

ИССЛЕДОВАНИЯ ПО РАЗРАБОТКЕ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
 $10^{-5}$ — $10^{-7}$ ,% СУРЬМЫ В СВИНЦЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ  
МЕТОДОМ АПН

В. Ф. ЯНКАУСКАС, В. М. ПИЧУГИНА

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

В свинце высокой чистоты допускается содержание сурьмы не более  $2 \cdot 10^{-5}$ %. Для определения таких малых количеств чаще всего используются колориметрические и химико-спектральные методики. Однако последние продолжительны и трудоемки.

Нами проведены исследования по разработке методики определения сурьмы в свинце высокой чистоты без отделения основы методом амальгамной полярографии с накоплением (АПН).

По литературным данным [1] устойчивые катодные волны сурьмы получаются на кислых фонах. Ранее [2] было показано, что на фоне 1 М раствора соляной кислоты на ртутном пленочном электроде можно получить отдельные анодные зубцы сурьмы, меди и висмута. На этом фоне получается хороший анодный зубец сурьмы с потенциалом пика около  $-0,15$  в (нас. к. э.).

Глубина зубца в изученном интервале концентраций прямо пропорциональна концентрации сурьмы в растворе [2]. Следовательно, содержание сурьмы можно определять методом добавок.

Исследования показали, что присутствие ионов  $\text{NO}_3^-$  мешает определению сурьмы, зубцы сурьмы уменьшаются и со временем исчезают. Предполагается, что трехвалентная сурьма в присутствии ионов  $\text{NO}_3^-$  переходит в пятивалентную, которая не восстанавливается на фоне 1 М соляной кислоты. Поэтому после растворения навески свинца в азотной кислоте для удаления избытка последней раствор выпаривается досуха. Для превращения нитратов в хлориды следует раствор трижды выпаривать досуха, вводя предварительно соляную кислоту. Восстановление сурьмы до трехвалентной проводят 10%-ным хлоридом олова [3].

На основании вышеприведенных исследований предлагается следующая методика определения сурьмы в свинце высокой чистоты.

**Методика**

1,0 г измельченного свинца помещают в кварцевый стакан емкостью 150 мл и растворяют в 6—8 мл 6 М азотной кислоты на кипящей водяной бане. Содержимое стаканчика выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 5 мл разбавленной (3:1) соляной кислоты и выпаривают досуха. Эту операцию повторяют трижды. Приливают 5 мл разбавленной (3:1) соляной кислоты и нагревают в течение

5—10 мин. на кипящей водяной бане. Затем прибавляют 5 капель 10%-ного хлорида олова, нагревают еще 5 мин. и охлаждают. Охлажденный раствор разбавляют 1 М соляной кислотой до объема 10 мл. 1 мл анализируемого раствора переносят в чистый стаканчик, добавляют 2 мл 1М раствора соляной кислоты и проводят электролитическое накопление при потенциале — 0,5 в (нас. к. э.) в течение 5 мин. на ртутном пленоч-электроде.

Содержание сурьмы определяют методом добавок.

В табл. 1 приведены результаты анализов свинца высокой чистоты. Чувствительность методики при разработанных условиях составляет  $1 \cdot 10^{-6}\%$ .

Таблица 1  
Результаты анализа свинца высокой чистоты на содержание сурьмы

№ проб	Содержание сурьмы в свинце, %		
	1	$3,7 \cdot 10^{-5}$	$3,7 \cdot 10^{-5}$
2	$2,0 \cdot 10^{-5}$	$2,1 \cdot 10^{-5}$	

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Т. А. Крюкова, С. И. Синякова, Т. В. Арефьева. Полярографический анализ, М., 1959.
2. Л. Ф. Заичко, В. Ф. Янкаускас, М. С. Захаров. Завод. лаборатория, 31, 2, 1965.
3. Ю. Ю. Лурье, Н. А. Филиппова. Завод. лаборатория, 18, 1, 1952; 24, 2, 1858.