

ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ 10^{-7} — 10^{-5} % НИКЕЛЯ И ЦИНКА В КАДМИИ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ

Н. В. ПОДКОРЫТОВА, Н. И. БЕЛОУСОВА, В. Е. КАТЮХИН, Н. А. ПЕШКОВА

(Представлена научно-методическим семинаром кафедры физической химии)

Определение примесей более электроотрицательных, чем кадмий, а также тех элементов, пики которых отстают от пика кадмия менее чем на 0,2—0,3 в, невозможно без отделения основы.

Основными методами, используемыми при отделении кадмия от других элементов, являются вакуум-испарение [1, 2], соосаждение [3], электролиз [4] и экстракция [5, 6].

Целью данной работы является разработка методик определения никеля и цинка в кадмии особой чистоты, а также выяснение возможности определения их после удаления кадмия экстракцией и испарением в вакууме.

В работе использовался полярограф ОН-101 (Венгрия), электролизер со вставными кварцевыми стаканчиками, циркуляционный электролизер для метода АКПН [7]. Рабочим электродом служит ртутный пленочный электрод на серебряной подложке, а электродом сравнения — насыщенный каломельный электрод.

Определение никеля проводилось методом АКПН [7, 8] на фоне, состоящем из 0,1 М растворов солей KSCN и KCl в соотношении 1 : 4. Цинк определялся методом АПН на фоне 0,1 М раствора NH_4F .

Предварительные исследования показали, что определение 10^{-5} — 10^{-7} % цинка и никеля возможно только с отделением Cd. Для удаления основы нами опробована экстракционная методика отделения иодидных комплексов кадмия трибутилфосфатом (ТБФ) [5].

Исследования по созэкстракции никеля и цинка с кадмием проводились по методу «введено — найдено». Результаты этих исследований приведены в табл. 1.

Таблица 1
Результаты исследований по созэкстракции
Ni и Zn с Cd ТБФ из 2,6 М HJ ($n=4$, $\alpha=0,95$)

Элемент	Введено, г	Найдено, г	Найдено, %
Ni	$3,8 \cdot 10^{-8}$	$(3,67 \pm 0,47) \cdot 10^{-8}$	96,6
Zn	$0,9 \cdot 10^{-6}$	$(0,82 \pm 0,53) \cdot 10^{-6}$	92,2

На основании проведенных исследований предлагается следующая методика определения никеля и цинка в кадмии особой чистоты. Поскольку определению Ni не мешает примерно 10000-кратный избыток цинка, оно возможно из одной навески кадмия (табл. 2).

Навеска 0,5 г кадмия растворяется в 5 мл воды концентрированной HNO_3 и выпаривается досуха при $t = 120\text{--}160^\circ\text{C}$. Остаток растворяется в 5 мл воды и количественно переносится в делительную воронку. К раствору добавляется необходимое количество перегнанной HJ , чтобы концентрация HJ в растворе была $\approx 2,6 \text{ M}$, 10—12 мл ТБФ и встряхивают в течение 1 мин. Органическую фазу отбрасывают, а водную количественно переносят в стаканчик и упаривают досуха. Затем добавляют 2 мл HClO_4 для разложения органических остатков и упаривают до полного удаления паров HClO_4 . Сухой остаток растворяют в 4 мл фона (0,1 раствор NH_4F), полярографируют на содержание цинка. Потенциал электролиза равен —1,8 в, время электролиза 1—3 мин. Потенциал анодного пика цинка равен примерно 1,0 в. Определение цинка проводят по методу добавок стандартных растворов. В раствор с пробой добавляют 1 мл 0,1 М раствора KZCN и определяют никель. После удаления аргоном кислорода проводят электрохимическое концентрирование никеля $\varphi = -1,7 \text{ в}$, $\tau = 1 \text{ мин}$ из циркулирующего раствора (электрод находится над капилляром). Удаление примесей Zn , Pb , In и других металлов, а также остатков Cd происходит также в циркулирующем растворе при $\varphi = -0,3 \text{ в}$, $\tau = 1\text{--}0,5 \text{ мин}$, то есть до тех пор, пока перо самописца полярографа не выходит из анодной области. После выключения циркуляционного насоса электрод опускают в капилляр, в котором происходит растворение при $\varphi = 0,0 \text{ в}$, $\tau = 1 \text{ мин}$. Съемку катодной полярограммы начинают с $\varphi = -0,25 \text{ в}$, после выдерживания электрода при этом потенциале в течение 1 мин, катодную полярограмму снимают с остановкой потенциала при —0,6 в, потенциал катодного пика никеля —0,58 в. Содержание никеля в образце устанавливают по методу добавок стандартных растворов. Кроме того, нами опробовано отделение кадмия от примеси Ni методом возгонки в вакууме, которая проходила из навески 0,5 г кадмия при $t = 390\text{--}400^\circ\text{C}$, при давлении $10^{-1} \text{ мм рт. ст.}$ в течение 1,5—2 часов. В остатке после возгонки определяют никель методом АКПН по методике, описанной выше. Результаты анализа никеля в кадмии после отделения его возгонкой и экстракцией отличаются не более чем на 4—5%, что позволяет сделать вывод о пригодности и эффективности обоих способов отделения основы для определения никеля. Полярографическое окончание в обоих случаях одинаково.

Таблица 2

Анализ образцов кадмия на содержание цинка и никеля ($n=4$, $\alpha=0,95$)

Элемент	Содержание металла, %	Способ отделения основы
Zn	$(4,05 \pm 0,46) \cdot 10^{-5}$	экстракция
Ni	$(7,09 \pm 0,34) \cdot 10^{-6}$	экстракция
Ni	$(6,75 \pm 0,71) \cdot 10^{-6}$	возгонка

Чувствительность методики при разработанных условиях составляет: $\text{Zn} - 2 \cdot 10^{-5} \%$, $\text{Ni} - 4 \cdot 10^{-7} \%$.

ЛИТЕРАТУРА

1. Л. Я. Хлебников, В. Н. Васильева, Л. А. Дворжецкая. «Завод. лабор.», 28, № 1, 1962.
2. Н. А. Поршунова, Л. К. Ларина, Н. С. Беленкова.— В сб.: «Методы анализа веществ высокой чистоты», М., «Наука», 400, 1965.
3. Н. В. Грушина, В. И. Цевун, Г. В. Храпченкова, М. И. Ерденбава, Л. Ф. Козин, ЖАХ, 21, 1966.
4. Temmerman E., Verlien F. *Analyt. Chim. Acta*, 50, № 3, 505, 1970.
5. Jackwerth E. Z. *analyt. Chem.*, 216, 73, 1966.
6. Н. М. Кузьмин, В. С. Соломатин, А. Н. Галактионова, И. А. Кузовлева. ЖАХ, 24, 5, 1969.
7. В. И. Кулешов. Диссертация. Томский политехнический институт. Томск, 1968.
8. В. И. Кулешов. «Завод. лабор.», 33, 950, 1967.