

Р. М. Кульварская

Определение ртути в амальгамированном цинке

(Научно-исследовательская лаборатория № 41 НКЭП)

Для определения ртути в амальгамированном цинке нами применен родановый метод, который известен как очень точный и достаточно быстрый. Этот метод вообще применим только в тех случаях, когда в растворе отсутствуют хлориды и бромиды, так как HgCl_2 и HgBr_2 мало диссоциированы и не реагируют с роданистыми солями. В растворе должны также отсутствовать соли закиси ртути, ввиду того, что они реагируют с роданидами, образуя металлическую ртуть (1) и окислы азота, которые разлагают родан-ион. По Кольтофу (2) титрование должно производиться при температуре ниже 15° , по Кольтофу и Сеидел (3) — при температуре не выше 20° , по Гиллебранду и Лендель (4) — при температуре не выше 25° .

Присутствие свинца, меди, висмута, кадмия, олова, мышьяка, сурьмы, таллия, железа, цинка, марганца, никеля и кобальта определению не мешает.

Титрование производится в растворе, содержащем в 100 мл 10 мл азотной кислоты (1,4) или 5 мл серной кислоты (1,84).

Нами прежде всего было проверено влияние температуры. Для определения были взяты отдельные навески по 5 г амальгамированного (по методу выплавки) цинка и обработаны, как описано ниже (см. ход анализа). Опыты показали, что никакой разницы между титрованиями при $14-15$ и $20-25^\circ$ нет.

Для выяснения применимости метода к данному объекту нами были поставлены опыты с добавлением к чистому металлическому цинку определенных количеств титрованного раствора нитрата ртути.

5 г амальгамированного цинка растворяли в 50 мл азотной кислоты (1:1), предварительно нагретой до кипения, прибавляя ее порциями при постоянном взбалтывании. По окончании растворения окисляли одновалентную ртуть и азотистую кислоту 5%-ным раствором марганцевокислого калия, прибавляя по каплям до не исчезающей в течение 3—5 мин. розовой окраски. Затем к раствору прибавляли свежеприготовленного 5%-ного раствора $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ до исчезновения розовой окраски. Раствор разбавляли до 100 мл и, прибавив 2 мл насыщенного раствора желез-аммонийных квасцов, титровали 0,1 н. раствором роданистого аммония.

Раствора нитрата ртути в первых 6 опытах добавляли до растворения металлического цинка, а в последних 6 опытах — по окончании растворения.

Результаты анализа приведены в табл. 1.

Были поставлены также опыты с добавлением к чистому металлическому цинку малых количеств нитрата ртути. Результаты приведены в табл. 2. Навеска металлического цинка во всех опытах была 10 г.

Как видно из приведенных опытов, метод вполне пригоден для определения ртути в амальгамированном цинке.

Ход анализа

5—10 г амальгамированного цинка, предварительно измельченного (стружки или маленькие кусочки), растворяют в азотной кислоте (1:1), беря на 5 г 50 мл азотной кислоты, а на 10 г — 75 мл. Кислоту предварительно нагревают до кипения; растворяют навеску, прибавляя кислоту порциями при постоянном помешивании. По окончании растворения охлаждают до температуры не выше 25° и окисляют одновалентную ртуть и азотистую кислоту 5%-ным раствором перманганата калия, прибавляя по каплям до не исчезающей в течение 3—5 мин. розовой окраски. Затем

Таблица 1

Введение ртути в г	Найдено ртути		Введение ртути в г	Найдено ртути	
	в г	в % к металлич. цинку		в г	в % к металлич. цинку
0,2514	0,2513	5,02	0,2514	0,2508	5,01
0,2514	0,2508	5,01	0,2514	0,2508	5,01
0,2514	0,2509	5,01	0,2514	0,2512	5,02
0,2012	0,1986	3,97	0,2012	0,1986	3,97
0,2012	0,1986	3,97	0,2012	0,1987	3,97
0,2012	0,1989	3,98	0,2012	0,1987	3,97

к раствору прибавляют по каплям свежеприготовленный 5%-ный раствор сернокислой закиси железа до исчезновения розовой окраски. Раствор разбавляют до 100 мл, прибавляют 2 мл насыщенного раствора желез-аммоний-

Таблица 2

Ртути в г		Ртути в % к металлич. цинку		Разность в %
введено	найденно	введено	найденно	
0,0010	0,0010	0,010	0,010	0
0,0020	0,0020	0,020	0,020	0
0,0030	0,0031	0,030	0,031	+0,001
0,0040	0,0038	0,040	0,038	-0,002
0,0050	0,0050	0,050	0,050	0
0,0060	0,0058	0,060	0,058	-0,002
0,0070	0,0068	0,070	0,068	-0,002
0,0080	0,0079	0,080	0,079	-0,001
0,0090	0,0089	0,090	0,089	-0,001
0,0100	0,0100	0,100	0,100	0

ных квасцов и титруют при температуре не выше 25° 0,1 и 0,01 н. (в зависимости от содержания ртути) раствором роданистого аммония до появления розовой окраски, не исчезающей после сильного встряхивания.

0,1 н. раствор роданистого аммония приготавливают, растворяя 7,612 г чистой сухой соли в воде; раствор переносят в колбу емкостью в 1 л и доводят водой до метки. Титр устанавливают по чистой сухой ртути, пользуясь отдельными навесками, или по раствору ртути, который готовят, растворяя 2,5075 г ртути в 50 мл предварительно нагретой до кипения азотной кислоты (1:1), прибавляя последнюю порциями при постоянном помешивании. Окисляют одновалентную ртуть и азотистую кислоту 5%-ным раствором перманганата калия, прибавляя по каплям до не исчезающей в течение 3—5 мин. розовой окраски. Затем прибавляют по каплям свежеприготовленный 5%-ный раствор сернистой закиси железа до исчезновения розовой окраски, переводят в мерную колбу емкостью в 250 мл и доводят объем до метки.

Насыщенный на холоду раствор железо-аммонийных квасцов, к которому прибавляют концентрированную азотную кислоту до ис-

чезновения бурой окраски, должен быть совершенно прозрачным. 5%-ный раствор сернистой закиси железа в воде, подкисленной серной кислотой, применяется свежеприготовленным.

Разработанный метод применим для определения ртути в амальгамированном цинке с содержанием от 0,01% Нг.

Продолжительность анализа 30—40 мин.

Литература

1. Г. Реми, Неорганическая химия, т. II, стр. 276, 1934.

2. Кольтгоф, Объемный анализ, II, 264, 1932.

3. Кольтгоф и Сендел, Количественный анализ, стр. 509, 1938.

4. Гиллебранд и Лендель, Практическое руководство по неорганическому анализу, стр. 197 и 188, 1938.

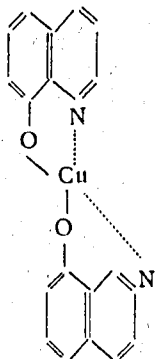
И. Р. Шук

Применение оксихинолина для определения и отделения меди

(Кафедра неорганической и аналитической химии Смоленского сельскохозяйственного института)

Нами проведена работа по проверке применения для определения меди о-оксихинолина, предложенного Р. Бергом в 1927 г.¹

Оксихинолат меди — внутренняя комплексная соль, в которой на эквивалент металла приходится одна молекула «органического компонента», может иметь следующее строение:



Экспериментальная часть

Для анализа брались отдельные навески продажной соли $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ч. д. а.; теоретическое содержание меди — 37,28%; три параллельных иодометрических определения в

препарате соли дали: 1) 37,10%; 2) 37,26% и 3) 37,24% Cu. Результаты определения меди оксидом в уксуснокислом растворе приведены в табл. 1.

Таблица 1

Взято г		Введено $\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_6\text{ON})_2$ в г	Найдено Cu		Разница	
$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Cu		в г	в %	в г	в %
0,1928	0,07187	0,4040	0,07324	37,88	+0,00117	+0,60
0,1870	0,06971	0,3894	0,07010	37,65	+0,00069	+0,37
0,1944	0,07247	0,4064	0,07347	37,80	+0,00100	+0,52

Из табл. 1 видно, что определение не дает вполне точных результатов. Получаемая разница превышает общепринятую погрешность анализа; высушивание $\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_6\text{ON})_2$ при 110°, включая контроль постоянного веса, требовало 6 час.

Берг² рекомендует способ определения меди в присутствии бериллия, магния, кальция, кадмия, свинца, мышьяка и марганца в ук-

¹ Z. f. anal. Chem., 70, 341, 1937.

² Р. Берг, Применение о-оксихинолина в аналитической химии, ОНТИ, 1937, стр. 38.