

УДК 669.215'234:546.59.06:006.354

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЗОЛОТО-ПАЛЛАДИЕВЫЕ

Метод определения золота

Gold-palladium alloys.
Method for the determination of gold

**ГОСТ
12563.1—83**

Взамен
ГОСТ 12563—67
в части разд. 2

ОКП 17 5350

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1373 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения золота в золото-палладиевых сплавах (при массовой доле золота от 50,0 до 90,0 %).

Метод основан на восстановлении золота нитритом натрия в присутствии палладия; при этом палладий остается в растворе в виде нитропалладита натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22864—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения и образцовые по ГОСТ 24104—80.

Электропечь сопротивления лабораторная по ГОСТ 13474—79.

Тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147—80.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 500 см³.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1983

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82, типа В.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь кислот для растворения, состоящая из трех объемов концентрированной соляной кислоты и одного объема концентрированной азотной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:5.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 7 М раствор.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску сплава массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ смеси кислот. Раствор выпаривают приблизительно до 3 см³ и разбавляют горячей водой с добавлением 1—2 см³ соляной кислоты до полного растворения солей палладия.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

При выпаривании раствора возможно частичное восстановление золота и выпадение его в виде мелкого осадка на дно колбы. Не отфильтровывая осадок, раствор разбавляют горячей водой до 300 см³ и осторожно приливают 100 см³ 7 М раствора азотистокислого натрия.

Раствор, поддерживая первоначальный объем, кипятят в течение 1,5—2 ч до удаления окислов азота и полной коагуляции осадка. При этом палладий остается в растворе в виде комплексного соединения, а золото и гидроокись железа переходят в осадок.

После охлаждения раствора осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента», наполненный на одну четверть бумажной пульпой, и промывают горячей водой до нейтральной реакции. Воронку с осадком переносят на другую колбу и заливают горячей серной кислотой (1:5) для растворения гидроокиси железа. Оставшийся на фильтре осадок золота промывают горячей водой до нейтральной реакции, просушивают, складывают в тарированный фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч до полного озоления фильтра (температура не более 800 °C). После охлаждения осадок в тигле заливают водой с несколькими каплями азотной кислоты для растворения натриевых солей, прогревают 20—30 мин, отфильтровывают, промывают горячей водой, просушивают, прокаливают и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы.

Параллельно с пробами проводят контрольный опыт. Для этого 30 см³ смеси кислот помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и проводят через все стадии анализа.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса осадка золота, г;

m_1 — масса осадка контрольного опыта, г;

m_2 — масса навески сплава, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов наибольшего и наименьшего параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,20 %.

Изменение № 1 ГОСТ 12583.1—83 Сплавы золото-палладиевые. Метод определения золота

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.11.88 № 3759

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1. Заключить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22864—83.

(Продолжение см. с. 68)