

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ 10^{-8} — 10^{-7} % ВИСМУТА В ИНДИИ В ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ БЕЗ ОТДЕЛЕНИЯ ИНДИЯ

А. А. КАПЛИН, А. Г. СТРОМБЕРГ, А. Н. ПОКРОВСКАЯ

Ранее рассмотрены некоторые варианты аналитических задач и возможные способы их решения в методе АПН путем выбора оптимальных условий. На основе этого были разработаны ускоренные методики определения 10^{-6} — 10^{-5} % меди и висмута совместно с медью в индии высокой чистоты. Далее нами была поставлена задача выбора некоторых оптимальных параметров с целью достижения максимальной чувствительности определения висмута в индии; некоторые исходные условия (использование полярографа 7-77-4Б, ртутного капельного электрода, $S = 10^{-2} \text{ см}^2$, $W = 10^{-2} \text{ в/сек}$; навеска 0,2 г) оставались такими же, как и в ускоренной методике. Параметры ускоренной методики определения висмута: $g = 0,2 \text{ г}$; $V = 2 \text{ мл}$; $S = 10^{-2} \text{ см}^2$; $\Phi = 0,05 \text{ в}$; $i = 3 \cdot 10^{-9} \text{ а/мм}$; $\bar{\beta} = 25$; $K_s = 1000 \text{ з а} \cdot \text{см/г-ион}^{-1}$; $h_n = 6 \text{ мм}$; $h_c = 9 \text{ мм}$ ($\alpha = 0,997$). В условиях этих опытов $\gamma_* = 0,016$ и $\tau = 6 \text{ мин}$; минимально-определяемая концентрация:

$$a, \% = \frac{100 A \delta h_c}{z F W g \gamma_*} \cdot i = 3 \cdot 10^{-6} \%$$

Анализ этого соотношения и перечисленных параметров показывает, что чувствительность методики может быть повышена в 180 раз: за счет увеличения γ в 60 раз и использования $i_* = 1 \cdot 10^{-9} \text{ а/мм}$ (7-77-4Б) вместо $3 \cdot 10^{-9} \text{ а/мм}$. При постоянном размере электрода в условиях опыта после дополнительного амальгамирования константа по разработанной методике i_* снижена до $1,5 \cdot 10^{-9} \text{ а/мм}$ ($\bar{\beta} = 25^\circ$, компенсация максимальная, $K = 10$). Степень истощения раствора нами повышена за счет увеличения времени накопления до 60 мин, уменьшения объема рабочего раствора до 0,5 мл и соответствующего возрастания K_s до $2000 \text{ з а} \cdot \text{см/г-ион}^{-1}$ при перемешивании раствора барботажом азота. При новых условиях $\gamma_* = 0,76$ ($b = 1,44$) и рассчитанная чувствительность методики $a = 4 \cdot 10^{-8} \%$. Методика обработки пробы осталась такой же, как и в ускоренной методике. Для работы с объемами 0,5 мл изготовлены специальные кварцевые стаканчики; соответственно уменьшены размеры трубочки для барботажа азота, соединительного мостика и несущей стеклянной трубочки катода.

Ход анализа

Навеска 0,2 г мелко измельченного индия растворяется в 1 мл 7 и HCl при $t = 60$ — 70° . После растворения навески раствор упари-

вается досуха и выдерживается 3—5 мин при $t = 250^\circ$ для удаления SbCl_3 . Добавляется 0,5 мл 0,25 н HCl , раствор охлаждается, и стаканчик вставляется в электролизер. Накопление проводится при $\varphi = -0,4$ в; $\tau = 60$ мин; перемешивание барботажом азота. После окончания накопления регистрируется полярограмма висмута в области $-0,15$ — 0 в ($\varphi_n = -0,05$ в). Предварительно при $\varphi = -0,15$ в проводится анодное растворение меди путем остановки потенциометрического барабана. Методом добавок стандартного раствора определяется концентрация висмута в индии после повторного накопления.

Для анализа были взяты образцы индия марки In—00, содержание висмута в которых, по данным химико-спектрального анализа заводской лаборатории, ниже $1 \cdot 10^{-7} \%$. Результаты амальгамно-полярографического определения висмута по разработанной методике в одном из образцов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Анализ пробы индия на содержание висмута $g = 0,2$ г: $V = 0,5$ мл;
 $\tau = 3600$ сек; $S = 10^{-2}$ см² $i = 1,5 \cdot 10^{-9}$ а/мм

	$a \cdot 10^8, \%$	$\bar{n}$	σ	$\pm W$	$\alpha = 0,68$			$\alpha = 0,95$	
					t_n	$\pm \Delta a$	$\pm \frac{\Delta a}{a}$	t_n	$\pm \frac{\Delta a}{a}$
Ві	3,4	8	0,55	± 16	1,1	0,22	± 7	2,4	± 14

Таким образом, содержание висмута в пробе $a(0,95) = 3,4 \pm \pm 0,5 \cdot 10^{-8} \%$. Длительность методики при анализе двух проб и одной холостой составляет 6—7 часов при работе одного лаборанта.

Время накопления ($\tau = 60$ мин) по этой методике, хотя и в 2—3 раза выше, чем обычно используемое в методе АПН, является оптимальным для данной задачи ($a = 10^{-8} \%$) при перемешивании раствора барботажом азота, на ртутном капельном электроде и работе на полярографе 7-77-4Б при максимальной компенсации. Это время может быть значительно снижено при увеличении K_s или использовании более тонких чувствительностей полярографа и соответствующем увеличении тока компенсации. Например, показана возможность использования $i = 1,08 \cdot 10^{-10}$ а/мм LP—60; 1(3) при определении висмута на такой же поверхности. В этих условиях τ снижается до 8—10 минут и, следовательно, время анализа до 60—80 минут: 2 параллельных пробы и одна холостая.