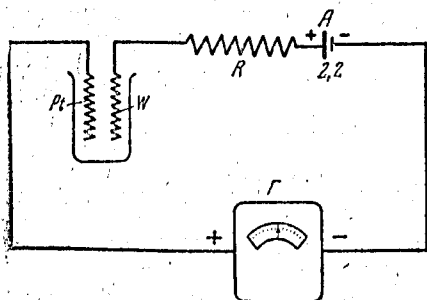




видно из рисунка, в цепь включены последовательно высокоомное сопротивление R (40 тыс. ом), аккумулятор A (2,2 в) и гальванометр Γ (типа «пирометр») со шкалой в 17 мв. К плюсу гальванометра подключен платиновый электрод, минус же соединен с минусом аккумулятора. Плюс аккумулятора подключен к вольфрамовому электроду через сопротивление. Раствор стали приготавливали, как было указано. Перед титрованием было прилито 5 мл 5%-ного раствора хлористого натрия.

Титрование производилось при помешивании раствора мешалкой (400 об/мин). Титрованный раствор тиосульфата приливали сначала быстро (капля за каплей), при этом стрелка гальванометра оставалась неподвижной, затем с момента начала движения стрелки (скорость которого увеличивалась по мере приближения к эквивалентной точке) приливание раствора производили порциями по 4 капли до тех пор, пока стрелка не остановится. Этот момент считали концом титрования.

Выводы

1. Тиосульфатом можно пользоваться вместо мышьяковистой соли при анализе всех сортов углеродистых и легированных сталей.
 2. При применении тиосульфата точность метода не снижается.
 3. Раствору тиосульфата следует отдать предпочтение перед раствором мышьяковистой соли как неядовитому и более стойкому, особенно в летнее время.
- Аналитическая часть работы была выполнена химиком Е. Д. Невелбштейн.

Г. Я. Маляревский

Применение полярографа для экспрессного анализа

(Уральский филиал Академии наук СССР)

Разработанный в 1922 г. Гейровским (1) полярографический анализ, основанный на измерении диффузионных волн, получающихся при электролизе на капаящем ртутном катоде, получил в последнее время широкое распространение. Измерение диффузионных волн обычно производится с помощью сконструированного Гейровским и Шиката полярографа, где кривые напряжение — сила тока записываются фотографическим способом. Thanheiser (2, 3) вместо прибора с фотозаписью пользовался аппаратурой с визуальным отсчетом.

Такой же установкой пользовался Ляликов (4). Müller и Petrass (5) предложили применять для фиксирования кривой напряжение — сила тока осциллограф. Некоторые авторы (6) используют схемы с усилителем. Schmidt (7) вводит третий электрод, расширяя этим возможности «полярографического» метода.

В последнее время при некоторых определениях высоту диффузионной волны устанавливают по силе тока для двух напряжений, отвечающих началу и концу волны (8, 9, 10).

Для производственных анализов наиболее пригодным является, без сомнения, непосредственный отсчет диффузионной волны вещества по шкале, без фотографирования или вычерчивания кривой сила тока — напряжение. Определение только по силе тока при двух напряжениях встречает возражения ввиду то-

го, что диффузионная волна может изменять свое положение на шкале напряжения (11) и высота ее не является постоянной во времени (12). Однако наши наблюдения показали, что все факторы, от которых зависит положение полуволны, легко могут быть учтены. Работы Т. Крюковой (12), относящиеся к частному случаю мышьяка, вследствие сложности равновесия между соединениями мышьяка в растворе, должны рассматриваться особо.

Исследования Antweiler (13) подтверждают, что в отсутствии «максимумов» диффузионная волна со временем не изменяется.

В нашей работе мы использовали фотозапись диффузионных волн для получения предварительных данных. Количественный же анализ вели при помощи визуального отсчета на приборе, снабженном переключателем, позволяющем определять высоту волны по силе тока при двух напряжениях.

В приборе для визуальных наблюдений нами применялся баллистический гальванометр с периодом 13—16 сек. Гальванометр с большим периодом в несколько раз менее чувствителен к колебаниям тока, происходящим при капании ртути; вследствие чего измерение волны очень облегчается и значительно расширяется возможность анализа сложных смесей. На рис. 1 приведена полярограмма, полученная визуальным способом. Она показывает, что 0,5% железа и никеля по отношению к

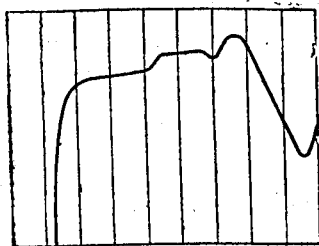


Рис. 1. Волны железа и никеля в растворе $2 \cdot 10^{-3}$ М Cu^{+} + $0,85 \cdot 10^{-5}$ М Ni^{+} + $1 \cdot 10^{-5}$ М Fe^{+} + 1% Na_2SO_4 + 0,2% селитровой соли + 0,2 н. NH_4OH + 1% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ + 0,02% агар-агар

меди еще не является пределом не только для качественного, но и для количественного определения. Нойн (14) и Ляликов (4) указывают, что с обычным зеркальным гальванометром 2,5—3% электроотрицательного компонента являются пределом, ниже которого определение невозможно.

В настоящее время точность анализа при помощи электролиза на капаящем ртутном катоде считается равной $\pm 1\%$ отн. (15), причем этот предел обуславливается невозможностью с большой точностью контролировать и сохранять постоянную температуру электролита.

Применение термостатов различных систем очень усложняет производство анализа и все же не может обеспечить точность больше вышеуказанной. Поэтому мы отказались от попыток сохранить температуру постоянной. Мы проверяем перед началом анализа градуировку прибора по одному из растворов с известной концентрацией и элиминируем наблюдающиеся изменения высоты волны с температурой путем регулировки скорости капания ртути. При сохранении постоянными прочих условий электролиза (характеристика капилляра, состав электролита) предельная точность анализа определяется точностью отсчета диффузионной волны.

С применением баллистического гальванометра имеется возможность отсчитывать волну на шкале с точностью до 0,15—0,2% отн., как, например, при анализе бронз и латуней на Cu и Zn . Таким образом предельная точность этого метода такая же, как и точность объемного химического анализа. Но для целого ряда случаев в практике анализа точность, близкая к предельной, является трудно достижимой вследствие влияния прочих компонентов анализируемой пробы. Кроме того, для точной работы с гальванометром ЛГУ необходимо производить тщательную градуировку шкалы, так как вследствие неравномерности набивки магнитных наконечников ошибка, даваемая гальванометром, обычно составляет 2—5%, достигая в отдельных случаях 10—15% отн.

Визуальное измерение диффузионных волн при двух напряжениях может применяться только тогда, когда: 1) вещество находится в состоянии истинного раствора в виде определенного соединения; 2) двойной слой на поверхности катода остается постоянным (отсут-

ствует выделение водорода, адсорбция); 3) не изменяется потенциал анода.

На потенциал ртути, находящейся в разбавленных растворах смеси $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и NH_4OH , добавка желатин и крахмала не влияет. Агар-агар делает его на 10 мВ более отрицательным. Однако, если приливание желатин производится в сильно аммиачную среду или желатин предварительно смешан с аммиаком, потенциал ртути резко изменяется и становится приблизительно на 0,25 в более отрицательным по сравнению со смесью сернокислого аммония и аммиака того же состава. На рис. 2 показан потенциал анода.

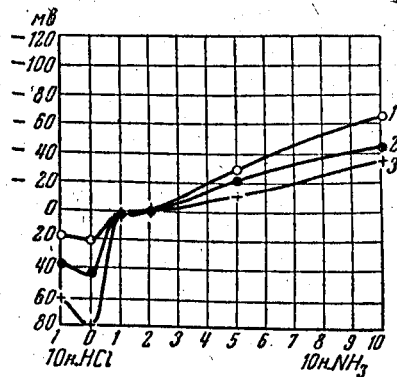


Рис. 2. Потенциал ртути на дне электролизера. 1 — 5 г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$; 2 — 1 г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$; 3 — 0,2 г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ в 100 мл раствора

Удаление кислорода вместо вытеснения его инертными газами достигается кипячением (14) или применением сульфита (14, 16). Эти последние способы начинают получать большое распространение, так как позволяют сократить до минимума время, необходимое для подготовки раствора для электролиза.

Как показали исследования, сульфит изменяет потенциал анода на постоянную величину, зависящую от концентрации сульфита. Селитровая соль влияния почти не оказывает.

Из веществ, вводимых с пробой в наших опытах, на потенциал анода влияло лишь железо, но это влияние полностью устранялось избытком сульфита.

Обычно употребляемые электролизеры со сменной ртутью мало пригодны для работы в заводской лаборатории. Поэтому мы употребляли постоянные электролизеры, смонтированные в прибор, как показано на рис. 3.

При анализе проб с приблизительно одинаковым содержанием вещества, что имеет ме-

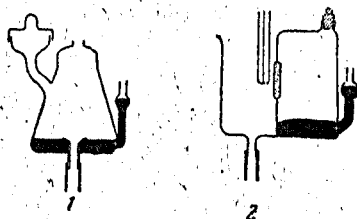


Рис. 3. Электролизеры. 1 — с постоянной анодной ртутью; 2 — с анодным пространством, отделенным диафрагмой

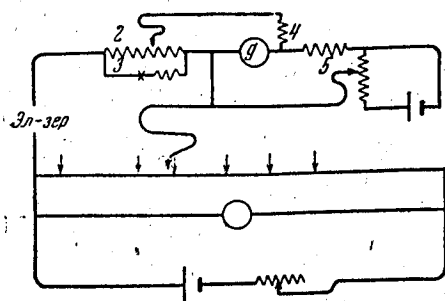


Рис. 4. Схема включения «реостата настройки». 1 — переключатель; 2 — реостат настройки; 3 — переключатель чувствительности; 4 — сопротивление 0,5 мкОм перед компенсатором; G — гальванометр; V — вольтметр

сто при массовых анализах, трехкратное промывание электролизера раствором пробы является вполне достаточным. При переходе от богатых проб к бедным необходимо предварительное тщательное многократное промывание электролизера (или катодной части электролизера) дистиллированной водой.

Практика показала, что наиболее удобно пользоваться капиллярами с диаметрами отверстия 10—14 μ . Этот диаметр обеспечивает хорошее постоянство капания и продолжительность работы (при соответствующем обращении капилляр служит несколько месяцев), вместе с тем при этом не требуется большого расхода ртути. В этом отношении наши наблюдения расходятся с выводами Н. Silbert и F. Langer (17), предложившими капилляр диаметром 50 μ .

Чтобы сохранить номограммы при смене капилляра, нами введен «реостат настройки», позволяющий совмещать все номограммы для старого капилляра (число которых может быть очень велико, так как номограммы составляются для каждого определения на разных чувствительностях). Схема включения «реостата настройки» приведена на рис. 4.

Полное совмещение номограмм достигается только при одинаковой скорости капания при прежнем и новом капилляре. Соотношение диаметров капилляров при этом почти не имеет значения. В нашей работе за стандартную скорость капания мы принимали 1 каплю в 2,5 сек. При этом измерение скорости капания одной капли на 0,1 сек. уже увеличивает или уменьшает диффузионную волну Си на 2,4%, Fe на 2,1%, Ni на 2,2% отн.

Наиболее удобно производить «настройку» по аммиачным растворам цинка и никеля.

Анализ алюминиевых сплавов на медь, никель и железо

Экспрессный анализ алюминиевого сплава удобно проводить, растворив первоначально полностью металлические компоненты в кислоте и определяя медь по второй волне, а железо, по восстановлению, в двухвалентном состоянии. Так как окислы азота затрудняют определение железа, мы растворяли сплав в горячей соляной кислоте (с добавлением бертолетовой соли для окисления меди). В каче-

стве электролита употребляли смесь сульфата, винной кислоты, хлористого аммония и желатин. Встречающийся в сплавах Ti дает волну лишь в кислой среде и не оказывает влияния на результаты при работе с аммиачным электролитом.

Медь и никель в широком интервале концентраций $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ — NH_4OH — сегнетова соль дают четкие диффузионные волны, высота которых пропорциональна концентрации. Они не взаимодействуют с применявшимся нами «подавителем максимумов». Железо же и желатина, по литературным указаниям (11), реагируют в кислой среде. Наши наблюдения показали, что реакция, ведущая к уменьшению диффузионной волны железа, протекает в присутствии желатин в аммиачно-виннокислой среде.

Изменение высоты диффузионной волны $3,6 \cdot 10^{-5} \text{ M}$ в растворе 0,4 н. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 0,5 н. NH_4OH , 3% сегнетовой соли и 3% сульфита с добавками крахмала, агар-агара и желатин приведены в табл. 1.

Таблица 1

Время с момента приготвления раствора в мин.	Высота диффузионной волны в мм			
	с 1 мл 1% раствора крахмала	с 1 мл 1% раствора агар-агара	с 1 мл 1% раствора желатин	без добавок
5	9,6	9,5	9,2	12,0
10	9,7	9,4	7,0	12,5
15	9,5	9,5	6,5	11,0
20	9,6	9,4	6,0	12,0

Так как агар-агар, предложенный впервые как «подавитель максимума» Крюковой (18), действует энергичнее крахмала, то он нами и применялся.

Высота волны железа в растворе алюминиевого сплава в значительной степени зависит от состава электролита. Увеличение концентрации раствора в 5 раз приводит к полному исчезновению волны железа и отсутствию постоянства поляризационной картины во времени. Кроме того, несмотря на наличие в растворе сегнетовой соли, для получения четкой диффузионной волны железа требуется вполне определенная концентрация хлористого аммония и аммиака, так как избыток или недостаток их также оказывает отрицательное влияние. Диффузионные волны Fe^{2+} приведены на рис. 5 и 6.

Даже тогда, когда удастся получить четкую диффузионную волну железа, ее высота оказывается пропорциональной содержанию железа в растворе только в том случае, если содержание сплава не превышает 100 мг его на 100 мл раствора. При больших концентрациях не имеет места также и сходимость параллельных анализов.

Несмотря на неоднократные попытки, нам не удалось найти подходящего электролита для электролиза навески в 200 мг и больше и при объеме электролита в 100 мл. Для на-

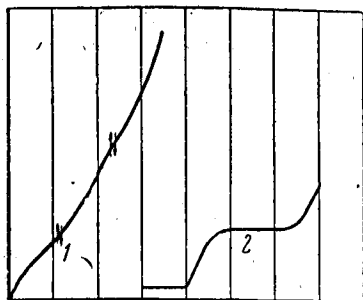


Рис. 5. Диффузионные волны Fe^{2+} . 1 — раствор 400 мг сплава, 5 г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 5 мл 10 н. NH_4OH , 5 г сегнетовой соли, 3 г Na_2SO_4 и 30 мг агар-агара в объеме 100 мл; 2 — те же вещества в объеме 500 мл

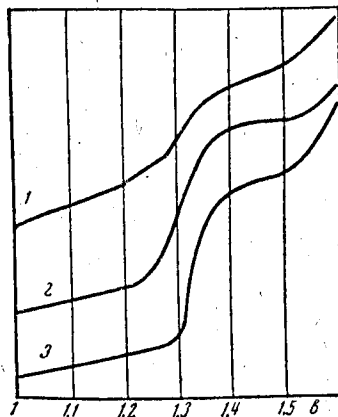


Рис. 6. Диффузионные волны Fe^{2+} . 1 — $1 \cdot 10^{-6}$ MFe^{2+} , 0,2 н. NH_4OH , 0,2 н. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 2% сегнетовой соли, 1% сульфита, 0,03% агар-агара; 2 — $1 \cdot 10^{-4}$ MFe^{2+} , 0,7 н. NH_4OH , 0,5 н. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 2% сегнетовой соли, 1% сульфита, 0,03% агар-агара; 3 — $1 \cdot 10^{-4}$ MFe^{2+} , 0,7 н. NH_4OH , 0,2 н. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 2% сегнетовой соли, 1% сульфита, 0,03% агар-агара

вески 100 мг лучшим электролитом оказался раствор, содержащий 0,7 н. NH_4OH , 0,4 н. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (или 0,4 н. NH_4Cl), 2% сульфит, 2% сегнетова соль, 0,03% агар-агар. Исходя из этого состава электролита, мы и разработали методику анализа.

Алюминиевые сплавы содержали Cu от 1 до 5%, Ni от 0 до 3% и железа от 0,2 до 1,3%. Результаты анализа при помощи измерения диффузионных волн были хорошо повторимы, ошибка анализа не превышала допустимой и градуировка по данным химического анализа совпала с градуировкой прибора по чистым солям без добавления алюминия. Только в случае кремнистых сплавов, содержащих небольшие количества никеля, необходимо вводить эмпирическую поправку, отвечающую 0,1% Ni . Высоты диффузионных волн никеля, меди и железа пропорциональны их концентрации в растворе. Медь определяли при напряжениях 0,1—0,5 в, никель при 0,7—1,0 в и железо при 1,2—1,44 в. «Настройка» производилась по аммиачному раствору никеля, содержащему 2 мг электролитического Ni на 100 мл раствора, высоту волны которого принимали равной 10 см.

Номограммы для меди, никеля и железа при навеске 100 мг приведены на рис. 7.

Как показали испытания метода на многочисленных пробах, точность анализа была не ниже точности химического анализа и удовлетворяла требованиям завода.

В табл. 2 приведены сравнительные результаты анализа алюминиевых сплавов.

Вследствие небольшой навески и возможности ликвации сплавов эти данные не являются характерными для самого метода.

Хронометраж анализа одной пробы, проведенного в лаборатории института, следующий:

Взвешивание	1,5 мин.
Растворение в $\text{HCl} + \text{KClO}_3$	1,5 "
Подготовка раствора	2 "
Переведение в электролизер и определение волн	3 "
Расчет	1 "

Итого 9 мин.

Таблица 2

№ проб	Медь в %		Никель в %		Железо в %	
	хим. анализ	изм. дифф. волн	хим. анализ	изм. дифф. волн	хим. анализ	изм. дифф. волн
1	4,1	4,1	2,03	2,06	0,5	0,5
2	4,1	4,1	2,00	1,98	0,45	0,45
3	1,5	1,5; 1,5	0,2	0,3	0,9	0,9; 0,88
4	2,9	2,9; 2,91	1,17	1,18; 1,16; 1,20	0,6	0,61; 0,62
38	4,05	4,03	2,05	2,05	0,5	0,51
82	4,23	4,23	2,06	2,06; 2,08	0,4	0,4
194	1,6	1,63; 1,6	0,2	0,35; 0,35	0,5	0,5
207	3,85	3,92; 4,02	2,6	2,65; 2,70	1,1	1,1
276	1,15	1,2; 1,2	0	0,1	0,35	0,4
444	1,2	1,2; 1,25	0	0,1; 0,1	1,15	1,15
492	3,25	3,30; 3,28	1,6	1,61; 1,59	0,6	0,6; 0,63
625	3,3	3,4; 3,43	1,85	1,9; 1,95	0,6	0,6
149	1,7	1,74; 1,73	0,25	0,35; 0,35	0,55	0,56

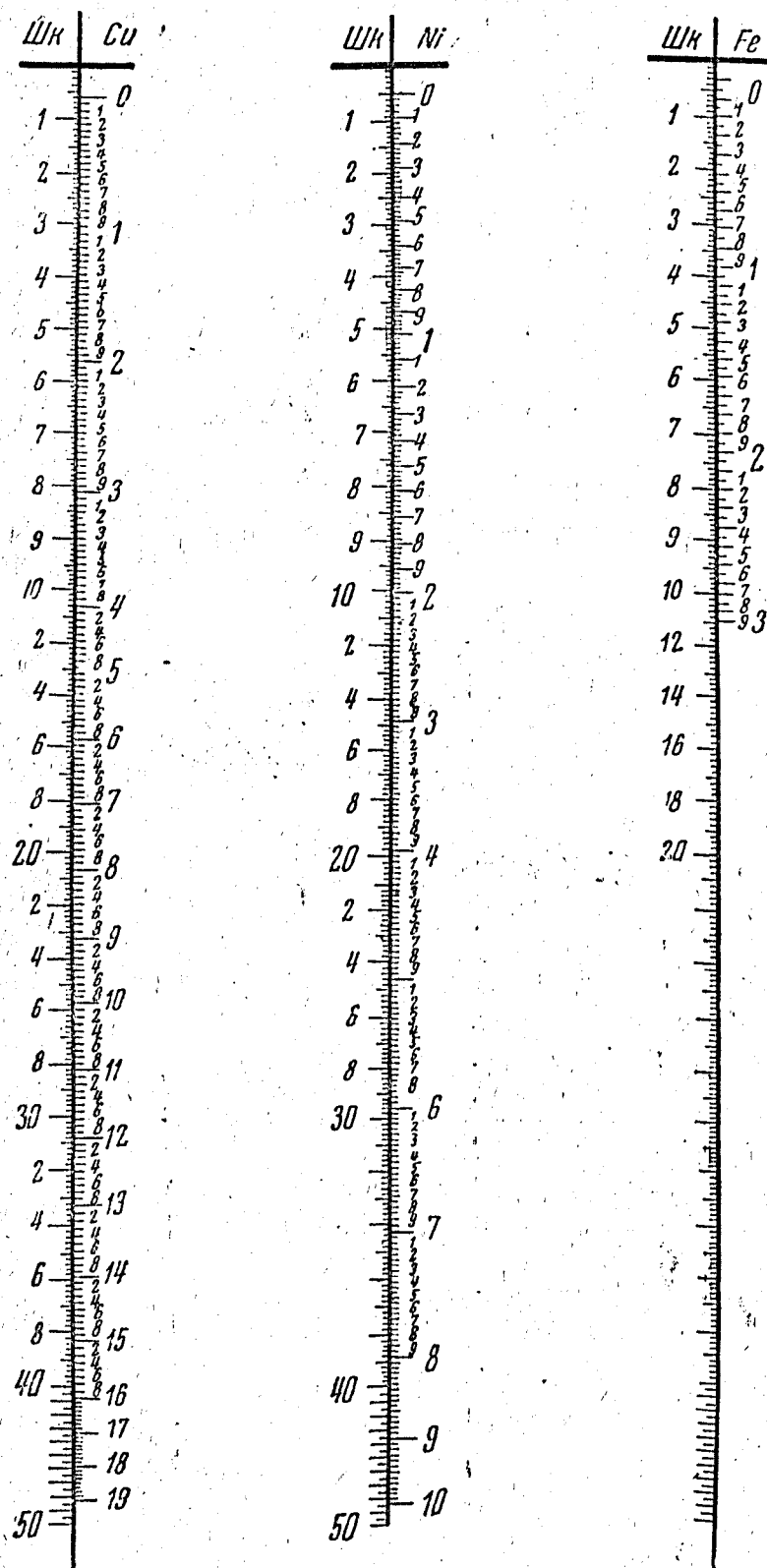


Рис. 7. Рамки для анализа алюминиевого сплава на Cu, Ni и Fe

Испытания прибора на заводе, проведенные начальником лаборатории А. А. Петуховым, показывают, что из многих марок агар-агара, имеющихся в продаже, удовлетворительные результаты по железу получаются только с архангельским и японским агар-агаром.

Анализ флотационных хвостов, шлаков и других продуктов медеплавильного производства на медь и цинк

Электролиз на каплюющем ртутном катоде позволяет производить экспрессный анализ шлаков, флотационных хвостов и других продуктов медеплавильного производства.

Разложение силикатных проб мы производили тремя способами: 1) непосредственно царской водкой (для флотационных хвостов, не содержащих большого количества сульфидной серы); 2) насыщенным раствором бертолетовой соли в азотной кислоте (для концентратов, штейнов и богатых руд); 3) азотной кислотой с добавкой небольшого количества плавиковой кислоты (для шлаков).

Так как кремниевая кислота не оказывает влияния на процесс электролиза, то надобности в ее отделении нет. Но для удаления окислов азота, мешающих определению цинка, пробы, разложенные вторым и третьим способом, должны быть выпарены досуха.

При отсутствии в материале других тяжелых цветных металлов влияние на определение меди и цинка оказывают железо и алюминий.

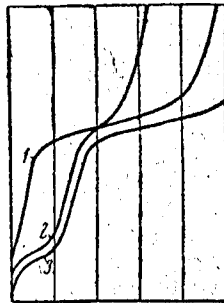
Для того чтобы проводить определение в аммиачном электролите, мы шли двумя путями: 1) удерживая железо и алюминий в растворе винной кислотой, 2) осаждая $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и $\text{Al}(\text{OH})_3$ аммиаком.

Первый путь не требует введения поправок на увеличение меди и цинка осадком гидроокиси, вследствие чего анализ применим для проб с неизвестным содержанием железа и алюминия. Для анализа флотационных хвостов вполне достаточно навески в 500 мг и для остальных материалов, шлаков и других 200 мг. В качестве «подавителя максимумов» в этом случае необходимо употреблять желатину, так как агар-агар и другие испытанные нами «подавители» не обеспечивали даже четкой волны меди. Это иллюстрируется рис. 8, где показано также смещение волн меди при доделении смеси желатины и аммиака.

При составе электролита 0,5 н. NH_4Cl + 0,5 н. NH_4OH + 0,7% раствор сегнетовой соли + 0,03% раствор желатины + 2% раствор сульфита, высота волн меди в пробах точно отвечала градуировке по раствору CuSO_4 в NH_4Cl и NH_4OH . Определение цинка при этом возможно только в пробах с высоким процентным содержанием цинка, когда работа ведется на малой чувствительности гальванометра. При малых содержаниях цинка его волна закрывалась волной двухвалентного железа. В этом случае мы определяли цинк над осадком $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и $\text{Al}(\text{OH})_3$.

Так как содержание цинка в анализируемых материалах сравнительно велико (выше 0,5%), то для определения Zn мы отбирали

Рис. 8. Волны меди, полученные при анализе 500 мг флотационных хвостов, содержащих 0,1% Cu в 100 мл в винно-пексило-аммиачно-аммонийном электролите с добавками: 1 — 3 мл 1% раствора желатины; 2 — то же с 10 мл 0,2% агар-агара; 3 — то же с 3 мл 1% желатины в слабо аммиачном растворе



аликвотную часть от пробы на медь, отвечающую 100 мг хвостов или 50 мг шлаков и других продуктов, содержащих цинка, железа и алюминия больше, чем в хвостах.

Электролиз велся в концентрированных растворах NH_4Cl и NH_4OH с добавкой желатины. В этом случае для получения совпадающих результатов анализа синтетических смесей солей Cu, Zn, Fe и Al оказалось необходимым вводить поправку на 1% на увлечение цинка гидроокисью.

Установив количественную связь между высотами волн меди и цинка в чистых солях, в дальнейшем мы всю «настройку» производили по раствору 2 мг Zn в 100 мл аммиачно-аммонийной среды, принимая высоту волны в таком растворе равной 10,0 см. Точность анализа характеризуется данными, приведенными в табл. 3.

Тот или иной продукт медеплавильного производства сохраняет всегда приблизительно постоянное процентное содержание железа и алюминия, поэтому для контроля производства возможно ограничиться введением поправок на увлечение меди и цинка осадком гидроокиси. Это позволяет определять Cu и Zn в одном растворе при любом содержании цинка.

Опыты по изучению влияния на диффузионные волны Cu и Zn осадков гидроокиси железа производились следующим образом. К раствору соли меди и цинка в 0,2 н. HCl добавляли определенное количество хлорного железа и 1 г NH_4Cl . После нейтрализации аммиаком и добавления сульфита и желатины приливали 4 мл 10 н. NH_4OH , после чего доводили до 100 мл. Объем раствора, в котором производилось осаждение, на результаты заметного влияния не оказывал. В электролизер равномерно переводили и раствор и осадок гидроокиси.

Влияние железа на результаты измерения диффузионных волн видно из табл. 4.

Навески 500 мг хвостов и 200 мг шлаков, концентратов и других содержат такое количество алюминия и железа, которое увлекает около 6% меди и цинка. Поэтому поправку в номограммы для чистых солей мы вводили следующим путем: произведя настройку прибора по раствору, содержащему 4 мг Zn на 100 мл электролита (в массовой работе настройка по маленькой волне неудобна), мы вместо 36,2 см по прежним номограммам (вы-

Таблица 3

Наименование материалов	Медь в %		Цинк в %	
	хим. анализ	изм. диффуз. волны	хим. анализ	изм. диффуз. волны
Флотационные хвосты	0,08	0,08; 0,08	0,76	0,77; 0,78
"	0,06	0,06; 0,06	2,09*	1,92; 1,93
"	0,25	0,24; 0,24	2,09	2,08; 2,22
"	0,12	0,12; 0,12	4,10	4,12; 4,12
"	0,18	0,18; 0,18	0,52	0,53; 0,52
"	0,18	0,18; 0,17	1,70	1,63; 1,62
Шлак	0,32	0,31; 0,32	4,91	4,99; 4,95
Руда (норм.)	4,48	4,49; 4,48	9,6	9,68; 9,66
Шлак (норм.)	0,23—0,25	0,24; 0,24	—	—

* Результат хим. анализа недостоверен.

Таблица

Содержание железа в 100 мл электролита в мг	Медь в мг		Цинк в мг	
	введено	найден над осадком гидроокиси железа	введено	найден над осадком гидроокиси железа
50	1	0,94	0,5	0,47
100	0,5	0,44		
100	1	0,88	1	0,87
100	2	1,76		

сота волны 1 мг Zn в 100 мл раствора равна 10,0 см) довели высоту волны до 38,5 см. В этом случае совпадение результатов анализа с данными химического анализа наилучшее; расхождения не превышают допускаемых для нодометрического метода.

Хронометраж работы лаборанта экспресс-лаборатории обогатительной фабрики Кировоградского медеплавильного завода при анализе флотационных хвостов по методике с осаждением гидроокисей приведен в табл. 5.

Таблица 5

Операция	Время в мин. при анализе	
	10 проб	1 пробы
Взятие навески	13	1,5
Разложение и приливание кислот	6	2
Нейтрализация	2	0,5
Доведение до 100 мл	9	1
Определение волны меди и цинка и расчет	38	3
Итого	68	8

Проверка методики на массовых анализах показала, что около 8% всех анализов проб хвостов (содержащих 0,07—0,30% Cu и 0,5—2% Zn) дают относительную ошибку от 4 до 5% и 92% ниже $\pm 4\%$ отп.

100 проб ватер-жакетных шлаков (содержащих Cu — 0,2—0,5%, Zn — 1—5%), проведенных в условиях массового анализа, без параллельных определений дали следующее распределение ошибок (в относительных процентах): $\pm 5-6\%$ — 4%, $\pm 4-5\%$ — 7%, $\pm 3-4\%$ — 10%, $\pm 2-3\%$ — 17%, ниже 2% — 62%.

В табл. 6 сведена часть результатов, полученных нами на материалах, богатых медью и цинком.

Таблица 6

Наименование материала	Медь в %		Цинк в %	
	хим. анализ	изм. дифф. волны	хим. анализ	изм. дифф. волны
Шлак	7,85	7,79	2,93	3,00
Штейн	19,9	19,85	3,65	3,60
Медный концентрат	13,1	13,0	10,9	10,85
"	15,9	16,0	9,35	9,38
"	16,9	16,95	9,85	10,0
Цинковый	0,58	0,585	56,8	57,0
"	0,70	0,695	53,4	53,4
Руда	2,42	2,40	10,4	10,5
"	2,64	2,64	6,80	6,73

Вид смонтированной нами установки для измерения диффузионных волн представлен на рис. 9.

Выводы

1. Смонтирован прибор, предназначенный только для измерения определенных диффузионных волн визуальным способом.

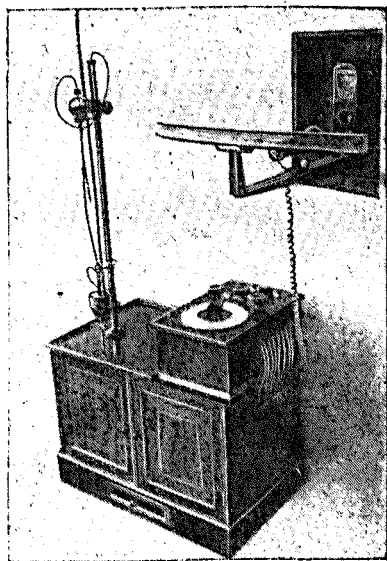


Рис. 9. Установка для получения диффузионных волн

дуктов медеплавильного производства на Cu и Zn.

Литература

1. Я. Гейровский, Полярографический метод. Химтеорет, 1937.
2. Thanheiser u. Maassen, Arch. Eisenhüttenw., 10, 441, 1937.
3. Thanheiser u. Williams, Mitt. K. Wilh. Inst. f. Eisenforsch., 31, 65, 1939.
4. Ю. С. Ляликов, Заводская лаборатория, VII, 1, 24, 1938.
5. R. Müller a. Petrass, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 10, 339, 1938.
6. J. App. Phys., 10, 8, 1939.
7. A. Schmidt, Ztschr. Elektroch., Bd 44, 9, 699, 1938.
8. H. I. Petering a. F. Daniels, J. Am. chem. Soc., 60, 11, 2796, 1938.
9. R. Müller a. I. Petrass, J. Am. chem. Soc., 60, 12, 2990, 1938.
10. С. А. Плетенев и В. Н. Розов, Заводская лаборатория, VIII, 1, 111, 1939.
11. Н. Hohn, „Chemische Analyse mit dem Polarographen“. Berlin 1937.
12. Т. А. Крюкова, Заводская лаборатория, VII, 3, 273, 1938.
13. H. Antweiler, Ztschr. Elektroch., Bd 44, 11, 831: 12, 888, 1938.
14. H. Hohn, Ztschr. Elektroch., Bd 43, 2, 127, 1927.
15. I. Lingane a. I. M. Kolthoff, J. Am. chem. Soc., 61, 5, 1047, 1939.
16. С. П. Шайкинд, Журнал прикладной химии, IX, 11, 9, 1378, 1938.
17. H. Silbert a. F. Langer, Chem. Fabric, 11, 141, 1938.
18. Т. А. Крюкова, Отчет НИУИФ, Москва 1937.

2. Применение баллистического гальванометра позволяет повысить точность отсчета высоты диффузионной волны до 0,2%.

3. В схему прибора введен «реостат настройки», позволяющий производить совмещение всех номограмм одного капилляра с номограммами другого.

4. Предложен экспрессный метод анализа алюминиевых сплавов на Cu, Ni, Fe и про-

В. М. Пешкова

Определение малых количеств никеля в присутствии других металлов¹

(Кафедра аналитической химии МГУ)

Определение никеля в присутствии железа

Определение малых количеств никеля в присутствии двухвалентного железа не встречает затруднений вследствие большой растворимости соединения железодиметилглиоксима; но то же определение осложняется в присутствии трехвалентного железа, которое выделяется в виде гидроокиси при осаждении никельдиметилглиоксима.

В одной из своих работ Brunck (1) говорит

¹ Настоящая статья представляет продолжение работы, опубликованной в „Заводской лаборатории“ № 9, 921, 1939.

о возможности выделения никельдиметилглиоксима в присутствии трехвалентного железа, если последнее связать винной кислотой, но автор не сообщает цифровых данных о точности определения. Нами разработана следующая методика. К испытываемому раствору, в котором количество железа не должно превышать 0,5 г, прибавляют 2—3 г винной кислоты или ее соли, нагревают раствор до начала кипения, прибавляют 0,3—0,5 г сухого диметилглиоксима (в зависимости от количества никеля) и аммиака до слабощелочной реакции в присутствии индикатора метилрот. Выделившийся осадок отфильтровывают через 2—3 часа, промывают его холодной водой и