Редакция от 1 июля 1995

ГОСТ Госстандарта СССР от 13.03.1975 № ГОСТ 20573-75

ГОСТ 20573-75. Государственный стандарт Союза ССР. Реактивы. Калий дицианоаурат (I). Технические условия (с изменениями на 1 июля 1995 года)

Утвержден и введен в действие
Постановлением Государственного комитета
стандартов Совета Министров СССР
от 13 марта 1975 года № 646

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ ДИЦИАНОАУРАТ (I)

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Reagents. Potassium dicyanoaurate (I). Specifications

ГОСТ 20573-75

Документ	с	изменениями,	внесенными:
Изменением	№ 1,	утв. 1 мая	1986 года
Изменением	№ 2,	утв. 1 декабря	1988 года
Изменением	№ 3,	утв. 1 декабря	1991 года
Изменением	№ 4,	утв. 1 июля	1995 года

Группа Л51

ОКП 26 2512 0010 00

Дата введения
1 мая 1975 года

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИК А.В. Беликин

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13.03.75 № 646

Изменение № 4 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	**Наименование национального органа по стандартизации**
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5.1133-71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	**Номер пункта, подпункта**
ГОСТ 1277-75	3.3.1
ГОСТ 1770-74	3.2.1; 3.5.1; 3.8.1
ГОСТ 3118-77	3.5.1
ГОСТ 3760-79	3.7
ГОСТ 3885-73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4108-72	3.5.1

ГОСТ 4204-77	3.2.1; 3.6
ГОСТ 4212-76	3.8.1
ГОСТ 4217-77	3.3.1
ГОСТ 4328-77	3.5.1
ГОСТ 4332-76	3.4
ГОСТ 4461-77	3.4
ГОСТ 4517-87	3.5.1
ГОСТ 4919.1-77	3.5.1
ГОСТ 5457-75	3.8.1
ГОСТ 6563-75	3.2.1
ГОСТ 6709-72	3.2.1; 3.3.1; 3.8.1; 3.10
ГОСТ 9147-80	3.2.1
ГОСТ 10555-75	3.6
ГОСТ 10671.1-74	3.4
ГОСТ 10671.7-74	3.9
ГОСТ 17319-76	3.7
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 3.3.1; 3.5.1; 3.10
ГОСТ 25794.1-83	3.5.1
ГОСТ 25794.3-83	3.3.1
ГОСТ 27025-86	3.1а

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 20.12.91 № 2021

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в мае 1986 г., декабре 1988 г., декабре 1991 г., июле 1995 г. (ИУС 8-86, 3-89, 4-92, 10-95)

Настоящий стандарт распространяется на дицианоаурат (I) калия, представляющий собой белый или слегка желтоватый кристаллический порошок, растворимый в воде, мало растворимый в спирте, нерастворимый в эфире и ацетоне. При кипячении с кислотами разлагается. Устойчив на воздухе и к действию света.

Формула: K[Au(CN)2].

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) - 288,10.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

1. Технические требования

1.1а. Дицианоаурат (I) калия должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям дицианоаурат (I) калия должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	**Норма**	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2512 0012 09	**Чистый (ч.) ОКП 26 2512 0011 10**
1. Массовая доля золота (Au), %	67 - 68,4	66 - 68,4
2. Массовая доля свободных цианидов (CN), %, не более	0,05	0,15
3. (Исключен, Изм. № 4).		
4. Массовая доля кремнекислоты (SiO2), %, не более	0,10	0,15
5. Массовая доля углекислых солей в пересчете на углекислый калий (K2CO3), %, не более	1,0	1,5

6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,015	0,02
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,02	Не нормируется
8. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,25	0,5
9. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,05	0,08
10. Растворимость в воде	Должен выдерживать испытание по п. 3.10	

Примечания:

1. Массовую долю хлоридов определяют по требованию потребителя.

2. С 01.01.89 в реактиве, предназначенном для часовой промышленности, массовая доля золота должна быть не менее 66,6% и массовая доля углекислых солей в пересчете на углекислый калий - не более 1,5% (для квалификации ч.д.а.); массовая доля золота должна быть не менее 65,5% и массовая доля углекислых солей в пересчете на углекислый калий - не более 2,0% (для квалификации ч.).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

2. Правила приемки

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

3. Методы анализа

3.1а. Общие указания по проведению испытаний - по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 22,4 г.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Определение массовой доли золота

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 0,5:100.

Тигель из платины по ГОСТ 6563.

Воронка В по ГОСТ 25336.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные вместимостью 5 или 10 см3.

Стаканчик по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-25-2, 1(3)-50-2 и 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

3.2.2. Проведение анализа

Около 2,0000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют при слабом нагревании в 5 см3 воды, помещают колбу в сосуд с холодной водой и, осторожно перемешивая, добавляют порциями 20 см3 серной кислоты. Затем накрывают колбу воронкой и нагревают на плитке до выделения золота и коагулирования его в комки. После этого колбу греют 10 мин на очень горячей плитке при обильном выделении паров и кипении серной кислоты. Колбу 5 - 7 мин выдерживают на выключенной плитке, после чего снимают с плитки и охлаждают сначала на воздухе, а затем в сосуде с холодной водой. В колбу добавляют осторожно, при перемешивании, около 100 см3 воды и отфильтровывают золото через обеззоленный фильтр "синяя лента" или через двойной обеззоленный фильтр "белая лента". После этого осадок на фильтре промывают 5 - 6 раз теплой водой. Фильтрат и первые промывные воды собирают в мерную колбу и доводят водой объем до метки. Остаток на фильтре прокаливают при 700 - 750 °С в платиновом тигле и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Фильтрат сохраняют для определения массовой доли железа и тяжелых металлов.

3.2.1, 3.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю золота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m - масса остатка, г;

m1 - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,07%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа +/- 0,04% при доверительной вероятности P = 0,95.

3.3. Определение массовой доли свободных цианидов

3.2.3, 3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3.1. Реактивы, растворы, приборы и посуда

Бюретка вместимостью 5 см3 с ценой деления 0,02 см3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации с ($AgNO_3$) = 0,02 моль/дм3 (0,02 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Электроды: серебряный и хлорсеребряный.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, раствор с массовой долей 3%.

Мешалка электромагнитная.

Стакан В-1(2)-150 по ГОСТ 25336.

Стаканчик по ГОСТ 25336.

Часы песочные.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.3.2. Проведете анализа

Около 1,0000 г препарата растворяют в стакане в 70 см3 дистиллированной воды. После растворения навески в стакан погружают электроды так, чтобы 1/3 их была в растворе. Стакан ставят на электромагнитную мешалку и титруют потенциометрически раствором азотнокислого серебра в интервале от минус 400 до 0 мВ из микробюретки по 0,02 см3 до скачка потенциала (в присутствии свободных цианидов наблюдается резкий скачок потенциала).

3.3.3. Обработка результатов

Массовую долю свободных цианидов (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,001041 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,02 моль/дм3, израсходованный на титрование свободных цианидов, см3;

0,001041 - масса цианидов, соответствующая 1 см3 раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,02 моль/дм3, г/см3;

m - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа +/- 15% при доверительной вероятности P = 0,95.

3.3.2, 3.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.3.1, 3.3.3.2. (Исключены, Изм. № 4).

3.4. Определение массовой доли кремнекислоты

Определение проводят по ГОСТ 10671.1 по окраске молибденовой сини (способ 1).

При этом 0,50 г препарата помещают в никелевый или корундовый тигель и тщательно перемешивают с 5 г углекислого калия - углекислого натрия (ГОСТ 4332), затем прибавляют еще 2,5 г углекислого калия - углекислого натрия.

Сплавление ведут в муфельной печи при 800 °С в течение 1 ч.

Плав выщелачивают горячей водой и сразу же фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты (ГОСТ 4461), разбавленной 1:100 в мерную колбу вместимостью 100 см3. Осадок на фильтре промывают два-три раза 50 - 70 см3 горячей воды, раствор охлаждают до комнатной температуры, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают - раствор А.

4 см3 раствора А (соответствуют 0,02 г препарата) помещают градуированной пипеткой вместимостью 5 см3 в мерную колбу вместимостью 50 см3, нейтрализуют раствором серной кислоты с массовой долей 20% в присутствии 1 - 2 капель раствора n-нитрофенола, доводят объем до 20 см3 и далее определение проводят по ГОСТ 10671.1.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса кремнекислоты не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,020 мг;

для препарата чистый - 0,030 мг.

Одновременно с анализируемым препаратом проводят контрольный опыт в тех же условиях на содержание примеси кремнекислоты в применяемом количестве углекислого калия - углекислого натрия.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа +/- 15% для продукта чистый для анализа и +/- 10% для продукта чистый при доверительной вероятности P = 0,95.

Раствор А сохраняют для определения массовой доли хлоридов по п. 3.9.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.5. Определение массовой доли углекислых солей в пересчете на углекислый калий (K_2CO_3)

3.5.1. Реактивы, растворы и посуда

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10%.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации с (HCl) = 0,1 моль/дм3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20% и раствор молярной концентрации с (NaOH) = 0,1 моль/дм3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Бюретки вместимостью 5 или 10 см3 с ценой деления 0,02 см3 и вместимостью 50 см3 с ценой деления 0,1 см3.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные вместимостью 5 или 10 см3.

Стаканчик по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.5.2. Проведете анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 30 см3 воды, нагревают до кипения и прибавляют 5 см3 раствора хлористого бария. Раствор оставляют стоять 1 ч, предохраняя его от углекислоты воздуха (колбу закрывают пробкой с изогнутой и расширенной трубкой, наполненной раствором гидроокиси натрия с массовой долей 20%). Затем осадок отфильтровывают и промывают холодной водой. Фильтр с осадком помещают в коническую колбу, прибавляют из бюретки 30 см3 раствора соляной кислоты, нагревают до растворения осадка и титруют избыточную кислоту раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора метилового оранжевого до перехода красной окраски в желтую.

Массовую долю углекислых солей в пересчете на углекислый калий (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(30 - V) \cdot 0,00691 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм3, израсходованный на титрование избыточного объема соляной кислоты, см3;

m - масса навески препарата, г;

0,00691 - масса углекислого калия, соответствующая 1 см3 раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/дм3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа +/- 5% при доверительной вероятности P = 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом. При этом 5 см3 фильтрата, полученного по п. 3.2.2 (соответствуют 0,1 г препарата), помещают в мерную колбу, прибавляют 15 см3 дистиллированной воды, нейтрализуют раствором аммиака в присутствии лакмусовой бумаги до слабокислой реакции и далее определение проводят по ГОСТ 10555, при этом в контрольный раствор прибавляют 2,2 см3 серной кислоты (ГОСТ 4204), разбавленной 0,5:100, и объем раствора аммиака, израсходованный на нейтрализацию.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,015 мг;

для препарата чистый - 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа +/- 10% при доверительной вероятности P = 0,95.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319тиоацетамидным методом. При этом 25 см3 фильтрата, полученного по п. 3.2.2 (соответствуют 0,5 г препарата), помещают цилиндром в мерную колбу вместимостью 100 см3, нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760) с массовой долей 25% до нейтральной реакции в присутствии лакмусовой бумаги, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 10 см3 полученного раствора (соответствует 0,05 г препарата), отмеренного пипеткой, помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см3 воды и далее определение проводят по ГОСТ 17319фотометрически.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать 0,010 мг для препарата чистый для анализа.

Допускается проводить определение визуально-колориметрически.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.8. Определение массовой доли натрия

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.8.1. Приборы, реактивы и растворы

Фотометр пламенный типа ПФМ или любого другого типа, а также спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная вместимостью 10 см3.

Цилиндр 1(3)-25-2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или деминерализованная.

Раствор, содержащий Na, готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см3Na (раствор А).

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.8.2. Подготовка анализируемой пробы

0,1000 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

3.8.3. Приготовление растворов сравнения

Для приготовления растворов сравнения в пять мерных колб помещают по 20 см3 воды и объемы раствора А, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	**Объем раствора А, см3**	**Масса Na в 100 см3 раствора сравнения, мг**	**Массовая доля Na в пересчете на препарат, %**
1	1	0,1	0,1

2	2	0,2	0,2
3	3	0,3	0,3
4	5	0,5	0,5
5	7	0,7	0,7

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.2, 3.8.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.8.4. Проведение анализа

Подготовку прибора к анализу производят по приложенной к нему инструкции. После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемого раствора и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли определяемой примеси натрия. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли примеси натрия, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого измерения распыляют воду.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.8.5. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси натрия в пересчете на препарат в процентах - на оси абсцисс.

Массовую долю натрия в препарате в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 11%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа +/- 10% при доверительной вероятности Р = 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом. При этом 10 см3 раствора А, приготовленного по п. 3.4 (соответствуют 0,05 г препарата), цилиндром вместимостью 10 см3 помещают в коническую колбу вместимостью 50 см3 (с меткой на 20 см3) и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7 (способ 1).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг;

для препарата чистый - 0,040 мг.

В результат определения вносят поправку на массу примеси хлоридов в применяемом количестве углекислого калия - углекислого натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.10. Определение растворимости в воде

1,00 г препарата помещают в пробирку (П4-5-14/23 ХС по ГОСТ 25336), растворяют в 20 см3 дистиллированной воды (ГОСТ 6709). Раствор должен быть прозрачным, допускается слабая опалесценция.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2-4 и 2-9.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Группы фасовки: III, IV, V, VI.

Для герметизации укупорки крышки банок обертывают пергаментом, перевязывают ниткой, конец которой скрепляют на крышке свинцовой пломбой.

4.2. Препарат транспортируют ценными почтовыми посылками.

4.3. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях, в сейфе.

5. Гарантии изготовителя

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие дицианоаурата (I) калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - три года со дня изготовления.

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

6. Требования безопасности

6.1. Дицианоаурат (I) калия при длительном воздействии на кожу вызывает дерматит и экзему.

6.2. При работе с дицианоауратом (I) калия необходимо пользоваться респиратором типа Ф-46 Ш-1 (лепесток), резиновыми перчатками и спецодеждой.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

6.3. На рабочем месте необходимо иметь средства пожаротушения: огнетушитель марки СУ, асбестовое полотно, песок.

6.4. Работать необходимо в вытяжном шкафу при постоянно действующей приточно-вытяжной вентиляции.

© Материал из ЮСС «Система Юрист»
https://1jur.ru
Дата копирования: 05.03.2026