

ГОСТ  
17234—71

## ЗОЛОТЫЕ СПЛАВЫ

Метод определения содержания золота и серебра

Gold alloys. Method for the determination  
of gold and silver contentВзамен  
ГОСТ 7980—56  
в части разд. III и IVПостановлением 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.

Капли из магнезита или цемента.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, плотностью 1,372—1,405 г/см<sup>3</sup>.

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» короляка, после чего королек тускнеет, а затем становится светлым. Через 1—2 мин капли вынимают из муфеля, снимают короляки 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 короляки, полученные без присадки серебра, взвешивают на пробирных весах.

Короляки 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, прокалывают 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 корточка 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)*

36

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 овинца 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 короточки не примут желтый цвет»;

дополнить абзацем: «Разваривание короточек допускается проводить в термостойких и кварцевых стаканах вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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)

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

Масса короточек 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  $P=0,95$ ».