

**АМАЛЬГАМНО-ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ЦИНКА, КАДМИЯ И ИНДИЯ В СВИНЦЕ
С ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИМ ОТДЕЛЕНИЕМ СВИНЦА**

В. Е. КАТЮХИН, А. А. КАПЛИН, А. Г. СТРОМБЕРГ

(Представлена научным семинаром ХТФ)

Определение ряда примесей, например Zn и In, в свинце высокой чистоты методом амальгамной полярографии с накоплением затруднительно, некоторые же элементы (Cd и др.) вообще невозможно определить этим методом без отделения основной массы свинца. Отделение большинства примесей можно проводить осаждением свинца серной кислоты в форме $PbSO_4$.

1. Но недостатком этого метода является необходимость в длительной выдержке раствора над осадком для достаточно полного осаждения свинца.

Нами исследована возможность определения 10^{-4} — $10^{-6}\%$ процента примесей Zn, Cd, In в свинце высокой чистоты методом амальгамной полярографии с накоплением с предварительным электролитическим отделением основы. Согласно литературным данным [2—3], электролитическое выделение Pb наиболее целесообразно проводить на аноде в форме PbO_2 электролизом азотнокислых растворов при значительном избытке свободной азотной кислоты. При этом на катоде по известным реакциям будут восстанавливаться в основном ионы водорода и NO_3^- , а на аноде — ионы OH^- и ионы свинца в виде PbO_2 .

Экспериментальная часть

Электролитическое выделение свинца производилось в стеклянном стаканчике емкостью 10—11 мл. В качестве анода использовался цилиндр из платинового листа площадью 5 см², который помещался в цилиндрически свернутую платиновую сетку с площадью 30 см². Питание подавалось от выпрямителя СВ-6 по схеме, приведенной в [3].

Исходный раствор при работе с синтетическими растворами: к 4 мл раствора спектрально чистого Pb с концентрацией последнего $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л добавляется 1 мл HNO_3 (9—12 н) и стандартные растворы Zn, Cd, In с таким расчетом, чтобы концентрация этих элементов в растворе составляла $1 \cdot 10^{-6}$ — $1 \cdot 10^{-5}$ моль/л.

Перемешивание раствора осуществлялось магнитной мешалкой и продувкой азота. Через электролитическую ячейку пропусклся ток заданной величины, при этом на аноде накапливалась PbO_2 в виде плотного микрокристаллического осадка коричневого цвета. Периодически этот осадок снимался с анода в растворе азотной кислоты с добавкой нескольких капель H_2O_2 . После выделения основной массы свинца раствор упаривался досуха, в стаканчик добавлялся индифферентный

электролит, на котором снималась полярограмма определяемых элементов. В работе использовался полярограф ОН-101, при этом в качестве катода использовался пленочный амальгмированный электрод. Концентрация элементов определялась методом добавок.

В процессе работы нами исследовано влияние плотности тока и времени электролиза на степень выделения свинца и произведена оценка потерь Zn, Cd, In после электролитического отделения основной массы свинца. Результаты исследований приведены в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Влияние плотности тока и времени электролиза на степень очистки раствора от свинца

№ п.п.	$j, \text{mA/cm}^2$	$T, \text{мин}$	Конечная концентрация свинца, моль/л
1	10	30	$2 \cdot 10^{-4}$
		120	$1,6 \cdot 10^{-5}$
		60	$6 \cdot 10^{-6}$
2	50	90	$6 \cdot 10^{-6}$
3	100	40	$2 \cdot 10^{-6}$
4	100	90	$5 \cdot 10^{-7}$

Обсуждение результатов

Из табл. 1 следует, что выделение свинца на аноде нужно проводить при плотности тока 200 mA/cm^2 . Но так как при плотности тока свыше 100 mA/cm^2 раствор сильно нагревается и поэтому быстро испаряется, что требует частого доливания и подкисления раствора, то наиболее удобно вести про-

Таблица 2

Величина потерь кадмия, цинка и индия после очистки раствора от свинца

$C_n \cdot 10^{-6}, \text{моль/л}$	$C_k \cdot 10^{-6}, \text{моль/л}$	Число опытов	Среднее значение $C_k \cdot 10^{-6}, \text{моль/л}$	Среднее квадратичное	Величина потерь, %
Кадмий					
7	7; 10; 7; 7; 6; 5	6	7	0,8	0
7,2	6; 10; 8; 9	3	6,5	0,8	10
7,2	6,5; 6,5; 6,5	3	6,5		10
Цинк					
36	30; 45; 30; 30	4	33,7	0,27	9
18	13,5; 12,9; 17,7; 15,4; 13,8; 14,1	6	14,7		19
9,25	9,88; 8,8	6	9,4		
Индий					
2,4	1,9; 1,9; 1,9; 1,5	4	1,8	0,01	25
18	1,69; 1,77; 1,87; 1,87; 1,69; 1,42	6	1,8		—
0,6	0,68; 0,6; 0,52	3	0,6		—

Обозначения: j — плотность тока, mA/cm^2 ; C_k — конечная концентрация элементов, м/л ; C_n — начальная (исходная) концентрация элементов.

цесс при плотности тока 100 mA/cm^2 . Общее время электролиза—1,5 часа.

Из табл. 2 вытекает, что потери определяемых элементов в пределах ошибки метода составляют 10% для кадмия, 9—19% для цинка и 25% для индия.

Вышеприведенные цифры не являются предельными при определении их методом АПН на фоне 0,5 М КОН+0,1 ЭДА при данной степени очистки от свинца. На этом фоне Zn, In можно определить при сто-

кратном избытке Pb, а Cd при десятикратном, т. е. в нашем случае можно определить 10^{-8} моль/л Zn, In и 10^{-7} моль/л Cd.

Дальнейшие исследования будут направлены на уменьшение содержания свинца в растворе после отделения свинца.

Выводы

1. Подобраны оптимальные условия электролитического отделения основной массы свинца от примесей.

2. На искусственных смесях разработана методика полярографического определения 10^{-4} — $10^{-6}\%$ Zn, Cd, In в 10^4 — 10^5 -кратном избытке свинца с предварительным электролитическим отделением основы.

3. В работе показана принципиальная возможность применения метода АПН для анализа примесей Zn, Cd, In в свинце высокой чистоты.

ЛИТЕРАТУРА

1. Методы анализа веществ высокой чистоты. Изд. «Наука», М., 1965.
 2. А. К л а с с е н. «Электроанализ». Госхимиздат, 1934.
 3. Ф и ш е р. «Электроанализ», Госхимиздат, 1932.
-