

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ В ВОДЕ

А. А. КАПЛИН, Л. М. ПОСКРЕБЫШЕВА

(Представлена научным семинаром кафедры физической химии)

Анализ органических примесей значительно отстает по чувствительности, точности, избирательности от анализа неорганических примесей, где абсолютная чувствительность по ряду методов уже достигает 10^{-10} — 10^{-11} г.

В основу исследований по определению органических микропримесей нами положена зависимость величины тока восстановления ионов или окисления атомов металла от природы и количества адсорбированных на электроде поверхностно-активных веществ. В работе предлагается применение для определения поверхностно-активных органических веществ переменноточковой полярографии без предварительного концентрирования с использованием вектор-полярографа ЦЛА.

Элемент, используемый в качестве стандарта для количественной оценки содержания органических веществ, подбирается из следующих соображений:

1. Восстановление в области анализируемых органических примесей.

2. Максимальная зависимость электрокинетических параметров от природы и количества адсорбированных поверхностноактивных веществ.

При работе с переменным током нами выбран кадмий; восстановление кадмия происходит в области электрокапиллярного нуля; чувствительность к поверхностно-активным веществам максимальная из ряда изученных нами (медь, свинец, сурьма, висмут, цинк). Ввиду того, что среди определяемых органических веществ в растворе могут быть нейтральные молекулы и положительно и отрицательно заряженные частицы, адсорбирующиеся при различных потенциалах, нами предлагается использовать в качестве стандартных металлов 3—4 элемента, восстанавливающихся в широкой области потенциалов (например, медь, кадмий, цинк).

В качестве стандартного органического вещества при определении примесей индивидуальных органических веществ известного состава используется это же вещество с известной концентрацией. При определении суммы органических веществ в деионизованной воде в качестве стандарта нами использован рекомендованный в работе [1] тетрабутиламмоний бромид (ТБАБ). Нужно отметить, что в таком случае подбор стандартного органического вещества является одной из наиболее трудных методических задач.

Экспериментальная часть

Измерения проводились на вектор-полярографе ЦЛА в полярографической ячейке из фторопласта или из кварца. Анодом служила двойная ртуть, катодом — стационарный ртутный пленочный электрод. В качестве фона использован ИМКС1.

В рабочий стаканчик вводился 6 мл $1 \cdot 10^{-5}$ М раствора кадмия. Раствор перемешивается азотом в течение 1—2 мин., после чего снимается серия катодных пиков кадмия. Для расчетов используется среднее значение из 8—10 измерений. После этого в раствор вводится первая добавка ТБАБ и регистрируется серия пиков кадмия. Затем делается следующая добавка и т. д., и строится калибровочный график зависимости процентного понижения пика кадмия от концентрации ТБАБ. График качественно совпадает с изотермой Лэнгмюра.

Для оценки чувствительности метода с применением переменноточковой полярографии результаты, полученные на вектор-полярографе, сопоставлены с данными, полученными на полярографе LP-60 с линейноменяющимся потенциалом при условии одинаковой исходной высоты пиков кадмия. С помощью перекидного ключа полярограммы снимались практически одновременно на обоих полярографах в одной и той же ячейке. Из полученных результатов следует, что чувствительность переменноточковой полярографии к поверхностно-активным веществам выше.

Нами изучено влияние воды с различным содержанием органических примесей на катодные пики кадмия. Такую воду получали насыщением на смоле КУ-2 в колонке с $d=50$ мм и $h=200$ мм в продолжение разного времени. Получены зависимости процентного понижения катодных пиков кадмия, от количества добавок воды с различным содержанием органических примесей. С увеличением времени контакта воды со смолой количество органических примесей в воде увеличивается.

Сравнительно высокая чувствительность метода позволяет использовать последний для контроля содержания органических микропримесей в деионизованной воде, применяемой в полупроводниковой технологии.

Для контроля содержания суммы органических примесей в воде применяется химический метод окисляемости; метод имеет низкую чувствительность, что требует использования больших объемов анализируемой воды (до 1 л), трудоемок и длителен.

Нами проведено сравнение полярографического метода с методом окисляемости. Из сравнения получено, что вода, в которой методом окисляемости органические примеси не обнаруживаются, дает понижение пика кадмия на 60 мм при добавке 1 мл этой воды при начальном объеме раствора кадмия 5 мл.

Предлагаемый метод определения органических примесей в воде имеет ряд преимуществ:

1. Сравнительно высокая чувствительность определения (до 10^{-9} — 10^{-8} г/мл), причем возможности повышения абсолютной чувствительности полностью не использованы.
2. Меньшая затрата времени на проведение анализа и меньшее число реактивов.
3. Возможность автоматизации анализа воды.

ЛИТЕРАТУРА

А. Н. П. Березина, Н. В. Федорович. Ж. «Электрохимия», т. III, № 1, 1967, стр. 3.