

РАЗРАБОТКА ПРИЕМА СМЕНЫ ЭЛЕКТРОЛИТА В МЕТОДЕ АПН С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПЛЕНОЧНОГО ЭЛЕКТРОДА

В. Ф. ЯНКАУСКАС, А. А. КАПЛИН, А. Г. СТРОМБЕРГ

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

Ранее было рассмотрено несколько вариантов применения приема переноса с использованием ртутного капельного электрода при выборе оптимальных условий в методе АПН. Там же [1] приведена и описана электролитическая ячейка для работы с использованием приема переноса электродов (смены электролита).

Целью данной работы явилась разработка методических вопросов и уточнения конструкции электролизера для устранения потерь сконцентрированных в электроде примесей при смене электролитов с использованием в качестве катода ртутного пленочного электрода. Преимущество пленочного электрода перед капельным заключается в большой чувствительности и разрешающей способности [2].

Применение ртутного пленочного электрода для целей смены электролита осложняется тем, что концентрация металла в поверхностном слое ртутной пленки на электроде значительно выше, чем у капли. Поэтому можно было предполагать, что величина потерь примесей, связанных с окислением поверхностного слоя при смене электролита с размыканием цепи на пленке, выше, чем на капле. Нами изучены отдельные операции, являющиеся частью приема переноса электрода.

Оценены потери сконцентрированных в электроде примесей при накоплении и растворении свинца, индия, кадмия и цинка на фоне $0,25 \text{ M } \text{CH}_3\text{COONH}_4 + 0,1 \text{ M } \text{NH}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_5$ со следующими промежуточными операциями: вынос электродов со сконцентрированными примесями на воздух, перенос электродов без промывки в промежуточном растворе, перенос электродов удаления кислорода из объема фона для окисления амальгамы, перенос электродов при разомкнутой цепи. Как и при работе с капельным электродом, показано, что размыкание цепи, наличие кислорода в растворе для регистрации анодного зубца и отсутствие промежуточной отмывки электродов приводит к потерям примесей (50—60%). Поэтому в конструкцию электродов внесено усовершенствование: при смене электролита ртутный пленочный электрод погружается в микробъем раствора, находящийся в оттянутом конце агар-агарового мостика.

С измененной конструкцией электродов оценена полнота определения элементов при смене электролитов. В табл. 1 приведены результаты определений по олову и свинцу. Так как степень обратимости процесса окисления на обоих фонах различна, полнота определения рассчитывалась не по высоте зубца, а по его площади (q , кулон). Значком

Таблица 1

Оценка полноты определения олова (2+) и свинца при использовании приема переноса электрода.
Условия опыта: $V=4$ мл; $\varphi=-1,2$ в (отн. нас. к. э.); $\tau=180$ сек;
 $C=8 \cdot 10^{-8}$ м/л; $S=0,11$ см²; $i=2 \cdot 10^{-8}$ а/мм

6M HCl		2MCH ₃ COOH+2MCH ₃ COONa		Полнота определения, %	
Sn ²⁺ $q \cdot 10^3$, кул	Pb ²⁺ $q \cdot 10^3$, кул	Sn ²⁺ $q \cdot 10^3$, кул	Pb ²⁺ $q \cdot 10^3$, кул	Sn ²⁺	Pb ²⁺
7,39	6,34	6,60	5,81	89	90
13,73	6,86	12,67	6,86	92	100
46,99	6,08	46,20	6,88	98	112,5
10,56	8,37	9,90	7,66	94	91
21,65	15,05	18,48	13,20	84	87,5
22,44	14,26	20,59	13,73	91	96,0

«А» обозначена площадь под зубцом, регистрируемая в исходном растворе, значком «Б» — после смены электролита в растворе для регистрации зубца.

В табл. 2 приведены данные по полноте определения индия и кадмия при накоплении в растворе 0,25 М СН₃СООНН₄+0,1 М Н₂С₄Н₄О₆ и анодном растворении на фоне 0,5 М КОН+0,25 М этилендиамин и цинка соответственно в растворах 0,5 М КОН и 0,25 М СН₃СООНН₄+0,1 М Н₂С₄Н₄О₆.

Из табл. 1 и 2 следует, что при смене электролита при замкнутой цепи и в инертной атмосфере с использованием разработанной конст-

Таблица 2

Оценка полноты определения индия, кадмия и цинка при использовании приема переноса электрода.
(Условия опыта см. в подписи к табл. 1)

Вид операции	Индий		Кадмий		Цинк	
	$q \cdot 10^3$, кул	полнота определения, %	$q \cdot 10^3$, кул	полнота определения, %	$q \cdot 10^3$, кул	полнота определения, %
А	7,1	105,7	23,8	103,3	53,5	103
Б	7,4		24,6		55,5	
А	8,7	96,5	22,4	93,3	25,1	100
Б	8,4		20,9		25,0	
А	48,4	92,0	51,7	92,7	74,8	91
Б	42,9		47,9		68,8	
А	45,8	97,2			49,7	92
Б	44,7				45,7	

рукции электролизера потери не превышают 20%, что находится в пределах ошибки опыта.

Проведенные исследования по возможности применения приема переноса электрода (смены электролита) использованы нами при разработке ряда методик определения примесей в свинце особой чистоты без химического отделения основы. Приведенные в табл. 1—2 данные представляют также один из вариантов выбора оптимальных условий с использованием приема переноса электрода: выбор для анодного растворения фона с наиболее обратимым процессом окисления металла из амальгамы. При прочих одинаковых условиях чувствительность определения (высота зубца) максимальна.

Выводы

Впервые разработана методика количественного определения примесей с использованием приема переноса при применении пленочного амальгамированного электрода для повышения разрешающей способности метода АПН.

ЛИТЕРАТУРА

1. А. А. Каплин. Диссертация. ТПИ, Томск, 1966.
 2. В. А. Иголинский. Диссертация, ТПИ, Томск, 1963.
-