

Список литературы

1. Matsui J., Goji S., Murashima T., Miyoshi D., Komai S. et al. // *Anal. Chem.*, 2007.– №79.– С.1749–1757.
2. Kunitake T., Lee S-W. // *Anal. Chim. Acta.*, 2004.– №504.– С.1–6.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РОДИЯ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ ПО ПИКАМ СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРООКИСЛЕНИЯ СВИНЦА ИЗ БИНАРНОГО СПЛАВА РОДИЙ-СВИНЕЦ

Ю.А. Оськина

Научный руководитель – д.х.н., профессор Н.А. Колпакова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, iuoskina@mail.ru

Ранее установлено [1], что зафиксировать на вольтамперных кривых процесс восстановления ионов родия (III) не удастся. Это связано с параллельно протекающим процессом восстановления ионов водорода, который перекрывает процесс электровосстановления ионов родия (III). Процесс электроокисления осадков родия с поверхности графитовых электродов протекает при потенциалах более положительных чем 1 В и перекрывается процессом выделения кислорода из воды. Определение ионов родия (III) в растворах методом инверсионной вольтамперометрии можно проводить по пикам селективного электроокисления неблагородного компонента бинарного электрохимического осадка металл-платина.

Целью данной работы было показать возможность использования пиков селективного электроокисления свинца из интерметаллических соединений с родием, полученных на поверхности графитового электрода на стадии предварительного электролиза, для аналитического определения родия в водных растворах и минеральном сырье.

Электроосаждение компонентов бинарного сплава родий-свинец производилось из растворов с различными соотношениями концентраций ионов комплексного хлорида родия (III) и ионов свинца (II) в режиме «*in situ*» при потенциале предельного тока свинца ($E_3 = -1,5$ В). В качестве фонового электролита использовали раствор 1 М HCl. Анодное растворение бинарного осадка проводилось при линейно меняющемся потенциале ($v = 0,06$ В/с) в диапазоне потенциалов от минус 0,65 до минус 0,2 В отн. нас. х.с.э.

Пик электроокисления чистого свинца с поверхности графитового электрода наблюдается при потенциале $-0,55$ В. При введении родия в

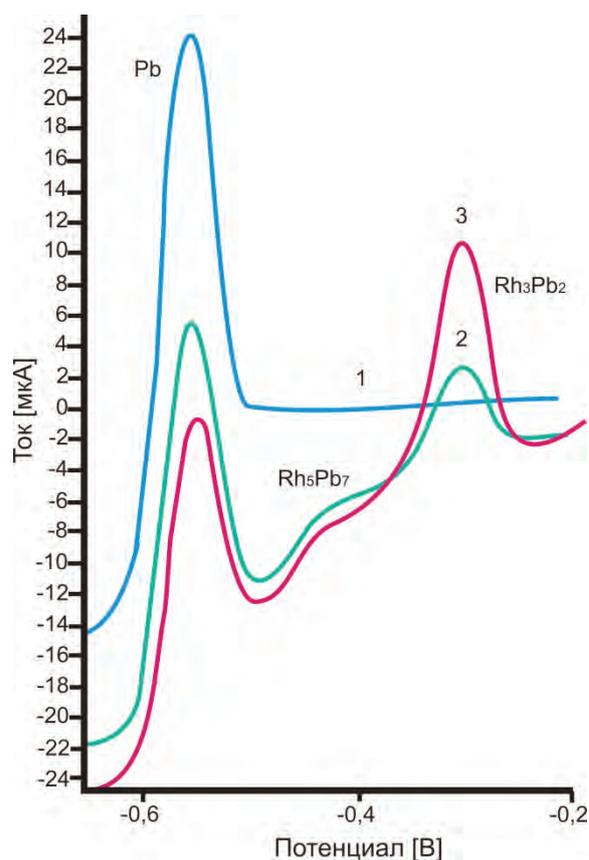


Рис. 1. Вольтамперные кривые электроокисления осадка родий-свинец с поверхности графитового электрода

Условия опытов:

$E_3 = -1,5$ В, $\tau_3 = 180$ сек, $v = 0,06$ В/с
1 – фон 1 М HCl + CPb (II) = 2 мг/дм³; 2 – фон 1 М HCl + CPb (II) = 2 мг/дм³ + CRh (III) = 0,2 мг/дм³; 3 – фон 1 М HCl + CPb (II) = 2 мг/дм³ + CRh (III) = 0,4 мг/дм³.

раствор в отношении $C_{Pb} : C_{Rh} = 10 : 1$, фазовый пик свинца уменьшается и на анодной вольтамперной кривой появляются два дополнительных пика при потенциалах $-0,44$ и $-0,3$ (рисунок 1). На основании экспериментальных исследований, установлено, что данные пики соответствуют процессам селективного электроокисления свинца из ИМС с родием.

Согласно фазовой диаграмме свинец-родий [2], эти элементы образуют между собой пять интерметаллических соединений (ИМС) состава Rh_5Pb_7 , Rh_3Pb_2 , $RhPb_4$, $RhPb_2$, $RhPb$, что соответствует мольным долям родия 0,42; 0,6; 0,2; 0,33; 0,5. Фазовый состав структур, образующихся на графитовом электроде при электроконцентри-

ровании бинарного сплава (Rh_3Pb_2 и Rh_5Pb_7), определен расчетом по смещению потенциала анодного пика свинца при образовании на электроде ИМС с родием.

Изучена возможность определения родия по пикам селективного электроокисления свинца из ИМС с родием в присутствии других платиновых металлов. Показано, что нарушения калибровочной зависимости не происходит в присутствие ионов платины (IV, II), палладия (II) и золота (III) в соотношениях $Rh : Pt = 1 : 1$, $Rh : Pd = 1 : 10$, $Rh : Au = 1 : 10$.

Работа выполнена при поддержке Государственного задания «Наука» № 3805 (1.1488.2015).

Список литературы

1. Колпакова Н.А. *Определение платиновых металлов в минеральном сырье методом инверсионной вольтамперометрии (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика мате-*
- риалов, 2014. – Т.80. – №9. – С.5–13.
2. Лякишев Н.П. *Диаграммы состояния двойных металлических систем. / М.: Машиностроение, 1997. – Т.2. – 1024с.*

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАЛЛАДИЯ В ЗОЛОТОРУДНОМ СЫРЬЕ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

С.М. Панова, Ю.А. Оськина

Научный руководитель – д.х.н., профессор Н.А. Колпакова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, svetym@sibmail.com

Золоторудное минеральное сырье является сложным для анализа объектом, так как содержит макроколичества благородных компонентов и микроколичества платиновых металлов и золота. Все известные методы определения палладия предусматривают предварительное отделение палладия от матрицы пробы. Так для определения палладия методом инверсионной вольтамперометрии предусмотрено экстракционное отделение диметилглиоксиматных комплексов палладия (II) хлороформом [1].

Целью данной работы было исследовать возможность определения микроколичеств палладия в золоторудном сырье методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ) без отделения от матрицы пробы.

В работе использовали вольтамперометрический анализатор ТА-4 (ООО «ТомьАналит», г. Томск), с трехэлектродной ячейкой. Рабочим служил графитовый электрод импрегнированный парафином и полиэтиленом низкого давления, электрод сравнения и вспомогательный

электрод – насыщенный хлоридсеребряный (ХСЭ). Деаэрирование растворов не проводили. Электроконцентрирование хлоридных комплексов палладия (II) на поверхность графитового электрода проводили при потенциале $-0,8$ В в течении 120 секунд из раствора 1 М HCl. Регистрация анодного пика осуществлялась при скорости развертки потенциала 0,05 В/с в диапазоне от 0,0 до 1,0 В.

Предельный ток электроосаждения ионов палладия (II) наблюдается при потенциале $-0,8$ В. При этом потенциале в растворах 1 М HCl протекает также процесс восстановления водорода. Металлический палладий абсорбирует электрогенерируемый водород с образованием нестехиометрических гидридов палладия (PdH_x), представляющих собой твердые растворы водорода в палладии [2]. Поэтому на анодной вольтамперограмме фиксируется кривая с двумя максимумами тока, обусловленными селективным электроокислением водорода и палладия из бинарного электролитического осадка. Потен-