



2829.9—94

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ**

---

**ЛОМ И ОТХОДЫ  
ДРАГОЦЕННЫХ  
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

**Метод определения серебра,  
золота, палладия и платины  
в сплавах на основе железа**

*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 . . . . .	2
4 Атомно-абсорбционный метод . . . . .	2
4.1 Сущность метода . . . . .	2
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . .	2
4.3 Проведение анализа . . . . .	3
4.4 Обработка результатов . . . . .	5

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

---

ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Метод определения серебра, золота, палладия и платины  
в сплавах на основе железа

БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Метод визначення срібла, золота, паладію і платини  
в сплавах на основі заліза

SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS

Method for determination of silver, gold, palladium and platinum  
in alloys on base of iron

---

Дата введення 1996—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения серебра (при его массовой доле от 0,005 % до 0,10 %), золота (при его массовой доле от 0,1 % до 0,2 %), палладия (при его массовой доле от 0,01 % до 0,2 %) и платины (при ее массовой доле от 0,1 % до 0,8 %) в пробах сплавов на основе железа (пылях, шлаках и шламах).

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

ГОСТ 6835—80 Золото и золотые сплавы. Марки

ГОСТ 6836—80 Серебро и серебряные сплавы. Марки

ГОСТ 14836—82 Палладий в порошке. Технические условия

ГОСТ 14837—79 Платина в порошке. Технические условия

ТУ 6-09-2227—81 Железо металлическое восстановленное

ТУ 6-09-4770—79 Соли углекислые иттрия и редкоземельных элементов ч., х. 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 Отбор и подготовку проб к анализу проводят в соответствии с нормативной документацией, регламентирующей требования к химическому составу отходов черной металлургии (пылей, шлаков и шламов).

### 4 Атомно-абсорбционный метод

#### 4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси кислот и измерении атомной абсорбции серебра, золота, платины и палладия в пламени ацетилен—воздух при длинах волн 328,1; 242,8; 265,9 и 247,6 нм соответственно, с коррекцией неселективного поглощения.

#### 4.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

— спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с корректором неселективного поглощения;

— ацетилен — по ГОСТ 5457;

— кислота азотная — по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1;

— кислота соляная — по ГОСТ 3118 и растворы 1 моль/дм<sup>3</sup>, 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и разбавленная 1:5;

— смесь кислот, состоящая из 1 объема азотной и 3 объемов соляной кислот;

— лантана карбонат б-водный — по ТУ 6-09-4770;

- железо металлическое восстановленное — по ТУ 6-09-2227;
- серебро металлическое — по ГОСТ 6836;
- золото — по ГОСТ 6835;
- палладий в порошке — по ГОСТ 14836;
- платина в порошке — по ГОСТ 14837;
- стандартный раствор серебра (раствор А):

навеску серебра массой 0,1 г растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Затем добавляют 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты и кипятят до полного растворения осадка хлорида серебра. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г серебра;

- стандартный раствор золота (раствор Б):

навеску золота массой 0,1 г растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси кислот при нагревании, раствор упаривают до объема 3 — 5 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1 моль/дм<sup>3</sup>), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г золота;

- стандартный раствор палладия (раствор В):

навеску палладия массой 0,1 г растворяют в 10 см<sup>3</sup> смеси кислот при нагревании, добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, упаривают до влажных солей, растворяют остаток в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,0001 г палладия;

- стандартный раствор платины (раствор Г):

навеску платины массой 0,2 г растворяют при нагревании в 40 см<sup>3</sup> смеси кислот, трижды упаривают до влажных солей, добавляя по 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, растворяют остаток в растворе соляной кислоты (1 моль/дм<sup>3</sup>), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и разбавляют до метки раствором соляной кислоты (1 моль/дм<sup>3</sup>).

1 см<sup>3</sup> раствора Г содержит 0,0002 г платины.

#### 4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 или 200 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> смеси кислот и нагревают до растворения. Охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью

100 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой. В случае определения массовой доли платины пробу растворяют аналогично, но перед разбавлением растворов до метки в мерные колбы вводят по 1 г карбоната лантана. Перемешивают до растворения солей и разбавляют до метки водой.

При разложении проводят контрольный опыт.

4.3.3 Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы следующим образом: в восемь стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают навески железа металлического массой по 0,1 г и растворяют при нагревании в 15 см<sup>3</sup> смеси кислот, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Добавляют стандартные растворы А, Б и В согласно таблице 1. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

Градуировочные растворы для определения платины готовят отдельно. С этой целью растворяют при нагревании навески железа металлического массой по 0,1 г в 15 см<sup>3</sup> смеси кислот, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют добавки стандартного раствора платины (раствора Г) согласно таблице 1 и вносят в каждую колбу по 1 г карбоната лантана. Перемешивают до растворения солей и разбавляют водой до метки.

Таблица 1

В сантиметрах кубических

Номер колбы	Количество исходного стандартного раствора			
	А	Б	В	Г
1	0	0	0	0
2	0,25	0,50	0,50	2,50
3	0,50	1,00	1,00	4,00
4	1,00	2,00	2,00	6,00
5	2,00	4,00	4,00	8,00
6	4,00	6,00	6,00	10,00
7	6,00	8,00	8,00	15,00
8	8,00	10,00	10,00	20,00

4.3.3 Анализируемые, градуировочные растворы и растворы контрольного опыта распыляют в пламя ацетилен—воздух и измеряют

атомную абсорбцию серебра, золота, платины и палладия при длинах волн, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В нанометрах

Определяемый элемент	Аналитическая линия
Серебро	328,1
Золото	242,8
Палладий	247,6
Платина	265,9

Используют коррекцию неселективного поглощения. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

По полученным значениям атомной абсорбции определяемых элементов и соответствующим им массовым концентрациям строят градуировочный график в координатах «значение атомной абсорбции — массовая концентрация определяемого элемента, г/см<sup>3</sup>».

Массовую концентрацию определяемого элемента в растворах пробы и контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

#### 4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю серебра, золота, палладия и платины ( $x$ ) в процентах рассчитывают по формуле

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

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

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

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

$m$  — масса навески пробы, г.

4.4.2 Расхождения результатов трех параллельных определений и результатов анализа одной и той же пробы не должны превышать допусковых (доверительная вероятность 0,95) значений, приведенных в таблице 3.



Таблица 3

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля				Абсолютное допустимое расхождение	
					результатов параллельных определений	результатов анализа
Серебро	От	0,005	до 0,01	включ.	0,0008	0,0015
	Св.	0,01	« 0,1	«	0,006	0,010
	«	0,1	« 0,2	«	0,024	0,04
Золото	От	0,01	« 0,1	«	0,007	0,015
	Св.	0,1	« 0,2	«	0,024	0,04
Палладий	От	0,01	« 0,1	«	0,006	0,010
	Св.	0,1	« 0,2	«	0,024	0,04
Платина	От	0,1	« 0,8	«	0,024	0,04

УДК 669.21/.23.48:543.2

В.59

**Ключевые слова:** лом и отходы драгоценных металлов и сплавов, отходы черной металлургии, серебро, золото, палладий, платина, атомно-абсорбционный метод

---