

SEMERANO GIOVANNI e GAGLIARDO ELENA

Determinazione polarografica

di ferro, piombo e zinco nelle blende.

Dopo un esame critico dettagliato dei procedimenti polarografici già proposti per la determinazione di ferro, piombo e zinco nelle blende, che si basano principalmente sull'impiego di soluzioni ammoniacali per lo zinco e di soluzioni acide o citrico-tartariche per il ferro e il piombo, gli AA., dopo una lunga serie di esperienze, sono giunti alla conclusione che i complessi citrico-tartarici non sono adatti alla determinazione del ferro e del piombo a causa di anomalie riscontrate nel comportamento polarografico di questi due cationi sotto tale forma, quando si trovino contemporaneamente presenti, e che l'estrazione dello zinco mediante soluzione ammoniacale non è soddisfacente in conseguenza delle notevoli perdite di questo elemento per fenomeni di occlusione ed adsorbimento.

Hanno quindi cercato di trovare una soluzione base che non presentasse tali inconvenienti e che permettesse la determinazione dei tre elementi senza ricorrere a operazioni di precipitazione e filtrazione.

Per potere analizzare anche campioni di blenda ad elevata percentuale di piombo, il residuo secco dell'intacco cloridrico-nitrico del campione veniva ripreso dapprima con una soluzione nitrica di nitrato ammonico; dopo la determinazione di ferro e piombo, la soluzione veniva neutralizzata con carbonato di bario, centrifugata ed esaminata per il suo contenuto in zinco. Avendo però riscontrato che la neutralizzazione con carbonato di bario avveniva con qualche

difficoltà in ambiente nitrico e che i gradini risultanti non presentavano un tetto orizzontale, si è passati all'impiego di una soluzione cloridrica di cloruro sodico al 25%, che, come è noto, aumenta la solubilità del cloruro di piombo.

Il metodo che, in complesso, forniva risultati soddisfacenti, presentava talvolta qualche incertezza a causa della difficile riproducibilità delle condizioni di neutralizzazione. Il diverso pH, che si realizzava caso per caso, influiva sulla forma del gradino del piombo soprattutto quando questo era presente in piccole quantità (0,2-0,5%) rendendone poco precisa la determinazione.

Per tutte queste ragioni si è neutralizzata l'acidità della soluzione cloridrica di cloruro sodico, dopo la determinazione del ferro, con una soluzione tampone di acido acetico-acetato sodico (1:1) così da rendere possibile la registrazione successiva dei gradini del piombo e dello zinco.

Il metodo è di una notevole rapidità e precisione: il confronto fra i risultati polarografici e quelli forniti dall'analisi volumetrica ordinaria indica che le differenze tra i due metodi rientrano entro i limiti del $\pm 3\%$.

Padova, Istituto di Chimica Fisica dell'Università e Centro di Polarografia del C. N. R.