УДК 669.21.—23:546.59.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЗОЛОТО-ПАЛЛАДИЕВО-ПЛАТИНОВЫЕ

Метод определения золота, палладия, платины

Aurrum-palladium-platinum alloys.
Methods for the determination of aurrum, palladium, platinum

ОКП 17 5350

ГОСТ 12564.1—83

Взамен
ГОСТ 12564—67
в части разд. 2, 3, 4

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1374 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения золота, палладия и платины в золото-палладиево-платиновых сплавах (при массовой доле золота от 59,0 до 61,0 %, палладия от 29,0 до 31,0 % и платины от 9,0 до 11,0 %).

Метод основан на восстановлении золота в присутствии палладия и платины нитритом натрия, осаждении палладия в виде диметилглиоксимата из раствора нитропалладита натрия, разрушении при нагревании тиомочевинных комплексных соединений и выделении при этом осадка платины сульфидного характера.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22864—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения и образцовые по ГОСТ 24104—80.

Электропечь сопротивления лабораторная по ГОСТ 13474—79.

Аппарат Киппа для получения водорода.

Тигли фарфоровые № 4, 5 по ГОСТ 9147—80.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 500, 1000 см³.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983

Колбы мерные стеклянные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 500 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 150 см³.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82, типа В.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 6 М и разбавленная 1 : 99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 5.

Смесь кислот для растворения, состоящая из трех объемов соляной кислоты и одного объема азотной кислоты.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 7 М раствор.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, насыщенный раствор.

Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—75.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску сплава массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и растворяют при нагревании в 50 см³ смеси кислот. Раствор выпаривают примерно до 3 см³. При выпаривании раствора возможно частичное восстановление золота до металлического и выпадение его в виде мелкого осадка на дно колбы. Не отфильтровывая осадок, раствор разбавляют горячей водой до 300 см³ с добавлением 1—2 см³ соляной кислоты для полного растворения солей палладия.

Параллельно с анализом сплава проводят контрольный опыт. Для этого 50 см³ смеси кислот помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и проводят через все стадии анализа (пп. 4.1; 4.2; 4.3).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Гравиметрический метод определения содержания золота

К горячему раствору сплава осторожно приливают 100 см³ 7 М раствора азотистокислого натрия.

Раствор, сохраняя первоначальный объем, кипятят в течение 1,5—2 ч до удаления окислов азота и полной коагуляции осадка. При этом палладий и платина остаются в растворе в виде комплексных соединений, а золото и гидроокись железа переходят в осадок.

После охлаждения раствора осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента», наполненный на одну четверть бумажной пульпой, и промывают горячей водой до нейтральной реакции. Во-

ронку с осадком переносят на другую колбу и заливают горячей серной кислотой (1 : 5) для растворения гидроокиси железа. Оставшийся на фильтре осадок золота промывают горячей водой до нейтральной реакции, просушивают, складывают в тарированный фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч до полного озоления фильтра (температура не более 800 °С).

Осадок в тигле охлаждают, заливают водой с несколькими каплями азотной кислоты (для растворения натриевых солей), прогревают в течение 20—30 мин, переносят на фильтр, промывают горячей водой, просушивают, прокаливают и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы.

4.2. Гравиметрический метод определения содержания палладия

Фильтрат после отделения золота переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Для определения палладия аликвотную часть раствора 250 см³ (что соответствует массе 0,5 г сплава) переносят в коническую колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 100 см³ водного насыщенного раствора диметилглиоксима, 200 см³ горячей дистилированной воды, выдерживают при комнатной температуре в течение 1 ч для полной коагуляции осадка и фильтруют через фильтр «красная лента».

Осадок глиоксимата палладия отфильтровывают, промывают 100 см³ соляной кислоты (1 : 99), затем горячей водой до нейтральной реакции (температура воды не должна быть выше 85 °С). Фильтр с осадком помещают в тарированный фарфоровый тигель, подсушивают при комнатной температуре и прокаливают в муфельной печи при постепенном повышении температуры до 400 °С.

Прокаленный осадок восстанавливают в течение 5—10 мин при 900—1000 °С в токе водорода, охлаждают и взвешивают.

4.3. Гравиметрический метод определения содержания платины

Нитритный раствор после отделения палладия выпаривают до сухих солей, приливают к нему небольшими порциями концентрированную соляную кислоту до прекращения выделения окислов азота и кипятят до изменения цвета в ярко-оранжевый, характерный для хлоридов четырехвалентной платины.

Раствор хлорида платины обрабатывают 5 г металлического цинка и 100 см³ соляной кислоты при нагревании. Платина при этом восстанавливается до металлической, раствор обесцвечивается. Платиновую чернь отфильтровывают через фильтр «белая лента», промывают горячей водой, подкисленной соляной кислотой, просушивают и прокаливают при 900 °С.

Прокаленную платиновую губку переносят из тигля в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют в 10 см³ смеси кислот. Раствор

выпаривают примерно до 5 см³, разбавляют 10 см³ воды и добавляют 50 см³ концентрированной серной кислоты.

Раствор выпаривают до выделения белых паров серного ангидрида, охлаждают, разбавляют водой до объема 50 см³, добавляют 2—3 г тиомочевины в кристаллах и нагревают сернокислый раствор до 210 °С.

При этом окрашенные растворимые тиомочевинные комплексные соединения платины разрушаются и выделяются осадки сульфидного характера.

Раствор с осадком охлаждают, разбавляют водой и фильтруют. Осадок хорошо промывают водой, высушивают в тарированном фарфоровом тигле, сжигают при хорошем доступе воздуха, прокаливают и взвешивают.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю золота (палладия, платины) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m - m_1}{m_2} \cdot 100,$$

где m — масса осадка золота (палладия, платины), г;

m_1 — масса осадка контрольного опыта, г;

m_2 — масса навески сплава, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов наибольшего и наименьшего параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать при определении золота и платины 0,25 %, при определении палладия 0,30 %.

Изменение № 1 ГОСТ 12564.1—83 Сплавы золото-палладиево-платиновые. Метод определения золота, палладия, платины

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.09.88 № 3224

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 17 5350 на ОКСТУ 1709.

Наименование стандарта. Исключить слово: «платины».

Вводная часть. Исключить слова: «и платины», «и платины от 9,0 до 11,0 %», «разрушении при нагревании тиомочевинных комплексных соединений и выделении при этом осадка платины сульфидного характера».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22864—83.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Результат анализа должен оканчиваться цифрой того же разряда, что и допускаемые расхождения».

Раздел 2. Шестнадцатый, семнадцатый абзацы исключить.

Пункт 4.1. Второй абзац. Исключить слова: «и платина».

Пункт 4.3 исключить.

Пункт 5.1. Исключить слово: «платины» (2 раза).

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения 0,25 % при определении золота и 0,30 % при определении палладия.

Разность результатов двух анализов одной и той же пробы, полученных в разных лабораториях, не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения 0,40 % при определении золота и 0,45 % — при определении палладия».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Точность результатов определения массовой доли золота и палладия контролируют воспроизведением их массовой доли в искусственной смеси химического состава, близкого составу анализируемого сплава, проведенный через весь ход анализа.

Абсолютная разность наибольшего и наименьшего значения не должна превышать для золота 0,20 %, для палладия 0,25 %».

(ИУС № 1 1989 г.)