



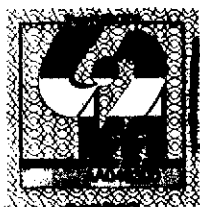
2829.3—94

ГОССТАНДАРТ УКРАИНЫ

ПОМ И ОТХОДЫ  
ЦЕЛЮЩЕННЫХ  
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения платины

*Методы определения*



ГОССТАНДАРТ УКРАИНЫ

Київ

## ПРЕДИСЛОВИЕ

**1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ)

**2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** приказом Госстандарта Украины № 260 от 31 октября 1994 г.

**3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**4 РАЗРАБОТЧИКИ:** А. М. Апанасенко, канд. техн. наук; В. Г. Левцкий, канд. техн. наук; Л. А. Малыгина; Л. И. Нетименко; Л. Г. Скрыбина, канд. техн. наук (руководитель разработки)

---

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Украины

## СОДЕРЖАНИЕ

	с.
<b>1 Область применения</b> . . . . .	<b>1</b>
<b>2 Нормативные ссылки</b> . . . . .	<b>1</b>
<b>3 Общие требования</b> . . . . .	<b>3</b>
<b>4 Фотометрический метод</b> . . . . .	<b>4</b>
4.1 Сущность метода . . . . .	4
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . .	4
4.3 Подготовка проб . . . . .	5
4.4 Проведение анализа . . . . .	5
4.5 Обработка результатов . . . . .	6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

---

ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения платины

БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Методи визначення платини

SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS

Methods for determination of platinum

---

Дата введення 1996—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лом и отходы драгоценных металлов и сплавов и устанавливает методы анализа лома изделий из платины и методы определения платины в пробах лома изделий из ее сплавов, золота, палладия, серебра, рутения, осмия, иридия и их сплавов, а также фотометрический метод определения платины в пробах отработанного алюминиевого катализатора и катодного шлама (при массовой доле от 0,1 % до 0,5 %).

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты и технические условия:

ДСТУ 2829.0—94 Лом и отходы драгоценных металлов и сплавов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 12273.0—76 Иридий. Метод спектрального анализа

- ГОСТ 12224.1—78 Осмий. Химико-спектральный метод анализа
- ГОСТ 12225—80 Палладий. Методы анализа
- ГОСТ 12226—80 Платина. Методы анализа
- ГОСТ 12228.1—78 Рутений. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12550.2—82 Сплавы палладиево-иридиевые. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12551.1—82 Сплавы платино-медные. Метод определения меди
- ГОСТ 12551.2—82 Сплавы платино-медные. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12552.1—77 Сплавы платино-никелевые. Метод определения никеля
- ГОСТ 12552.2—77 Сплавы платино-никелевые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12553.1—77 Сплавы платино-палладиевые. Метод определения палладия
- ГОСТ 12553.2—77 Сплавы платино-палладиевые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12554.1—83 Сплавы платино-рутениевые. Метод определения рутения
- ГОСТ 12554.2—83 Сплавы платино-рутениевые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12555.1—83 Сплавы серебряно-платиновые. Метод определения серебра
- ГОСТ 12555.2—83 Сплавы серебряно-платиновые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12556.1—82 Сплавы платино-родиевые. Метод определения родия
- ГОСТ 12556.2—82 Сплавы платино-родиевые. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12558.2—78 Сплавы палладиево-серебряные. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12559.1—82 Сплавы платино-иридиевые. Метод определения иридия

ГОСТ 12559.2—82 Сплавы платино-иридиевые. Методы спектрального анализа

ГОСТ 12560.2—78 Сплавы палладиево-серебряно-кобальтовые. Метод спектрального анализа

ГОСТ 12561.2—78 Сплавы палладиево-серебряно-медные. Метод спектрального анализа

ГОСТ 12562.1—82 Сплавы золото-платиновые. Метод определения золота

ГОСТ 12562.2—82 Сплавы золото-платиновые. Методы спектрального анализа

ГОСТ 12563.2—83 Сплавы золото-палладиевые. Метод спектрального анализа

ГОСТ 12564.1—83 Сплавы золото-палладиево-платиновые. Метод определения золота, палладия

ГОСТ 14837--79 Платина в порошке. Технические условия

ГОСТ 27973.1—88 Золото. Методы атомно-эмиссионного определения примесей

ГОСТ 27973.2—88 Золото. Метод атомно-эмиссионного анализа с индукционной плазмой

ГОСТ 27973.3—88 Золото. Метод атомно-абсорбционного анализа

ГОСТ 28353.1—89 Серебро. Метод атомно-эмиссионного анализа

ГОСТ 28353.2—89 Серебро. Метод атомно-эмиссионного анализа с индукционной плазмой

ГОСТ 28353.3—89 Серебро. Метод атомно-абсорбционного анализа

ТУ 6-09-5393—88 Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое)

### 3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ДСТУ 2829.0.

3.2 Анализ проб лома изделий из платины проводят по ГОСТ 12226, из платино-иридиевых сплавов — по ГОСТ 12559.1 — ГОСТ 12559.2, из платино-родиевых сплавов — по ГОСТ 12556.1 — ГОСТ 12556.2, из платино-рутениевых сплавов — по ГОСТ 12554.1 — ГОСТ 12554.2, из платино-медных сплавов — по ГОСТ 12551.1 — ГОСТ 12551.2, из платино-никельных сплавов — по ГОСТ 12552.1 — ГОСТ 12552.2, из платино-палладиевых сплавов — по ГОСТ 12553.1 — ГОСТ 12553.2,

из золото-платиновых сплавов — по ГОСТ 12562.1 — ГОСТ 12562.2, из серебряно-платиновых сплавов — по ГОСТ 12555.1 — ГОСТ 12555.2,

3.3 Содержание платины в пробах лома изделий из золото-палладиево-платиновых сплавов определяют по ГОСТ 12564.1, из золота — по ГОСТ 27973.1 — ГОСТ 27973.3, из золото-палладиевых сплавов — по ГОСТ 12563.2, из палладия — по ГОСТ 12225, из палладиево-серебряно-кобальтовых сплавов — по ГОСТ 12560.2, из палладиево-серебряно-медных сплавов — по ГОСТ 12561.2, из палладиево-серебряных сплавов — по ГОСТ 12558.2, из серебра — по ГОСТ 28353.1 — ГОСТ 28353.3, из рутения — по ГОСТ 12228.1, из осмия — по ГОСТ 12224.1, из палладиево-иридиевых сплавов — по ГОСТ 12550.2, из иридия — по ГОСТ 12223.0.

#### 4 Фотометрический метод

##### 4.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения платины с хлоридом олова.

Влияние палладия устраняют хлоридом аммония.

##### 4.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- кислота соляная — по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:5, 1:20 и раствор 3,5 моль/дм<sup>3</sup>;
- кислота азотная — по ГОСТ 4461;
- смесь кислот: азотную и соляную кислоты смешивают в отношении 1:3;
- олова хлорид 2-водный — по ТУ 6-09-5393, раствор: 24 г хлорида олова растворяют в растворе соляной кислоты (3,5 моль/дм<sup>3</sup>), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают;
- аммония хлорид — по ГОСТ 3773, раствор: 200 г хлорида аммония растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают;
- платина в порошке — по ГОСТ 14837;
- стандартные растворы платины:
- раствор А: 0,1 г платины растворяют в 10 см<sup>3</sup> смеси кислот, упаривают до влажных солей, дважды обрабатывают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты до полного удаления оксидов азота. Охлаждают, растворяют

в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:5, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г платины;

— раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной 1:5 и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г платины.

### 4.3 Подготовка пробы

4.3.1 Пробу катализатора тщательно измельчают в агатовой ступке. Помещают в стеклоуглеродный тигель и прокаливают 2 часа при температуре 650 °С для удаления органических примесей. Охлаждают в эксикаторе.

### 4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой 2,5 г, подготовленную по 4.3.1, или катодного шлама помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> смеси кислот, 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и подогревают на песчаной бане до полного разложения пробы. Затем раствор упаривают до объема 5 — 10 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и упаривают до влажных солей. Повторяют указанную обработку до полного удаления оксидов азота. Охлаждают, остаток растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:20. Фильтруют через фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, промывают фильтр 50 см<sup>3</sup> этой ж кислоты, присоединяя промывные воды к фильтрату в колбе, к фильтрату прибавляют 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

4.4.2 В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> пробы, добавляют 3 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 12,5 см<sup>3</sup> хлорида аммония, 10 см<sup>3</sup> хлорида олова. Раствор разбавляют до метки водой, перемешивают и оставляют на 10 минут.

4.4.3 Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. Во все колбы прибавляют 5,0; 4,8; 4,6; 4,4; 4,2; 4,0 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 12,5 см<sup>3</sup> хлорида аммония, 10 см<sup>3</sup> хлорида олова, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор, в который не добавлен стандартный раствор платины, служит раствором сравнения.



4.4.4 Через 10 минут измеряют оптическую плотность раствора пробы и растворов для построения градуировочного графика при длине волны 403 нм.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям платины строят градуировочный график в координатах «значение оптической плотности — масса платины, г».

Содержание платины в пробе находят по градуировочному графику.

#### 4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю платины ( $x$ ) в процентах рассчитывают по формуле

$$x = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m_1$  — масса платины, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m$  — масса навески в аликвотной части раствора, г.

4.5.2 Расхождение результатов параллельных определений не должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,99) значение, равное 0,04 %.

4.5.3 Расхождение результатов анализа одной и той же пробы не должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,99) значение, равное 0,05 %.

Ключевые слова: лом и отходы драгоценных металлов и сплавов, платина, фотометрический метод, алюминиевый катализатор, катодный шлак

---