

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА И МЕДИ В РТУТИ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДОМ АПН

В. Ф. СЛИПЧЕНКО, В. М. ПИЧУГИНА, А. А. КАПЛИН

(Представлена научным семинаром кафедры физической и коллоидной химии)

В настоящее время в литературе имеется ряд работ по определению некоторых примесей в ртути [1—3]. Все они основаны на том, что проводится разделение ртути и примесей различными способами.

Амальгамно-полярографическое определение примесей, более электроотрицательных, чем элемент основы, невозможно без их взаимного отделения. Данную проблему можно решить путем отделения основы от определяемых примесей или наоборот. Для массовых анализов наиболее приемлемым является первый вариант. Поэтому основные исследования были проведены именно в этом направлении.

Ртуть можно отделять путем отгонки, экстракции, возгонки соответствующих хлоридов и др. В наших исследованиях ртуть отделялась электрохимическим путем и возгонкой в виде хлорида ртути.

Электрохимическое отделение ртути проводилось из подкисленного раствора азотнокислой соли ртути при плотности тока 100 ма в течение 2,5—3 час. на серебряном спиралевидном катоде площадью 30 мм².

Таблица 1

Результаты оценки потерь Zn, Cd, Pb, Cu в ходе анализа («введено—найдено»)
(Условия опыта: фон — 0,1 н NH₄F; V p-ра=3мл; чувств.=3·10⁻⁸ а/мм)

Цинк			Кадмий			Свинец			Медь		
введено, x10 ⁻⁷ г/мл	найде- но, x10 ⁻⁷ г/мл	%	введе- но, x10 ⁻⁸ г/мл	найде- но, x10 ⁻⁸ г/мл	%	введе- но, x10 ⁻⁸ г/мл	найде- но, x10 ⁻⁸ г/мл	%	введе- но, x10 ⁻⁸ г/мл	найде- но, x10 ⁻⁸ г/мл	%
1,5	1,7	—	7,5	7,5	100	7,5	7,7	—	7,5	6,0	93
1,5	1,5	100	7,5	8,0	—	7,5	8,0	—	7,5	6,0	93
1,5	1,7	—	7,5	6,0	93	7,5	7,6	100	7,5	7,5	100
1,5	1,5	100	7,5	5,4	72	7,5	7,3	97	7,5	8,0	—

В результате проведенных исследований было установлено, что ртуть полностью выделить данным методом не удастся, а присутствие в анализируемом растворе ртути в количестве 10⁻³—10⁻² м/л мешает определению указанных элементов.

Поэтому в дальнейшем исследования были проведены в направлении отгонки ртути в виде хлоридов. Для выяснения потерь определяемых примесей, возможных в ходе анализа, в пробу ртути вводились дозированные добавки этих элементов и проводились все операции, необходимые при анализе. Результаты эксперимента приведены в табл. 1. На основании проведенных исследований предлагается амальгамно-полярографическая методика определения цинка, свинца, кадмия и меди в ртути.

Ход анализа

Навеску ртути (0,2—0,5 г) растворяют в 3 мл конц. азотной кислоты; раствор упаривают до сухого остатка. В стаканчик добавляют 2 мл 8 н соляной кислоты. Раствор упаривают досуха при температуре 70—80°С, и полученную соль возгоняют при 160°С. После отгонки соли в стаканчик добавляют 3 мл 0,1 н раствора фтористого аммония и проводят электрохимическое накопление цинка, кадмия, свинца и меди при потенциале электролиза — 1,7 в (отн. нас. к. э.) в течение 3 мин. Содержание примесей в образце оценивают методом добавок.

Результаты анализа приведены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты анализа ртути на содержание Zn, Cd, Pb и Cu. Условия опыта в тексте

Объект	Определяемый элемент	п	$\bar{x} \cdot 10^5$	$t_\alpha = 0,95$		
				t_α	$E = S_{\bar{x}} \cdot t_\alpha$	E, %
Образец ртути № 1	Zn	4	3,2	2,8	2,1	66
	Cd	6	0,35	2,5	1,9	54
	Pb	4	0,5	2,8	1,12	22,4
	Cu	4	0,27	2,8	0,358	13
Образец ртути № 4	Zn	3	0,6	3,2	0,896	15
	Cd	3	0,43	3,2	2,62	61
	Pb	3	1,2	2,8	0,392	32,6
	Cu	2	0,06	4,3	3,87	65

ЛИТЕРАТУРА

1. E. Jackwerth, Z. Anal. Chemie, **206**, 269 (1964).
2. Е. Я. Нейман, Э. Д. Белова. «Завод. лабор.», **3**, 1969.
3. В. Г. Типцова, А. Г. Дворжак, Е. И. Малкина. ЖАХ, **23**, 1968.