

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ 10^{-5} — 10^{-6} % ПРИМЕСЕЙ В СЕРЕБРЕ
ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДОМ АМАЛЬГАМНОЙ
ПОЛЯРОГРАФИИ С НАКОПЛЕНИЕМ**

В. С. УТЕНКО

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

Анализ серебра высокой чистоты проводится спектральным методом: собственно спектральным методом глобульной дуги и спектрохимическим. У этих методов есть свои недостатки — слабая чувствительность и плохая воспроизводимость результатов для некоторых примесей (Sb, Zn).

Жесткие требования к точности и чувствительности анализа серебра высокой чистоты поставили лабораторию перед необходимостью разработки нового метода анализа серебра, лишённого этих недостатков, а также метода, позволяющего осуществлять контроль эталонов серебра высокой чистоты. В качестве такого метода был выбран метод амальгамной полярографии с накоплением.

На основании многократно проведенных опытов и литературных данных предлагается следующая схема анализа серебра высокой чистоты. Навеска серебра в 3 г растворяется в 25—30 мл азотной кислоты. Раствор упаривается 2—3 раза для удаления окислов азота. После упаривания раствор разбавляется 10—15 мл дистиллированной воды. Серебро в виде хлорида осаждается добавлением к раствору соляной кислоты. Осадок с раствором кипятится в течение 2—3 минут для коагуляции хлорида серебра.

Хлорид серебра от раствора отделяется фильтрацией на бумажном фильтре, осадок AgCl промывается 3—4 раза декантацией горячей дистиллированной водой с 1 % HNO_3 , а затем на фильтре — чистой горячей дистиллированной водой. Анализ хлорида серебра на присутствие примесей дал отрицательный результат. Фильтрат, упаренный до объема 25—30 мл, разбавляется соляной кислотой до концентрации 10,5 г HCl в 50 мл раствора, что соответствует 6 N HCl .

Сурьма от остальных примесей отделяется экстрагированием этилатом. Отношение объемов раствора и экстрагента 1 : 1. Опытные данные показывают, что раствор в повторном экстрагировании не нуждается. Рафинат и экстракт упариваются досуха.

В стакан с упаренным рафинатом добавляется 50 мл фонового раствора 0,1 N KCl и слегка подогрывается. В этом растворе определяются одновременно свинец, цинк, медь, висмут и индий. В стакан с упаренным экстрактом приливается раствор 2 N HCl в количестве 50 мл и 20 мг гипофосфита натрия для восстановления сурьмы до трехвалентной. В этом растворе определяется Sb (III).

Анализ всех проб серебра высокой чистоты производился на полярно-графе СГМ-9 при чувствительности $1/10-28.10^{-3}$ мка/мм, время предварительного электролиза — 15 минут, потенциал электролиза — 1,2 в (нас. к. э.), электрод типа «лежащая капля».

Концентрация примесей определялась методом сравнения.
Результаты анализа проб представлены в таблице.

Результаты анализа проб серебра высокой чистоты

Таблица

Параллельные пробы	Химико-спектральный метод			Метод амальгамной полярграфии с накоплением		
	Содержание в % $\times 10^5$			Содержание в % $\times 10^5$		
	Cu	In	Bi	Cu	In	Bi
1	8,3	0,6	5	7,5	—	5,2
2				8,5	—	5,4
1	8,5	1,6	5	7,5	—	5,0
2				8,7	—	4,8
1	9,4	2,5	5	8,4	—	5,0
2				7,7	—	5,0
1	10,6	3,3	6	10,2	—	5,6
2				10	—	5,8
1	9,9	5,1	5,1	10	5,8	6,1
2				8,7	5,7	5,8
1	9,1	6,1	6	1,06	5,6	—
2				10	6,1	—
1	11,1	8	8	10	8	—
2				9	7,1	—
1	8,5	10	10	9,3	8	—
2				10	1,1	—
1	11,7	12	12	11,7	1,5	—
2				10	1,5	—

Выводы

1. Исследования показали возможность определения микропримесей в серебре высокой чистоты методом амальгамной полярграфии с накоплением шести элементов Pb, Zn, In, Bi, Sb, Cu. Pb, Zn, In, Bi, Cu определяются одновременно на фоне 0,1 N KCl, Sb — на фоне 2 N HCl.

2. Недостатком данной методики является обязательное разделение и определение на различных фонах меди и сурьмы, так как их потенциалы анодного растворения близки (Cu — 0,15 в, Sb — 0,17 в).

3. Предложенная методика может служить для контроля серебра высокой чистоты с чувствительностью 5.10^{-6} % для Pb и Zn и 5.10^{-5} % для Cu, Zn, Sb и Bi; точность определения 10—15%.