ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУРЬМЫ В АРСЕНИДЕ ГАЛЛИЯ МЕТОДОМ АМАЛЬГАМНОЙ ПОЛЯРОГРАФИИ

Э. А. ЗАХАРОВА, З. Г. КИЛИНА

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

В литературе есть данные о полярографическом поведении Sb (+5) на солянокислых фонах [1, 2], а также исследовано поведение Sb (+3) на солянокислых фонах методом АПН [3, 4], но в литературе нет данных

о получении анодного зубца Sb (+5) на этих фонах.

В процессе анализа GaAs навеска GaAs разлагается в смеси $HNO_3 + HCl$, причем Sb и As окисляются до 5-валентного состояния. Для упрощения хода анализа основные компоненты Ga (+3) и As (+5) пе удалялись, а Sb (+5) не восстанавливалась до Sb (+3). В связи с этим нами исследовано амальгамно-полярографическое поведение Sb (+5) на солянокислых фонах разной концентрации, а также предложена методика определения Sb (+5) в GaAs без отделения основы с использованием ртутной капли.

Все определения проводились на полярографе типа OH-101, скорость изменения потенциала 333 мв/мин. В работе использовался электролизер со вставными стаканчиками. Стационарным электродом служила ртутная капля, полученная осаждением ртути, выделяющейся при электролизе из раствора азотистокислой ртути в течение 60 сек при силе тока 30 ма. Электродом сравнения служил нас. к. э., относительно кото-

рого приводятся все значения потенциалов.

Для приготовления стандартного раствора Sb (+5) 0,1 c металлической сурьмы нагревали в фторопластовой чашке с 2 mn H₂SO₄ (d=1.84) до растворения ее, прибавляли 10 mn HCl (6N), затем по каплям добавляли H₂O₂ (5mn). Для разложения H₂O₂ в течение часа нагревали раствор при $t=60^\circ$, добавляя 6N HCl, содержимое чашки переносили в мерную колбу на 100 mn и доводили до метки 6N HCl. Стандарт устойчив в течение нескольких месяцев.

Растворы меньшей концентрации готовили последовательным раз-

бавлением головного эталона.

Используемые растворы $8 \cdot 10^{-6}\,$ М, $8 \cdot 10^{-7}\,$ М готовили через каждые $3-4\,$ дня.

Для приготовления стандартных растворов использовали тридистиллат, серную кислоту марки (х.ч.) соляную кислогу (6-9 N) очищали изопиестическим методом, перекись водорода марки особой чистоты.

Результаты некоторых исследований по амальгамно-полярографическому поведению Sb (+5) на солянокислых фонах разной концентрации представлены в табл. 1.

Наблюдаемое уменьшение зубца на 2 и 3N HCl объясняется, повидимому, склонностью Sb (+5) к гидролизу. Для работы был выбран фон 4N HCl.

Изучено влияние потенциала электролиза на анодный зубец Sb (+5) в интервале $-0.3 \div 0.9$ в. Как видно из рис. 1, начиная с потенциала -0.5 в, анодный зубец Sb (+5), остается постоянным (см. рис. 1). Накопление Sb (+5) проводили при потенциале -0.6 в.

Градуировочный график Sb (+5) в интервале концентраций $2.5 \cdot 10^{-8}$ г-ион/л n^8

Таблица 1

Амальгамно-полярографическое поведение Sb(+5) на солянокислых фонах

Условия опытов: $C_{\rm Sb}=4.10^{-7}$ г-ион/л, $\tau{=}5$ мин, $i^*=1.10^{-8}$ а/мм

Концент- рация НС1, N	$\varphi_n \operatorname{Sb} (+5),$	<i>I</i> ∶108, <i>a</i>	φ растворе ния Hg, b		
1,0					
2,0	-0,16	1	_0,10		
3,0	-0.18	15	_0,16		
4,0	-0 25	22	_0,18		
5,0	-0,26	22	_0,19		
6,0	-0,27	21	-0,19		
			1. 1		

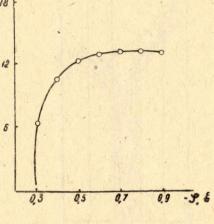


Рис. 1. Влияние потенциала электролиза на глубину анодного зубца Sb (+5) на фоне 4 N HCl. Условия опыта: C_{Sb} (+5) = $4 \cdot 10^{-7}$ г-ион/л; $\tau = 5$ мин. $i^* = 2 \cdot 10^{-9}$ а/мм, V = 5 мл.

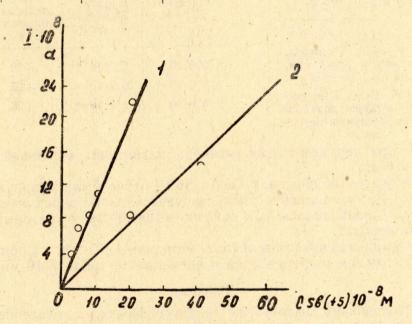


Рис. 2. Градуировочный график Sb (+5) на фоне 4 N HC1 (кривая 1) и в присутствии As (+5) и Ga (+3), (кривая 2). Условия опытов: $i^*=2\cdot 10^{-9}$ а/мм; $\tau=10$ мин; V=5 мл; r=0.04 см.

 $-2\cdot 10^{-7}$ г-ион/л на фоне чистой 4 NHCl и в присутствии As (+5) и Ga (+3) в интервале концентраций $2\cdot 10^{-7}$ г-ион/л — $8\cdot 10^{-7}$ г-ион/л представлен на рис. 2.

Анодные зубиы Sb (+5) на фоне As (+5) и Ga (+3) +4 N HCI

представлены на рис. 3.

Определению Sb (+5) на ртутной капле в условиях анализа не мешает 3-кратный избыток Си, если снимать зубцы Си и Sb (+5) с остановкой потенциала после получения анодных пиков. Потенциалы анод-

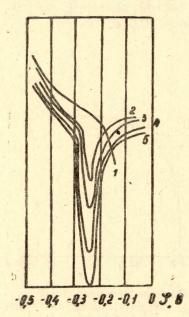


Рис. 3. Анодные зубцы Sb (+5) на фоне As (+5)+ + Ga (+3)+4 N HC1, кривая 1 - фон, 2 - 2. $\cdot 10^{-7}$ z-uoh/ Λ , 3—4. $\cdot 10^{-7}$ 2-uoh $|\Lambda$, 4-6·10⁻⁷ $2-uoh/\Lambda$, $5-8\cdot10^{-7}$ $2-uoh/\Lambda$. Условия опыта: т=5 мин; V=5 MA; $\varphi_{9\pi} = -0.6$ 8; $i^* = 2.10^{-9} \ a$ /мм. При получении зубцов делалась остановка изменения потен-

15

ных пиков на фоне 4 N HCl для Sb (+5), Си равны соответственно — $0.25 \ в - 0.35 \ в$.

На основании проведенных исследований разработана следующая методика определения микроконцентраций Sb (+5) в GaAs.

Навеску измельченного GaAs 0,2 г растворяют в кварцевом стаканчике в 1 мл HNO_3 в присутствии 0,5 мл 9 N HCl при $t = 70^{\circ} - 80^{\circ}$ в течение 30 минут и выпаривают досуха в течение 3 часов. Затем добавляют 3 мл 4 N HCl.

Стаканчик вставляют в электролизер, пропускают через исследуемый раствор, очищенный от кислорода щелочным раствором пирогаллола водород, и проводят электролитическое накопление в течение

Таблица 2 Определение Sb (+5) в GaAs без удаления основы на фоне 4 N HCI

Введено Sb (+5), <i>г-ион</i> /л	Найдено Sb (+5) г-ион/л	Относи- тельная ошибка, %
5,0.10-8	6,5 10-8	+30
5,0.10-8	6,2.10-8	+25
5,0.10-8	6,2.10-8	+ 25

10 минут при перемешивании раствора магнитной мешалкой и потенциале — 0,6 в.

В исследуемых образцах Ga As Sb (+5) не была обнаружена, поэтому Sb (+5) вводилась в отдельные навески GaAs перед разложением и затем анализировалась, как описано выше. Результаты опытов представлены в табл. 2.

Максимальная чувствительность методики 4 • 10 -6 % при навеске GaAs 0,2 г, объем раствора 3 мл и времени электролиза 10 минут.

Выводы

1. Исследовано амальгамно-полярографическое поведение сурьмы (+5) на солянокислых фонах разной концентрации.

2. Разработана методика определения Sb (+5) в GaAs с чувствительностью $4 \cdot 10^{-6} \%$.

ЛИТЕРАТУРА

- 1. I. Kolthoff, R. Probst. Anal. Chem., 21, 753, 1949.
- 2. J. Lingane. J. Am. Chem. Soc., **69**, 530, 1947. 3. Л. Ф. Занчко, В. Ф. Янкаускас, М. С. Захаров. Завод. лабор., 265, 1965.
- 4. Л. Ф. Заичко, М. С. Захаров. Сб. методы анализа химических реактивов и препаратов, ИРЕА, вып. 5-6, стр. 79, 1963.