

Быстрое определение палладия в платине.

О. Звягинцев.

Аффинированная платина обычно содержит от 0,3 до 3% различных примесей, из которых железо и иридий наиболее значительны. По анализам заводской лаборатории, состав платины „I сорта“ Аффинажного завода в Свердловске примерно таков: платины — 99,5%, иридия — 0,3%, прочих примесей (главным образом железа) — 0,2%; палладий и другие благородные металлы содержатся в ничтожном (сотых долях %) количестве. Платина „II сорта“ того же Свердловского завода содержит 3—4% иридия и до 0,2% иных примесей, из которых палладий составляет лишь незначительную долю. По данным Милиуса обычная „дельная“ платина имеет такой состав (анализ — муфель из продажной платины):

иридия	2,2%	палладия	0,13%
золота	0,3%	железа	0,13%
родия	следы.	никкеля	следы.
меди	0,15%		

Итого примесей 3,0%.

Таким образом количества палладия, подлежащие определению, в общем, не превышают 0,15%.

Определение такого количества примеси, даже качественное не говоря уже о количественном, весьма затруднительно и требует операции над большими навесками и затраты большого количества времени. Поэтому естественно приходит мысль обратиться к какому-либо упрощенному методу, напр. колориме-

трическому. В качестве цветной реакции, на основании которой можно строить определение палладия, мною была выбрана реакция с иодистым калием. Этот реактив дает с хлористым палладием в большом разведении темно-коричневое окрашивание, с платиной же получается красно-бурое окрашивание, значительно меньшей интенсивности, чем с палладием. По тону в больших разведениях эти окраски отличаются очень мало и, потому, можно по интенсивности окраски судить о составе смеси, если присутствуют оба металла вместе. Если в растворе имеется чистая платина, то при прибавлении нескольких капель слабого раствора КJ, получится слабое потемнение; если же платина содержит небольшую примесь палладия, то на эффект платины наложится еще темная окраска от палладия. Когда в платине имеется значительная примесь палладия (более 0,5%), колориметрическое определение затруднительно; но практически такие случаи очень редки. В тех же случаях, когда количество палладия в платине не превышает 0,2%, количество его может быть определено колориметрически в соляно-кислом растворе путем сравнения с эталонами заранее известного состава при неперменном условии соблюдения следующих условий:

1) Концентрацию платины в растворе нужно брать всегда одну и ту же. Очень подходят для этого грамм-литровые растворы, содержащие 1 гр. металлической платины в 1 литре раствора.

2) Раствор м. б. слабо кислым, но не должен содержать свободного хлора и азотной кислоты.

3) Прибавлять КJ нужно одновременно как к эталону, так и к испытуемому раствору в количестве примерно 1 к. с. (разб. 1:1000) на 10 к. с. раствора платины.

4) Отсчеты в колориметре нужно производить не тотчас после прибавления КJ, а по истечении некоторого времени, так как постоянная окраска раствора устанавливается не сразу. В начале окраска изменяется только от платины и, при сравнении чисто платинового раствора с содержащим палладий, нельзя заметить большой разницы между ними. Через несколько минут начинает реагировать палладий и разница в интенсивности окраски этих двух растворов увеличивается и, наконец, через 30—40 минут устанавливается определенной. Поэтому измерения нужно делать только после установки постоянной окраски, т. е. через 30—40 минут от момента прибавления КJ.

Слабым подогреванием это время можно сократить до 10—15 минут.

Присутствие иридия, родия и золота не мешают определению, так как дают с КJ на холоду неокрашенные соединения.

Если соблюдать постоянно одни и те же условия опыта, то можно заранее нанести на бумаге в виде кривой соотношение между интенсивностями окраски раствора чистой хлорной платины с прибавкой КJ и растворами, содержащими известные количества палладия. В дальнейшем же можно будет пользоваться в качестве эталона раствором чистой платины. Для каждого измерения необходимо брать новую порцию эталонного раствора и прибавлять к нему КJ одновременно с испытуемым.

Присутствие палладия в платине в количестве 0,02% к весу платины в грамм-литровом растворе или 0,00002% по отношению к раствору может быть таким образом обнаружено. Примесь палладия к платине от 0,02 до 0,2% может быть количественно определена с достаточной для технических целей точностью.

При опытах я пользовался колориметром Фрица Келлер, так как для него требуется минимальное количество раствора, но, разумеется, можно пользоваться приборами и других систем.
