

А. В. Егошина, Н.А. Колпакова, д.х.н., профессор
¹ 660037, Россия, г. Красноярск,
Транспортный проезд 1, ОАО Красцветмет
² Томский политехнический университет, 634050, Россия,
г. Томск, проспект Ленина 30

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЙ ПЛАТИНЫ И РОДИЯ

Инверсионная вольтамперометрия (ИВ) является одним из высокочувствительных и экспрессных методов анализа. В зарубежной литературе количество работ по определению родия и платины методом ИВ очень мало. Причиной этого служит сложность процессов электроокисления осадков этих металлов в рабочей области потенциалов графитового электрода (ГЭ). При определении ионов платины (IV, II) и родия (III) путем электровосстановления ионов этих металлов до металла с последующим электроокислением осадка возникают определенные трудности. Это связано с тем, что процесс электроокисления осадков платины и родия протекает при потенциалах больше 1 В и перекрывается процессом выделения кислорода из воды. Поляризационные кривые, которые зависят от концентрации ионов платины (IV, II) и родия (III), наблюдаются только в том случае, если электроосаждение осадка проводить совместно с более электроотрицательным металлом в режиме «in-situ». Как правило, на поверхности электрода бинарные электролитические осадки из платины или родия и неблагородного металла представляют собой интерметаллические соединения (ИМС).

Целью данной работы было оценить возможность определения ионов платины (IV) или родия (III) по пикам селективного электроокисления свинца из бинарных электролитических осадков с платиной или родием.

Экспериментальная часть

Вольтамперометрические измерения проводились с использованием анализатора ТА – 4 (НПП «Томьаналит», г. Томск). Перемешивание анализируемого раствора осуществлялось за счет вибрации индикаторного электрода. Удаление кислорода из ячейки не осуществлялось. При работе применялась трехэлектродная система: индикаторный (рабочий) электрод – пропитанный парафином и полиэтиленом графитовый электрод (ГЭ); электроды сравнения и вспомогательный – хлорсеребряные, заполненные 1 М раствором KCl.

Электрохимическая очистка проводилась путем поляризации рабочего электрода при потенциале 1,0 В в течение 60 секунд в 1 М растворе HCl (фоновый электролит). Все эксперименты по электроконцентрированию осадка свинец – родий и свинец – платина проводились в хлоридных средах (1 М HCl) в режиме недонапряжения (-1 В) для электроосаждения ионов свинца (II) и на предельном токе электроосаждения ионов ртути(II), платины (IV) и родия (III) и платины (IV).

Результаты и их обсуждение

Изучение анодных пиков селективного электроокисления неблагородного компонента из бинарных электролитических осадков свинец – родий и свинец – платина по критерию Семирана показало, что природа этих пиков адсорбционная. В этом случае калибровочная тока анодного пика от концентрации может представлять прямую, не проходящую через начало координат. Оценка содержания компонента в этом случае будет содержать систематическую погрешность. В этих случаях оценку содержания компонента метрологически правильнее проводить по калибровочной прямой, используя метод добавок.

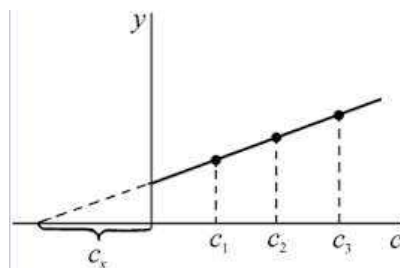


Рисунок 1. – Графический вариант метода добавок.

Задача аналитика выбрать такую функцию (y), изменение которой было бы пропорционально содержанию анализируемой пробы с добавками стандартного раствора. В качестве такой аналитической функции нами предлагается два способа: количество электричества, затраченного на селективное электроокисление неблагородного компонента из всех ИМС с родием ($y = Q$) или ток (или площадь под пиком платины) электроокисления свинца из ИМС с платиной.

ЛИТЕРАТУРА

1. Kolpakova N.A., Oskina Y.A., Sabitova J.K Determination of Rh(III) by stripping voltammetry on a graphite electrode modified with lead // Journal of Solid State Electrochemistry. – 2018. – Vol. 22. – № 6. – P. 1933–1939.