

Е. А. МАКСИМЮК

ПРИМЕНЕНИЕ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ ДЛЯ ОБЪЕМНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛАТИНЫ

Б. В. Птицын и В. А. Козлов [1] определили нормальный окислительно-восстановительный потенциал аскорбиновой кислоты. Ими изучена восстановительная способность аскорбиновой кислоты в зависимости от кислотности среды.

Они впервые применили аскорбиновую кислоту для объемного потенциометрического определения трехвалентного железа.

Ввиду того, что нормальные окислительно-восстановительные потенциалы систем $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^+$ и $\text{Pt}^{4+}/\text{Pt}^+$ близки друг к другу, мы попытались расширить применение аскорбиновой кислоты для аналитических целей, в частности, для объемного потенциометрического определения четырехвалентной платины.

Pt^{4+} восстанавливалась избытком аскорбиновой кислоты до двухвалентной, после чего избыток аскорбиновой кислоты оттитровывался раствором хлорного железа. При прибавлении хлорного железа к раствору, содержащему аскорбиновую кислоту и Pt^{4+} , титровалась только аскорбиновая кислота.

Четырехвалентная платаина применялась нами в виде хлороплатината калия.

Анализ хлороплатината калия проводился по методу, предложенному А. А. Гринбергом, Е. А. Максимюком и Б. В. Птицыным [2].

Анализ показал, что приготовленный нами хлороплатинат содержит 38,71% платины, в то время как теоретическое содержание платины в хлороплатинате равно 40,16%. Таким образом, мы работали с хлороплатинатом, содержащим пониженное количество Pt^{4+} по сравнению с теоретическим. Более низкое содержание платины в хлороплатинате по сравнению с теорией объясняется наличием в хлороплатинате примеси хлористого калия.

Анализ аскорбиновой кислоты показал, что мы имели дело с химически чистой аскорбиновой кислотой. Анализ проводился путем объемного потенциометрического титрования 0,1 н. раствором FeCl_3 в 0,02 н. растворе HCl.

В качестве примера приводим данные одного опыта. Навеска аскорбиновой кислоты 0,1468 г растворялась в 50 мл 0,02 н. HCl и оттитровывалась 0,0991 н. раствором FeCl_3 в 0,02 н. HCl. Титр хлорного железа определялся весовым методом. Железо осаждалось в виде Fe(OH)_3 , прокаливалось и определялось из Fe_2O_3 .

Результат титрования приведен в табл. 1.

Таблица 1

Титрование аскорбиновой кислоты хлорным железом

FeCl ₃ , мл	мв	Δ мв	FeCl ₃ , мл	мв	Δ мв
0,0	172		16,0	235	0,3
5,0	175		16,5	250	0,4
8,0	185		16,7	258	1,4
10,0	190		16,8	272	6,3
12,0	200		16,9	335	2,5
14,0	208		17,0	360	1,3
15,0	215		17,1	373	
			17,2	385	
			17,3	390	

С скачок: 16,85 мл. (эксперимент)
16,83 мл (теория)

ОБЪЕМНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧЕТЫРЕХВАЛЕНТНОЙ ПЛАТИНЫ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТОЙ

Окислительно-восстановительный потенциал системы аскорбиновая кислота — дегидроаскорбиновая кислота сильно зависит от кислотности среды, что видно из уравнения $C_6H_8O_6 \rightleftharpoons C_6H_6O_6 + 2H^+$.

Б. В. Птицын и В. А. Козлов [1] показали, что наибольшей восстановительной способностью аскорбиновая кислота обладает в щелочной среде. По мере увеличения кислотности восстановительная способность ее уменьшается. В щелочной среде аскорбиновая кислота окисляется кислородом воздуха, и поэтому ее щелочные растворы для аналитических целей непригодны. Наиболее пригодной является среда с $pH = 1,7$ (0,02 н. HCl). В этой среде аскорбиновая кислота устойчива и обладает достаточной восстановительной способностью. На основании этого титрование проводили в 0,02 н. HCl.

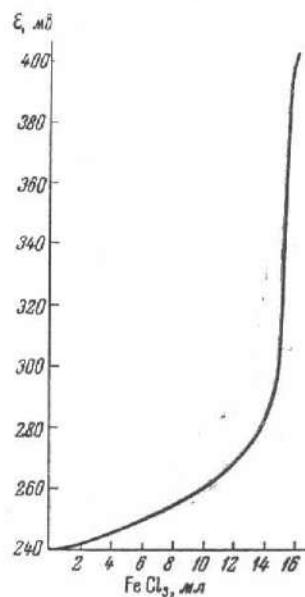
Определение четырехвалентной платины проводилось следующим образом. Навеска хлороплатината калия растворялась в 0,02 н. соляной кислоте при нагревании на водяной бане. После этого раствор охлаждался до комнатной температуры. Отдельно на холода растворялась навеска аскорбиновой кислоты в 0,02 н. HCl, после чего растворы сливались. Восстановление хлороплатината в хлороплатинит проходит довольно быстро. Следует избегать повышения температуры ввиду того, что из горячего раствора хлороплатината четырехвалентная плата восстанавливается аскорбиновой кислотой до металла. Избыток аскорбиновой кислоты оттитровывался хлорным железом.

Титрование проводилось при помощи компенсационной установки с вольтметром. Потенциал системы устанавливался мгновенно.

В качестве электрода сравнения применялся насыщенный каломельный электрод. Все потенциалы в этой работе даны по насыщенному каломельному электроду. Результаты одного из опытов приведены в табл. 2 и на фиг. 1.

В табл. 3 приведены данные пяти опытов титрования избытка аскорбиновой кислоты хлорным железом.

Таким образом, видно, что аскорбиновая кислота с успехом может быть применена для объемно-потенциометрического метода определения четырехвалентной платины.



Фиг. 1. Кривая титрования избытка аскорбиновой кислоты хлорным железом

Таблица 2
Титрование избытка аскорбиновой кислоты хлорным железом

Навеска $K_2[PtCl_6]$. . . 1,4156 г;
Навеска аскорбиновой кислоты 0,4760 г;
Нормальность $FeCl_3$. . 0,0991; $pH=1,7$

$FeCl_3$, мл	мв	Δ мв	$FeCl_3$, мл	мв	Δ мв
0	240		15,1	308	
4	245		15,2	315	0,70
6	250		15,3	320	0,50
8	252		15,4	329	0,90
10	260		15,5	341	1,20
12	269		15,6	362	2,10
13	273		15,7	376	1,40
14	283		15,8	385	1,90
14,8	297	0,25	16,2	410	0,60
15,0	302	0,60			

С скачком: 15,55 мл (эксперимент)
15,61 мл (теория)

Таблица 3

Титрование избытка аскорбиновой кислоты хлорным железом
[$pH = 1,7$ (0,02 н. HCl). Нормальность хлорного железа 0,0991]

Навеска $K_2[PtCl_6]$, г	Навеска аскорбиновой кислоты	Избыток аскорбиновой кислоты	$FeCl_3$, мл		Δ мл
			опыт	вычислено	
0,1442	0,1560	0,1064	12,25	12,20	+0,05
0,1406	0,1568	0,1085	12,45	12,44	+0,01
0,1136	0,1718	0,1327	15,30	15,21	+0,09
0,1778	0,1840	0,1229	13,85	14,08	-0,23
0,1156	0,1760	1,1362	15,55	15,61	-0,06
Среднее					-0,14

Поступило в редакцию
3 декабря 1953 г.

Кафедра химии Военно-морской
медицинской академии

ЛИТЕРАТУРА

- Б. В. Птицын и В. А. Козлов. Ж. анал. химии, 1949, 4, № 1, 35.
- А. А. Грииберг, Е. А. Максимюк и Б. В. Птицын. ДАН СССР, 1946, I, № 9, 687.