

А. В. БАБАЕВА и Е. С. ЛАПИР

**СПЕКТРАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ ЖЕЛЕЗА  
В ПЛАТИНЕ И ПАЛЛАДИИ**

При аффинаже благородных металлов примеси неблагородных отходят в начальных стадиях процесса. Элементом, сопровождающим платину и палладий во всех этапах аффинажа и часто обнаруживаемым в конечных продуктах, является железо.

Быстрое количественное определение ничтожных примесей железа в полупродуктах аффинажа целесообразно производить спектральным путем.

Мы предприняли исследование условий спектрального определения железа в солях платины и палладия, при прокаливании которых получается платиновая и палладиевая губка. Содержание железа составляло от 0.05 до 0.001 %.

Источником возбуждения спектра служила активизированная дуга переменного тока, уже применявшаяся нами в предыдущем исследовании [1]. Спектр получался с помощью спектрографа Хильгера (средняя модель) и фотометрировался на микрофотометре Цейсса.

Эталоны готовились тщательным растиранием точных навесок хлоридов платината аммония и палладозаммина с солью Мора.

Эти эталонные смеси, предварительно восстановленные, могут быть использованы и при анализе металлического палладия и платины на железо.

Как и в ранее опубликованных нами работах [2], стандартные смеси, так же как и анализируемые соли, впрессовывались в нижние угольные электроды из спектрально чистых углей, приготовленных по методу А. К. Русанова [3] и экспонировались 2—3 минуты. Количество впрессованного в электрод металла в виде соли было примерно одинаковым в каждой пробе.

Линиями сравнения служили слабые линии платины и палладия, к которым предъявлялись обычные в спектральном анализе требования — сравнимая интенсивность, близкая длина волны и одинаковая природа.

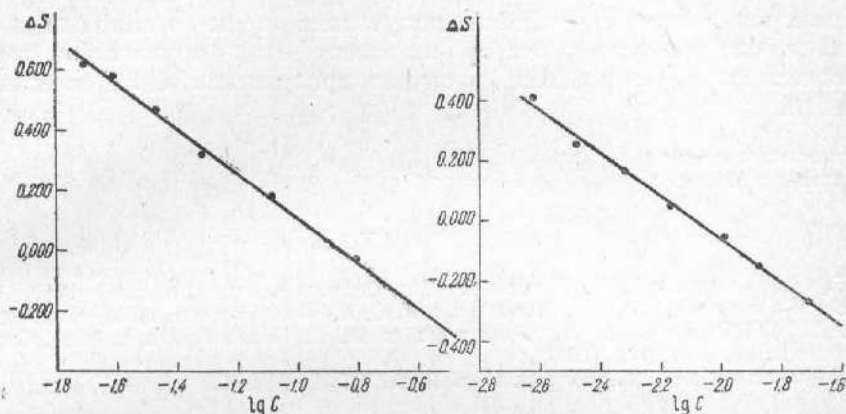
Таких пар, удобных для фотометрирования, можно подобрать несколько.

Мы пользовались тремя из них, давшими наилучшие калибровочные графики (фиг. 1)

Линии Fe	Линии Pt
I $\lambda_1 = 3020.640 \text{ \AA}$	$\lambda_1 = 3022.847 \text{ \AA}$ (дуговые)
II $\lambda_2 = 3020.640 \text{ \AA}$	$\lambda_2 = 3005.783 \text{ \AA}$ " "
III $\lambda_3 = 2599.396 \text{ \AA}$	$\lambda_3 = 2625.33 \text{ \AA}$ (искровые)

Линии Fe	Линии Pd
I $\lambda_1 = 2994.429 \text{ \AA}$	$\lambda_1 = 3021.749 \text{ \AA}$ (дуговые)
II $\lambda_2 = 2973.23 \text{ \AA}$	$\lambda_2 = 3021.749 \text{ \AA}$ »
III $\lambda_3 = 2994.44 \text{ \AA}$	$\lambda_3 = 2577.10 \text{ \AA}$ »

Точность определений железа в платине составляет в среднем по всем концентрациям 9%, в палладии — 8%.



Фиг. 1. Градуировочные графики для определения Fe в Pt по паре линий I

График для смеси Pd — Fe имеет сравнительно крутой ход для больших концентраций железа и более пологий для меньших, что сказывается, естественно, и на ошибках определений.

$\lambda_{Fe} = 2973.237 \text{ \AA}$	$\lambda_{Pd} = 3021.749 \text{ \AA}$	
Взято Fe	Получено Fe	Отклонение (в %)
0.050	0.0525	+ 5.0
0.035	0.0350	0.0
0.020	0.02011	+ 0.35
0.0150	0.0163	+ 8.90
0.0100	0.0099	- 1.00
0.0085	0.0085	0.00
0.0075	0.0078	+ 4.40
0.0065	0.0057	- 12.31
0.0050	0.0051	+ 2.00
0.0035	0.0040	+ 15.14
0.0025	0.0022	- 12.00
0.0020	0.0023	+ 15.00
0.0010	0.0012	+ 20.00

Ср. арифм. . . .  $\pm 7.39\%$

$\lambda_{Fe} = 3020.640 \text{ \AA}$	$\lambda_{Pt} = 3023.847 \text{ \AA}$	
Взято	Получено	Отклонение (в %)
0.050	0.0530	+ 6.00%
0.035	0.0333	- 4.86
0.020	0.0209	+ 4.50
0.0150	0.0156	+ 4.00
0.0100	0.0097	- 3.00
0.0085	0.0081	- 4.71
0.0075	0.0070	- 6.67
0.0075	0.0084	+ 12.00

Взято	Получено	Отклонение (в %)
0.0065	0.0069	+ 6.15
0.0050	0.0053	+ 6.00
0.0035	0.0034	- 2.86
0.0025	0.0025	0.00
0.0020	0.00193	+ 3.5
Средн. арифм.		+ 4.94%

Примерно такие же ошибки получаются и по остальным параметрам линий, а следовательно, выбор их может быть обусловлен только удобствами фотометрирования, в случае присутствия иных возможных примесей.

Поступило в редакцию  
2 января 1948 г.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. А. В. Бабаева и Е. С. Лапир. Изв. Сектора платины, вып. 22 (1948).
2. А. В. Бабаева, В. И. Белова и С. А. Боровик. ДАН СССР (1943).  
А. В. Бабаева, В. И. Белова и А. А. Назарова. Изв. Сектора платины, вып. 20, 172 (1947).
3. A. K. Rusanow. Z. anorg. u. allg. Chem. 219, 332 (1934).