

В. Ф. БАРКОВСКИЙ и М. С. УСОВА

### КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ В ПРИСУТСТВИИ БОЛЬШИХ КОЛИЧЕСТВ ЗОЛОТА

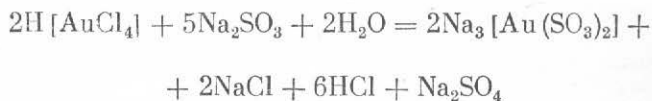
Сплавы золота с неблагородными металлами находят широкое применение. Весьма часто в состав золотых сплавов входят небольшие количества меди, никеля и т. п. Однако анализу таких сплавов в химической литературе уделяется явно недостаточное внимание. Как правило, при анализе сплавов золота определяют золото и никель, а о содержании меди судят по разности. В отдельных случаях медь определяют иодометрически.

Иодометрическое определение меди в золотых сплавах требует тщательного приготовления раствора перед определением и связано с большой затратой времени. Золото после растворения сплава удаляют из раствора восстановлением его до металла при помощи гидразина [1] или муравьиной кислоты [2]. Фильтрат после отделения золота подвергают длительной обработке с целью выделения меди из раствора, содержащего восстановитель, после чего и определяют медь иодометрическим методом [3, 4].

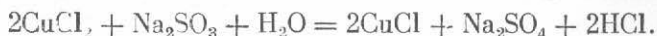
И. В. Тананаев и М. И. Левина предложили ускоренный метод определения меди в материалах, содержащих благородные металлы, используя для этого амальгамы цинка, свинца и висмута [5].

Метод отличается необходимой точностью, но проведение анализа идет в атмосфере углекислого газа, что создает определенные неудобства при массовых анализах. Кроме того, метод связан с необходимостью предварительного выделения из раствора благородных металлов.

Тщательное изучение свойств растворов золота и меди позволило нам разработать колориметрический метод определения меди в присутствии больших количеств золота и умеренных количеств никеля. В качестве реактива на медь нами использовался раствор аммиака [6]. Однако при добавлении аммиака к растворам, содержащим золото, сразу выделяется осадок гремячего золота [7, 8]. Осаждение золота можно предупредить, лишь связав его в прочный комплекс. В качестве комплексообразователя нами использовался сульфит натрия. При добавлении сульфита натрия к растворам, содержащим золото и медь, происходит обесцвечивание раствора, так как золото и медь восстанавливаются до одновалентного состояния и образуют бесцветные соединения



и



При добавлении аммиака к раствору, обесцвеченному прибавлением  $\text{Na}_2\text{SO}_3^*$ , образования гремячего золота не происходит, а раствор при стоянии постепенно синее за счет окисления меди до двухвалентного состояния и образования комплексного аммиаката. Окисление меди происходит очень быстро, если после аммиака к раствору прибавить разбавленной перекиси водорода. В растворах, приготовленных описанным способом, выделения золота в осадок не наблюдается даже при длительном стоянии.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ \*\*

Для построения калибровочной кривой использовались смеси титрованных растворов меди, золота и никеля, содержащих медь в интервале концентраций от 1 до 2%.

Работу проводят по следующей прописи. В стакан с исследуемой смесью прибавляют сразу 15 мл свежеприготовленного раствора сульфита натрия (50 г  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  на 100 мл воды). Затем прибавляют 30 мл концентрированного раствора аммиака и 1 мл 3%-ного раствора перекиси водорода. Приливание каждого реактива производят при постоянном перемешивании. После прибавления всех реактивов смесь фильтруют через беззольный фильтр (для отделения возможного осадка гидрата окиси железа) в мерную колбу на 100 мл. Затем объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Оптическую плотность полученного раствора измеряют на фотометре ФЭК-1, используя кювету с толщиной слоя 5 см и красный светофильтр. В качестве компенсационной жидкости используют титрованный раствор соли никеля с той же концентрацией, что и в анализируемом растворе. Стандартный раствор никеля предварительно подвергают той же обработке, что и испытуемый раствор.

Результаты, полученные при работе по указанной прописи, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Средние значения оптической плотности для растворов меди различной концентрации

№ п/п	Взято Cu, %	Оптическая плотность
1	1,00	0,247
2	1,30	0,312
3	1,50	0,367
4	1,70	0,413
5	2,00	0,490

На основании данных табл. 1 построена калибровочная кривая, приведенная на фиг. 1.

Пригодность данного метода для определения меди была проверена многочисленными опытами на искусственных смесях титрованных растворов золота, меди и никеля. Результаты определений приведены в табл. 2.

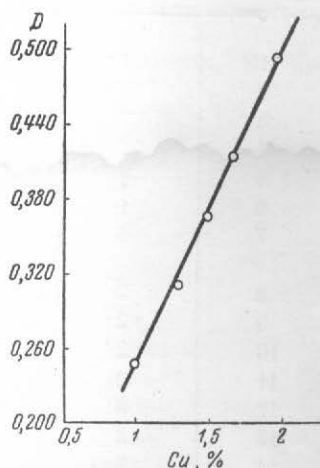
\* Применение бисульфита натрия исключается, так как при большом содержании золота в растворе после прибавления аммиака происходит разогревание раствора и выпадает осадок металлического золота.

\*\* В выполнении экспериментальной части работы принимала участие Г. В. Вырышева.

По данным этой таблицы видно, что определение меди по разработанному методу в искусственных смесях можно проводить с достаточной для колориметрических определений точностью.

Разработанный метод проверен на ряде производственных сплавов. При анализе сплавов поступают следующим образом. Навеску сплава точно в 0,5 г растворяют в 15 мл царской водки. После полного растворения сплава раствор выпаривают до объема в 2 мл и трижды выпаривают, добавляя каждый раз 5 мл воды. Конечный объем раствора после выпаривания должен быть равен 3 мл. После этого раствор охлаждают до комнатной температуры и разбавляют 20 мл воды. Затем раствор готовят для колориметрирования по прописи, описанной при анализе титрованных растворов. Контроль за полученными результатами осуществляют параллельным определением меди иодометрическим путем. Результаты определения меди в сплавах приведены в табл. 3.

Как видно из данных табл. 3, результаты колориметрического определения меди несколько занижены по сравнению с результатами определения иодометрическим методом. Вместе с тем результаты эти близки, и



Фиг. 1. Калибровочная кривая.

Таблица 2

Определение меди в искусственных смесях

№ опыта	Взято Cu		Найдено Cu		Абсолютная ошибка, %
	г	%	г	%	
1	0,0050	1,00	0,0050	1,00	0,00
2	0,0050	1,00	0,0049	0,98	-0,02
3	0,0050	1,00	0,0049	0,98	-0,02
4	0,0050	1,00	0,0050	1,00	0,00
5	0,0050	1,00	0,0050	1,00	0,00
6	0,0050	1,00	0,0050	1,00	0,00
7	0,0050	1,00	0,0050	1,00	0,00
8	0,0050	1,00	0,0050	1,00	0,00
9	0,0050	1,00	0,0049	0,98	-0,02
10	0,0075	1,50	0,00745	1,49	-0,01
11	0,0075	1,50	0,00745	1,49	-0,01
12	0,0075	1,50	0,00745	1,49	-0,01
13	0,0075	1,50	0,00745	1,49	-0,01
14	0,0075	1,50	0,00760	1,52	+0,02
15	0,0075	1,50	0,00760	1,52	+0,02
16	0,0100	2,00	0,0099	1,99	-0,01
17	0,0100	2,00	0,0099	1,99	-0,01
18	0,0100	2,00	0,0100	2,00	0,00
19	0,0100	2,00	0,0100	2,00	0,00
20	0,0100	2,00	0,0099	1,99	-0,01
21	0,0100	2,00	0,0100	2,00	0,00

## Определение меди в сплавах

Таблица 3

№ опыта	№ пробы	Найдено Си фотоколориметрическим методом, %	Найдено Си подометрическим методом, %	Найдено Си по разности *, %
1	1	1,51	1,57	1,271 } 1,46
2	1	1,51	1,59	
3	1	1,51	1,59	1,66 } 1,46
4	1	1,50	1,57	
5	1	1,50	1,58	
6	1	1,47	Не определялось То же	
7	1	1,48		
		Среднее 1,49	Среднее 1,58	
8	2	1,51	Не определялось То же	1,60
9	2	1,51		
10	2	1,51	»	1,60
11	2	1,51	»	1,60
12	3	1,51	»	1,60
13	3	1,51	»	1,60
14	3	1,51	»	1,60
15	4	1,53	»	1,21
16	4	1,53	»	1,21
17	4	1,53	»	1,21
18	5	1,51	»	1,21
19	5	1,48	»	1,21
20	5	1,51	»	1,21
21	5	1,50	»	1,21
22	6	1,66	»	1,42
23	6	1,66	»	1,42
24	6	1,67	»	1,42
25	6	1,62	»	1,42
26	7	1,48	»	1,23
27	7	1,49	»	1,23
28	7	1,47	»	1,23

\* Данные аналитической лаборатории завода.

расхождения находятся в пределах ошибки опыта. Результаты же вычисления меди по разности сильно отличаются от результатов, полученных прямым определением меди как объемным, так и колориметрическим методами.

## ВЫВОДЫ

Разработан метод фотоколориметрического определения меди в сплавах, не требующий предварительного отделения золота. Метод отличается простотой выполнения. В сравнении с объемным подометрическим определением колориметрическое определение сокращает время на производство анализа в 3—4 раза и дает результаты, обеспечивающие необходимую точность.

Поступило в редакцию  
20 апреля 1955 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Е. А. Маренков. Справочник пробирера. М., Госфиниздат, 1953.
2. Ogburn, Brustow. J. Am. Chem. Soc., 1933, 55, 1307.
3. В. Г. Агеевков. Методы технического анализа. М.—Л., Цветметиздат, 1932.
4. С. Ю. Файнберг. Анализ руд и цветных металлов. М., Metallurgizdat, 1953.
5. И. В. Тананаев и М. И. Левина. Изв. Сектора платины ИОНХ АН СССР, 1948, вып. 22, 114.
6. А. К. Бабко и А. Г. Пилипенко. Колориметрический анализ. М., Госхимиздат, 1951.
7. Д. И. Менделеев. Основы химии, т. II. М.—Л., Госхимиздат, 1947.  
. Б. В. Некрасов. Курс общей химии. М.—Л., Госхимиздат, 1952.