



2829.4—94

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ**

---

**ЛОМ И ОТХОДЫ  
ДРАГОЦЕННЫХ  
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

**Методы определения рутения**

*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 31 октября 1994 г.

**3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**4 РАЗРАБОТЧИКИ:** А. М. Апанасенко, канд. техн. наук; Л. А. Костринская; В. Г. Левицкий, канд. техн. наук; Л. А. Малыгина; Л. Н. 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 Атомно-абсорбционный метод . . . . .	2
4.1 Сущность метода . . . . .	2
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . .	3
4.3 Подготовка пробы к анализу . . . . .	4
4.4 Проведение анализа . . . . .	4
4.5 Обработка результатов . . . . .	5

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ**

---

**ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

**Методы определения рутения**

**БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ**

**Методи визначення рутенію**

**SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS**

**Methods for determination of ruthenium**

---

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 рутения, методы определения рутения в пробах лома изделий из палладия, иридия, платины и их сплавов, а также атомно-абсорбционный метод определения рутения в пробах отходов рутений-алюминиевых и рутений-железных катализаторов (при массовой доле от 4 % до 40 %).

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 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

- ГОСТ 10929—76 Е Водорода пероксид. Технические условия  
ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки  
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 12228.2—78 Рутений. Метод определения летучих примесей
- ГОСТ 12554.1—83 Сплавы платино-рутениевые. Метод определения рутения
- ГОСТ 12556.2—82 Сплавы платино-родисвые. Методы спектрального анализа
- ТУ 6-09-2706—79 Реактивы. Натрия перекись
- ТУ 6-09-2227—81 Железо металлическое восстановленное
- ТУ 6-09-4676—83 Соли азотнокислые иттрия и редкоземельных элементов х. ч., ч. (лантана, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция)

### **3 Общие требования**

- 3.1 Общие требования к методам анализа — по ДСТУ 2829.0.
- 3.2 Анализ проб лома изделий из рутения проводят по ГОСТ 12228.1 — ГОСТ 12228.2.
- 3.3 Содержание рутения в пробах лома изделий из палладия определяют по ГОСТ 12225, из иридия — по ГОСТ 12223.0, из платины — по ГОСТ 12226, из платино-рутениевых сплавов — по ГОСТ 12554.1, из платино-родисвых сплавов — по ГОСТ 12556.2.

### **4 Атомно-абсорбционный метод**

#### **4.1 Сущность метода**

Метод основан на сплавлении пробы со смесью пероксида натрия и едкого натра, выщелачивании с соляной кислотой и измерении атомной абсорбции рутения в пламени ацетилен—воздух при длине волны 349,9 нм.

Влияние алюминия и железа устраняется добавлением раствора нитрата лантана.

#### 4.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

— атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для рутения;

— ацетилен — по ГОСТ 5457;

— кислота соляная — по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, раствор 3 моль/дм<sup>3</sup>;

— кислота азотная — по ГОСТ 4461;

— водорода пероксид — по ГОСТ 10929;

— лантана нитрат — по ТУ 6-09-4676;

— лантан, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Навеску нитрата лантана массой 15,6 г растворяют в воде с добавлением 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают;

— натрия пероксид — по ТУ 6-09-2706;

— натрия гидроксид — по ГОСТ 4328;

— алюминий металлический — по ГОСТ 11069, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г алюминиевой стружки помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом, добавляют небольшими порциями 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и разлагают при нагревании, добавляя по каплям 5 см<sup>3</sup> пероксида водорода. Избыток пероксида водорода удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают;

— железо металлическое восстановленное — по ТУ 6-09-2227, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г железа помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании, добавляя по каплям 3 см<sup>3</sup> пероксида водорода. После растворения раствор кипятят в течение 3 — 5 минут до полного удаления избытка пероксида водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают;

— гидроксохлорид рутения — по нормативной документации;

— стандартные растворы рутения:

— раствор А: навеску массой 0,2220 г гидроксохлорида рутения растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (3 моль/дм<sup>3</sup>), 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 рутения;

— раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки раствором соляной кислоты (3 моль/дм<sup>3</sup>) и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00025 г рутения.

#### 4.3 Подготовка пробы к анализу

Пробу катализатора тщательно измельчают в агатовой ступке. Тонко измельченный порошок сушат 3 — 4 часа в сушильном шкафу при температуре 104 °С (до постоянной массы), охлаждают в эксикаторе.

#### 4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы, подготовленной в соответствии с 4.3, массой 0,1 г помещают в корундовый или стеклоуглеродный тигель, содержащий 0,15 г пероксида натрия, сверху пробу засыпают 0,15 г гидроксида натрия и сплавляют 40 — 50 минут при температуре (400 — 410) °С.

Плав охлаждают, выщелачивают 10 см<sup>3</sup> воды при нагревании до кипения (кипятят слабо до разложения пероксида), осторожно, по каплям добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, обмывают стенки тигля горячей дистиллированной водой. Раствор переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, обмывают стенки тигля раствором соляной кислоты (3 моль/дм<sup>3</sup>), накрывают часовым стеклом и нагревают 15 — 20 минут до получения устойчивой красно-коричневой окраски рутения (IV). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, обмывают стенки стакана раствором соляной кислоты (3 моль/дм<sup>3</sup>), доводят этим же раствором до метки и перемешивают.

4.4.2 Аликвотную часть раствора, полученного по 4.4.1, в соответствии с таблицей 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора лантана, доводят до метки раствором соляной кислоты (3 моль/дм<sup>3</sup>) и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля рутения, %				Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Масса навески в аликвотной части раствора, г
От	4	до	10	20	0,020
			включ.		
Св.	10	«	20	10	0,010

Окончание таблицы 1

Массовая доля рутения, %			Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Масса навески в аликвотной части раствора, г
Св.	20 до 40	включ.	5	0,005

4.4.3 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В. В каждую колбу добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора алюминия (при анализе отходов рутений-алюминиевых катализаторов) или 0,8 см<sup>3</sup> раствора железа (при анализе отходов рутений-железных катализаторов), 5 см<sup>3</sup> раствора лантана, доливают до метки соляной кислотой (3 моль/дм<sup>3</sup>) и перемешивают.

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

4.4.4 Растворы пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию рутения при длине волны 349,9 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям рутения в растворе, подготовленном в соответствии с 4.4.3, строят градуировочный график в координатах «значение атомной абсорбции — массовая концентрация рутения, г/см<sup>3</sup>».

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

#### 4.5 Обработка результатов

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

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

где  $c_1$  — массовая концентрация рутения в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$c_2$  — массовая концентрация рутения в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V = 100$  — объем пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

4.5.2 Расхождение результатов трех параллельных определений и результатов анализа одной и той же пробы не должны превышать



**ДСТУ 2029.4—94**

**допускаемые (доверительная вероятность 0,95) значения, приведенные в таблице 2.**

**Таблица 2**

**В процентах**

Массовая доля рутения				Абсолютное допускаемое расхождение	
				результатов параллельных определений	результатов анализа
От	4	до	10 включ.	0,6	0,8
Св.	10	«	20 «	1,3	1,7
	«	20 «	40 «	2,5	3,3

УДК 669.21/.23.48:543.2

В59

**Ключевые слова:** лом и отходы драгоценных металлов и сплавов, рутений, атомно-абсорбционный метод

---