

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ 10^{-5} — 10^{-6} % ПРИМЕСЕЙ В СЕРЕБРЕ
ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДОМ АМАЛЬГАМНОЙ
ПОЛЯРОГРАФИИ С НАКОПЛЕНИЕМ**

В. С. УТЕНКО

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

Анализ серебра высокой чистоты проводится спектральным методом: собственно спектральным методом глобульной дуги и спектрохимическим. У этих методов есть свои недостатки — слабая чувствительность и плохая воспроизводимость результатов для некоторых примесей (Sb, Zn).

Жесткие требования к точности и чувствительности анализа серебра высокой чистоты поставили лабораторию перед необходимостью разработки нового метода анализа серебра, лишённого этих недостатков, а также метода, позволяющего осуществлять контроль эталонов серебра высокой чистоты. В качестве такого метода был выбран метод амальгамной полярографии с накоплением.

На основании многократно проведенных опытов и литературных данных предлагается следующая схема анализа серебра высокой чистоты. Навеска серебра в 3 г растворяется в 25—30 мл азотной кислоты. Раствор упаривается 2—3 раза для удаления окислов азота. После упаривания раствор разбавляется 10—15 мл дистиллированной воды. Серебро в виде хлорида осаждается добавлением к раствору соляной кислоты. Осадок с раствором кипятится в течение 2—3 минут для коагуляции хлорида серебра.

Хлорид серебра от раствора отделяется фильтрацией на бумажном фильтре, осадок AgCl промывается 3—4 раза декантацией горячей дистиллированной водой с 1 % HNO_3 , а затем на фильтре — чистой горячей дистиллированной водой. Анализ хлорида серебра на присутствие примесей дал отрицательный результат. Фильтрат, упаренный до объема 25—30 мл, разбавляется соляной кислотой до концентрации 10,5 г HCl в 50 мл раствора, что соответствует 6 N HCl .

Сурьма от остальных примесей отделяется экстрагированием этилацетатом. Отношение объемов раствора и экстрагента 1 : 1. Опытные данные показывают, что раствор в повторном экстрагировании не нуждается. Рафинат и экстракт упариваются досуха.

В стакан с упаренным рафинатом добавляется 50 мл фонового раствора 0,1 N KCl и слегка подогрывается. В этом растворе определяются одновременно свинец, цинк, медь, висмут и индий. В стакан с упаренным экстрактом приливается раствор 2 N HCl в количестве 50 мл и 20 мг гипофосфита натрия для восстановления сурьмы до трехвалентной. В этом растворе определяется Sb (III).

Анализ всех проб серебра высокой чистоты производился на полярографе СГМ-9 при чувствительности $1/10-28 \cdot 10^{-3}$ мка/мм, время предварительного электролиза — 15 минут, потенциал электролиза — 1,2 в (нас. к. э.), электрод типа «лежащая капля».

Концентрация примесей определялась методом сравнения.

Результаты анализа проб представлены в таблице.

Таблица

Результаты анализа проб серебра высокой чистоты

| Параллельные пробы | Химико-спектральный метод | | | Метод амальгамной полярографии с накоплением | | |
|--------------------|------------------------------|-----|-----|----------------------------------------------|-----|-----|
| | Содержание в % $\times 10^5$ | | | Содержание в % $\times 10^5$ | | |
| | Cu | In | Bi | Cu | In | Bi |
| 1 | 8,3 | 0,6 | 5 | 7,5 | — | 5,2 |
| 2 | | | | 8,5 | — | 5,4 |
| 1 | 8,5 | 1,6 | 5 | 7,5 | — | 5,0 |
| 2 | | | | 8,7 | — | 4,8 |
| 1 | 9,4 | 2,5 | 5 | 8,4 | — | 5,0 |
| 2 | | | | 7,7 | — | 5,0 |
| 1 | 10,6 | 3,3 | 6 | 10,2 | — | 5,6 |
| 2 | | | | 10 | — | 5,8 |
| 1 | 9,9 | 5,1 | 5,1 | 10 | 5,8 | 6,1 |
| 2 | | | | 8,7 | 5,7 | 5,8 |
| 1 | 9,1 | 6,1 | 6 | 1,06 | 5,6 | — |
| 2 | | | | 10 | 6,1 | — |
| 1 | 11,1 | 8 | 8 | 10 | 8 | — |
| 2 | | | | 9 | 7,1 | — |
| 1 | 8,5 | 10 | 10 | 9,3 | 8 | — |
| 2 | | | | 10 | 1,1 | — |
| 1 | 11,7 | 12 | 12 | 11,7 | 1,5 | — |
| 2 | | | | 10 | 1,5 | — |

Выводы

1. Исследования показали возможность определения микропримесей в серебре высокой чистоты методом амальгамной полярографии с накоплением шести элементов Pb, Zn, In, Bi, Sb, Cu. Pb, Zn, In, Bi, Cu определяются одновременно на фоне 0,1 N KCl, Sb — на фоне 2 N HCl.

2. Недостатком данной методики является обязательное разделение и определение на различных фонах меди и сурьмы, так как их потенциалы анодного растворения близки (Cu — 0,15 в, Sb — 0,17 в).

3. Предложенная методика может служить для контроля серебра высокой чистоты с чувствительностью $5 \cdot 10^{-6}$ % для Pb и Zn и $5 \cdot 10^{-5}$ % для Cu, Zn, Sb и Bi; точность определения 10—15%.