



2829.8—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

**ЛОМ И ОТХОДЫ
ДРАГОЦЕННЫХ
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

Методы определения иридия

Издание официальное



ГОССТАНДАРТ 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	3
4 Фотометрический метод	3
4.1 Сущность метода	3
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы	3
4.3 Проведение анализа	5
4.4 Обработка результатов	6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения иридия

БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Методи визначення іридію

SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS

Methods for determination of iridium

Дата введіння 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 иридия, методы определения содержания иридия в пробах лома изделий из платины, палладия, рутения, осмия и их сплавов, а также фотометрический метод определения иридия в пробах иридиево-никелевых, иридиево-железо-никелевых, иридиево-железо-кобальтовых сплавов (при массовой доле иридия от 5 % до 25 %).

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 10455—80 1,4-Диоксан. Технические условия
- ГОСТ 12223.0—76 Иридий. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12223.1—76 Иридий. Гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании
- 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 12551.2—82 Сплавы платино-медные. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12552.2—77 Сплавы платино-никелевые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12553.2—77 Сплавы платино-палладиевые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12554.2—83 Сплавы платино-рутениевые. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12555.2—83 Сплавы серебряно-платиновые. Метод спектрального анализа
- 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 12562.2—82 Сплавы золото-платиновые. Методы спектрального анализа

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

ГОСТ 12564.2—83 Сплавы золото-палладиево-платиновые. Метод спектрального анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ДСТУ 2829.0.

3.2 Анализ проб лома изделий из иридия проводят по ГОСТ 12223.0 — ГОСТ 12223.1.

3.3 Содержание иридия в пробах лома изделий из палладиево-иридиевых сплавов определяют по ГОСТ 12550.2, из платино-иридиевых сплавов — по ГОСТ 12559.1 — ГОСТ 12559.2, из платины — по ГОСТ 12226, из платино-родиевых сплавов — по ГОСТ 12556.2, из платино-рутениевых сплавов — по ГОСТ 12554.2, из платино-медных сплавов — по ГОСТ 12551.2, из платино-никелевых сплавов — по ГОСТ 12552.2, из платино-палладиевых сплавов — по ГОСТ 12553.2, из золото-платиновых сплавов — по ГОСТ 12562.2, из золото-палладиевых сплавов — по ГОСТ 12563.2, из золото-палладиево-платиновых сплавов — по ГОСТ 12564.2, 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 серебряно-платиновых сплавов — по ГОСТ 12555.2, из рутения — по ГОСТ 12228.1, из осмия — по ГОСТ 12224.1.

4 Фотометрический метод

4.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения иридия с 4-(2-пиридилазо)-резорцином.

Влияние железа, кобальта, никеля, меди и цинка устраняют циклогександиаминтетрауксусной кислотой.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- стеклянный фильтр № 4;
- термостат;

- потенциометр;
 - колориметрические пробирки вместимостью 20 см³ с пришлифованными пробками;
 - кислота азотная — по ГОСТ 4461,
 - кислота уксусная — по ГОСТ 61, разбавленная 1:1;
 - кислота соляная — по ГОСТ 3118 и растворы 0,5 моль/дм³, 1 моль/дм³ и 0,05 моль/дм³;
 - смесь кислот готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты;
 - натрия гидроксид — по ГОСТ 4328, раствор 1 моль/дм³;
 - натрия ацетат — по ГОСТ 199, раствор 4 моль/дм³,
 - циклогексантиаминтетрауксусная кислота (ЦДТА) — по нормативной документации, раствор готовят следующим образом: 3,64 г ЦДТА растворяют в воде, добавляют несколько капель раствора гидроксида натрия, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят водой до метки,
 - 4-(2-пиридилазо)-резорцин (ПАР) — по нормативной документации, раствор готовят следующим образом: 0,255 г реактива растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой,
 - диоксан — по ГОСТ 10455,
 - диантипирилпропилметан — по нормативной документации, растворы
 - раствор 1 2 г диантипирилпропилметана растворяют в растворе уксусной кислоты. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки раствором уксусной кислоты,
 - раствор 2 0,1 г вещества растворяют в растворе соляной кислоты (0,5 моль/дм³). Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки раствором соляной кислоты той же концентрации,
 - калий гексахлорридат — по нормативной документации
- Стандартные растворы иридия
- раствор А 2,5136 г гексахлорридата калия помещают в стакан вместимостью 200 см³, растворяют в 40 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают 1 см³ раствора А содержит 0,001 г иридия

Его содержание контролируют гравиметрически следующим образом:

50 см³ раствора А помещают в стакан вместимостью 250 см³, медленно при перемешивании добавляют раствор диантипирилпропилметана (раствор 1) до прекращения образования осадка. Добавляют его избыток 1 см³. Осадок отстаивают 2 — 3 часа, а затем отфильтровывают через стеклянный фильтр № 4, промывают 4 — 5 раз раствором диантипирилпропилметана (раствор 2), высушивают до постоянной массы при 110 °С и взвешивают.

Массовую долю иридия (x) в граммах рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \cdot K}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля, г;

$K = 0,1523$ — коэффициент пересчета на иридий;

m — масса навески пробы, содержащейся в аликвотной части, г;

— раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки раствором (0,05 моль/дм³) соляной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г иридия.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют в 10 см³ смеси кислот при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей, растворяют соли в растворе (0,05 моль/дм³) соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

4.3.2 2 см³ раствора пробы помещают в пробирку вместимостью 20 см³, добавляют 2,5 см³ раствора ЦДТА, 0,5 см³ раствора ацетата натрия, 0,5 см³ раствора ПАР. Смесь разбавляют водой до 10 см³ и устанавливают pH раствора (раствором ацетата натрия) в пределах 4,9 — 5,1. Пробирку закрывают и 2 часа нагревают в термостате при температуре (98 ± 1) °С. Охлаждают, прибавляют 10 см³ диоксиана и измеряют оптическую плотность относительно раствора диоксиана при длине волны 510 — 550 нм.

4.3.3 Для построения градуировочного графика в пять пробирок вместимостью по 20 см³ вводят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного

раствора Б, добавляют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ раствора ЦДТА, а далее ведут анализ, как указано в 4.3.2.

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

Содержание иридия в пробах находят по градуировочному графику.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю иридия (x) в процентах рассчитывают по формуле

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

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

4.4.2 Расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа одной и той же пробы не должны превышать допускаемых (доверительная вероятность 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля иридия				Абсолютное допустимое расхождение	
				результатов параллельных определений	результатов анализа
От	5	до 15	включ.	0,4	0,5
Св.	15	« 25	«	0,5	0,7

УДК 669.21/.23.48:543.2

В59

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