

УДК 669.215:546.57.06 + 669.215:546.59.06 (083.74)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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 IV

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 25/X 1971 г. № 1759 срок введения установлен

с 1/I 1973 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на золото-серебряно-
медные, золото-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 выше 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.

Навескисыпают 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 капели 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 королек тускнеет, а затем становится светлым. Через 1—2 мин капели вынимают из муфеля, снимают корольки с капель плоскогубцами, помещают их на медную доску в соответствующие пробам ячейки, обжимают плоскогубцами, чтобы выкрошить частицы капели 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°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°С 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°С 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:

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