

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  $10^{-8}$ — $10^{-7}$  %  
ВИСМУТА В ИНДИИ В ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ  
БЕЗ ОТДЕЛЕНИЯ ИНДИЯ**

А. А. КАПЛИН, А. Г. СТРОМБЕРГ, А. Н. ПОКРОВСКАЯ

Ранее рассмотрены некоторые варианты аналитических задач и возможные способы их решения в методе АПН путем выбора оптимальных условий. На основе этого были разработаны ускоренные методики определения  $10^{-6}$ — $10^{-5}$  % меди и висмута совместно с медью в индии высокой чистоты. Далее нами была поставлена задача выбора некоторых оптимальных параметров с целью достижения максимальной чувствительности определения висмута в индии; некоторые исходные условия (использование полярографа 7-77-4Б, ртутного капельного электрода,  $S = 10^{-2}$  см<sup>2</sup>,  $W = 10^{-2}$  в/сек; навеска 0,2 г) оставались такими же, как и в ускоренной методике. Параметры ускоренной методики определения висмута:  $g = 0,2$  г;  $V = 2$  мл;  $S = 10^{-2}$  см<sup>2</sup>;  $\varphi = 0,05$  в;  $i = 3 \cdot 10^{-9}$  а/мм;  $\bar{\beta} = 25$ ;  $K_3 = 1000$  з а·см/г-ион<sup>-1</sup>;  $h_n = 6$  мм;  $h_c = 9$  мм ( $\alpha = 0,997$ ). В условиях этих опытов  $\gamma_* = 0,016$  и  $\tau = 6$  мин; минимально-определяемая концентрация:

$$a, \% = \frac{100 A \delta \nu h_c}{z F W g \gamma_*} \cdot i = 3 \cdot 10^{-6} \%.$$

Анализ этого соотношения и перечисленных параметров показывает, что чувствительность методики может быть повышена в 180 раз: за счет увеличения  $\gamma$  в 60 раз и использования  $i_* = 1 \cdot 10^{-9}$  а/мм (7-77-4Б) вместо  $3 \cdot 10^{-9}$  а/мм. При постоянном размере электрода в условиях опыта после дополнительного амальгамирования константа по разработанной методике  $i_*$  снижена до  $1,5 \cdot 10^{-9}$  а/мм ( $\bar{\beta} = 25^\circ$ , компенсация максимальная,  $K = 10$ ). Степень истощения раствора нами повышена за счет увеличения времени накопления до 60 мин, уменьшения объема рабочего раствора до 0,5 мл и соответствующего возрастания  $K_3$  до  $2000$  з а·см/г-ион<sup>-1</sup> при перемешивании раствора барботажом азота. При новых условиях  $\gamma_* = 0,76$  ( $b = 1,44$ ) и рассчитанная чувствительность методики  $a = 4 \cdot 10^{-8}$  %. Методика обработки пробы осталась такой же, как и в ускоренной методике. Для работы с объемами 0,5 м изготовлены специальные кварцевые стаканчики; соответственно уменьшены размеры трубочки для барботажа азота, соединительного мостика и несущей стеклянной трубочки катода.

**Ход анализа**

Навеска 0,2 г мелко измельченного индия растворяется в 1 мл 7 и HCl при  $t = 60$ — $70^\circ$ . После растворения навески раствор упари-

вается досуха и выдерживается 3—5 мин при  $t = 250^\circ$  для удаления  $SbCl_3$ . Добавляется 0,5 мл 0,25 н HCl, раствор охлаждается, и стаканчик вставляется в электролизер. Накопление проводится при  $\varphi = -0,4$  в;  $\tau = 60$  мин; перемешивание барботажем азота. После окончания накопления регистрируется полярограмма висмута в области  $-0,15—0$  в ( $\varphi_n = -0,05$  в). Предварительно при  $\varphi = -0,15$  в проводится анодное растворение меди путем остановки потенциометрического барабана. Методом добавок стандартного раствора определяется концентрация висмута в индии после повторного накопления.

Для анализа были взяты образцы индия марки In—00, содержание висмута в которых, по данным химико-спектрального анализа заводской лаборатории, ниже  $1 \cdot 10^{-7}$ %. Результаты амальгамно-полярографического определения висмута по разработанной методике в одном из образцов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Анализ пробы индия на содержание висмута  $g = 0,2$  г;  $V = 0,5$  мл;  
 $\tau = 3600$  сек;  $S = 10^{-2}$  см<sup>2</sup>  $i = 1,5 \cdot 10^{-9}$  а/мм

	$a \cdot 10^8, \%$	$\bar{n}$	$\sigma$	$\pm W$	$\alpha = 0,68$			$\alpha = 0,95$	
					$t_n$	$\pm \Delta a$	$\pm \frac{\Delta a}{a}$	$t_n$	$\pm \frac{\Delta a}{a}$
В1	3,4	8	0,55	$\pm 16$	1,1	0,22	$\pm 7$	2,4	$\pm 14$

Таким образом, содержание висмута в пробе  $a(0,95) = 3,4 \pm \pm 0,5 \cdot 10^{-8}$ %. Длительность методики при анализе двух проб и одной холостой составляет 6—7 часов при работе одного лаборанта.

Время накопления ( $\tau = 60$  мин) по этой методике, хотя и в 2—3 раза выше, чем обычно используемое в методе АПН, является оптимальным для данной задачи ( $a = 10^{-8}$ %) при перемешивании раствора барботажем азота, на ртутном капельном электроде и работе на полярографе 7-77-4Б при максимальной компенсации. Это время может быть значительно снижено при увеличении  $K_s$  или использовании более тонких чувствительностей полярографа и соответствующем увеличении тока компенсации. Например, показана возможность использования  $i = 1,08 \cdot 10^{-10}$  а/мм LP—60; 1(3) при определении висмута на такой же поверхности. В этих условиях  $\tau$  снижается до 8—10 минут и, следовательно, время анализа до 60—80 минут: 2 параллельных пробы и одна холостая.