O Parky

Термоэлектрический метод определения чистоты платиновых изделий 1).

G. K. Burgess and P. D. Sale.

The Journal of Industrial and Engineering. Chem. Vol. 6, \gg 6, p. 452 (June 1914).

Опыт указал на необходимость изыскания точного и быстрого метода для определения чистоты платины, который мог бы применяться к тиглям без порчи их.

Самым точным способом для определения чистоты платины, очевидно, является измерение температурного коэффициента электрического сопротивления, который имеет для чистейшей платины среднюю величину около 0,00391 на градус для интервала от 1° до 100°С и уменьшается с прибавлением каких-либо примесей к платине. Это измерение может быть удобно и точно произведено с проволоками, но является мало пригодным для определения чистоты таких платиновых изделий, как тигли.

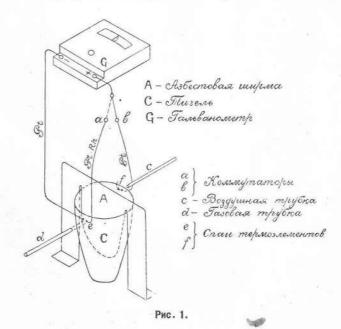
Термоэлектродвижущая сила платины по отношению ко многим из ее сплавов определяется также с большой степенью точности. Поэтому это свойство может быть применено при изыскании такого метода определения чистоты платины, который обладал бы большей точностью, быстротой и удобством и гарантировал бы полное сохранение испытываемых предметов.

Схема метода испытания, в применении к тиглям, показана на рис. 1. К краю тигля C припаивается электрической дугою в точках e и f две проволоки из чистой платины малого диаметра (0,1 или 0,2 мм.); эти проволоки присоединяются к обыкновенному гальванометру или милливольтметру. Соединение e нагревается маленьким язычком кислородно-газового пламени или паяльной горелки, а соединение f охлаждается дутьем. Лист асбеста A, вырезанный, как показано на рисунке, служит для предохранения охлаждаемого соединения f от лучей из нагреваемой части тигля.

¹⁾ Перевод сделан в Научно-Испытательной Лаборатории Государственного Аффинажного Завода.

Температуры измеряются посредством платинородиевой термопары, платинован проволока находится по прежнему в охлаждаемом соединении, а платинородиевая проволока припаивается электричеством к тиглю около e, очень близко (на разстоянии от 0.5 до 1 мм.), но не касаясь платиновой проволоки в точке e.

Проволоки прикрепляются в точках e и f хорошо известным способом электрического припаивания, когда одним полюсом постоянного тока около 40 вольт служит тигель, а другим заостренный графитовый карандаш с присоединенным реоста-



том. Операции спаивания состоит в образовании маленькой дуги между карандашом и в тоже самое время прикосновении проволоки к тиглю в той-же точке. Таким образом конец проволоки припаивается к тиглю. При недостаточной практике эта операция может пройти так, что произойдет резкое и заметное изменение внешнего вида тигля после извлечения проволоки.

Вполне удовлетворительные результаты могут также получиться просто прикосновением платиновой проволоки к тиглю в точках e и f или скреплением скобой с платиновыми зажи-

мами, без спаивания. С аппаратом, однажды установленным, опыт может производиться в несколько секунд, и тигель остается, конечно, абсолютно нетронутым. Этим методом может также определяться однородность тигля. С помощью коммутатора при a-b могут производиться поочередно измерения температуры в точке e и электродвижущей силы, проходящей через тигель. Коммутатор может также применяться для перемены e и f если желательно f сделать горячим спаем.

Важно, конечно, чтобы обе платиновые проволоки были сделаны из строго чистой платины. Для этой дели применяется

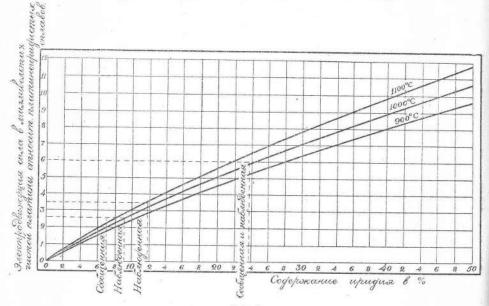


Рис. 2.

нормальная проволока Гереуса, описанная ниже. Эта платина оказалась штандартно-однородным продуктом, чистота которого легко устанавливается способом электрического сопротивления-

В сводной таблице даются результаты целого ряда измерений при 1050°С электродвижущей силы чистой платины по отношеняю к "платиновым" тиглям различных фабрикаций. В рис. 2 построены изотермические кривые электродвижущей силы дельной платины по отношению к чистой платине при 900°, 1000° и 1100°С в зависимости от содержания иридия от 0 до 5%. На этой диаграмме для тиглей с, h и k сводной таб-

лицы, параллельно с "эквивалентным" содержанием примесей, обозначено и установленное анализом содержание иридия. Нужно заметить, что все присутствующие примеси для удобства обозначаются под общим определением содержания иридия.

Особенный интерес представляет сопоставление столбцов 2 и 6. Первый из них указывает содержание иридия по анализу (который часто устанавливает отсутствие других примесей), а последний дает содержание иридия, определенное термоэлектрическим способом, — по диаграмме рис. 2.

В некоторых случаях, именно для тигля из нормальной платины Гереуса для термопар (а) и тигля Вакег'а (к) с 2,37% Јг установленное и определенное по диаграмме содержание иридия точно соответствуют. С другой стороны обнаруживается большое расхождение между предполагаемым и действительным содержанием иридия в некоторых тиглях, напр. Американского платинового завода, который предположительно должен содержать не более 0,50—1,5% иридия, в действительности же он содержит эквивалент иридия в 2,50%, и даже, в случае специально рафинированного и лучшего изделия тигля, эквивалентное содержание иридия все-же, хотя и незначительное, устанавливается. Среди 22 исследованных тиглей имеется еще один (1) Вакег и С° с эквивалентным содержанием иридия меньше аналитического.

При просмотре содержания иридия по столбцу 2-му возникает предположение, что некоторые из тиглей, исключая обозначенных (marked) рафинированными или специально рафинированными, содержат иридий, или намеренно введенный в тигельный материал, обыкновенно для крепости, или обычно содержащийся в платине коммерческих изделий. Как-бы то ни было, метод, описанный здесь, дает легкое средство определить, желательно или нет ограничение примесей, выраженных общим термином "содержания иридия", и насколько установленное термоэлектрическим способом содержание сходится с данными производителей. С опытной установкой, приведенной здесь, количество примесей легко определить до 0,01% и точность может быть повышена, если окажется необходимым.

Метод не распознает различных возможных примесей, но тем не менее характеризует известным образом чистоту платины. Все металлы, ассоциирующиеся с платиной, как палладий, иридий, родий и т. д., после сплавления с платиной (выше 90%)

Сводка термоэлектрических испы

источник или произво- дитель.	Аналитичес- кое содер- жание Ir в º/o·	Предвари- тельное нагре- вание часов.	Температура опыта гр. С.	Электродвиж. свла по пла- тине миллив.	Эквивалент- ное содержа- ние Ir в %.	
1.	2.	3.	4.	5.	6.	
Heraeus	0.0 0.7 0.7	17 Harper. 0	1050 1050 1050	0,00 2,00 2,60	0,00 0,70 0,90	
	0.2 0.2	24 16	1050 1050	0,68	0,19 0,35	
Amerik. Plat. Work	0.5 до 1.5 0.5 " 1.5	11 4 0.5	1075 1085 1100	6,60 6,40 8,50	2,55 2,50 1,19	
	? ?	10 20	1050 1050	6,75 6,95	2,72 2,78	1
Baker & C ⁰	2,37 0.702	0 12	1030 1050	6,00 1,90	2,87 0,66	
	рафинир. ? ?	0 3 года 0	1040 1100 1100	0,88 8,00 1,71	0,10 1,01 0,55	
Johnston, Mathey & Co	3.	67 O	1050 1070	0,48	0,15 0,23	
	5 5	20 9 мес.	1050 1100	0,63 2,10	0,22 0,68	(1
J. Bishop	? рафинир.	0.5 31	1100 1050	2,20 0,60	0,72 0,21	
Quenessen, De Belmont, Legende & C-ie	? ?	10 0 4	1050 1060	2,79 2,80	0,98 0,98 0,56	Sandana and
	T'	4	1030	1,60	0,00	

таний платиновых тиглей.

Электродви- жущая сила по дваграмме (см. 2 и 4) милливольт.	Избыток влетродзижу- щей силы, милливольт.	Условное обозначение.	Примечание.	Дата покупки.	
7.	8.	9.	10.	11.	
0.00	0.00	a	Нормальная платина для термоэлементов.	1911	
2.00	0.00	b	Нормальная тигельная платина.	1911	
2.00	0.60	c		1911	
	A I I I I I I I I I I I I I I I I I I I		"Тигельная платина" Heraeus'a.	1911	
0.10	0.58	d	"Тигельная платина петаець а.	1911	
0.10	0.90	е	,, ,, ,, ,, ,, ,, ,, ,, ,, ,, ,, ,, ,,	1911	
1.50—4.10	2.50—5.10	f	Коммерческая.	1911	
1.50	4.90	g	n .	1913	
	3,50	h	Представлена покупателем.		
	6.75	i	Коммерческая.	1908	
	6.95	j	**	1908	
6.00	0.00	k	Сделана специально для анализов.		
2.05	0.15	1	,, ,, ,, ,,	1912	
	0.88	m	Специально очищенная.	1911	
	3.00	m	Употребляемая в лаборатории 3 года.		
	1.71	m	Среднее семи коммерческих тиглей.		
	0.48	n	Тигель наилучшего производства.	1911	
	0.68	0	" " "	1911	
	0.63	p		1913	
		P		1019	
	2.10	q	Представлен покупателем: употребл. в течение 9 месяцев.	1913	
**	2.20	r	Тоже.	1913	
	0.60	s	Специально очищенная.	1911	
				1014	
	2.79	t		1911	
1	2.80	u		1911	
	1.60	v		1911	

только палладий) дают при высоких температурах электродвижущую силу одного и того-же знака по отношению к чистой платине. Поэтому не получается противопоставления одной примеси по отношению к другой.

Одной из самых нежелательных примесей, часто встречающихся в торговых платиновых изделиях, является железо; последнее легко обнаруживается накаливанием и последующей обработкой горячей соляной кислотой и применением обычной колориметрической реакции на Fe. Железо, если присутствует в относительно большом количестве, кроме того изменяет цвет тигля при накаливании.

Вероятно было бы выгоднее заменить иридий в платиновых тиглях родием, когда желательна жесткость и когда должны производиться точные взвешивания до и после накаливания, благодаря тому, что родий много меньше летуч, чем иридий и до некоторой степени меньше, чем платина, хотя, кажется, еще не было доказано, что более летучие металлы, сплавленные в небольших количествах с платиной, сохраняют свою летучесть независимо от присутствия платины. Описанный выше термоэлектрический метод не распознает отличия между малыми количествами родия и иридия, но комбинация термоэлектрического метода и определения потерь в весе могла-бы удовлетворить этому требованию. Метод элекрической искры, происходящей при высокой температуре, может, вероятно, быть достаточно пригодным для различия между платиновыми сплавами иридия и родия. Очевидно нужны еще многие работы в этой области.

Изучение качества платиновых изделий, в особенности потерь при прокаливании.

G. K. Burgess und P. D. Sale 1).

The Journal of Ind. and Engineering Chem. Vol. 7. p. 561 (Июль 1915).

В дополнение к испытаниям платиновых изделий термоэлектрическим способом, описание которого имеется в предыдущей статье, авторами реферируемой статьи в Бюро Стандар-

Реферат перевода, сделанного в Научно-Испытательной лаборатории Аффинажного Завода в Свердловске.