



2829.5—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

**ЛОМ И ОТХОДЫ
ДРАГОЦЕННЫХ
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

Методы определения родия

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. Аланасенко, канд. техн. наук; В. Г. Левицкий, канд. техн. наук; Л. А. Костринская; Л. А. Малыгина; Л. И. Нетищенко; 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	4
4.1 Сущность метода	4
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы	4
4.3 Проведение анализа	4
4.4 Обработка результатов	4

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения родия

БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Методи визначення родію

SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS

Methods for determination of rhodium

Дата введения 1996—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лом и отходы драгоценных металлов и сплавов и устанавливает методы определения родия в пробах лома изделий из палладия, иридия, осмия, платины, рутения, серебра, золота и их сплавов, а также атомно-абсорбционный метод определения родия в пробах медно-никелевых шламов (при массовой доле от 0,01 % до 0,1 %).

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 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

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

4 Атомно-абсорбционный метод

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси азотной и фтористоводородной кислот, сплавлении с пероксидом натрия, выщелачивании и измерении атомной абсорбции родия в пламени ацетилен—воздух при длине волны 343,5 нм.

Определению не мешают золото, серебро, платина и палладий.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

— спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для родия;

— ацетилен — по ГОСТ 5457;

— кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 та 1:5;

— кислота азотная — по ГОСТ 4461;

— кислота фтористоводородная — по ГОСТ 10484;

— натрия пероксид — по ТУ 6-09-2706;

— бария пероксид — по нормативной документации;

— лантана нитрат — по ТУ 6-09-4676;

— лантан, раствор 60 г/дм³: 18,7 г нитрата лантана растворяют в воде с добавлением 5 см³ азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают;

— родий треххлористый 4-водный — по ТУ 6-09-2024;

— стандартные растворы родия;

— раствор А: 0,2734 г треххлористого родия растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г родия;

— раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г родия.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 1 г помещают в стеклоуглеродный тигель, добавляют 2 см³ азотной кислоты, 5 см³ фтористоводородной

кислоты и разлагают при нагревании. Раствор упаривают досуха операцию повторяют. После охлаждения добавляют 4 — 5 г пероксида натрия, помещают в муфельную печь, нагретую до 400 °С, постепенно поднимают температуру до (600 — 700)° С и выдерживают при этой температуре 20 — 30 минут. После охлаждения плав выщелачивают горячей водой, переносят в стакан вместимостью 200 см³, осторожно (при охлаждении) нейтрализуют раствором соляной кислоты (1:1), контролируя окончание реакции нейтрализации по индикаторной бумажке прибавляют 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и полученный раствор упаривают до объема 10 — 15 см³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора лантана, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

4.3.2 Одновременно с анализом пробы проводят контрольный опыт. Для этого в стеклоуглеродный тигель помещают 2 см³ азотной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и далее ведут анализ как указано в 4.3.1.

4.3.3 Для построения градуировочного графика в шесть измерных колб вместимостью по 100 см³ вводят 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 11,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см³ раствора лантана. Доводят до метки раствором соляной кислоты (1:1) и перемешивают. Раствор, в который не добавлен стандартный родий, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

4.3.4 Раствор пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетиленового воздуха и измеряют атомную абсорбцию родия при длине волны 344,8 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям родия в растворе, подготовленном в соответствии с 4.3.3, строят градуировочный график в координатах: абсорбция — массовая концентрация родия, г/см³.

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

4.4 Обработка результатов

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

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

где c_1 — массовая концентрация родия в растворе пробы, г/см³

c_2 — массовая концентрация родия в растворе контрольного опыта, г/см³;
 V — объем раствора пробы, подготовленный для измерения атомной абсорбции, см³;
 m — масса навески пробы, г.

4.4.2 Расхождение результатов трех параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (доверительная вероятность 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

В процентах

Массовая доля родия				Абсолютное допускаемое расхождение	
				результатов параллельных определений	результатов анализа
От	0,01 до	0,04	включ.	0,005	0,006
Св.	0,04 *	0,10	*	0,009	0,012

УДК 669.21/.23.48:543.2

В59

Ключевые слова: лом и отходы драгоценных металлов и сплавов, родий, атомно-абсорбционный метод, медно-никельсвый шлам
