



2829.6—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

**ЛОМ И ОТХОДЫ
ДРАГОЦЕННЫХ
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

Методы определения палладия

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. С. Алимасова, канд. хим. наук; А. М. Апанасенко, канд. техн. наук; Л. А. Костринская; 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 Атомно-абсорбционный метод	4
4.1 Сущность метода	4
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы	4
4.3 Подготовка пробы	4
4.4 Проведения анализа	5
4.5 Обработка результатов	5
5 Гравиметрический метод	6
5.1 Сущность метода	6
5.2 Аппаратура, реактивы и растворы	6
5.3 Подготовка пробы	6
5.4 Проведения анализа	7
5.5 Обработка результатов	8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения палладия

БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Методи визначення паладію

SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS

Methods for determination of palladium

Дата введення 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 палладия и его сплавов, методы определения палладия в пробах лома изделий из золота, серебра, иридия, платины, рутения и их сплавов, а также атомно-абсорбционный метод определения палладия (при массовой доле от 0,1 % до 0,5 %) в пробах отработанного алюмопалладиевого катализатора и гравиметрический метод определения палладия (при массовой доле от 50 % до 80 %) в пробах металлических отходов гальванического производства палладирования (бракованных деталей, отходов от подвесных приспособлений) и отходов в виде шлама от фильтрации электролита палладирования.

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 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

- ГОСТ 1012—72 Бензины авиационные. Технические условия
- ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3652—69 Кислота лимонная моногидрат и безводная.
Технические условия
- ГОСТ 3760—70 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4461—71 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный техни-
ческий. Технические условия
- ГОСТ 5828—77 Диметилглиоксим. Технические условия
- ГОСТ 12223.0—76 Иридий. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12225—80 Палладий. Методы анализа
- ГОСТ 12226—80 Платина. Методы анализа
- ГОСТ 12228.1—78 Рутений. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12550.1—82 Сплавы палладиево-иридиевые. Метод опре-
деления палладия
- ГОСТ 12551.2—82 Сплавы платино-медные. Методы спектраль-
ного анализа
- ГОСТ 12552.2—77 Сплавы платино-никелевые. Методы спек-
трального анализа
- ГОСТ 12553.1—77 Сплавы платино-палладиевые. Метод опре-
деления палладия
- ГОСТ 12556.2—82 Сплавы платино-родиевые. Метод спектраль-
ного анализа
- ГОСТ 12558.1—78 Сплавы палладиево-серебряные. Метод опре-
деления серебра
- ГОСТ 12558.2—78 Сплавы палладиево-серебряные. Метод спек-
трального анализа
- ГОСТ 12559.2—82 Сплавы платино-иридиевые. Методы спек-
трального анализа
- ГОСТ 12560.1—78 Сплавы палладиево-серебряно-кобальтовые.
Метод определения кобальта и серебра
- ГОСТ 12560.2—78 Сплавы палладиево-серебряно-кобальтовые. Ме-
тод спектрального анализа

ГОСТ 12561.1-78 Сплавы палладиево-серебряно-медные. Метод определения меди и серебра

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

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

ГОСТ 12563.2-82 Сплавы золото-палладиевые. Метод спектрального анализа

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

ГОСТ 14836-82 Палладий в порошке. Технические условия

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. 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

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ДСТУ 2829.0.

3.2 Анализ проб лома изделий из палладия проводят по ГОСТ 12225, из палладиево-серебряно-кобальтовых сплавов — по ГОСТ 12560.1 — ГОСТ 12560.2, из палладиево-серебряно-медных — по ГОСТ 12561.1 — ГОСТ 12561.2, из палладиево-серебряных сплавов — по ГОСТ 12558.1 — ГОСТ 12558.2, из золото-палладиевых сплавов — по ГОСТ 12563.2.

3.3 Содержание палладия в пробах лома изделий из палладиево-иридиевых сплавов определяют по ГОСТ 12550.1, из золото-палладиево-платиновых сплавов — по ГОСТ 12564.1, из платино-палладиевых сплавов — по ГОСТ 12553.1, из иридия — по ГОСТ 12223.0, из платины — по ГОСТ 12226, из золото-платиновых сплавов — по

ГОСТ 12562.2, из платино-никелевых сплавов — по ГОСТ 12552.2, из платино-медных сплавов — по ГОСТ 12551.2, из платино-рутениевых сплавов — по ГОСТ 12554.2, из платино-родиевых сплавов — по ГОСТ 12556.2, из платино-иридиевых сплавов — по ГОСТ 12559.2, из рутения — по ГОСТ 12228.1, из золота — по ГОСТ 27973.1 — ГОСТ 27973.3, из серебра — по ГОСТ 28353.1 — ГОСТ 28353.3.

4 Атомно-абсорбционный метод

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и измерении атомной абсорбции палладия в пламени ацетилен—воздух при длине волны 247,6 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

— спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для палладия;

— ступка агатовая;

— ацетилен — по ГОСТ 5457;

— кислота соляная — по ГОСТ 3118 и растворы 1 моль/дм³ и 1:1;

— кислота азотная — по ГОСТ 4461;

— смесь кислот: азотную и соляную кислоты смешивают в отношении 1:3;

— натрия карбонат — по ГОСТ 83;

— палладий в порошке — по ГОСТ 14836;

— стандартный раствор палладия: 0,1 г палладия растворяют в 5 см³ смеси кислот, упаривают до влажных солей, дважды обрабатывают 5 см³ соляной кислоты до полного удаления оксидов азота. Охлаждают, приливают 20 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 содержит 0,001 г палладия.

4.3 Подготовка пробы

Пробу катализатора тщательно измельчают в агатовой ступке. Тонко измельченный отработанный катализатор сушат при температуре 104 °С 3 — 4 часа до постоянной массы для удаления влаги. Затем пробу помещают в фарфоровый тигель и прокаляют в муфельной печи при 500 °С в течение 4 — 5 часов до постоянной

массы для удаления органических примесей. Перед взвешиванием пробу охлаждают в эксикаторе.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. Навеску пробы, подготовленной в соответствии с 4.3, массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом и кипятят 5 - 10 минут до удаления углекислого газа. Затем добавляют 10 см³ смеси кислот и вновь нагревают в течение 20 - 30 минут. Охлаждают, смывают часовое стекло раствором соляной кислоты (1 моль/дм³) и фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см³. Смывают стенки стакана и промывают осадок горячим раствором соляной кислоты (1 моль/дм³), собирая промывные воды в ту же мерную колбу, охлаждают, доливают до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

4.4.2. Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью по 100 см³ помещают навески карбоната натрия массой 0,075 г, добавляют 0, 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора палладия. Вносят 5 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и проводят через все стадии анализа, как описано в 4.4.1.

Раствор, в который не введен палладий, служит раствором контрольного опыта.

4.4.3. Растворы пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию палладия при длине волны 247,6 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям палладия в растворах, подготовленных в соответствии с 4.4.2, строят градуировочный график в координатах «значение атомной абсорбции - массовая концентрация палладия, г/см³».

Массовую концентрацию палладия в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю палладия (x) в процентах рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где c_1 - массовая концентрация палладия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — массовая концентрация палладия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

$V = 100$ — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

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

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

5 Гравиметрический метод

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и осаждении палладия диметилглиоксимом и измерении массы оксида палладия, образованного в результате прокаливании диметилглиоксимата палладия.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

- рН-метр;
- агатовая ступка;
- кислота соляная — по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1;
- кислота азотная — по ГОСТ 4461;
- смесь кислот: азотную и соляную кислоты смешать в отношении 1:3;
- кислота лимонная — по ГОСТ 3652;
- аммиак водный — по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;
- этанол — по ГОСТ 18300;
- диметилглиоксим — по ГОСТ 5828, спиртовый раствор 10 г/дм³: 1 г диметилглиоксима растворяют в 100 см³ этанола;
- бензин авиационный Б-70 — по ГОСТ 1012;
- спирто-бензиновая смесь: этанол и бензин смешивают в отношении 1:1;
- серебра нитрат — по ГОСТ 1277, раствор 25 г/дм³.

5.3 Подготовка пробы

Отобранные на анализ бракованные детали, лом по возможности измельчают ножницами, промывают спирто-бензиновой смесью.

Пробу в виде шлама тщательно измельчают в агатовой ступке и сушат 3 — 4 часа в сушильном шкафу при температуре 104 °С (до постоянной массы), охлаждают в эксикаторе.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ смеси кислот и растворяют на холоду, а затем при нагревании. Полученный раствор упаривают до влажных солей, добавляют 2 см³ соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Повторяют указанную обработку 2 — 3 раза до полного удаления оксидов азота.

Осадок растворяют в 100 см³ горячей воды, добавляют 2 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 200 см³, фильтр промывают 5 — 6 раз горячей водой. Доводят водой до метки и перемешивают.

Отбирают 20 см³ разбавленного раствора, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 40 см³ воды, 5 см³ азотной кислоты и нагревают до осветления раствора. В горячий раствор добавляют 2 — 3 г лимонной кислоты, перемешивают, охлаждают. К охлажденному раствору добавляют аммиак до pH 6,2 и соляную кислоту до pH 4,4. Раствор нагревают до температуры 60 — 70 °С, приливают 20 см³ раствора диметилглиоксима и 50 — 60 см³ воды. Нагревают 3 — 5 минут и дают осадку отстояться в темном месте в течение 2 часов.

Проверяют полноту осаждения введением в отстоявшуюся пробу нескольких капель раствора диметилглиоксима. Если осадок больше не образуется, то осаждение проведено полностью. Если осаждение проведено не полностью, то прибавляют еще 5 см³ раствора диметилглиоксима, 20 см³ воды, нагревают 3 — 5 минут и дают осадку отстояться в темном месте в течение 2 часов.

Отфильтровывают желтый осадок диметилглиоксимата палладия через фильтр «синяя лента», тщательно очищают стакан фильтровальной бумагой и промывают осадок 5 — 6 раз горячей водой до отрицательной реакции на ионы хлора (проба с нитратом серебра).

Фильтр с осадком переносят в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, сушат, осторожно озоляют и прокаливают в муфельной печи при температуре 700 °С в течение 1 часа.

Тигель с осадком оксида палладия охлаждают в эксикаторе, взвешивают.

Параллельно проводят контрольный опыт.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю палладия (x) в процентах рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(m - m_1) \cdot 0,8693 \cdot 200}{M \cdot 20} \cdot 100, \quad (2)$$

где m — масса полученного осадка оксида палладия, г;

m_1 — масса осадка контрольного опыта, г;

M — масса навески пробы, г;

0,8693 — коэффициент пересчета оксида палладия на палладий металлический.

5.5.2 Расхождение результатов трех параллельных определений не должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,95) значение, равное 1 %.

5.5.3 Расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы не должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,95) значение, равное 1,6 %.

УДК 669.71/.23.48:543.2

Ключевые слова: лом и отходы драгоценных металлов и сплавов, плавильный, атомно-абсорбционный метод, гравиметрический метод
