

СПЛАВЫ ЗОЛОТО-ПАЛЛАДИЕВО-ПЛАТИНОВЫЕ

Метод определения золота, палладия, платины

Aurum-palladium-platinum alloys.
Methods for the determination of aurum,
palladium, platinum

**ГОСТ
12564.1—83**

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

ОКП 17 5350

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.

Электродпечь 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.

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 дистиллированной 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