

СПОСОБ ОЧИСТКИ ЙОДИСТОГО ТЕТРАБУТИЛАММОНИЯ ДЛЯ ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕКТРООТРИЦАТЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

В. К. ИВАНОВ, Е. В. ТИХОМИРОВА

(Представлена научно-методическим семинаром проблемной лаборатории микропримесей)

Растворы йодида тетрабутиламмония, приготовленные на различных растворителях, применяются в качестве индифферентных электролитов при полярографическом определении электроотрицательных элементов. Продажный реактив этой соли не всегда удовлетворяет тем условиям, которые предъявляются к полярографическим фонам. Причиной этого, очевидно, является недостаточная чистота соли, а также наличие примесей продуктов разложения самого йодида тетрабутиламмония. Поэтому применять для приготовления фона продажную соль без предварительной очистки не рекомендуется.

В литературе предлагаются многочисленные способы очистки йодида тетрабутиламмония. Известны методы, основанные на перекристаллизации этой соли из этилацетата [1], из безводного диоксана [2] и из смеси бензола с диметилформамидом [3]. Однако очистка реактива по таким методикам зачастую связана со сложной аппаратурой и многократной перекристаллизацией, а выходы по чистой соли очень низки, что приводит к большим потерям вещества.

С целью повышения качества очистки йодистого тетрабутиламмония в нашей лаборатории были проведены многочисленные эксперименты по подбору соответствующего растворителя и повышению выхода перекристаллизованной соли.

В качестве растворителя при очистке мы применили свежеперегнанный диметилформамид. Нами получена зависимость растворимости йодида тетрабутиламмония в диметилформамиде (рис. 1).

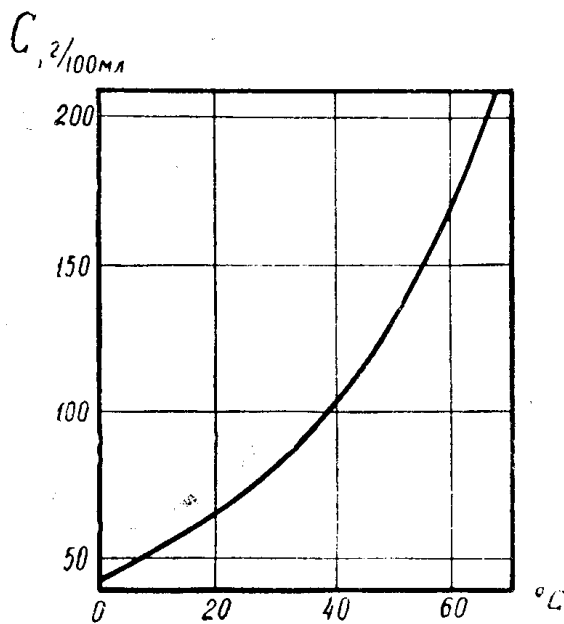


Рис. 1. Зависимость растворимости йодида тетрабутиламмония в диметилформамиде от температуры

Предлагаемый нами способ очистки заключается в следующем: 30 г продажного йодида тетрабутиламмония растворяют при нагревании в 20 мл свежеперегнанного диметилформамида до полного растворения. При необходимости горячий раствор фильтруют, после чего

оставляют на сутки при комнатной температуре. Выпавшие кристаллы отсасывают на стеклянном фильтре и сушат при 100°C в течение 2—3 часов. Получают 23—25 г перекристаллизованной соли. В наших опытах выход колеблется в пределах от 75 до 83%. Очищенная таким способом соль хорошо сохраняется в обычных условиях, а приготовленный из нее фон — 0,05 М йодид тетрабутиламмония в диметилформамиде сохраняется без заметного изменения свойств в течение нескольких месяцев.

На рис. 2 приведены катодные полярограммы фона, снятые с помощью пленочного электрода в интервале потенциалов от —1 до —2,5 в. Электрод сравнения — донная ртуть. Как

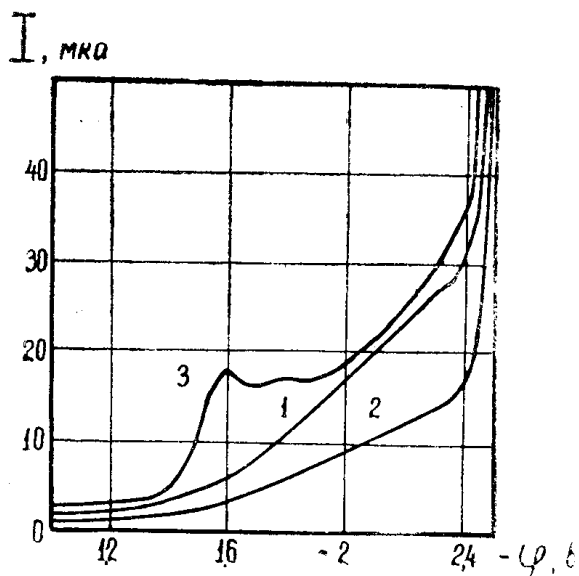


Рис. 2. Катодные полярограммы 0,05 М йодида тетрабутиламмония в диметилформамиде: 1 — продажный реактив, 2 — после однократной перекристаллизации, 3 — грязный реактив

видно из рисунка, применив небольшую компенсацию, мы легко сможем получить вполне приемлемый рабочий участок на линии фона в интервале от —1,5 до —2,3 в.

Выводы

Предложен новый, простой способ очистки йодида тетрабутиламмония.

Высокий выход при сравнительно большой дефицитности реактива выгодно отличает этот способ от ранее применявшихся.

ЛИТЕРАТУРА

1. M. Davies, Trans. Farady Soc., 56, 1619 (1960).
2. P. Zarent, Bull. Soc. Chem. France, 848 (1960).
3. L. Silverman, W. Bradshaw, Analyt. Chem., 31, 1672 (1959).