

ЗОЛОТЫЕ СПЛАВЫ

Метод определения содержания золота и серебра

Gold alloys. Method for the determination
of gold and silver content**ГОСТ
17234—71**Взамен
ГОСТ 7980—56
в части разд. III и IVПостановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 25/X 1971 г. № 1759 срок введения установленс 1/I 1973 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на золото-серебряно-медные, золотого-медные и золото-серебряные сплавы и устанавливает пробирный метод определения содержания золота и серебра.

Метод основан на коллектировании золота и серебра свинцом, с последующим купелированием, которое состоит в окислительном плавлении свинца в результате чего получается золото-серебряный королек.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17233—71.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

Весы пробирные.

Вальцы со стальными валиками для прокатывания корольков.

Печь муфельная.

Капели из магнезита или цемента.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, плотностью 1,372—1,405 г/см³.

Фольга из свинца марки СО по ГОСТ 3778—65, толщиной 0,3—0,5 мм.

Серебро по ГОСТ 6836—54 марки Ср999,9.

Золото по ГОСТ 6835—56 марки Зл999,9.

Медь по ГОСТ 859—66 марки М1.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Проба берется в виде стружки, измельченной ленты или проволоки. Для определения содержания золота взвешивают две навески по 500 мг (при содержании золота до 60%) или по 250 мг (при содержании золота свыше 60%) и две навески для определения содержания серебра.

На каждые две пробы анализируемого сплава берут две контрольные пробы (чеки), одну пробу — для введения поправки при определении содержания золота, другую — для введения поправки при определении содержания серебра. Чек составляют из компонентов, содержащихся в анализируемом сплаве, соответственно их процентному содержанию.

3.2. Подготовка к купелированию

Для взятия навесок чека и анализируемого сплава готовят свинцовые пакетики массой 3,0 г (для золото-серебряных сплавов). Количество свинцовой фольги (для золото-серебряно-медных и золото-медных сплавов) берут в зависимости от содержания меди в анализируемом сплаве (см. таблицу).

Содержание меди в сплаве, %	Количество свинца в г на 1 г навески
От 1 до 5	8
Св. 5 » 10	12
» 10 » 20	16
» 20 » 30	20
» 30 » 40	24
» 40 » 50	28
» 50	32

Затем рассчитывают необходимое количество серебра для присадки к навескам, взятым для определения содержания золота. Для того чтобы в дальнейшем ходе анализа отделить серебро от золота, необходимо, чтобы серебра в навеске было в 2,2 раза больше, чем золота. Соотношение навесок серебра к золоту 2,2:1.

Навески свинца и серебра взвешивают на аналитических весах с точностью до второго знака.

Приготовив пакетики из свинца и навески серебра для присадки, берут навески анализируемого сплава и составные навески для чека. К навескам анализируемого сплава и чека, взятым для определения содержания золота, добавляют присадку серебра.

Навески сыпают в свинцовые пакетики, аккуратно свертывают, обжимают плоскогубцами и помещают на медную доску с ячейками так, чтобы чек был в середине между навесками анализируемого сплава.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Купелирование

Пакетики с подготовленными навесками помещают в разогретые капли при температуре муфеля 950—1000°C. Купелирование ведут таким образом, чтобы в течение всего процесса поддерживалась указанная температура, особенно к концу купелирования, когда резко падает соотношение свинца и благородных металлов. В конце процесса можно наблюдать явление «цветения» королька, после чего корольки тускнеет, а затем становится светлым. Через 1—2 мин капли вынимают из муфеля, снимают корольки с капель плоскогубцами, помещают их на медную доску в соответствующие пробам ячейки, обжимают плоскогубцами, чтобы выкрошить частицы капли с нижней поверхности, и очищают щеткой.

Золото-серебряные корольки, полученные без присадки серебра, взвешивают на пробирных весах.

Корольки золота, полученные с присадкой серебра, отжигают для эластичности при 800°C в течение 1—2 мин и прокатывают на полированных валках в длинную ленту (корточку) толщиной 0,1—0,15 мм. Затем корточку отжигают при 700°C в течение 2—3 мин, свертывают с обоих концов в виде восьмерки и разваривают в азотной кислоте для удаления серебра.

4.2. Разваривание корточек

Разваривание корточек производят в платиновой корзинке, состоящей из 30 отделений. В каждое отделение вставлен платиновый тигелек (наперсток) с прорезанными в дне щелями.

Корточки помещают в наперсток в определенном порядке, затем погружают корзину в фарфоровую чашку, заливают кипящей, разбавленной 1:1 азотной кислотой и разваривают корточки на горячей бане в течение 20 мин. Затем корзинку за ручку вынимают из раствора и выливают раствор в серебряный слив. Корзинку вновь помещают в фарфоровую чашку, заливают разбавленной 2:1 кипящей азотной кислотой и разваривают корточки в течение 20 мин. После чего корзинку вновь вынимают и раствор сливают в слив. Затем корзинку погружают на 2—3 мин в 4%-ный раствор аммиака, промывают 2—3 раза водой, просушивают на бане, прокаливают в муфеле при 600°C и охлаждают. Охлажденные корточки взвешивают на пробирных весах и вычисляют процентное содержание компонентов анализируемого сплава.

5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Содержание золота (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(g - g_1) \cdot 100}{G},$$

где:

g — средняя масса золота в мг;

g_1 — поправка, полученная при купелировании чека, в мг;

G — навеска в мг.

5.2. Содержание серебра (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(g_2 - g_3) \cdot 100}{G} - X,$$

где:

g_2 — масса золото-серебряного королька в мг;

g_3 — поправка, полученная при купелировании чека, в мг;

G — навеска в мг;

X — содержание золота в %.

Примечание. Если поправка, полученная при купелировании чека, имеет отрицательное значение, то ее прибавляют к массе золота или массе золото-серебряного королька.

Пример расчета для сплава Au 58,3 + Ag 3,0 + Cu.

Навеска 500 мг.

Чек Au взят 291,5 мг, получено 291,56 мг, засада равна +0,06 мг.

Чек Au—Ag — сплава взят 331,5 мг, получено 332,09 мг, засада равна +0,59 мг.

Масса корточки золота

1) навеска 291,69 мг

2) навеска 291,68 мг

ср. 291,68 мг

Масса королька Au—Ag сплава

1) 333,00 мг

2) 333,00 мг

Подставив эти значения в формулы, получим:

Содержание золота

$$X = \frac{(291,68 - 0,06)}{500} \cdot 100 = 58,32\%$$

Содержание серебра

$$X_1 = \frac{(333,0 - 0,59)}{500} \cdot 100 - 58,32 = 8,13\%$$

5.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать по содержанию золота 0,05%, по содержанию серебра 0,10%.

Изменение № 1 ГОСТ 17234—71 Золотые сплавы. Метод определения содержания золота и серебра

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.02.85 № 351 срок введения установлен

с 01.09.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

(Продолжение см. стр. 36)

2*

35

(Продолжение изменения к ГОСТ 17234—71)

По всему тексту стандарта заменить слово и единицу измерения: «содержание» на «массовая доля», мг на г.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «содержания золота и серебра» на «золота (при массовой доле от 33,0 до 99,3 %) и серебра (при массовой доле от 0,3 до 42,0 %)».

Раздел 1. Заменить ссылку: ГОСТ 17233—71 на ГОСТ 22864—83.

(Продолжение см. стр. 37)

Раздел 2. Шестой абзац. Заменить значения: 0,3—0,5 мм на 0,1—0,2 мм; дополнить абзацем: «Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 4%-ный раствор»; заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3778—65 на ГОСТ 3778—77, ГОСТ 6836—54 на ГОСТ 6836—80, ГОСТ 6835—56 на ГОСТ 6835—80, ГОСТ 859—66 на ГОСТ 859—78.

Пункт 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Проба должна быть в виде стружки, тонкой ленты или проволоки. От каждой анализируемой пробы берут по две навески для определения золота и серебра массой по 0,25 г (при массовой доле золота свыше 60,0 %) и по 0,5 г (при массовой доле золота до 60,0 %)».

Пункт 3.2. Таблица. Наименования граф изложить в новой редакции: «Массовая доля меди в сплаве, %»; «Масса свинца на 1 г навески, г».

Пункт 4.1. Последний абзац. Заменить значения: 700 °С на 700—800 °С, 2—3 мин на 1—2 мин.

Пункт 4.2. Второй абзац. Заменить слова: «при 600 °С» на «при 600—800 °С до тех пор, пока корточки не примут желтый цвет»;

дополнить абзацем: «Разваривание корточек допускается проводить в термостойких и кварцевых стаканах вместимостью 100 см³, оперируя при этом обычными аналитическими приемами».

Раздел 5. Наименование изложить в новой редакции: «5. Обработка результатов».

Пункт 5.2. Пример расчета для сплава Au 58,3+Ag 3,0+Cu изложить в новой редакции:

«Пример расчета для сплава ЗлСрМ 583—80.

Навеска 0,5 г.

Чек золота 0,29150 г, получено 0,29124 г, поправка — 0,00026 г.

(Продолжение см. стр. 38)

(Продолжение изменения к ГОСТ 17234—71)

Чек золото+серебро 0,33150 г, получено 0,33190 г, поправка равна +0,00040 г.

Масса карточек золота

0,29131 г

0,29114 г

Масса королька золото+серебро

0,33210 г

0,33250 г

Подставив эти значения в формулы, получим:

Массовая доля золота

$$X_1 = \frac{0,29131 + 0,00026}{0,5} \cdot 100 = 58,314 \%$$

$$X_2 = \frac{0,29114 + 0,00026}{0,5} \cdot 100 = 58,280 \%$$

среднее: 58,297 %

Массовая доля серебра

$$X_1 = \frac{0,33210 - 0,00040}{0,5} \cdot 100 - 58,297 = 8,043 \%$$

$$X_2 = \frac{0,33250 - 0,00040}{0,5} \cdot 100 - 58,297 = 8,123 \%$$

среднее: 8,083 %

Пункт 5.3 после слов «параллельных определений» дополнить словами: «при доверительной вероятности $P=0,95$ ».