ОПЫТ РАБОТЫ НОВАТОРОВ ГЕОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

ПРАВИЛА ПОЛЬЗОВАНИЯ ЛАБОРАТОРНОЙ ПОСУДОЙ И ИЗДЕЛИЯМИ ИЗ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ

ГОСГЕОЛТЕХИЗДАТ

ЦЕНТРАЛЬНОЕ НОРМАТИВНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЕ БЮРО

Л. Л. ОКУЛИЧ-КАЗАРИН

ПРАВИЛА ПОЛЬЗОВАНИЯ ЛАБОРАТОРНОЙ ПОСУДОЙ И ИЗДЕЛИЯМИ ИЗ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ

ГОСГЕОЛТЕХИЗДАТ

ГОСУДАРСТВЕННОЕ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО
ЛИТЕРАТУРЫ ПО ГЕОЛОГИИ И ОХРАНЕ НЕДР
МОСКВА 1956

ВВЕДЕНИЕ

Ни одна современная химико-аналитическая лаборатория, в особенности занимающаяся анализом минералов и горных пород, не может обходиться без лабораторной посуды из драгоценных металлов, главным образом из платины. Однако правила пользования платиновой посудой и уход за ней известны далеко не всем аналитикам, и это является одной из причин, приводящих к порче и быстрому износу изделий из драгоценных металлов в производственных лабораториях.

Несмотря, казалось бы, на хорошую устойчивость платины, при неумелом обращении с ней изделия очень легко можно привести в негодность. В руководствах по химическому анализу иногда даются указания для отдельных случаев применения платиновой посуды, но общих правил обращения с ней обычно не имеется, встречаются даже случаи неправильного указания об использовании платины. Даже в тех руководствах (Пономарев, Кольтгоф), в которых даются достаточно подробные сведения, относящиеся к работе с платиновыми тиглями и чашками, остаются в стороне правила работы с изделиями из других драгоценных металлов — золота и серебра, а также их заменителей.

Многие аналитики часто не знают в каком руководстве и где имеются необходимые, правильные указания. Поэтому в затруднительных случаях аналитик вынужден обращаться к своему руководителю, но чаще — к своему соседу по работе, который не всегда правильно может его инструктировать.

В результате правила обращения с изделиями из платины и других драгоценных металлов на практике передаются из уст в уста, по традиции, со всевозможными искажениями.

Опыт работы в производственных лабораториях, свидетельствующий о серьезных затруднениях начинающих аналитиков в указанном отношении, подсказывает необходимость составления подробных правил обращения с лабораторными изделиями из платины и других драгоценных металлов.

Настоящие правила составлены на основании использования ряда руководств, имеющихся в распоряжении автора, и отражают длительный опыт его работы в качестве консультанта-методиста в

Центральной лаборатории Узбекского геологического управления Эти правила, насколько возможно, систематизированы и могут служить в качестве руководства для производственных лабораторий, пользующихся изделиями из драгоценных металлов.

ПЛАТИНА

СВОЙСТВА МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПЛАТИНЫ И ЕЕ СПЛАВОВ

Отношение к прокаливанию. Чистая металлическая платина светлосерого (стального) цвета, ковка, очень тягуча и мягка. Она плавится около 1760° и почти не размягчается до достижения температуры плавления, почему и является незаменимым материалом в аналитической лабораторной практике. Платина хорошо проводит тепло и хорошо излучает его. При нагревании на воздухе до самых высоких температур она химически не изменяется, однако при очень высоких температурах понемногу улетучивается, что надо иметь в виду при взвешивании различных веществ в платиновых тиглях после их сильного прокаливания на газовой горелке. При прокаливании в электрических муфельных печах этого процесса не наблюдается.

При продолжительном нагревании платина становится матово-серой вследствие ее перекристаллизации, которая начинается с поверхности, и если протекает длительное время, на металле могут появиться трещины. Чтобы приостановить этот процесс, поверхность изделия необходимо тщательно очистить.

При высоких температурах платина становится проницаемой для различных газов (диффузия), особенно для водорода, который может действовать восстанавливающе на содержимое тигля. То же самое может происходить и вследствие диффузии через платину продуктов сгорания газов, содержащих углерод (окись углерода и др).

Платина, применяемая для изготовления лабораторных изделий, не должна содержать примесей других металлов более, чем указано в таблице (по ГОСТ 6563—53).

Химический состав металлической платины

Наименование металла	Марка	Химический состав в %							
		Платина (не менее)	примеси (не более)						
			палладий	иридий	родий	золото	недрагоценные металлы		Сумма всех примесей
							всего	в том числе железо	
Платина технически чистая	Пл. П-1	99,82		0,13		0,01	0,04	0,03	0,18
То же	Пл. П-2	99,72		0,20		0,03	0,05	0,04	0,28
То же	Пл. П-3	99,50		0,35		0,05	0,10	0,05	0,50

Если качество платины хорошее, то после прокаливания на изделиях не видно заметных на глаз, неровных изменений цвета. После обработки такой платины соляной кислотой при нагревании в течение 2 часов в кислоте нельзя обнаружить присутствия железа, а после прокаливания при 1100° в течение 4 часов потеря в весе изделия, по нашим данным, не должна превышать 0,2 мг в час. Иногда в платине обнаруживается примесь небольшого количества железа; чаще это наблюдается на поверхности изделия, что связано с применением железных матриц и другого инструмента при выделке изделия из драгоценного металла. Присутствие железа обнаруживается по темному цвету, проявляющемуся после прокаливания изделия докрасна вследствие образования тонкого поверхностного слоя окислов железа.

Если железо присутствует не с поверхности, а входит в состав самой платины, то при длительных прокаливаниях оно постепенно диффундирует наружу с образованием бурого налета окиси железа. Железо является вредной примесью, так как при прокаливании платиновое изделие увеличивается в весе за счет окисления, а при обработке кислотами железо растворяется и загрязняет исследуемые растворы. В связи с этим новые изделия из платины (тигли, чашки) следует сначала прокаливать, а затем промывать в соляной кислоте.

Химическая стойкость. На металлическую платину не действует ни одна из обычных кислот, в том числе и плавиковая. Лишь кипящая серная кислота несколько растворяет этот металл. Платина растворяется в царской водке и растворах, выделяющих хлор и другие галоиды. Большинство других химических реагентов на нее не действует.

Платина имеет способность противостоять действию расплавленных карбонатов щелочных металлов — калия и натрия (но не лития); последние все же несколько разъедают платину. Бисульфаты и нитраты разрушают ее несколько больше, а едкие щелочи, гидроокись бария, перекись натрия, цианиды и другие действуют на платину весьма неблагоприятно. При сплавлении пиросульфата щелочного металла в платиновой посуде потеря платины может доходить до 3 мг в час[1].

Сплавы платины. Благодаря своей мягкости платина легко подвергается деформации.

Чтобы сделать этот металл более твердым, к нему добавляют иридий, родий, медь или медь с родием, но такие сплавы (за исключением сплава с родием) менее устойчивы к действию реагентов и высокой температуры, чем чистая платина.

Замечено, что родий повышает прочность изделия и понижает потерю от прокаливания и растворимость в кислотах. Сплав платины, содержащий 3—5% родия, является наилучшим; при большем содержании родия на тиглях могут появляться трещины.

[1] По данным химико-аналитической лаборатории ВИМС, средняя за год потеря платины при выполнении массовых анализов минералов и горных пород составляет: для тиглей — 0,25%, для чашек 0,18% от веса изделия.

Неоднократно пытались заменить платину сплавами этого металла с золотом, палладия с золотом и другими сплавами, известными под названиями «аураний», «платино», «палау», «ротоний» и пр. Эти сплавы не нашли применения при изготовлении изделий, используемых в химических лабораториях, так как все они при малой разнице в стоимости в отношении своей стойкости уступают платине.

ЛАБОРАТОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ ИЗ ПЛАТИНЫ

Сортамент. Сортамент лабораторных изделий, изготавливаемых из платины, определяется ГОСТ 6563—53 (Изделия из драгоценных металлов. Стандартгиз, 1954 г.).

В практике работы производственных лабораторий, выполняющих анализы минерального сырья, находят применение следующие изделия из платины:

тигли высокие (изделия №№ от 100-1 до 100-10) с крышками;
тигли широкие (изделия №№ от 106-1 до 106-3) с крышками;
чашки круглодонные (изделия №№ от 115-1 до 115-11);
чашки плоскодонные (изделия №№ от 118-1 до 118-8);
микротигли (изделия №№ от 108-1 до 108-4) с крышками.

Наиболее употребительными из них являются: тигли высокие или широкие среднего размера (№№ 100-7 и 106-2) и чашки (№ 115-4 емк. 85 мл, № 118-3 емк. 70 мл и № 118-5 емк. 200 мл.). Значительно реже применяются другие изделия из платины: микротигли, тигли пальцеобразные, тигли с фильтрующим поддоном, конуса, стаканы, колбы, электроды из платины и пр.

Помимо этого в лабораториях широко используются наконечники для щипцов (изд. № 506), шпатели разных размеров (изд. № 208), треугольники (изд. № 205 или 206) и платиновая проволока диаметром от 0,3 до 0,8 мм.

Области применения. Применение изделий из платины при производстве обычных химико-аналитических определений предусматривается ГОСТ 5015—49, в котором перечисляются соответствующие виды работ и указываются максимальный вес лабораторных изделий из драгоценного металла (чашки, тигли проволока) и размеры их, применяемые в том или другом случае. На научно-исследовательские работы и физико-химические методы анализа указанные нормы не распространяются.

Ниже приводятся наиболее часто встречающиеся в практике лабораторий системы геологической службы случаи применения платины при анализе (в соответствии с ГОСТ 5015—49)[1].

1. При определении щелочных металлов в силикатах допускается применение пальцеобразного тигля.

---

[1] Нормы времени, необходимые для расчета потребности в платине для предприятий Министерства геологии и охраны недр СССР, приведены в приложении 1.

2. Для анализа воды при выпаривании жидкостей с последующим озолением или прокаливанием допускается применение чашек емкостью до 100 мл. При разложении различных пород и других объектов плавиковой кислотой допускаются чашки емкостью до 60 мл.

3. Для сплавления и спекания с карбонатами щелочей сульфатов щелочноземельных металлов и нерастворимых остатков можно применять тигли весом до 20 г.

4. При разложении силикатов и прочих горных пород с карбонатами щелочей, с бурой, с бифторидами допускается применение тиглей весом до 30 г.

5. При определении кремнезема применяют чашки емкостью до 50 мл (при анализе едких щелочей), а при анализе гидравлических добавок — чашки емкостью до 200 мл.

6. При разложении больших навесок руд, содержащих редкие и рассеянные элементы плавиковой кислотой можно применять чашки емкостью до 300 мл.

7. При работе с плавиковой кислотой с нагреванием допускается применение тиглей весом до 40 г или чашек емкостью до 200 мл.

8. Для удаления кремнезема плавиковой кислотой при проверке ее на чистоту допускаются тигли до 20 г.

9. При озолении органических веществ с легкоплавкой золой можно применять тигли до 30 г или чашки до 35 г.

10. Для получения перлов и качественных проб на пламя применяется проволока диаметром не более 0,5 мм и длиной до 70 мм.

11. При работе с плавиковой кислотой, когда необходимо перемешивать содержимое, применяются шпатели-ложечки, а в некоторых случаях можно применить проволоку диаметром не более 1 мм и длиной до 100 мм.

ЧИСТКА ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПЛАТИНЫ

Нельзя работать, пользуясь грязной платиновой посудой. Все лабораторные изделия из платины должны быть чистыми и иметь ровную блестящую поверхность как с внутренней стороны, так и снаружи. Тигли, чашки и прочие изделия из этого драгоценного металла должны иметь правильную форму, для чего их выправляют, обрабатывают различными химическими веществами и очищают поверхность механическим путем. И в том и в другом случае при чистке платиновые изделия неизбежно в большей или меньшей степени изнашиваются. Поэтому совершенно необходимо соблюдать все правила обращения с платиной, чтобы уменьшить износ и удлинить срок службы изделия.

Никогда не следует начинать чистку платиновой посуды сильными средствами, а также прокаливать ее до того, как она будет очищена.

Как общее правило, тигли и чашки прежде всего очищают в кипящей воде или разбавленной (1 : 1) соляной кислотой. Если этого недостаточно, то сплавляют в тигле или чашке в течение 5—10 мин. кислый сернокислый калий, буру или соду, стараясь при помощи

круговых движений смочить стенки тигля расплавленной солью. Наружную часть тигля можно очистить, расплавив в чашке соду или бисульфат, опустить туда тигель и осторожно поворачивать его. Хорошо в тигле сплавить борнофтористый калий, лучше в равной смеси с борной кислотой, так как один борнофтористый калий довольно прочно пристает к стенкам платиновой посуды и потом трудно отмывается. Во всех случаях после окончания сплавления жидкий сплав следует вылить на железную или каменную плитку, или лист асбеста, а оставшуюся часть сплава смыть холодной или, лучше, горячей водой или же прокипятить в слабой соляной кислоте. Если произойдет неполное удаление сплава, операцию повторяют снова.

Другой способ заключается в том, что в платиновой посуде сплавляют двойную соль хлористого магния и аммония при 1100—1200° (удобно производить в криптоловой печи); по охлаждении прибавляют воду и кипятят. Очищенная таким образом платина становится белой и блестящей.

Платина мягка, и поэтому при чистке легко можно не только испортить (помять) тигель, но и совсем продырявить его. Поэтому в случае необходимости удаления приставших частиц пользуются стеклянными палочками с каучуковым наконечником. Кремневую кислоту, которая после сильного прокаливания часто приплавляется к стенкам тигля, что ощущается при ощупывании пальцем по шероховатости внутри тигля, и другие остатки, например после определения потери при прокаливании, удаляют сплавлением с содой или бурой, а окислы металлов, труднорастворимые в кислотах,—сплавлением с пиросульфатом щелочного металла.

При удалении с поверхности тигля бурого налета, состоящего из окиси железа, рекомендуется нагревание в крепкой соляной кислоте с небольшим количеством металлического олова или с добавлением 1—2 мл раствора двухлористого олова.

Применяемая с целью очистки платины соляная кислота не должна содержать окислителей, например азотную кислоту или нитраты, галоиды и т. п., так как в этих условиях происходит растворение платины.

Поэтому для очистки нельзя применять часто практикуемый способ — кипячение в крепкой соляной кислоте грязных тиглей, содержащих в осадке железо и марганец, ибо при этом может происходить выделение хлора, разрушающе действующего на платину.

После каждой чистки изделие полируют до блеска, осторожно обводя пальцем, на котором находится смоченный тальк, морской песок или кремневая кислота, оставшаяся от анализов. Морской песок для полировки платины берется просеянным через сито 0,1 мм. Обработку тиглей морским песком производят обычно после каждых 6—10 прокаливаний. Полированные тигли более устойчивы, чем неполированные. Все остатки продуктов после чистки платины (песок, кислоты и пр.) необходимо собирать и сохранять для регенерации из них платины (см. приложение 2).

Очищенным платиновым изделиям — тиглям, чашкам и проч., перед тем как работать с ними, следует придать правильную форму. Выправление изделий, подвергшихся деформации, может производиться только при помощи деревянных матриц соответствующих размеров и только опытным лицом. Деформированные изделия следует во-время исправлять, так как запущенную деформацию исправить гораздо труднее.

При хранении чистые и выправленные платиновые тигли и чашки близких размеров часто вкладывают друг в друга. Поэтому, особенно при хранении новых изделий, случается, что они входят настолько плотно, что не удается их разъединить. Во избежание этого рекомендуется перекладывать изделия у краев кусочками бумаги. Если все же это случится, то ни в коем случае нельзя разъединять их каким-либо инструментом, а нужно поместить изделия вверх дном в сосуд с водой так, чтобы края их более чем наполовину погрузились в воду, и нагревать дно сверху горелкой в течение нескольких минут. Чашки или тигли при этом сразу отстают друг от друга. В противном случае им дают охладиться и, когда вода немного войдет между стенками сосудов внутрь, изделия переворачивают в нормальное положение, ставят на плитку (лучше на треугольник) и нагревают горелкой; образующийся пар легко разъединит предметы.

ПРОКАЛИВАНИЕ ПЛАТИНОВЫХ ИЗДЕЛИЙ

К прокаливанию допускаются платиновые изделия, вполне очищенные как изнутри, так и снаружи и блестящие (отполированные). При прокаливании тигель или чашку помещают на чистый треугольник в кольце штатива. Треугольник должен быть платиновый (правда, такие треугольники легко прогибаются и деформируются), железный, обернутый листовой платиной, или же железный с надетыми на него тонкими кварцевыми, фарфоровыми трубочками. Хороши также треугольники из нихрома с кварцевыми трубками. Треугольниками из одного нихрома (без защитной трубки) пользоваться нельзя.

Треугольники всегда должны быть чистыми, без приставших к ним плавней и непременно такими, чтобы соответствовали размерам тиглей.

Асбестовые сетки, прежде чем ставить на них платиновые тигли или чашки, необходимо покрывать тонким листом асбеста, так как железная сетка на них часто бывает оголенной, а накаленная платина в соприкосновении с железом (как и с многими другими металлами) может образовать сплавы. По этой же причине накаленную платину следует брать только щипцами с платиновыми наконечниками. При температуре ниже красного каления тигли допустимо брать щипцами, снабженными наконечниками из чистого никеля или из нержавеющей стали.

Нельзя нагревать платину, касаясь синим конусом пламени горелки, или держать ее в коптящем пламени или пламени, имеющем

небольшой светящийся язычок, во избежание образования хрупкой углеродистой платины.

ПРОКАЛИВАНИЕ И СПЛАВЛЕНИЕ ОСАДКОВ; УПАРИВАНИЕ РАСТВОРОВ В ПЛАТИНОВОЙ ПОСУДЕ; ИЗВЛЕЧЕНИЕ СПЛАВОВ ИЗ ТИГЛЕЙ

В платиновой посуде нельзя прокаливать вещества и выпаривать растворы неизвестного состава.

При прокаливании в платиновом тигле осадков на пламени газовой (бензиновой) горелки надо иметь в виду то, что когда пламя окружает тигель полностью, атмосфера внутри него, вследствие диффузии, в значительной степени представляет собой смесь азота и продуктов горения газа, среди которых водяной пар представляет главную составную часть. При прокаливании восстанавливающихся веществ, например двуокиси олова, иногда делают ошибку, допуская, что пламя целиком охватывает закрытый тигель. Эта ошибка обусловлена присутствием не вполне сгоревших газов даже в том случае, когда внешний вид пламени указывает на полное сгорание газа.

В таких случаях для создания окислительной атмосферы необходимо производить прокаливание на горизонтально наклонном паяльном пламени, направленном только на нижнюю часть тигля, или же вставлять тигель при прокаливании в отверстие асбестового картона. Вероятно, таким неправильным использованием пламени можно объяснить, почему в некоторых руководствах рекомендуется очень длительное прокаливание для превращения в окись, например, таких осадков, как щавелевокислый или углекислый кальций, между тем как при надлежащих условиях это превращение может быть сделано в течение нескольких минут.

При малых осадках следует после взвешивания проверить вес тигля, ибо надо иметь в виду летучесть платины при высоких температурах, особенно при длительном прокаливании.

Нельзя в платиновой посуде сплавлять и выпаривать едкие щелочи, едкий барий, едкий литий, углекислый литий и их окиси, перекись натрия, серноватистокислый натрий (калий), нитраты, нитриты и цианиды щелочных металлов, сульфиды и вещества, выделяющие галоиды, серу или фосфор (в некоторых случаях для этого применяют золотые, серебряные, никелевые или железные тигли).

Нельзя сплавлять и прокаливать в платиновой посуде соединения серебра, ртути, свинца, олова, меди, висмута, сурьмы, цинка, кадмия, мышьяка, серы и фосфора, соединения, которые в присутствии восстановителей (углерода фильтра, водорода и окиси углерода газового пламени, пирита, графита и пр.) легко могут выделять металлы, дающие с платиной легкоплавкие сплавы; сера и фосфор при этом могут образовывать фосфид платины или сернистую платину.

Следует всячески избегать сплавлять в платиновой посуде вещества с пиросульфатом щелочных металлов, так как это приводит к разрушению платины. Поэтому всегда, где только это возможно,

следует применять тигли из кварца или же фарфора. Сплавление с пиросульфатом при чистке платиновой посуды необходимо производить при возможно более низкой температуре.

Допустимо сплавление в платине веществ с углекислыми щелочами калия, натрия (**но не лития**); хотя платина при таком сплавлении почти не страдает, некоторое количество ее в конечном результате все же переходит в раствор. При точных анализах перешедшие в раствор следы платины необходимо удалять, осаждая ее сероводородом, иначе это может внести в анализ заметные ошибки[1].

Нельзя обрабатывать платиновые изделия кислотами или выпаривать в них жидкости в условиях, когда выделяются свободные галоиды (хлор, бром, иод), например: царскую водку, соляную кислоту с перекисью марганца, с нитритами и нитратами, с хроматами, с перманганатом калия, с бертолетовой солью и вообще с окислителями, например с хлорным железом, а также смеси галоидоводородных солей (хлориды, бромиды) с окислителями.

Нельзя допускать продолжительного соприкосновения платины с кислым раствором хлорного железа в больших количествах, особенно при нагревании (выпаривание, кипячение).

Нельзя кипятить в платиновой посуде концентрированную серную кислоту, так как она действует как растворитель. Для устранения этого действия надо вводить избыток сернистого газа или добавить уголь или серу, дающие с кислотой сернистый газ.

При необходимости произвести сплавление веществ, содержащих много железа и других тяжелых металлов, нужно предварительно удалять последние путем растворения в кислотах. Только после этого нерастворившуюся часть сплавляют в платине.

Нельзя погружать в воду раскаленный тигель или чашку, в особенности со сплавом.

Нельзя мять тигель для извлечения из него сплава, удалять его при помощи ножа и пр. или измельчать крупинки вещества в платиновой посуде, пользуясь стеклянной палочкой или каким-либо другим твердым предметом.

Для извлечения сплава из тигля имеется несколько приемов, но не все они дают нужный эффект. Первое условие для наилучшего извлечения сплава — это гладкий и недеформированный тигель. Способ погружения раскаленного тигля со сплавом в холодную воду, как иногда практикуется, недопустим, так как от этого портится тигель. Кроме того, это не всегда приводит к достижению цели. Извлечение сплава надавливанием или постукиванием портит тигель и поэтому также недопустимо.

Для извлечения сплава удобно пользоваться прочной платиновой проволокой, конец которой согнут в виде спирали, опускаемой в расплав. Когда сплав застынет, тигель снова нагревают так, чтобы

---

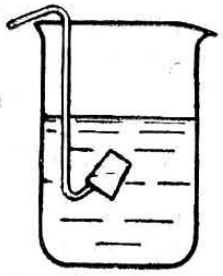
[1] Сплавление с содой в платиновом тигле в электрическом муфеле производить не рекомендуется. В особенности это недопустимо в случае разложения природных материалов, бедных кремневой кислотой, так как при этом происходит сильное разъедание сплавом внутренней поверхности платинового тигля (Ред.)

расплавилась только наружная часть сплава (вблизи стенок тигля). После этого сплав легко вынимают из тигля вместе с проволокой, а оставшуюся часть сплава удаляют обработкой в воде или какой-либо кислоте.

Общепримепимый метод извлечения сплава состоит в том, что жидкий сплав, путем наклонения и осторожного вращения тигля, распределяют по внутренней поверхности его таким образом, что он застывает тонким слоем по стенкам тигля. Затем легким прокатыванием между ладонями вызывают растрескивание сплава, после чего весь сплав отстает; неотставшую часть извлекают, обрабатывая растворителем.

Если часть сплава ничем не удается извлечь, то лучше всего остаток подсушить и дополнительно сплавить его с небольшим количеством соды.

Для извлечения нерастворимых сплавов — пиросульфатного или содового сплава сульфатов, например при анализе баритов, гипса и др., хорошо себя зарекомендовал следующий способ: в стакан наливается вода и на край стакана подвешивается стеклянная палочка, изогнутая на концах крючком под косыми углами. Тигель наполняется водой, погружается в стакан, под водой переворачивается вверх дном и затем навешивается на крючок (см. рисунок). После этого доливается вода, чтобы весь тигель был покрыт ею. Образующийся в результате выщелачивания более тяжелый раствор соли вместе с нерастворимым осадком спускается на дно стакана и постоянно заменяется новыми порциями воды. Благодаря такой циркуляции содержимое тигля выщелачивается быстро. После этого тигель вынимают и тщательно ополаскивают водой.



К часто практикуемому способу, заключающемуся в опускании тигля со сплавом в стакан или в чашку с кислотой, которую тут же нагревают до полного извлечения и растворения сплава из тигля, следует отнестись с осторожностью, так как возможна потеря платины за счет перехода ее в раствор.

ПРИМЕНЕНИЕ ЩИПЦОВ С ПЛАТИНОВЫМИ НАКОНЕЧНИКАМИ

Платиновые наконечники, насаживаемые на концы железных или стальных щипцов, служат для того, чтобы захватывать ими накаленную платину, снимая с огня или загружая в горячую муфельную печь. Нельзя, держа в таких щипцах тигель, прокаливать его при высоких температурах и длительное время, как иногда практикуется в лабораториях. В особенности это недопустимо при чистке тиглей сплавлением с бисульфатом, так как железные (стальные) части щипцов забрызгиваются сплавом, увеличиваясь при этом в объеме, что приводит в конечном счете к разрыву платиновых наконечников,

которые быстро разъедаются и ржавеют. По этой же причине совершенно недопустимо погружать концы щипцов в кислоту, особенно горячую, например доставать щипцами тигель, погруженный в кислую жидкость и т. п. Нельзя также класть щипцы на стол, тем более загнутыми концами вниз, так как, помимо загрязнения самих щипцов, этим путем можно внести в анализ посторонние вещества. Недопустимо также захватывать щипцами платиновые крышки тиглей иначе, как за специально предназначенную для этого часть крышки. В противном случае крышки быстро деформируются.

Не рекомендуется брать щипцами за края чашки, наполненные жидкостью или другими веществами, так как это приводит к разрывам платины. Чашки в этом случае следует брать руками, а если они горячие, переносить на подставке (подносе).

ОБРАЩЕНИЕ С ЭЛЕКТРОДАМИ ИЗ ПЛАТИНЫ

Перед употреблением платиновый электрод надо тщательно очистить, чтобы полностью удалить с него металл, отложенный при предыдущем электролизе. Большинство металлов можно удалить, погружая платиновый электрод на короткое время в горячую азотную кислоту и затем обмывая его водой. После повторного погружения электрода в азотную кислоту его окончательно обмывают водой. Катоды с отложенным на них никелем надо сначала обработать концентрированной азотной кислотой. Перекись свинца удаляют с анода погружением в разбавленную азотную кислоту, содержащую немного перекиси водорода.

Никогда нельзя прокаливать электроды, если на них отложен посторонний металл, иначе может образоваться сплав последнего с платиной, и электрод будет испорчен.

Если на поверхности платинового электрода образовался тонкий налет сплава с висмутом или ртутью, то его обрабатывают азотной кислотой. В том случае, когда почернение не уничтожается, электроды прокаливают короткое время на большом пламени или применяют расплавленный бисульфат.

Нельзя проводить электролиз из кислых растворов, содержащих хлориды и цианиды, так как в таких растворах платиновый анод сильно разъедается, а растворившаяся платина отлагается на катоде, отчего может быть получен неправильный результат анализа.

Такие металлы, как цинк, галлий, ртуть, висмут, не рекомендуется отлагать непосредственно на платине, так как электроды при этом сильно портятся, платина тускнеет и чернеет. Повидимому, это связано с образованием сплавов с указанными металлами, особенно с цинком. Во избежание этого платиновый электрод электролитическим путем покрывают предварительно слоем меди или серебра.

Не следует касаться электрода пальцами, чтобы не попадал жир, иначе на нем плохо будет осаждаться металл. Снять жир с электрода можно очень легко, нагревая его в пламени до темнокрасного каления.

ЗОЛОТО

СВОЙСТВА МЕТАЛЛА, ВИДЫ ЛАБОРАТОРНЫХ ИЗДЕЛИЙ, ПРИМЕНЕНИЕ

Чистое золото имеет сравнительно невысокую температуру плавления (около 1060°), благодаря этому оно не нашло широкого применения в лабораторной практике. Золото химически индиферентный металл. Едкие щелочи в заметной степени на него не действуют. Большинство кислот также почти не оказывают влияния на этот металл, за исключением таких кислот, как царская водка, или в случае одновременного действия на него кислоты и свободных галоидов или других окислителей.

Для лабораторных целей из золота изготавливаются тигли с крышками и чашки разных размеров. Согласно ГОСТ 6353—53 выпускаются тигли высокие, марки Зл. 999, содержащие 99,9% Au и до 0,03% Fe (изделия №№ от 104-1 до 104-10), подобные тиглям из платины соответствующей формы и размеров, а также чашки из золота, круглодонные и плоскодонные.

Считается, что для выпаривания кислых (без выделения галоидов) и щелочных растворов золотые чашки в ряде случаев лучше платиновых. Важнейшим недостатком изделий из золота является невысокая температура плавления металла. **Об этом следует всегда помнить при работе с ними.** В остальном изделиями из золота можно пользоваться во всех случаях, где применимы платиновые изделия, применяя те же предосторожности, что и при работе с платиной.

В производственных лабораториях системы геологической службы изделиями из золота (тигли, чашки) практически не пользуются Исключение представляют крышки из золота (изделия №№ 132-1 и 132-2), находящие применение при определении ртути методом «отгонки на золотую крышку» (метод амальгамирования).

СЕРЕБРО

СВОЙСТВА МЕТАЛЛА, ВИДЫ ЛАБОРАТОРНЫХ ИЗДЕЛИЙ, ПРИМЕНЕНИЕ

Серебро плавится при 960°, **поэтому серебряную посуду нельзя нагревать, пользуясь открытым пламенем газовой горелки или в сильно накаленном муфеле.** Серебряные изделия при нагревании покрываются пленкой окиси серебра, поэтому они непригодны для взвешивания осадков.

ГОСТ 6563—53 предусматривается изготовление лабораторных изделий марки Ср. 999, содержащих не менее 99,9% серебра и не более 0,09% примесей недрагоценных металлов. Из серебра изготавливаются тигли высокие и широкие с крышками, чашки емкостью до 500 мл и некоторые другие изделия.

Применение серебряной лабораторной посуды в аналитической практике ограничено. Она употребляется главным образом для сплавления с перекисью натрия и едкими щелочами, а также для выпаривания растворов с едкими щелочами, едким баритом и т. п.

Серебро в этом случае несколько разъедается на границе у поверхности сплава, где последний соприкасается с кислородом воздуха. В некоторых кислотах серебро мало устойчиво, например в азотной кислоте оно легко растворяется.

Следует иметь в виду, что при сплавлении смеси едкой щелочи с нитратами лучше применять золотой тигель, чем серебряный, так как на золото эта смесь действует слабее, чем на серебро; кроме того, сплав в этом случае не так стремится «выползти» из тигля, как при сплавлении в серебряном тигле.

ЗАМЕНИТЕЛИ ЛАБОРАТОРНЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ

Никель. Никель плавится при температуре около 1450° и при накаливании на воздухе окисляется. Поэтому никелевые тигли, чашки и пр. не могут служить в тех случаях, где требуется производить взвешивание осадков после прокаливания.

В других случаях, например при сплавлении со щелочами, изделия из чистого никеля оказываются очень полезными заменителями лабораторных изделий из драгоценных металлов (серебра).

Так, перекись натрия, действующая почти на все металлы, разъедает никель сравнительно немного, настолько, что в одном и том же тигле можно провести большое число сплавлений. Никелевые тигли и чашки широко применяются в наших лабораториях для сплавлений как с перекисью натрия, так и с едкими щелочами. Непременным условием хорошей службы при этом является то, чтобы изделия были изготовлены из чистого никеля, а также не содержали в качестве примесей те элементы, которые подлежат определению. Сам же никель, переходящий частично в сплав и затем попадающий в анализируемый раствор в виде осадка гидроокиси, обычно не мешает дальнейшим аналитическим операциям. Никелевые тигли гораздо более долговечны в работе, чем железные.

Сплавы никеля и хрома (нихром, хромель) при нагревании мало окисляются на воздухе благодаря образованию тонкой защитной пленки и пригодны для изготовления некоторых лабораторных предметов (треугольники, проволочные сетки).

Железо. Чистое металлическое железо уступает никелю в отношении своей химической стойкости. Однако, поскольку железо значительно дешевле, чем никель, оно является незаменимым в лабораториях при выполнении некоторых операций. Железные тигли применяются при производстве анализов для сплавления в них анализируемого материала с едкими щелочами и с перекисью натрия. Сплавления или спекания при определении щелочных металлов по Смиту также можно вполне проводить в железных (равно как и никелевых) тиглях пальцеобразной формы, с плотно прилегающими к ним крышками.

Как и никель, железо, идущее на изготовление тиглей, не должно содержать определяемых элементов, например хрома, ванадия и др. Это может произойти, если вместо чистого железа было взято железо, содержащее легирующие присадки. Наиболее удобно готовить

железные тигли штампованием из кровельного железа, хотя такие тигли и менее долговечны, чем изготовленные способом вытачивания цилиндра с утолщенным дном, но они значительно дешевле. К тому же кровельное железо всегда бывает чище, чем тот случайный материал (сталь различных марок), из которого обычно вытачивают тигли. Железо, идущее на изготовление тиглей, надо всегда предварительно проверять спектральным методом на наличие в нем примесей.

Удобным размером тиглей мы считаем: диаметр дна 25 мм, диаметр верхней части 65 мм, высота 45 мм, толщина стенок около 0,60 мм.

К в а р ц. Изделия из плавленого кварца сравнительно недавно начали применяться в аналитической практике. Следует указать, что кварц как ценный заменитель изделий из платины пока совершенно недостаточно используется в наших производственных лабораториях. В то же время во многих случаях при прокаливании осадков кварцевые тигли вполне могут заменять платиновые. В них также можно вести сплавление с пиросульфатом, если при этом кремнезем не подлежит определению. Щелочные растворы на кварц несколько действуют, кислоты же на него не оказывают почти никакого влияния. Кварц термостоек; следует, однако, иметь в виду, что после многих прокаливаний кварц делается несколько более хрупким.

Изготовленные из плавикового кварца трубочки для треугольников чрезвычайно удобны в работе. Чашки и стаканы из кварца успешно применяются взамен стеклянной посуды при определении щелочных металлов, так как кварц разъедается меньше, чем стекло, к тому же сам он, в отличие от стекла, не содержит щелочей.

Промышленность изготовляет следующие лабораторные изделия из прозрачного плавленого кварца[1]: (ГОСТ 6377—52) тигли высокие №№ с 1 по 10 номинальной емкостью от 5 до 100 мл и низкие №№ с 1 по 10 номинальной емкости от 5 до 100 мл. Ходовые размеры тиглей №№ 6, 7 и 8 близки по форме и размерам к наиболее широко применяемым номерам платиновых тиглей. Согласно ГОСТ 7300—54 чашки из прозрачного кварцевого стекла с носиком и плоским дном (№№ с 1 по 10) имеют номинальную емкость от 15 до 200 мл.

---

[1] Здесь указывается лишь та лабораторная посуда из плавленого кварца, которая может служить заменителем соответствующих изделий из драгоценных металлов.

ЛИТЕРАТУРА

Берль Лунге. Химико-технические методы исследования, ГОНТИ, т. II, ч. 2, в. 2, стр. 326; т. II, ч. 2, в. 1, стр. 31, 61, 1938.

Бетгер В. Основы качественного анализа. Гос. научно-техн. изд., стр. 173, 1931.

Бильц Г., Бильц В. Количественный анализ, Госхимтехиздат, стр. 32—34, 1933.

Гиллебранд В. Ф. и Лендель Г. Э. Практическое руководство по неорганическому анализу. Глав. ред. химической литературы, стр. 40—42, 50—52, 60, 114, 119—121, 326, 1935.

Гровс А. Анализ силикатов. Изд. иностр. литературы, стр. 14, 50—51, 73, 205—206, 1953.

Грошев А. П. Технический анализ. Госхимиздат, стр. 512, 1953.

Дымов А. М. Технический анализ руд и металлов. Металлургиздат, стр. 461, 1949.

Классен А. Электроанализ. Госхимтехиздат, стр. 62—70 и 113, 1934.

Кольтгоф И. М. и Сендель Е. Б. Количественный анализ. Гос. научно-техн. изд. хим. литературы, стр. 182, 190—194, 277, 439—441, 622, 1948.

Лендель Г., Гофман, Брант Г. Анализ черных металлов. Госхимтехиздат, стр. 18—21, 27, 28, 98—99, 151, 152, 1934.

Пономарев А. И. Методы химического анализа минералов и горных пород. Изд. АН СССР, т. 1, стр. 314—316, 1951.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

НОРМЫ ВРЕМЕНИ ПОЛЬЗОВАНИЯ ПЛАТИНОВОЙ ПОСУДОЙ И ЕЕ ПРИМЕНЕНИЯ НА ПРЕДПРИЯТИЯХ МИНИСТЕРСТВА ГЕОЛОГИИ И ОХРАНЫ НЕДР[1]

№ п/п	Определяемые элементы	Методика анализа	Наименование операции	Норма времени в час. на одно определение	Применяемая посуда по ГОСТ 6563—53
			I. Анализ силикатов (бокситов)		
1	Кремневая кислота	ГОСТ 2642—53	Подготовка посуды, сплавление с содой, выщелачивание, озоление, прокаливание и обработка плавиковой кислотой	9	Тигель № 100-7[2] с крышкой
2	Сумма полуторных окислов	ГОСТ 2642—53	Подготовка посуды, подсушивание и прокаливание осадка, сплавление с пиросульфатом калия	6	То же
3	Потеря при прокаливании	ГОСТ 2642—53	Подготовка посуды, двухкратное прокаливание	3	То же
4	Марганец	ГОСТ 2642—53	Подготовка посуды, разложение смесью кислот	3,5	То же
5	Сера	А. И. Пономарев, Методы химического анализа силикатов и горных пород, АН СССР, 1951	Подготовка посуды, сплавление и выщелачивание	2,5	Тигель № 100-7 с крышкой
6	Фосфор	А. И. Пономарев, Методы химического анализа силикатов и горных пород, АН СССР, 1951	Подготовка посуды; разложение навески смесью кислот, прокаливание и сплавление осадка	5,5	Чашка № 118-3
7	Сумма щелочей	То же	Подготовка посуды, разложение плавиковой кислотой, обработка раствором окиси кальция и фильтрация	6	Чашка № 118-5
			II. Анализ баритов		
8	Барий и кремневая кислота	То же	Подготовка посуды, сплавление, выщелачивание, озоление осадка сульфата бария и его очистка, озоление фильтра, прокаливание и обработка осадка кремнекислоты плавиковой кислотой	12,5	Тигель № 100-7 с крышкой
9	Кремневая кислота	С. Ю. Файнберг Анализ руд цветных металлов, Металлургиздат, 1954	Подготовка посуды, сплавление, выщелачивание, озоление, прокаливание, обработка плавиковой кислотой	9	Тигель № 100-7

[1] Утверждены Техническим управлением Министерства геологии и охраны недр СССР 25 июня 1955 г.

[2] В целях упрощения виды изделий из платины, применяемых при анализе, условно сведены к наиболее ходовым размерам: тиглю платиновому № 100-7 с крышкой (теорет. вес 25 г) и чашкам из платины № 118-3 (теорет. вес 22 г) и № 118-5 (теорет. вес 48 г.).

№ п/п	Определяемые элементы	Методика анализа	Наименование операции	Норма времени в час. на одно определение	Применяемая посуда по ГОСТ 6563—53
10	Сумма щелочей	С. Ю. Файнберг, Анализ руд цветных металлов, Металлургиздат, 1954	Подготовка посуды, разложение плавиковой кислотой, обработка раствором окиси кальция и фильтрация	6	Чашка № 118-5
			III. Редкие и рассеянные элементы в минералах и горных породах		
11	Цирконий	А. И. Пономарев, Методы химического анализа силикатов и горных пород, АН СССР, 1951	Подготовка посуды, разложение породы смесью кислот с удалением фтора	5,5	Чашка № 118-3
			Подготовка посуды, двухкратное озоление осадка, сплавление с содой и затем с пиросульфатом калия, выщелачивание сплава кислотой	5,5	Тигель № 100-7 с крышкой
12	Стронций	То же	Подготовка посуды, сплавление, выщелачивание, озоление и очистка осадка	5	Чашка № 118-5
13	Литий	П. И. Васильев, Ускоренные методы анализа силикатов, Госгеолиздат, 1951	Подготовка посуды, разложение плавиковой кислотой, обработка осадка, фильтрование, упаривание, переведение в сернокислую соль	7	Чашка № 118-3
14	Сумма окиси редких земель	А. И. Пономарев, Методы химического анализа силикатов и горных пород, АН СССР, 1951	Подготовка посуды, разложение смесью кислот	5,5	Чашка № 118-3
15	Ниобий и тантал	В. С. Быкова, Определение ниобия и тантала в рудах. Сб. «Химические и физико-химические методы анализа минерального сырья», Госгеолтехиздат, 1955	Подготовка посуды, разложение пробы смесью кислот, упаривание	4,5	Чашка № 118-5
		То же	Подготовка посуды, 3-кратное озоление таннинового осадка, обработка смесью кислот, сплавление с бифторидом, выщелачивание	10	Тигель № 100-7 с крышкой
16	Бериллий	Определение малых количеств бериллия в рудах	Подготовка посуды, разложение, сплавление с бифторидом калия, разложение сплава	6	Чашка № 118-3
17	Различные редкие элементы		Изготовление борнокислых, фосфатных, фторидных и др. перлов	1	Проволока диаметром 0,5 мм и длиной 40 мм
			IV. Анализ воды и рассолов		
		Платиновая посуда применяется только для особо ответственных и арбитражных анализов			
18	Сухой остаток	А. А. Резников и Е. П. Муликовская, Методы анализа природных вод, Госгеолтехиздат, 1954	Выпаривание и высушивание до постоянного веса	12	Чашка № 118-4

ПЕРЕРАБОТКА ЛАБОРАТОРНЫХ ОСТАТКОВ, СОДЕРЖАЩИХ ПЛАТИНУ[1]

Морской песок и кремневая кислота, которыми чистят и полируют платину, использованные несколько раз и ставшие уже темными, помещают в коническую колбу и растворяют в царской водке при нагревании на водяной бане, часто взбалтывая, затем разбавляют водой и по отстаивании раствор сливают в чашку для выпаривания. Обработку царской водкой повторяют, остаток песка переносят на фильтр и промывают водой; промывные воды выпаривают вместе с царской водкой досуха. Сухой остаток в чашке три-четыре раза выпаривают поочередно с концентрированной соляной кислотой и водой.

Соляную кислоту надо прибавлять в охлажденную чашку очень осторожно, ибо происходит вскипание и разбрызгивание. Цель выпаривания с соляной кислотой — удаление азотной кислоты и разрушение нитрозоплатино-хлористоводородной кислоты. В последний раз сухой остаток смачивают возможно малым количеством соляной кислоты, прибавляют горячей воды и фильтруют. Полученный остаток промывают горячей водой. Собранный на фильтре песок сушат, прокаливают и снова используют как первоначальный материал для чистки изделий из платины.

К прозрачному фильтру прибавляют концентрированный раствор хлористого аммония, взятый в избытке для полного осаждения платины в виде хлороплатината аммония. Для уменьшения растворимости осадка к раствору следует прибавить равный объем этилового спирта. Через несколько часов (лучше на другой день) хлороплатинат аммония отфильтровывают и промывают два-три раза спиртом, переносят вместе с фильтром в фарфоровый тигель, высушивают и хорошо прокаливают, вначале осторожно производя нагревание при низкой температуре. В результате получается губчатая платина.

Для получения платино-хлористоводородной кислоты губчатую платину растворяют в царской водке, несколько раз выпаривают на водяной бане с соляной кислотой и водой; в последний раз выпаривают с водой досуха. Затем разбавляют водой, насыщают хлором для окисления присутствующей в небольшом количестве двухвалентной платины, окончательно выпаривают, растворяют в воде, фильтруют и доводят до желаемого объема, исходя из расчета, что 1 г платины (Pt) дает 2,1 г $H_2Pt[C]_6$.

---

[1] Здесь приводятся указания по извлечению платины лишь из тех лабораторных остатков, которые получаются в процессе чистки изделий из платины. Подобным же образом можно перерабатывать и другие остатки, содержащие платину. Если эти остатки (растворы кислот и т. п.) содержат одновременно значительные количества других металлов (железа и пр.), то для получения продукта достаточной чистоты необходимо производить повторную операцию выделения платины в виде хлорплатината аммония.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение 3

Платина 4

Свойства металлической платины и ее сплавов 4
Лабораторные изделия из платины 6
Чистка изделий из платины 7
Прокаливание платиновых изделий 9
Прокаливание и сплавление осадков; упаривание растворов в платиновой посуде; извлечение сплавов из тиглей 10
Применение щипцов с платиновыми наконечниками . . . 12
Обращение с электродами из платины 13

Золото 14
Свойства металла, виды лабораторных изделий, применение . 14

Серебро 14

Свойства металла, виды лабораторных изделий, применение. 14

Заменители лабораторных изделий из драгоценных металлов . 15

Литература 17

Приложения:

1) Нормы времени пользования платиновой посудой и ее применения на предприятиях Министерства геологии и охраны недр . 18
2) Переработка лабораторных остатков, содержащих платину 22