

**РАДИОМЕТРИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СТЕПЕНИ СООСАЖДЕНИЯ
РЯДА МИКРОПРИМЕСЕЙ С СУЛЬФАТОМ СВИНЦА**

Н. А. ХИМАЙ, П. И. АРТЮХИН, А. А. КАПЛИН

(Представлена научным семинаром ХТФ)

При анализе свинца высокой чистоты чувствительность прямых методов анализа недостаточна. Поэтому обычно проводится предварительное концентрирование примесей. Оно достигается отделением основной массы свинца в виде труднорастворимых солей [1, 2, 3] или электролитически [4]. Нами проведены исследования с целью количественной оценки полноты извлечения примесей после осаждения свинца в виде сульфата, полноты отделения свинца и изучения возможности ускоренного отделения основной массы свинца от примесей.

Экспериментальная часть

Осаждение свинца проводилось по методике, описанной в работе [5], изменением является лишь двухкратная промывка осадка вместо однократной. Полнота определения примесей изучалась радиометрически. На рабочей установке фиксировались β -излучения. Соосаждение с сульфатом свинца изучалось для следующих примесей: кобальта, сурьмы, кадмия, цинка, натрия, таллия, индия. Полученные результаты приведены в табл. 1. Из табл. 1 следует, что для всех рассмотренных элементов наблюдается соосаждение микропримесей с осадком, однако после двухкратной промывки осадка 6NHNO_3 соосажденные элементы полностью извлекаются. Исключением является таллий, степень извлечения которого составляет в среднем 55%. После отделения основной массы свинца в виде сульфата с маточным раствором в колбу переходит в среднем от 60% до 80%. Эта величина зависит от тщательности разделения фаз. Хотя осаждение свинца проводится с избытком H_2SO_4 , отделение свинца не количественное. Часть его переходит с маточным раствором в виде взвешенных частиц сульфата свинца. На отделение свинца по методике затрачивается 7—8 часов.

Отделение основы в виде сульфата в методе амальгамной полярографии с накоплением оправдано в том случае, если можно значительно сократить время отделения основы без увеличения потерь определяемых примесей в результате соосаждения. Нами оценена полнота отделения свинца в виде сульфата в зависимости от времени выдержки раствора над осадком. Содержание свинца в маточном растворе совместно с промывными растворами оценивалось методом АПН. Для этого 5 мл исследуемого раствора выпаривалось досуха в предварительно проверенном на чистоту кварцевом стаканчике. В стаканчик добавляли фоновый электролит — 2,2 н тирон, проводилось накопление

Результаты радиометрической оценки поведения микропримесей при отделении свинца в виде сульфата

Определяемый элемент	Количество введенного изотопа, %	Содержание изотопов в промывн. раствор., %			Результаты после полного отделения свинца, %
		маточный	1-й промывной	2-й промывной	
Zn-65	$1 \cdot 10^{-3}$	63	30	14	107
Na-22	$1 \cdot 10^{-10}$ — $1 \cdot 10^{-12}$ (без носителя)	52	25	10	87
Co-60	$1 \cdot 10^{-3}$	48	30	10	88
Cd-115M	$5 \cdot 10^{-3}$	75	22	5	102
		66	22	10	98
Sb-124	$2 \cdot 10^{-4}$	78	30	0	108
		72	26	4	102
In-114 M	$2 \cdot 10^{-4}$	70	30	3	103
		63	34	5	102
Tl-204	$1 \cdot 10^{-3}$	70	28	6	104
		68	34	7	105
—	$1 \cdot 10^{-3}$	3	28	20	51
		5	37	14	56
		$1 \cdot 10^{-4}$	4	35	18
—	—	—	37	21	58

свинца и регистрировался анодный пик. Концентрация свинца определялась методом добавок. Результаты приведены в табл. 2.

Из табл. 2 следует, что содержание свинца после осаждения основы в виде сульфата и 20—30 мин. отстаивания раствора с двухкратной промывкой осадка составляет $1,5 \cdot 10^{-5}$ г.

Таблица 2

Полнота отделения свинца в виде сульфата в зависимости от времени выдержки раствора над осадком

№ п.п.	Исходная навеска свинца, г	Время отстаивания, мин	Обнаружено свинца, г	$\frac{C_{исх}}{C_{кон}}$
1	1	20	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^3$
2	1	40	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$6 \cdot 10^4$
3	1	150	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$6 \cdot 10^4$
4	0,625	1200	$1,4 \cdot 10^{-8}$	$4 \cdot 10^7$

Выводы

На основании проведенных исследований установлено, что соосаждение микропримесей с сульфатом свинца можно исключить, но для определения ряда микропримесей методом амальгамной полярографии с накоплением необходимо более полное отделение оставшегося свинца, до концентраций 10^{-6} — 10^{-7} г.

ЛИТЕРАТУРА

- С. П. Шайкин. Завод. лабор., 8, № 6, 1939.
- Н. А. Плетнев, Т. Н. Арефьева, М. И. Таль, К. Л. Дубовицкая. Завод. лабор., 12, 38, 1946.
- Т. А. Крюкова, С. И. Снякова, Т. Н. Арефьева. Полярографический анализ. М., Госхимиздат, 1959.
- Л. С. Андреев, О. П. Азрельян, Е. С. Пospelова. Ж., аналит. химии, 6, № 6, 1951.
- Методы анализа веществ высокой чистоты. Изд. «Наука». М., 1965.