают в стакан вместимостью 200 см³ и растворяют при слабом нагревании в 10 см³ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1). По окончании растворения металла раствор нагревают до удаления оксидов азота и разбавляют 70 см³ воды. К раствору добавляют 20 см³ раствора гидразина дигидрохлорида и нагревают на бане до полной коагуляции осадка золота (раствор должен быть прозрачным). Раствор охлаждают и фильтруют через два фильтра «белая лента». Осадок на фильтре промывают горячей водой. Фильтр с осадком помещают в предварительно взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, прокаливают при температуре 900 °С и взвешивают вместе с тиглем.

11.3. Обработка результатов

Массовую долю золота в анализируемом металле, выраженную в процентах, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 ,$$

где m_2 — масса тигля с осадком, г;

m_1 — масса тигля, г;

m — масса навески металла, г.

12. Допускается предварительный анализ золота на содержание основного компонента проводить другим методом.

13. Для построения градуировочных графиков при атомно-эмиссионных методах анализа допускается использовать наряду с государственными стандартными образцами состава золота отраслевые стандартные образцы или стандартные образцы предприятий. Для построения градуировочных графиков при выполнении особо точных анализов при разногласиях в оценке качества используют только государственные стандартные образцы состава золота.

14. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает допускаемых расхождений, рассчитанных для доверительной вероятности $P=0,95$ и приведенных в соответствующих стандартах на методы анализа.

15. Анализ повторяют, если разность между большим и меньшим результатами параллельных определений и между результатами анализов превышает значение допускаемых расхождений.

16. Точность результатов анализа контролируют, используя государственные стандартные образцы (ГСО) состава золота. Результат анализа считают правильным, если абсолютное значение разности между найденной массовой долей определяемой примеси в стандартном образце и соответствующим аттестованным значением, указанным в свидетельстве на стандартный образец, удовлетворяет нормам погрешности результатов анализа соответствующей методики и не превышает величины

$$\Delta = \sqrt{\Delta_{\text{ам}}^2 + 0,5 d^2} ,$$

где $\Delta_{\text{ам}}$ — погрешность аттестации ГСО;

d — допускаемое расхождение результатов анализа.

Если указанное выше соотношение не выполняется, то проведение анализов по данному методу прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших наблюдаемое отклонение.

17. Требования безопасности при проведении анализа золота по ГОСТ 22864.

18. Массовую долю основного вещества (золота) определяют по разности 100 % и суммы определяемых примесей.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

Ю.А. Карпов, д-р хим. наук (руководитель темы); **В.Д. Малых**, канд. физ.-мат. наук (руководитель темы)

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.12.88 № 4375

Изменение № 1 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2518

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Грузия | Грузстандарт |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|---|-------------------------|
| ГОСТ 12.0.004—90 | 17 | ГОСТ 22159—76 | 11.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 11.1 | ГОСТ 22864—83 | 17 |
| ГОСТ 4461—77 | 11.1 | ГОСТ 25336—82 | 11.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 11.1 | | |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**6. ПЕРЕИЗДАНИЕ** (июнь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1997 г. (ИУС 12—97)