

Н. А. ГУРОВИЧ и Н. Д. ЛУКАШИНА

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА  
В МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ МЕДИ

(Научно-исследовательский институт Министерства Государственных продовольственных и материальных резервов)

Предлагаемый метод полярографического определения цинка в металлической меди значительно сокращает продолжительность анализа по сравнению с наиболее часто применяемыми (ртутно-родановым, нодомеретрическим, сероводородным, фосфатным и др.) и вместе с этим обеспечивает достаточную точность.

После удаления меди из раствора определение цинка можно проводить путем осаждения его сероводородом из уксуснокислой среды с применением в качестве коллектора свинца, дальнейшего растворения сульфидного осадка в соляной кислоте, нейтрализации солянокислого раствора аммиаком и полярографирования цинка на фоне 1,3-н. растворов аммиака и хлористого аммония.

Проверка методики полярографического определения цинка производилась на синтетических растворах цинка, а также путем добавления точных количеств его к меди с известным содержанием цинка.

В табл. 1 приведены данные по проверке метода на синтетических растворах.

Таблица 1  
Результаты определения цинка

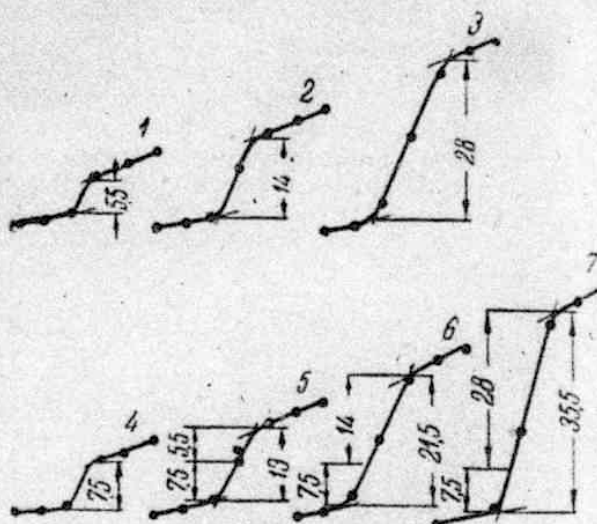
Взято Zn, мг	Определено Zn, мг
0,050	0,050
0,100	0,100
0,200	0,200
0,250	0,250
0,400	0,400
0,500	0,500
1,000	1,000
1,500	1,500
2,000	2,000

## Ход анализа

5 г меди растворяют в азотной кислоте (1:1). Растворение ведут на холоду, затем жидкость нагревают до полного растворения меди и удаления окислов азота. По окончании процесса раствор разбавляют водой до 150 мл, приливают 5 мл серной кислоты (1:1) и проводят электролиз при силе тока 3—4 а, уменьшая ее в конце до 0,5 а. После обесцвечивания раствора приливают немного воды и продолжают электролиз еще 15—20 мин. Отсутствие осаждения меди на

свежесмоленных частях катода говорит об окончании выделения меди.

По окончании электролиза раствор нейтрализуют по метилоранжу аммиаком, приливают по 3 мл серной кислоты (1,84) на каждые 100 мл раствора и пропускают ток сероводорода для осаждения остатков меди. Сульфидный осадок отфильтровывают, промывают 2%-ной серной кислотой, насыщенной сероводородом. Фильтрат упаривают до 150—200 мл, охлаждают, нейтрализуют по метилоранжу раствором аммиака, нагревают до 60—



## Полярограммы цинка:

70°, прибавляют 10 мл 70%-ной уксусной кислоты и 2 г уксуснокислого аммиака и пропускают сероводород в течение 15 мин. Затем прибавляют 1 мл раствора азотнокислого свинца, содержащего 1 мг металла в 1 мл, и пропускают серо-

70°, прибавляют 10 мл 70%-ной уксусной кислоты и 2 г уксуснокислого аммиака и пропускают сероводород в течение 15 мин. Затем прибавляют 1 мл раствора азотнокислого свинца, содержащего 1 мг металла в 1 мл, и пропускают серо-

Таблица 2  
Результаты определения добавок цинка к меди

Содержание Zn в меди, мг	Добавлено Zn к меди, мг	Определено Zn, мг
0,1345	—	0,1345
0,1345	0,1000	0,2345
0,1345	0,2000	0,3345
0,1345	0,2500	0,3845
0,1345	0,5000	0,6345

водород еще 10 мин. Жидкости дают остыть, осадок отфильтровывают и промывают сероводородной водой. Затем осадок на фильтре растворяют 7—10 мл горячей соляной кислоты (1:1), добавляя несколько капель пергидроля, нагревают на песчаной бане до полного растворения осадка и разрушения пергидроля, охлаждают, переносят в мерную колбу на 50 мл, нейтрализуют по лакмусу

раствором аммиака, добавляют 5 мл 25%-ного раствора аммиака и прибавляют на кончике шпателя около 1 г сульфата натрия и 7 капель 1%-ного раствора желатины, после чего доводят объем до метки, тщательно перемешивают и титруют.

В табл. 2 и на рисунке приведены результаты анализа металлической меди с определенными добавками цинка.

Б. Я. ТРАЦЕВИЦКАЯ

## ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ СОЕДИНЕНИЙ КАДМИЯ

(Институт металлургии им. А. А. Байкова Академии наук СССР)

Определение различных соединений кадмия при совместном их присутствии мало освещено в литературе. Между тем на практике часто приходится встречаться со смесями, состоящими из таких компонентов, как сульфид кадмия, окись кадмия, средний сульфат кадмия, а также основные сульфаты кадмия переменного состава и металлический кадмий.

В данной работе исследовано определение этих фаз в смеси, не содержащей других металлов и их соединений. Работа проведена с химически чистыми соединениями кадмия, искусственно приготовленными смесями, а также с продуктами, полученными при окислении чистого сульфида кадмия.

В результате работы был принят следующий ход анализа. Навеска, содержащая соединения кадмия, обрабатывалась на водяной бане дистиллированной водой (70 мл на 0,25 г навески) в течение 30 мин. При этом в раствор переходил весь кадмий, связанный в виде сульфата. Раствор отфильтровывали через фильтр с синей полосой. В фильтрате можно определить кадмий любым способом. Очень хорошие результаты дает орто-оксихинолиновый способ.

Остаток после фильтрования, содержащий сульфид кадмия, окись кадмия, основные сульфаты и металлический кадмий, растворяли в концентрированной соляной кислоте в аппарате для определения сероводорода. По количеству сероводорода, определенному нодометрически, рассчитывали количество кадмия, связанного в виде сульфида.

В кислом растворе определяли основ-

ные сульфаты путем осаждения сульфатной серы хлористым барием.

Металлический кадмий определяли из отдельной навески. Навеску, содержащую металлический кадмий, после выщелачивания водой обрабатывали отмеренным количеством 0,1-н. раствора уксуснокислого свинца, содержащего свободную уксусную кислоту в количестве, достаточном для предотвращения гидролиза (0,5%). После перемешивания в течение 2 час. избыток уксуснокислого свинца, оставшийся после растворения кадмия, оттитровывался 0,1-н. раствором молибденовокислого аммония. Результат титрования пересчитывался на кадмий по уравнению:



В анализируемом материале определялось общее количество кадмия. По разности между общим количеством кадмия и суммой остальных определенных фаз рассчитывали содержание  $\text{CdO}$  в испытуемом материале.

Присутствие в анализируемой смеси окиси и сульфида кадмия не мешает этому способу определения металлического кадмия, так как они не вытесняют металлического свинца из уксуснокислого свинца и не вступают в реакцию обменного разложения. Избыток ионов кадмия в растворе также не влияет на количественное выделение свинца, так как, по теоретическим подсчетам, равновесие указанной реакции устанавливается при отношении концентрации ионов кадмия к ионам свинца в растворе, равном  $4,17 \cdot 10^9$ , и растворение металлического кадмия протекает практически нацело.