

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ
ИНДИЯ В СВИНЦЕ МЕТОДОМ АМАЛЬГАМНОЙ
ПОЛЯРОГРАФИИ С НАКОПЛЕНИЕМ**

Т. Ф. РЯШЕНЦЕВА, А. А. КАПЛИН, И. С. ЛЕВИН

(Представлена научным семинаром ХТФ)

Описанные в литературе методы полярографического определения индия в свинце весьма громоздки, требуют выполнения большого числа операций, для анализа необходимо значительное число реактивов, чувствительность метода сравнительно низкая — 10^{-3} — $10^{-4}\%$ [1—3].

Наиболее распространенным способом отделения основной массы свинца от примесей является осаждение его в виде сульфата [4, 5]. Этот метод не дает, однако, достаточно полного отделения свинца от примеси индия. Более эффективное отделение свинца как основы может быть достигнуто экстракцией индия алкилфосфорными кислотами (АФ) из слабокислых сред (2—3 н HNO_3 , 4 н HClO_4).

Целью данной работы является разработка методики определения индия в свинце методом амальгамной полярографии с накоплением с предварительным отделением индия от основы экстракцией алкилфосфорными кислотами. Очистка используемых в работе реактивов и метод исследования те же, что и в работе [7]. Для отделения индия от свинца использована экстракционная методика, описанная в [6], сущность которой заключается в экстракции индия АФК из слабокислых растворов с последующим удалением свинца из органической фазы реэкстракцией 2—3 н HNO_3 .

Исходя из того, что на многих растворах потенциалы пиков анодного окисления индия и свинца имеют близкие значения, нами проведены исследования по подбору фона для полярографирования индия в присутствии избытка свинца ($1:10^3$). Оптимальным из изученных фонов является 0,5 М $\text{KOH} + 0,1$ м ЭДА, позволяющий определять индий в избытке Zn , Pb , Cu , Tl , Bi , Sb ($\Delta\varphi_{\text{рв}} - I_{\text{п}} = 0,2$ в). Проведен ряд опытов по количественной оценке возможных потерь индия при выполнении различных операций, связанных непосредственно с экстракцией АФК и последующим полярографированием. Исследования первой стадии, т. е. полноты извлечения индия из различных сред (2 н HNO_3 , 1 н HNO_3 и 4,4 н HClO_4) АФК, показали, что индий полностью переходит в органическую фазу. Так как для разложения и сжигания органической фазы в реэкстрагент при выпаривании вводятся H_2O_2 и H_2SO_4 , нами проведены исследования по определению возможных потерь индия при данной операции. Исследования проводились на синтетических смесях реагентов, используемых в операциях. Результаты сведены в табл. 1. Из таблицы следует, что сжигание органической фазы достаточно проводить 30%ным раствором H_2O_2 и что при этом не наблюдается потерь индия. Полнота определения индия после всех операций изучена нами на

Таблица 1

Определение оптимальных условий, необходимых для сжигания органической фазы при выпаривании реэкстрагента

№ п.п.	Состав смеси	Количество индия введено в р-р (г)	Количество индия найдено после выпаривания (г)	% определения
1	10 н HCl	$0,5 \cdot 10^{-5}$	$0,6 \cdot 10^{-5}$	120
2	10 н HCl	$0,5 \cdot 10^{-5}$	$0,1 \cdot 10^{-5}$	20
3	5 мл 10 н HCl 0,06 мл АФК 0,03 мл конц. H ₂ SO ₄ 1 мл 30% H ₂ O ₂	$0,5 \cdot 10^{-5}$	$0,225 \cdot 10^{-5}$	51
4	5 мл 10 н HCl 0,06 мл АФК 0,1 мл 30% H ₂ O ₂	$0,5 \cdot 10^{-5}$	$0,5 \cdot 10^{-5}$	100

синтетических растворах. Результаты этих исследований приведены в табл. 2, на основании которой можно сказать, что полнота определения индия составляет 80—87%. Исходя из изложенного выше, нами предлагается методика полярографического определения индия в свинце.

Таблица 2

Определение индия на синтетических растворах

№ п.п.	Введено Iп, мг	Взято Pb, мг	Реэкстрагент	Число промывок	Найдено Iп, мг	Определение индия, %
1	0,002	—	8 н. HCl	3	0,0033	105
2	0,00036	—	10 н. HCl	6	0,00035	98
3	0,00037	—	10 н. HCl	6	0,0004	108
4	$1 \cdot 10^{-4}$	—	10 н. HCl	6	$1,3 \cdot 10^{-4}$	130
5	$1 \cdot 10^{-4}$	—	10 н. HCl	6	$0,8 \cdot 10^{-4}$	80
6	0,00036	45	10 н. HCl	6	0,00034	94
7	0,00025	$5 \cdot 10^2$	10 н. HCl	6	0,00021	84
8	0,00022	$5 \cdot 10^2$	10 н. HCl	6	0,00019	87

Методика определения. Навеска 2—3 г измельченного свинца растворяется в 5 мл HNO₃, раствор упаривается до влажных солей, которые затем растворяются в 20—30 мл 2 н. HNO₃. 5 мл данного раствора переносятся в делительную воронку, добавляется 5 мл экстрагента (АФК) и проводится экстракция 1—2 мин при энергичном встряхивании. Для удаления свинца, перешедшего в органическую фазу, проводится шестикратная его реэкстракция 5 мл 2—3 н. HNO₃. Индий реэкстрагируется двукратно 2 мл 8—10 н. HCl. 4 мл реэкстрагента выпариваются в проверенном на чистоту кварцевом стаканчике при температуре, равной 140—150°. Сжигание органической фазы, присутствующей в реэкстрагенте, проводится добавлением 30%-ного раствора H₂O₂ до полного обесцвечивания остатка. Для разложения и удаления следов перекиси остаток прокаливается при температуре 200—250° и растворяется в фоновом растворе: 0,5 м. КОН+0,1 м ЭДА. Индий определяется методом амальгамной полярографии с накоплением. Содержание индия в образцах пробы 10^{-5} % определяется при условиях анализа: фон 0,5 м КОН+0,1 м ЭДА. Электрод пленочный. $S=3 \cdot 10^{-2}$ см²; $\Phi_{эл}=-1,5$ в; $\tau=1$ мин; $i=1 \cdot 10^{-8}$ а/мм; $V=4$ мл; $W=10^{-2}$ в/сек.

Выводы

Разработан метод определения индия в свинце с использованием амальгамной полярографии с накоплением на пленочном электроде с предварительным отделением индия от свинца экстракцией алкилфосфорными кислотами.

ЛИТЕРАТУРА

1. R. I. Hofer, R. Z. Bachman, V. Banks, anal. Chim. acta, **29**, 1, 61, 1965.
 2. P. Kühn, Chem. listy, **57**, № 1, 62, 1963.
 3. S. Ziemia, H. Jedrzejewska, Rudy i metale miezel, **111**, № 2, 85, 1966.
 4. В. Ф. Гиллебранд, Лендель и др. Практическое руководство по неорганическому анализу, М., 1960.
 5. Под редакцией И. П. Алимарина. Методы анализа веществ высокой чистоты. Изд. «Наука», 315, 1965.
 6. И. С. Левин, Т. Г. Азаренко. Ж., аналит. химии, **18**, № 11, 1335, 1963.
 7. В. И. Кулешов, А. Г. Стромберг. Сб. «Методы анализа хим. реактивов и препаратов», вып. 5—6. Изд. ИРЕА, М., 1963.
-