



2329.7--94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

**ЛОМ И ОТХОДЫ  
ДРАГОЦЕННЫХ  
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

**Методы определения осмия**

*Издание официальное*



**ГОС СТАНДАРТ УКРАИНЫ**  
Киев

## 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. Левицкий, 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.
1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Общие требования . . . . .	2
4 Фотометрический метод . . . . .	2
4.1 Сущность метода . . . . .	2
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . .	2
4.3 Проведение анализа . . . . .	3
4.4 Обработка результатов . . . . .	4

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

---

ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения осмия

БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Методи визначення осмію

SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS

Methods for determination of osmium

---

Дата введения 1996—01—01

### 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лом и отходы драгоценных металлов и сплавов и устанавливает методы анализа пробы лома изделий из осмия и метод определения содержания осмия в пробах лома иридия, а также фотометрический метод определения осмия в пробах никелево-медных концентратов и обогащенных шламов (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 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроксид. Технические условия  
ГОСТ 12223.0—76 Иридий. Метод спектрального анализа  
ГОСТ 12224.1—78 Осмий. Химико-спектральный метод анализа  
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия  
ТУ 6-09-2706—79 Реактивы Натрия перекись

### 3 Общие требования

- 3.1 Общие требования к методам анализа — по ДСТУ 2829.0.  
3.2 Анализ проб лома осмия проводят по ГОСТ 12224.1.  
3.3 Содержание осмия в пробах лома иридия определяют по ГОСТ 12223.0.

### 4 Фотометрический метод

(при массовой доле осмия от 0,1 % до 0,5 %)

#### 4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения иона осмия с 4-(2-пиридилазо)-резорцином и определении оптической плотности раствора при длине волны 535 нм.

#### 4.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

- спектрофотометр;
- кислота серная — по ГОСТ 4204, раствор 6 моль/дм<sup>3</sup>;
- кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;
- пероксид натрия — по ТУ 6-09-2706;
- натрия гидроксид — по ГОСТ 4328, раствор 0,2 моль/дм<sup>3</sup>;
- натрия тетраборат — по ГОСТ 4199, раствор: 19,1 г вещества растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды;
- боратный буферный раствор с pH 8 готовят следующим образом: к 55,9 см<sup>3</sup> раствора натрия тетрабората приливают 44,1 см<sup>3</sup> раствора (0,1 моль/дм<sup>3</sup>) соляной кислоты и перемешивают;
- этанол ректификованный — по ГОСТ 18300;
- 4-(2-пиридилазо)-резорцин (ПАР) — по нормативной документации, раствор готовят следующим образом: 0,0510 г реактива

растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки;

— тетраоксид осмия — по нормативной документации.

Стандартный раствор осмия готовят следующим образом: ампулу с тетраоксидом осмия, содержащую около 0,1 г вещества, надрезают напильником (делая несколько насечек), взвешивают, опускают в стеклянную бутылку (с притертой пробкой) вместимостью 200 см<sup>3</sup>, в которую предварительно наливают 50 см<sup>3</sup> воды. Разбивают ампулу встряхиванием бутылки и после растворения тетраоксида осмия декантируют жидкость в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, где содержится 25 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия. Хорошо промывают бутылку последовательно несколькими порциями воды, сливая промывные воды в мерную колбу и следя за тем, чтобы в нее не попали осколки стекла. После этого осколки стекла извлекают, сушат и взвешивают. Раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Массу тетраоксида осмия определяют по разности между массой ампулы с тетраоксидом осмия и массой разбитой ампулы. Массовую концентрацию (г/см<sup>3</sup>) осмия в стандартном растворе рассчитывают по формуле

$$B = \frac{(P_1 - P) \cdot K}{V}, \quad (1)$$

где  $P_1$  — масса ампулы с тетраоксидом осмия, г;

$P$  — масса разбитой ампулы, г;

$K = 0,74823$  — коэффициент пересчета тетраоксида осмия на осмий;

$V = 1000$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>.

#### 4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты и разлагают при нагревании (для отделения основы цветных металлов). Охлаждают, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и фильтруют через двойной фильтр («красная лента» и «синяя лента»), тщательно промывают осадок горячей водой. Фильтр с осадком помещают в стеклоуглеродный или корундовый тигель, озолотят при температуре (410 — 450) °С. Охлаждают, прибавляют 4 г пероксида натрия и сплавляют при температуре (500 — 550) °С. Плав выщелачивают водой, кипятят 5 минут, охлаждают и осторожно (при охлаждении) нейтрализуют раствором соляной кислоты, разбавленной 1:1 до pH приблизительно 8, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

4.3.2 В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> раствора пробы, прибавляют 5 см<sup>3</sup> этанола, 12,5 см<sup>3</sup> раствора ПАР, разбавляют до метки буферным раствором, перемешивают и оставляют на 10 минут.

4.3.3 Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора осмия, прибавляют 5 см<sup>3</sup> этанола, 12,5 см<sup>3</sup> раствора ПАР, разбавляют до метки буферным раствором, перемешивают. Раствор, в который не добавлен стандартный раствор осмия, служит раствором сравнения.

4.3.4 Через 10 минут измеряют оптическую плотность раствора пробы и растворов для построения градуировочного графика при длине волны 535 нм.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам осмия строят градуировочный график в координатах «значение оптической плотности — масса осмия, г».

Содержание осмия в пробе находят по градуировочному графику.

#### 4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю осмия ( $x$ ) в процентах рассчитывают по формуле

$$x = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

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

4.4.2 Расхождение результатов трех параллельных определений не должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,95) значение, равное 0,05 %.

4.4.3 Расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы не должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,95) значение, равное 0,07 %.

УДК 669.21/.23.48:543.2

В59

Ключевые слова: лом и отходы драгоценных металлов и сплавов, осмий, фотометрический метод

---