

ГОСТ 17234-71*

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЗОЛОТЫЕ СПЛАВЫ

Метод определения содержания золота и серебра

Gold alloys. Method for determination of gold and silver content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1973-01-01

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 октября 1971 г. N 1759 срок введения установлен с 01.01.73

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 21.02.85 N 351 срок действия продлен до 01.01.91

ВЗАМЕН [ГОСТ 7980-56](#) в части разд. III и IV

* ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1986 г.) с [Изменением N 1](#), утвержденным в феврале 1985 г. (ИУС 5-85).

Настоящий стандарт распространяется на золото-серебряно-медные, золото-медные и золото-серебряные сплавы и устанавливает пробирный метод определения содержания золота (при массовой доле от 33,0 до 99,3 %) и серебра (при массовой доле от 0,3 до 42,0 %).

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа - по [ГОСТ 22864-83](#).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

Весы пробирные.

Вальцы со стальными валиками для прокатывания корольков.

Печь муфельная.

Капели из магнезита или цемента.

Кислота азотная по [ГОСТ 4461-77](#), плотностью 1,372-1,405 г/см³.

Фольга из свинца марки СО по ГОСТ 3778-77*, толщиной 0,1-0,2 мм.

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ 3778-98](#). - Примечание изготовителя базы данных.

Серебро по ГОСТ 6836-80* марки Ср999,9.

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ 6836-2002](#). - Примечание изготовителя базы данных.

Золото по ГОСТ 6835-80* марки Зл999,9.

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ 6835-2002](#). - Примечание изготовителя базы данных.

Медь по [ГОСТ 859-78](#)* марки М1.

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ 859-2001](#). - Примечание изготовителя базы данных.

Аммиак водный по [ГОСТ 3760-79](#), 4%-ый раствор.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. 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%).

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

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 массовой доли меди в анализируемом сплаве (см. таблицу).

Массовая доля меди в сплаве, %	Масса свинца на 1 г навески, г
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 °С. 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 700-800 °С в течение 1-2 мин и прокатывают на полированных валках в длинную ленту (корточку) толщиной 0,1-0,15 мм. Затем корточку отжигают при 700-800 °С в течение 1-2 мин, свертывают с обоих концов в виде восьмерки и разваривают в азотной кислоте для удаления серебра.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

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 600-800 °С до тех пор, пока корточки не примут желтый цвет, и охлаждают. Охлажденные корточки взвешивают на пробирных весах и вычисляют процентное содержание компонентов анализируемого сплава.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Массовую долю золота (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m - средняя масса золота, мг;

g_1 - поправка, полученная при купелировании чека, мг;

G - навеска в мг.

5.2. Массовую долю серебра (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - g_3) \cdot 100}{G} - X,$$

где m_2 - масса золото-серебряного королька, мг;

g_3 - поправка, полученная при купелировании чека, мг;

G - навеска в мг;

X - массовая доля золота, %.

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 ЗлСрМ 583-80.

Навеска 0,5 г.

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

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

Масса корточек золота

Масса королька золото+серебро

0,29131 г

0,33210 г

0,29114 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%

(Измененная редакция, Изм. N 1).

5.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать по содержанию золота 0,05%, по содержанию серебра 0,10%.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

ГОСТ применим к оборудованию неразрушающего контроля