ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

СТАНДАРТНЫЕ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА В СЛИТКАХ КУПЕЛЯЦИЕЙ

Издание официальное

Узбекское агентство
стандартизации, метрологии и сертификации

Ташкент

O‘ZBEKISTON AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA
VA SERTIFIKATSIYA
DAVLAT MASHHATI

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Научно-исследовательским институтом стандартизации, метрологии и сертификации Агентства «Узстандарт» (НИИСМС)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от 09.07.2007 № 05-34

3 Настоящий стандарт гармонизирован с положениями стандарта США E 1335-96 (2000)$^{\varepsilon}$ «Standard Test Methods for Determination of Gold in Bullion by Cupellation» в части методик выполнения измерений.

4 ВЗАМЕН O‘z DSt 1012:2002 (E 1335-96 (2000)$^{\varepsilon}$)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Узбекистана публикуется в указателе, издаваемом Агентством «Узстандарт». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе, издаваемом Агентством «Узстандарт».

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Республики Узбекистан принадлежит Агентству «Узстандарт».

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA
DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Назначение и применение 2
5 Влияющие факторы 3
6 Оборудование 3
7 Реактивы 3
8 Меры безопасности 4
9 Подготовка образца 4
10 Методика А 4
10.1 Область применения 4
10.2 Краткое описание методики анализа 4
10.3 Приближенная оценка 5
10.4 Приготовление эталонного контрольного образца (чека) 7
10.5 Порядок действия 8
10.6 Расчет (с необходимыми поправками) 9
10.7 Рассеяние результатов 9
11 Методика В 10
11.1 Область применения 10
11.2 Краткое описание методики анализа 10
11.3 Процедура 11
11.4 Расчеты 12
11.5 Рассеяние результатов 13
Библиография 14

O‘zstandart agentligi
standartlashtirish,
metrologiya va sifat nazorati
boshqarmasi

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

ЁМБИДАГИ ОЛТИН ВА КУМУШ МАССА УЛУШИНИ КУПЕЛЯЦИЯ БИЛАН ЎЛЧАШЛАРИНИ БАЖАРИШ СТАНДАРТ УСУЛИЯТЛАРИ

СТАНДАРТНЫЕ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА В СЛИТКАХ КУПЕЛЯЦИЕЙ

STANDARD TEST METHODS FOR CARRYING OUT MEASURINGS OF MASS PORTION OF GOLD AND SILVER IN BULLIONS BY CUPELLATION

Дата введения 01.10.2007

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на золото в слитках и устанавливает методики выполнения измерений массовой доли золота в диапазоне от 20,0 % до 99,0 % (методика А), массовой доли золота в диапазоне от 0,5 % до 4,0 % и серебра от 75,0 % до 99,5 % (методика В) и массовой доли золота и серебра в диапазоне от 75,0 % до 100,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 22864-83 Благородные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

O‘z DSt 8.010.1:2002 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Метрология. Термины и определения. Часть 1. Основные и общие термины.

O‘z DSt 8.010.4:2002 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Метрология. Термины и определения. Часть 4. Метрологическое обеспечение аналитического контроля

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных документов на территории Узбекистана по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

O'ZSTANDART AGENTLIGI
№1763 son bilan
«03» 07 2007 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по O‘z DSt 8.010.1:2002 и O‘z DSt 8.010.4:2002 и следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **отжиг:** Температурная обработка, предназначенная для изменения свойств или структуры сплава.

3.2 **капель:** Небольшая, неглубокая, пористая чашечка, обычно изготовленная из костной золы или магнезита.

3.3 **купеляция:** Окислительная плавка свинца, золота и (или) серебра в капели. Свинец окисляется до глета (PbO) вместе с медью и оловом, или другими неблагородными металлами, если они присутствуют. Окисленные металлы абсорбируются капелью, оставляя чистое золото и серебро в виде шарика доре на поверхности капели.

3.4 **сплав доре:** Образующийся в результате купеляции сплав золота и серебра в виде шарика.

Примечание – Получаемый в результате купеляции сплав иногда имеет название «королек».

3.5 **расквартовка:** Добавление серебра в образец для облегчения разделения благородных металлов.

3.6 **разварка:** Отделение серебра от золота избирательным растворением первого в кислоте, обычно азотной (HNO_3).

Примечание – Получаемое в результате разварки металлическое золото иногда называют «корточка».

3.7 **контрольный образец:** Искусственно созданный «эталон» (стандартный образец), имеющий состав, схожий с испытуемым образцом.

Примечание – Контрольный образец иногда называют «Чек».

3.8 **определение поправки:** Анализ контрольного образца (чека) одновременно с испытуемым образцом и использование его результатов для внесения поправок в конечные данные.

3.9 Остальные термины по O‘z DSt 8.010.1, O‘z DSt 8.010.4, РМГ 29 [1], Е 35 [2].

4 Назначение и применение

Настоящие методики выполнения измерений предназначены для определения массовой доли золота, серебра и золота и серебра в слитках золота и серебра. Это предполагает, что все, кто используют данные методики, имеют достаточные навыки для проведения высокотемпературных исследований умело и безопасно. Предполагается также, что работа будет выполняться в специализированной оборудованной лаборатории.

O‘ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA
VA SIFAT NAZORATI
BOSHQARMASI

5 Влияющие факторы

Если слиток содержит примеси элементов в количествах больших, приведены в таблице 1, то погрешность и воспроизводимость результатов измерений может не удовлетворять требованиям настоящих методик:

Таблица 1. Максимально допустимые массовые доли элементов, %

Элемент	Массовая доля
Мышьяк	2,0
Сурьма	2,0
Висмут	2,0
Железо	2,0
Никель	2,0
Металлы платиновой группы (Ir, Os, Pd, Pt, Rh, Ru)	0,01
Селен	2,0
Теллур	2,0
Таллий	2,0
Вольфрам	0,5
Цинк	5,0

6 Оборудование

6.1 Плавильная печь - способная обеспечить температуру нагрева до 1100 °С, точностью до ±10 °С, с регулируемой подачей воздуха (дутьем).

6.2 Капели - из магнезита ($MgCO_3$) или костной муки.

6.3 Молоток.

6.4 Наковальня.

6.5 Валки для прокатки прутков золота.

6.6 Аналитические весы (с разрешающей способностью 0,01 mg).

7 Реактивы

7.1 Металлическая медь, минимальной чистоты 99,9 %.

7.2 Металлическое золото, минимальной чистоты 99,99 %.

7.3 Свинцовая фольга, минимальной чистоты 99,99 % (максимум 0,001 % серебра).

7.4 Металлическое серебро, минимальной чистоты 99,9 % (максимум 0,001 % золота).

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

8 Меры безопасности

8.1 Основные меры безопасности, которые необходимы при работе с определенными реагентами и оборудованием, применяемыми при использовании данных методик, приведены в ГОСТ 22864 и E 50 [3].

8.2 Необходимо соблюдать осторожность при переносе горячих тиглей и манипулировании с печью во избежание ожоговых или электрических травм.

8.3 Свинец и глет (PbO) являются токсическими веществами и улетучиваются при низких температурах. Следует избегать вдыхания, проглатывания или попадания на кожу паров свинца и глета.

9 Подготовка образца

9.1 Используют образцы в виде дробинок или прутков. Образцы должны быть чистыми и свободными от прилипшего стекла или флюса.

9.2 Подготавливают образцы в виде дробинок путем выливания расплавленного метала в воду. Используют только цельные отдельные кусочки диаметром от 1 mm до 3 mm.

9.3 Образцы в виде прутков вытягивают из жидкого металла в вакуумных стеклянных трубках. Затем трубки разбивают, а образцы отбирают так, чтобы они не были пустотелыми и не содержали шлака и включений.

9.3.1 Прутки прокатывают в длину на чистых валках до толщины около 0,127 mm (0,005 дюйма), затем очищают их спиртом.

9.3.2 Полоску разрезают на горизонтальные куски для получения образца желаемого веса.

9.4 Отбор образцов сверлением обычно не применяются для расплавленного металла. Если необходимо проанализировать образцы сверлением слитков, то отбор образцов нужно проводить в соответствии с нормативной документацией на слиток или в соответствии с B 562 [4].

10 Методика А

10.1 Область применения

Данная методика распространяется на купеляционный анализ золота в слитках, содержащих от 20,0 % до 99,0 % золота и от 1,0 % до 80,0 % серебра.

10.2 Краткое описание методики выполнения измерений

Для определения приблизительного содержания золота и приблизительного количества золота и серебра вместе, проводится предварительный анализ. Образец взвешивают и, при необходимости, добавляют серебро, медь, или оба этих металла. Образец заворачивают в свинцовую фольгу и купелируют с целью удаления неблагородных металлов, а затем - разделяют в азотной кислоте.

STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Нерастворимую часть образца взвешивают, чтобы определить массовую долю золота. Контрольные образцы (чеки) используют для корректировки систематических гравиметрических отклонений.

10.3 Приближенная оценка

10.3.1 В начале проводят предварительный анализ испытуемого образца с тем, чтобы можно было установить подходящий состав для определения поправки (формирование контрольного образца - чека).

10.3.2 Приближенная оценка содержания золота вместе с серебром

10.3.2.1 Взвешивают один образец массой (500±2) mg с погрешностью не более 0,1 mg. Взвешивают порцию свинцовой фольги в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Предполагаемая массовая доля золота вместе с серебром, %	Масса свинцовой фольги, g
95,0 – 100,0	5,0
90,0 – 95,0	10,0

10.3.2.2 Образец заворачивают в свинцовую фольгу.

10.3.2.3 Купеляция

После подготовки свертков из фольги их помещают на 10 минут в печь на капели предварительно нагретые до 900 °С и оставляют муфель слегка открытым. Для определения поправки, могут понадобиться альтернативные образцы и соответствующие им контрольные образцы. Температура печи выбрана верно, если темная корка, которая образуется на расплавленном свинцовом "пакете" исчезает через несколько минут. Оптимальной температурой, обеспечивающей достаточную скорость "раскрытия" образцов, является 900 °С.

10.3.2.4 После того, как свинцовые пакеты раскрылись, нужно отрегулировать поток воздуха через печь. Необходимо поддерживать достаточно высокую температуру для предотвращения замораживания "пуговицы" (затвердения расплавленного глета на поверхности "пуговицы").

10.3.2.5 Капели выдерживают в печи до тех пор, пока не исчезнут следы свинца. Это время зависит от количества использованного свинца, температуры печи и потока воздуха. Затем капели вынимают из печи и охлаждают до комнатной температуры.

Примечание – Иногда по завершению процесса купеляции шарики становятся визуально яркими или "сверкающими". Это происходит в результате мгновенного освобождения скрытой теплоты плавления в момент затвердевания шариков, свободных от свинца.

10.3.2.6 Шарики доре испытуемого образца вынимают из капелей и очищают от любого постороннего материала с помощью жесткой щетки.

13.3.2.7 Взвешивают шарик доре с точностью до 0,1 mg и подсчитывают приблизительно массовую долю золота вместе с серебром по следующей формуле:

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA
SERTIFIKATLASHTIRISH
DAVLAT MUASSASASI

$$T_a = \frac{D}{V} \cdot 100, \qquad (1)$$

где - T_a - приблизительная массовая доля золота и серебра, %;

D - масса шарика доре в граммах;

V - масса образца в граммах.

10.3.3 Приближенная оценка массовой доли золота

10.3.3.1 Взвешивают один испытуемый образец массой (500±2) mg с погрешностью не более 0,1 mg. Добавляют (1,25±0,05) g серебра и (0,05±0,010) g меди. Образцы с добавками заворачивают в свинцовую фольгу как в 10.3.2.

10.3.3.2 Купеляция – как в 10.3.2.3 - 10.3.2.5.

10.3.3.3 Испытуемые образцы и любые шарики доре вынимают из капелей, укладывают на бортик и слегка отбивают молотком для того, чтобы освободить их от любого прилипшего материала. Остатки прилипшего материала удаляют жесткой щеткой.

10.3.3.4 Формирование рулета

Шарики доре, предназначенные для измерения массовой доли золота, расплющивают на наковальне молотком и сужают края для облегчения свертывания.

10.3.3.5 Расплющенные шарики отжигают при температуре (650 – 700) ^{0}C после чего их пропускают через валки для получения вытянутых полосок длиной около 10 cm и толщиной (0,005 – 0,01) cm, сохраняя однородную толщину по всей партии образцов. Вновь отжигают полоски и затем сворачивают каждую в виде спирали или рулета нижней стороной наружу.

10.3.3.6 Разварка

Помещают каждый рулет в подходящую емкость для разделения (фарфоровый тигель объемом 50 ml, колбу Флоренса объемом 50 ml или колбу Эрленмейера объемом 50 ml). Добавляют 25 ml раствора азотной кислоты (1:2) и нагревают, не давая закипеть, в течение 45 минут, или до тех пор, пока не прекратится выделение паров азотной кислоты. Во время процесса разделения рулет должен оставаться полностью погруженным в раствор. Затем сливают и удаляют раствор.

Примечание – в выражении «раствор азотной кислоты (1:2) или (2:1)» первые числа обозначают объемные части кислоты, вторые – объемные части воды.

Добавляют 25 ml раствора азотной кислоты (2:1) и нагревают его не давая закипеть в течение 45 минут. Во время процесса разделения рулет должен оставаться полностью погруженным в раствор. Сливают раствор и промывают золото три раза в 25 ml воды.

Высушивают золото на плите, затем отжигают его при температуре (650 – 700) ^{0}C. Золото охлаждают и взвешивают с погрешностью не более 0,1 mg.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
NUQTAIY NAZORATI
VA BAHOLASH MARKAZI

Рассчитывают ориентировочную массовую долю золота по следующей формуле:

$$G_a = \frac{C}{W} \cdot 100, \qquad (2)$$

где - G_a – массовая доля золота в %;
C - масса золота в граммах;
W - масса образца в граммах.

10.3.4 Приближенная оценка содержания серебра

Приближенную массовую долю серебра подсчитывают по следующей формуле:

$$S_a = T_a - G_a, \qquad (3)$$

где - S_a - содержание серебра в %;
T_a - приближенная общая массовая доля золота и серебра в % (10.3.2.7);
G_a – массовая доля золота в % (10.3.3).

10.3.5 Приближенная оценка содержания неблагородных металлов

Приближенное содержание неблагородных металлов подсчитывают по следующей формуле:

$$M_a = 100 - T_a, \qquad (4)$$

где - M_a - приближенное содержание неблагородных металлов в %;
T_a - приближенное содержание золота и серебра в % (10.3.2.7).

10.4 Приготовление эталонного контрольного образца (чека)

10.4.1 Подготавливают два контрольных образца (чека), каждый из которых содержит золото, серебро и медь в количествах, приводящихся ниже. Каждый образец заворачивают в свинцовую фольгу и выполняют все последующие действия в соответствии с 10.3.2 - 10.3.2.3.

10.4.1.1 Золото

Масса золота в чеке должна быть примерно ±5 mg, относительно приблизительной массы золота в пробе, рассчитанной исходя из пункта 10.3.3. Золото взвешивают с погрешностью не более 0,01 mg и используют данную массу для расчета определения поправки 10.6.3.

10.4.1.2 Серебро

Масса серебра в чеке должна быть в 2,5 раза больше, чем масса серебра в пробе, рассчитанный исходя из п. 10.3.3. Серебро взвешивают с погрешностью не более 10 mg.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA DAVLAT NAZORATI
DOSHKARMASI

10.4.1.3 Медь

Если приближенное содержание неблагородных металлов (10.3.5) в образце меньше 1 %, добавляют (0,05 ± 0,01) g меди к каждому контрольному образцу (чеку). Если приближенное содержание неблагородных металлов больше 1 %, то количество меди равно приближенному содержанию неблагородных металлов. Медь взвешивают с погрешностью не более 10 mg.

10.4.1.4 Проводят купеляцию контрольных образцов (чеков) вместе с испытуемыми образцами (10.5.2) в соответствии с 10.3.2.3.

10.5 Порядок действия

10.5.1 Корректируемый анализ - это конечный анализ для золота, включающий корректировку на величину каких-либо потерь материала.

10.5.2 Процедура подготовки испытуемого образца

Подготавливают три навески испытуемого образца по (500±2) mg с погрешностью не более 0,01 mg. Добавляют взвешенные с погрешностью ± 0,05 g порции серебра в количестве, рассчитанном по следующей формуле:

$$S_w = \frac{(2{,}5 \cdot G_a - S_a) \cdot X}{100}, \qquad (5)$$

где - S_w - масса серебра, которую необходимо добавить в граммах;

G_a – массовая доля золота в % (10.3.3);

S_a - массовая доля серебра в % (10.3.4);

X - масса образца в граммах (10.5.2).

Если в образце содержится менее 1 % неблагородных металлов, добавляют к каждому образцу (0,05±0,010) g металлической меди. Готовят три навески свинцовой фольги в соответствии с 10.3.2 и заворачивают каждый образец в кусок фольги.

10.5.3 Проводят купеляцию как указано в 10.3.2.3. Испытуемые образцы чередуют с контрольными (чеками) как указано в пункте 10.3.2.3.

10.5.4 Вынимают испытуемые образцы и любые контрольные образцы (чеки) из капелей, помещают их на бортик и слегка простукивают молотком для их очистки от любого налипшего материала. Остатки налипшего материала удаляют жесткой щеткой. Далее продолжают выполнять действия как указано в 10.3.4 и 10.3.5.

10.5.5 Сворачивают рулеты как описано в 10.3.3.5.

10.5.6 Испытуемые образцы и чеки (контрольные образцы) разваривают как указано в 10.3.3.6.

Примечание – Можно сохранить разделяющие растворы для проверки содержания золота с помощью инструментальных методов.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

10.6 Расчет (с необходимыми поправками)

10.6.1 Рассчитывают среднее значение массовой доли золота. Для каждого образца массовую долю золота рассчитывают по следующей формуле:

$$G_A = \frac{O}{Z} \cdot 100, \qquad (6)$$

где - G_A - массовая доля золота, без поправок, %;

O - масса найденного золота в граммах;

Z - масса образца в граммах.

10.6.2 Среднее трех наблюдений – G_{ACp}

10.6.3 Подсчитывают поправку P для каждого контрольного образца (чека) по следующей формуле:

$$P = \frac{Q}{O}, \qquad (7)$$

где - P - средняя величина поправки;

Q - масса добавленного золота в граммах;

O - масса найденного золота в граммах.

10.6.4 Среднее значение поправки для двух контрольных образцов (чеков) – P_{Cp}.

10.6.5 Рассчитывают среднее значение содержания золота с поправкой по следующей формуле:

$$G_C = G_{ACp} \cdot P_{Cp}, \qquad (8)$$

где - G_c - количество золота с поправкой в %.

10.7 Рассеяние результатов и систематическая погрешность

10.7.1 Рассеяние результатов

Пример - Десять лабораторий провели объединенные испытания образцов с 1 по 4 и семь лабораторий - образцов 5 и 6. Их данные суммированы в таблице 3. Тестирование и статистический анализ выполняются в соответствии с Методикой E 173 [5].

10.7.2 Воспроизводимость

Межлабораторные данные опытов показывают стабильную ошибку в допустимых пределах. Наилучшая оценка воспроизводимости из всех шести испытуемых материалов равна R_2=0,13 % золота.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA
DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Таблица 3 Статистическая информация - золото (методика анализа А)

Номер образца	Тестовый материал	Найденное золото, %:	Повторяемость, R_1	Воспроизводимость, R_2
1	(21,5 % Ag)	78,392	0,056	0,193
2	(25,8 % Ag)	73,831	0,073	0,083
3	(23,0 % Ag)	76,484	0,077	0,152
4	(34,0 % Ag)	65,744	0,066	0,123
5	(0,7 % Ag)	99,060	0,053	0,103
6	(67,0 % Ag)	26,350	0,025	0,089

11 Методика В

11.1 Область применения

Данная методика распространяется на определение массовой доли золота в слитках от 0,5 % до 4,0 % золота и от 75,0 % до 99,5 % серебра.

11.2 Краткое описание методики анализа

Образец взвешивают и купелируют с целью удаления неблагородных металлов и последующего разделения золота и серебра в азотной кислоте. Нерастворимую часть образца взвешивают для определения содержания золота. Для контроля над систематическими гравиметрическими ошибками параллельно проводят измерения на контрольных образцах (чеках), приготовленных из чистых металлов.

11.3 Процедура

11.3.1 Взвешивание образца

11.3.1.1 Взвешивают три навески каждого испытуемого образца с погрешностью не более 0,01 mg в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4

Приблизительное содержание золота в %	Масса образца в g
0,5 – 2,0	2,98 – 3,02
2,0 – 4,0	1,98 – 2,02

11.3.1.2 Каждую навеску заворачивают в 10 g свинцовой фольги и плотно запечатывают.

11.3.2 Взвешивание контрольного образца (чека)

Для каждой партии анализируемых образцов приготовляют как минимум два чека, содержащих чистое золото и серебро в той же пропорции, что и испытуемые образцы (11.1). Взвешивают данные контрольные образцы (чеки) с погрешностью не более 0,01 mg и до конца анализа обрабатывают их также, как испытуемые образцы.

STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

11.3.3 Купеляция

11.3.3.1 Помещают свинцовые пакеты содержащие испытуемые образцы и чеки в пробирную печь, в капели, которые предварительно нагревали в течение как минимум 20 минут при температуре 900 ^{0}C. Не следует выстраивать капели в ряд перед печью. Температура печи выбрана правильно, если темная корка, образующаяся на расплавленных свинцовых пакетах, исчезает через несколько минут. Температура в 900 ^{0}C считается оптимальной для сравнительно быстрого "открывания" свинцовых пакетов.

11.3.3.2 После того, как свинцовые пакеты «открылись» (темная корка исчезла), следует отрегулировать поток воздуха через печь. Необходимо установить достаточно высокую температуру для предотвращения замораживания «пуговицы» (затвердения расплавленного глета на поверхности «пуговицы»).

11.3.3.3 Не следует вынимать капели из печи до тех пор, пока не исчезнут все следы свинца. Обычно процесс купеляции продолжается от 15 до 20 минут. Иногда в конце купеляции, шарики становятся визуально яркими или "сверкают". Это происходит потому, что по мере того, как свободный от свинца шарик затвердевает, внезапно высвобождается скрытое тепло плавления. Вынимают капели из печи и накрывают образцы на время их остывания. Постукивая по столу, на который выставлены капели для остывания, можно предотвратить образование "отростков" (образование наростов на поверхности шарика по причине выталкивания растворенного кислорода). Если на образце образуются наросты во время охлаждения, нужно повторить процедуру, начиная с 11.1.

11.3.4 Разварка

11.3.4.1 Вынимают охлажденные шарики из капелей, и чистят их жесткой щеткой для удаления любого налипшего на них материала.

11.3.4.2 Каждый шарик помещают в подходящую емкость для разделения (например, фарфоровый тигель емкостью 50 ml, флягу Флоренса или колбу Эрленмейера). Добавляют 20 ml раствора азотной кислоты (1:3) и медленно нагревают, чтобы серебро начало растворяться. Контролируют температуру кислоты, чтобы реакция шла медленно для предотвращения измельчения частиц золота. Шарик выдерживают в растворе до тех пор, пока не растворится все серебро (1-1,5) часа. Осторожно сливают всплывший раствор, убедившись в том, что все частицы золота остались в емкости.

11.3.4.3 Добавляют 25 ml раствора азотной кислоты (2:1) и нагревают до температуры около 90 ^{0}C в течение 1 часа. Затем сливают кислоту и промывают золото три раза в 25 ml деионизированной воды, нагретой до 90 ^{0}C.

11.3.4.4 Вынимают золото из воды и помещают его в чашу для отжига, тщательно удаляя оставшуюся воду. Полностью осушают чашу и золото при температуре 100 ^{0}C, затем нагревают чашу и золото до температуры (650-700) ^{0}C для отжига золота. Чашу с золотом охлаждают и взвешивают золото с погрешностью не более 0,01 mg.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

11.4 Расчеты

11.4.1 Рассчитывают значение массовой доли золота в процентах по следующей формуле:

$$G_B = \frac{A}{B} \cdot 100, \qquad (9)$$

где - G_B – массовая доля золота, %;

A - масса найденного золота, в граммах;

B - масса образца, в граммах.

Определяют среднее значение для трех образцов.

11.4.2 Рассчитывают стандартные коэффициенты для каждого из контрольных образцов (чеков) по следующей формуле:

$$K = \frac{C}{D}, \qquad (10)$$

где - K – стандартный коэффициент

C - масса найденного золота в граммах;

D – начальная масса золота в граммах.

Анализ считают прошедшим успешно, если стандартные коэффициенты находятся в пределах от 0,997 до 1,003. Если же они выходят за эти пределы, повторяют анализ, начиная с 11.3.1. Не следует использовать стандартные коэффициенты в качестве определения поправки.

11.5 Рассеяние результатов

Пример – Семь лабораторий проводили совместный анализ образцов, обозначенных SMAAG 1-3. Данные суммированы в таблице 5. Тесты и статистический анализ выполнялись в соответствии с методикой E 173 [5].

Таблица 5

Тестовый материал	Найденное золото, %:	Повторяемость, R_1	Воспроизводимость, R_2
SMAAG 1	0,511	0,0043	0,0054
SMAAG 2	1,104	0,0057	0,0102
SMAAG 3	3,074	0,0103	0,0248

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA SERTIFIKATLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Библиография

[1]	Межгосударственные рекомендации РМГ 29-99	Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения
[2]	E 135	Terminology Relating to Analytical Chemistry for Metals, Ores and Related Materials, Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.05
[3]	E 50	Practices for Apparatus, Reagents, and Safety Precautions for Chemical Analysis of Metals, Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.05.
[4]	B 562	Specification for Refined Gold, Annual Book of ASTM Standards, Vol 02.04
[5]	E 173	Practice for Conducting Interlaboratory Studies of Methods for Chemical Analysis of Metals, Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.06

O‘ZBEKISTON RESPUBLIKASI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA
SERTIFIKATLASHTIRISH
DAVLAT AGENTLIGI

УДК

ОКС 17.020

Ключевые слова: золото, серебро, слиток, методика анализа, купеляция, расчет, поправка, точность, систематическая погрешность

O‘ZSTANDART AGENTLIGI
O‘ZBEKISTON RESPUBLIKASI,
VA DAVLAT RAQORATI
O‘ZBEKISTON

Директор НИИСМС, канд. техн. наук	В.Б. Латипов
Зам. директора по НИР, канд. физ.-мат. наук	А.С. Умаров
Зав. НИО метрологии, канд. техн. наук	А.Б.Садыков
Вед. науч. сотр. НИО метрологии канд. хим. наук	Л.П. Ким
Ст. науч. сотр. НИО метрологии	Г.А. Газиев
Нормоконтролер	А.В. Мазина

O‘ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA PATENTLASH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHLIG‘IGI