

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИСМУТА, КАДМИЯ И ЦИНКА
В ЧИСТОМ ЖЕЛЕЗЕ МЕТОДОМ АПН**

Ю. И. ИВАНОВ, А. А. КАПЛИН, Е. М. МАЛЬКОВ

(Представлена научно-методическим семинаром
химико-технологического факультета)

Целью настоящей работы является дальнейшая разработка методики определения ряда микропримесей в чистом железе методом АПН. Известно, что железо представляет собой исключительно сложный по составу и числу примесей объект анализа [2, 3, 4, 5]. Образование интерметаллических соединений, наличие больших количеств меди (10^{-2} — $10^{-3}\%$) в образцах железа ограничивает применение методики, описанной в работе [1], определением меди и свинца. Изучена возможность дальнейшего усовершенствования методики, описанной в работе [1] с целью определения в чистом железе микропримесей Bi, Cd, Zn. Сущность предложенной методики заключается в экстракции железа с помощью смеси (1:1) диэтилового и диизопропилового эфиров, отделения меди от водной фазы с использованием диэтилдитиокарбомата натрия (ДДКNa) и анализа водной фазы на содержание Bi, Cd, Zn методом АПН.

Нами исследована экстрагируемость микропримесей висмута, меди, свинца, кадмия и цинка ДДКNa в условиях оптимального отделения железа с помощью смеси диэтилового и диизопропилового эфиров. Установлено, что медь экстрагируется практически полностью, кадмий — до 60%, остальные элементы не экстрагируются. Найдены условия реэкстракции кадмия с использованием $9 \div 10$ М HCl.

Ход анализа

Навеску железа 0,5 г растворяют в 10 мл концентрированной HCl при нагревании до 90—95°C в колбе емкостью 25 мл. После растворения добавляют 1 мл концентрированной HNO₃ и доводят до метки (3:2) HCl. Содержимое колбы охлаждают и переносят в делительную воронку. В воронку приливают примерно одинаковый объем смеси диэтилового и диизопропилового эфиров (1:1) и экстрагируют Fe (3+). Экстракцию проводят 3÷5 раз до полного обесцвечивания водной фазы. Отбирают 5 мл водной фазы для количественного определения Cu и Pb [1]. К оставшейся части водной фазы добавляют 0,5 мл 10%-го водного раствора ДДКNa и экстрагируют медь. В качестве растворителя используется хлороформ. Экстракцию проводят два раза. Кадмий реэкстрагируют из органической фазы с помощью 5 мл $9 \div 10$ М HCl. Затем отбирают по 5 мл водной фазы в два кварцевых стаканчика объемом по 10 мл и выпаривают до сухих солей при 90—95°C. Органические при-

Таблица 1

Результаты анализа на содержание висмута, кадмия и цинка в железе

	№ параллельной пробы	Содержание висмута, %		Содержание кадмия, %		Содержание цинка, %	
Образец 1	1	$\leq 1 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-7}$	$4,7 \cdot 10^{-4}$	$(5,5 \pm 1) \cdot 10^{-4}$	$6,5 \cdot 10^{-4}$	$(6,6 \pm 0,6) \cdot 10^{-4}$
	2	$\leq 1 \cdot 10^{-7}$		$6,1 \cdot 10^{-4}$		$7,0 \cdot 10^{-4}$	
	3	$\leq 1 \cdot 10^{-7}$		$5,3 \cdot 10^{-4}$		$6,6 \cdot 10^{-4}$	
	4	$\leq 1 \cdot 10^{-7}$		$6,0 \cdot 10^{-4}$		$6,1 \cdot 10^{-4}$	
Образец 2	1	$\leq 1 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-7}$	$3,0 \cdot 10^{-3}$	$(3,3 \pm 0,5) \cdot 10^{-5}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$(2,1 \pm 0,2) \cdot 10^{-3}$
	2	$\leq 1 \cdot 10^{-7}$		$3,7 \cdot 10^{-5}$		$2,3 \cdot 10^{-3}$	
	3	$\leq 1 \cdot 10^{-7}$		$3,3 \cdot 10^{-5}$		$2,1 \cdot 10^{-3}$	
	4	$\leq 1 \cdot 10^{-7}$		$3,2 \cdot 10^{-5}$		$2,1 \cdot 10^{-3}$	
Образец 3	1	$3,0 \cdot 10^{-7}$	$(3,2 \pm 0,2) \cdot 10^{-7}$	$4,6 \cdot 10^{-4}$	$(4,8 \pm 0,4) \cdot 10^{-4}$	$5,3 \cdot 10^{-4}$	$(5,5 \pm 0,3) \cdot 10^{-4}$
	2	$3,3 \cdot 10^{-7}$		$4,4 \cdot 10^{-4}$		$5,5 \cdot 10^{-4}$	
	3	$3,1 \cdot 10^{-7}$		$5,0 \cdot 10^{-4}$		$5,7 \cdot 10^{-4}$	
	4	$3,7 \cdot 10^{-7}$		$5,2 \cdot 10^{-4}$		$5,7 \cdot 10^{-4}$	

меси разлагают с помощью смеси 1 мл концентрированной H_2SO_4 + 2 мл H_2O_2 (33%) при нагревании.

Висмут определяют полярографически на фоне 0,5 М HCl . В стаканчик после разложения органических примесей добавляют 5 мл 0,5 М HCl и помещают его в циркуляционный электролизер. Исследуемый раствор продувают аргоном и проводят электрическое накопление при потенциале $-0,5$ в в течение 5 мин. Чувствительность прибора $S=1,1^{-8}$ а/мм, потенциал пика Bi на фоне 0,5 М HCl равен 0,05 в. Кадмий и цинк определяют на фоне 0,1 М NH_4F . Чувствительность прибора $S=1,10^{-7}$ а/мм. Потенциалы пиков кадмия и цинка на фоне 0,1 М NH_4F составляют 0,55 в и 0,9 в соответственно. В работе использовался пленочный цилиндрический электрод.

Все исследования проводились на полярографе ОН-101/1 (Венгрия). В табл. 1 приведены результаты анализа трех проб чистого железа. Чувствительность разработанной методики $1,10^{-7}\%$.

Выводы

Разработана методика определения висмута, меди, свинца, кадмия, цинка в чистом железе. Предлагаемая методика может быть использована для анализа железа на содержание вышеперечисленных примесей с чувствительностью $1,1^{-7}\%$.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ю. И. Иванов, Л. Ф. Заичко, А. А. Каплин. Определение методом АПН меди и свинца в железе с отделением основы. Настоящий сборник.
2. Ю. А. Черников, Б. М. Добкин. «Завод. лаб.», 15, 1143, 1949.
3. Г. Шарло. Методы аналитической химии. «Химия», М., 1969.
4. Органические реagensы в неорганическом анализе. Труды комиссии по аналитической химии. М., 1961.
5. О. И. Никитина, А. К. Иванова. «Завод. лаб.», 30, 46, 1964.