

М. А. ЧЕНЦОВА, В. Г. ЛЕВИАН и М. П. ЮФА

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ В СПЛАВАХ ПЛАТИНА—МЕДЬ И ПАЛЛАДИЙ—СЕРЕБРО—МЕДЬ

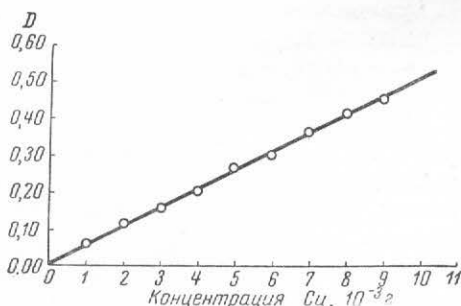
Метод основан на прямом определении меди по сине-голубой окраске аммиачного комплекса, в одном случае в присутствии платины, в другом — в присутствии палладия и серебра.

Определение меди в сплавах платина — медь

Наиболее устойчивый бесцветный комплекс платина образует с бисульфитом натрия $Me_6[Pt(SO_3)_4]$ [1].

Опыты показали, что полное обесцвечивание раствора платины достигается при $pH=5$. При более высокой кислотности ($pH=3$ и ниже) желтая окраска платины исчезает медленнее, и результаты по меди искажаются.

Для проверки, насколько окраска серебра аммиачного комплекса меди в присутствии избытка бисульфита натрия подчиняется основному закону колориметрии, снимали показания оптической плотности при различной концентрации меди (фиг. 1). На всем интервале применяемых концентраций наблюдается довольно строгое соблюдение закона Ламберта — Бера.



Фиг. 1. Оптическая плотность при различной концентрации меди.

Таблица

Определение меди в сплавах

№ п/п	Взято Си, 10^{-3} г	Получено Си, 10^{-3} г	Относительная ошибка, %
1	$3,0 \cdot 10^{-3}$	$3,0 \cdot 10^{-3}$	$\pm 0,0$
2	$3,10 \cdot 10^{-3}$	$3,16 \cdot 10^{-3}$	+5,3
3	$6,10 \cdot 10^{-3}$	$5,80 \cdot 10^{-3}$	-3,3
4	$6,10 \cdot 10^{-3}$	$5,95 \cdot 10^{-3}$	-0,1
5	$6,75 \cdot 10^{-3}$	$6,65 \cdot 10^{-3}$	-1,4
6	$7,50 \cdot 10^{-3}$	$7,54 \cdot 10^{-3}$	+0,5
7	$8,25 \cdot 10^{-3}$	$8,30 \cdot 10^{-3}$	+0,6

Относительная ошибка определения меди, установленная на искусственных смесях, колеблется в пределах $\pm 2-3\%$ (см. таблицу).

Навеску сплава в 0,3 г растворяют в 20 мл царской водки (1 : 3), после чего упаривают до 0,5 мл. Затем раствор разбавляют водой до 10 мл и для образования бесцветного комплекса платины вводят 10 мл раствора бисульфита натрия (25 г NaHSO_3 на 100 мл H_2O). Через 10 мин. в раствор вводят 25 мл 25%-ного раствора аммиака для образования аммиачного комплекса меди и осаждения гидрата окиси железа. Охлажденный раствор фильтруют в мерную колбу на 100 мл, промывают холодной водой с добавлением аммиака (5 мл NH_4OH на 200 мл H_2O).

Хорошо перемешанные растворы переносят в кюветы с толщиной слоя жидкости в 50 мл и фотоколориметрируют с красным светофильтром.

Процентное содержание меди в пределах от 1 до 6% определяют по калибровочной кривой; от 6% и выше (12—15%) — по методу сравнения со стандартными растворами, которые готовят из химически чистой платины.

Определение меди в сплавах палладий — серебро — медь

Палладий и серебро с избытком аммиака образуют бесцветные аммиачные комплексы следующего состава: $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4](\text{NO}_3)_2$ и $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{NO}_3$; медь же в аммиачном растворе дает интенсивную устойчивую окраску, подчиняющуюся закону Бера.

Для определения меди навеску сплава в 0,1 г помещают в стакан емкостью 150 мл и растворяют в 10 мл азотной кислоты (1 : 1). При прекращении выделения окислов азота (объем раствора должен оставаться не менее 5—8 мл) раствор охлаждают и вводят 20 мл аммиака для образования аммиачного комплекса меди и осаждения гидрата окиси железа.

Осажденный раствор фильтруют в мерную колбу на 50 мл, фильтр промывают холодной водой и раствор доводят до метки. Хорошо перемешанный раствор переносят в кюветы с толщиной слоя жидкости в 50 мм и фотоколориметрируют с красным светофильтром.

Процентное содержание меди в сплаве определяют по калибровочной кривой.

Стандартные растворы меди приготавливают в интервале от 2 до 6% по содержанию меди, для чего употребляют сплав или искусственную смесь палладий — серебро. Сплав должен быть испытан на полное отсутствие в нем меди действием аммиака на азотнокислый раствор.

Для построения калибровочной кривой берут 10 навесок сплава или смеси по 0,1 г и растворяют в 10 мл концентрированной азотной кислоты. По охлаждению в каждые навески вводят по 2, 3, 4, 5 и 6 мл титрованного раствора меди с $T_{\text{Cu}} = 10^{-3}\text{г/мл}$, что соответствует 2, 3, 4, 5 и 6% содержания меди. В каждую порцию приливают по 20 мл аммиака для образования аммиачного комплекса меди. Охлажденные растворы отфильтровывают от гидратов и механических примесей в мерные колбы на 50 мл. Каждый раствор последовательно переносят в кюветы с толщиной слоя жидкости 50 мм и фотоколориметрируют.

ВЫВОДЫ

1. Разработан фотоколориметрический метод прямого определения меди в сплавах платина — медь и палладий — серебро — медь.

2. Относительная ошибка при определении меди в сплавах колеблется в пределах $\pm 2-3\%$. Время выполнения анализа 2—3 часа.

Поступило в редакцию
20 апреля 1955 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. Д. И. Рябчиков. Журн. прикл. химии, 1944, 17, 284.