

Б. Г. КАРПОВ И Г. С. САВЧЕНКО

К ВОПРОСУ О КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ПЛАТИНЫ

В настоящей работе мы пытаемся дать сравнительную оценку имеющихся в литературе методов колориметрического определения платины как с точки зрения точности определения, так и выяснения предельных количеств платины, которые могут быть определены по данным методам. В литературе имеется описание двух колориметрических методов определения платины: метод восстановления хлорным оловом и метод перевода платинохлористоводородной кислоты при помощи иодистого калия в платиноидистоводородную. Нами, при строгом соблюдении всех условий, указанных авторами, был поставлен ряд опытов по каждому из данных методов с платинохлористоводородной кислотой известной концентрации.

Таблица 1

МЕТОД ДЕВИСА

Сущность метода заключается в восстановлении слабокислого раствора платинохлористоводородной кислоты хлористым оловом. При этом в концентрированных растворах получается красное, а в разбавленных — желтое окрашивание. Предполагается, что окраску раствору сообщает двухвалентная платина. По данным автора, интенсивность окраски, получающейся вследствие восстановления, обратно пропорциональна кислотности раствора. Отсюда, основное условие определения — одинаковая кислотность сравниваемых растворов. Для любых количеств платины (рассматриваемый метод рекомендуется для тех случаев, ког-

№	Содержание в пробе (мг)	Найдено колориметрически (мг)	Ошибка определения (%)
1	0.221	0.238	8.00
2	0.221	0.221	0
3	2.221	0.208	6.00
4	0.221	0.210	5.20
5	0.221	0.221	0
6	0.1105	0.1105	0
7	0.1105	0.1083	2.0
8	0.1105	0.1138	2.8
9	0.1105	0.1127	2.0
10	0.1105	0.1105	0
11	0.0551	0.0562	2.0
12	0.0551	0.0560	1.7
13	0.0551	0.0540	2.0
14	0.0551	0.0579	5.0
15	0.0551	0.0540	2.0
16	0.0280	0.0329	18.00
17	0.0280	0.0315	12.50
18	0.0280	0.0267	4.50
19	0.0280	0.0308	10.00
20	0.0280	0.0322	15.00
21	0.0104	0.00707	32.00
22	0.0104	0.0079	24.00
23	0.0104	0.0079	24.00
24	0.0104	0.0060	42.00
25	0.0104	0.0070	32.00

да количество платины не превышает 0.2 мг) даются следующие условия работы: мелко раздробленную платину (после отделения от других металлов) растворяют в царской водке, дважды выпаривают с соляной кислотой и извлекают 2 см³ стандартного раствора соляной кислоты (33 г крепкой HCl на 1 л воды).

Такой объем (2 см³) рекомендуется потому, что по прибавлении SnCl₂ окраска раствора является оптимальной — не слишком интенсивной, как

Таблица 2

Взято (мг)	Найдено колориметрически (мг)	Ошибка определения (%)
0.442	0.431	11.5
0.332	0.347	9
0.221	0.214	7
0.1105	0.1098	3.68—4
0.0551	0.0540	3.5
0.0280	0.0300	13
0.0104	0.00699	32

при количествах платины, больших 0.2 мг, и не слишком слабой, как при малых, менее 0.05 мг. Аналогичным образом готовится стандартный раствор. Наибольшая интенсивность окраски устанавливается через 10—15 минут. Нами были поставлены опыты в пределах концентрации 0.4—0.03 мг Pt.

В табл. 1 (стр. 125) сведены полученные результаты, дающие возможность установить степень точности определений.

Для большей наглядности приводим в отдельной табл. 2 средние значения (из 10 опытов) для взятых концентраций платины.

Из табл. 2 видно, что оптимальным количеством платины в испытуемой пробе является 0.1—0.005 мг, что вполне согласуется с данными Девиса, который считает, что при содержании платины выше 0.2 мг определение происходит с меньшей точностью, чем при определении весовым путем, разбавление же раствора и определение Pt в аликвотной порции не повышает точности определения.

МЕТОД С ИОДИСТЫМ КАЛИЕМ

Если к слабо кислому раствору, содержащему PtCl₆²⁻ прибавить иодистый калий, то возникает интенсивное красное окрашивание раствора, вследствие образования PtJ₆. Окончательная окраска раствора устанавливается в течение 60 мин. Метод рекомендуется для определения количеств платины, не превышающих 0.2 мг в 50 см³. Нами были исследованы растворы с содержанием от 1 мг до 0.01 мг платины.

В табл. 3 даны полученные нами результаты.

Из табл. 3 видно, что оптимальными условиями концентрации при колориметрическом определении платины с иодистым калием являются 0.4—0.05 мг. Для удобства сравнения рассматриваемых методов в табл. 3 даем параллельное сопоставление их. В табл. 4 даны средние значения из 10 опытов.

Таким образом, мы видим, что метод с иодистым калием дает возможность определять платину в более широких пределах, чем метод с хлори-

стым оловом. Как в первом, так и во втором методе точность определения оптимальных количеств одинакова. Следует, однако, отметить, что способ восстановления хлористым оловом имеет большие преимущества, так как максимальная окраска раствора устанавливается в течение 10—15 мин., в то время как при работе с иодистым калием приходится выжидать 60 мин. Кроме того, интенсивность окраски в последнем случае зависит от возраста раствора. Это может послужить причиной ошибки в том случае, если работать с заранее приготовленным стандартом, так как в свежеприготовленном растворе цвет не так быстро обнаруживается, как в старом. В методе с SnCl_2 возраст раствора не оказывает заметного влияния на точность определения, что значительно упрощает работу по этому методу, но пределы, в которых можно производить определение, уже. Таким образом, если определяемые количества платины лежат между 0.2 — 0.05 мг, следует рекомендовать метод с SnCl_2 , а для количеств, лежащих вне этих пределов, именно от 0.7 до 0.02 мг — метод с иодистым калием.

Таблица 3

№	Взято (мг)	Найдено (мг)	Ошибка определения (%)
1	0.663	0.623	6
2	0.663	0.597	10
3	0.663	0.567	14
4	0.663	0.584	12
5	0.663	0.595	11
6	0.442	0.431	2.5
7	0.442	0.432	2.3
8	0.442	0.427	3.5
9	0.442	0.453	3.0
10	0.442	0.422	4.5
11	0.221	0.212	4.0
12	0.221	0.227	3.0
13	0.221	0.205	7.0
14	0.221	0.229	3.0
15	0.221	0.210	5.0
16	0.1105	0.1050	4.9
17	0.1105	0.1090	2
18	0.1105	0.1080	2.3
19	0.1105	0.1130	2.4
20	0.1105	0.107	4.0
21	0.0551	0.0537	2.5
22	0.0551	0.0531	3.6
23	0.0551	0.565	2.3
24	0.0551	0.0537	2.5
25	0.0551	0.0519	5.8
26	0.0208	0.0187	10
27	0.0223	0.0223	7
28	0.0223	0.0198	5
29	0.0223	0.0191	8
30	0.0223	0.0203	3
31	0.0104	0.0078	33
32	0.0104	0.0062	40
33	0.0104	0.0082	21
34	0.0104	0.0062	34.5

Таблица 4

№ опытов	Колориметрическое определение с SnCl_2			Колориметрическое определение с КJ		
	Взято (мг)	Найдено (г)	Ошибка определения (%)	Взято (мг)	Найдено (мг)	Ошибка определения (%)
1	—	—	—	1	1.1190	12
2	—	—	—	0.66	0.593	11
3	0.442	0.431	11.5	0.442	0.432	—
4	0.332	0.347	9	—	—	—
5	0.221	0.214	7	0.221	0.222	3
6	0.1105	0.1098	4	0.1105	0.1078	3.5
7	0.0551	0.0540	3.5	0.0557	0.0553	3.5
8	0.0280	0.0300	13	0.0208	0.0200	5.5
9	0.0104	0.00699	33	0.0104	0.0073	3.3

ВЫВОДЫ

1. Дана сравнительная оценка рассмотренных методов колориметрического определения платины.

2. Установлены предельные количества платины, определяющиеся по данным методам, а также точность, с которой происходит определение этих количеств.

(Поступило в редакцию 40 января 1937)
