

**ИССЛЕДОВАНИЯ ПО РАЗРАБОТКЕ МЕТОДИК
ОПРЕДЕЛЕНИЯ $10^{-6}\%$ НЕКОТОРЫХ НЕОРГАНИЧЕСКИХ
ПРИМЕСЕЙ В РАСТВОРАХ, ИМИТИРУЮЩИХ
БИОЛОГИЧЕСКИЕ ОБЪЕКТЫ**

А. А. КАПЛИН, В. Ф. ЯНКАУСКАС, А. С. ЖАРКИХ

(Представлена научным семинаром кафедры физической и коллоидной химии)

Данная работа была поставлена с целью расширения области применения метода АПН на биологические объекты и объекты, имитирующие материалы, применяемые в пищевой промышленности.

Исследовалась возможность одновременного амальгамно-полярографического определения $10^{-6}\%$ Zn, Pb, Cu, Sb и Bi в растворах (имитирующих пищевые и биологические объекты) следующего состава:

- 1) физиологический раствор ($\text{pH}=8$, $\text{pH}=5$);
- 2) 0,8% NaCl;
- 3) 0,5% HCl;
- 4) этиловый спирт различной концентрации (10%, 25%, 40% и 96%).

В работе использовался электролизер со сменными стаканчиками, катодом служил пленочный электрод ($S=0,04 \text{ см}^2$), электродом сравнения — насыщенный каломельный электрод. Для перемешивания раствора и удаления из него кислорода применялся газообразный азот с содержанием кислорода не более 0,2—0,5%. В процессе разработки методики было исследовано взаимное влияние определяемых элементов. Показано отсутствие такого влияния.

Исследованы зависимости высот анодных пиков определяемых элементов от концентрации их в растворе (табл. 1) и времени накопления (табл. 2). Эти зависимости носят прямолинейный характер.

На основании проведенных исследований для каждого из вышеупомянутых растворов предложены методики одновременного определения Zn, Pb, Cu, Sb, Bi.

Сущность их заключается в создании для каждого из определяемых элементов наиболее благоприятной кислотности среды, посредством подкисления и нейтрализации среды соляной кислотой и раствором NH_4OH соответственно. Кроме того, для разделения пиков меди и сурьмы подбирается такой потенциал накопления ($-0,4 \text{ в}$), при котором один из элементов (Cu) не восстанавливается.

Спиртовые смеси

Ход анализа. 3 мл исследуемого раствора продувается очищенным азотом в течение 5 мин для удаления кислорода и полярографируется на содержание свинца и меди при потенциале накопления — 1,0 в. Затем раствор подкисляется тремя каплями 12н HCl и регистрируются анодные пики сурьмы и висмута (потенциал накопления — 0,45 в).

Зависимости высот анодных пиков сурьмы и меди от их концентрации на различных фонах

C $1 \cdot 10^{-8} \text{ г/мл}$	0,5% HCl	0,8% NaCl	Сложная смесь	10%-ный спирт	Условия опыта
	h мм	h мм	pH=5	h мм	
0,03	14	10	5	10	$\tau = 5 \text{ мин.}$ $V = 3 \text{ мл}$ $i = 1 \cdot 10^{-8} \text{ а/мм}$ $\varphi_{эл} = -1,5 \text{ в}$
0,06	28	21	8	28	
0,09	42	32	16	42	
0,12	57	43	20	56	
0,15	72	52	26	70	
0,18	85	65	29	85	
0,21	—	—	34	—	

Таблица 2

Зависимости высот пиков сурьмы и меди от времени электролиза (условия опыта см. в табл. 1)

Время электролиза, мин.	0,5% HCl	0,8% NaCl	pH=5 сложной смеси	10%-ный спирт
	h мм	h мм	h мм	h мм
3	4	5	5	6
5	8	10	12	10
17	10	13	19	14
9	12	—	28	18
10	15	18	—	20
11	—	—	44	—
12	—	21	50	23
15	—	27	52	30

Раствор нейтрализуется 3 каплями концентрированного раствора аммиака, после чего регистрируется анодный пик цинка. Концентрации всех элементов определялись методом добавок стандартных растворов.

Используя все вышеперечисленные приемы, аналогично можно анализировать и другие смеси (раствор HCl, сложная смесь pH=5, 0,8% NaCl).

Результаты анализа 0,8% раствора NaCl на содержание примесей Cu, Sb, Bi, Pb и Zn приведены в табл. 3.

Таблица 3

Результаты анализа 0,8% раствора NaCl на содержание примесей Cu, Bi, Sb, Pb и Zn (условия опыта см. в табл. 1)
($n=11$; $\alpha=0,95$; $t_{0,95}=2,23$)

Элементы	$\bar{x} \cdot 10^6 \%$	$S \bar{x} \cdot 10^6 \%$	$\pm \epsilon = S \bar{x} \cdot t_{\alpha}(0,95)$	$\pm \epsilon \%$
Zn	17,3	0,141	0,31	1,7
Pb	11,3	0,165	0,36	3,1
Cu	14	0,145	0,11	0,8
Sb	8,1	0,135	0,30	3,7
Bi	28,5	0,207	0,56	1,9

Чувствительность разработанных методик составляет $1 \cdot 10^{-6} \%$.

Достоинством методики является отсутствие выпарки, простота и экспрессность анализа.