

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Развитие многих отраслей современной техники, связанных с использованием материалов особой чистоты с содержанием примесей  $10^{-5}$ — $10^{-8}$  и менее процентов (полупроводниковые приборы и микроэлектроника, атомная промышленность и термоядерный синтез, жаропрочные сплавы и полимеры с заданными свойствами и др.), а также развитие некоторых отраслей наук, связанных с определением следов примесей (гидрогеохимия, геохимия, биохимия и др.), тормозится в настоящее время не только (и не столько) разработкой технологии получения материалов высокой чистоты, сколько повышением чувствительности определения примесей в этих материалах. Повышение чувствительности аналитических методов является в настоящее время важнейшей задачей аналитической химии. Если несколько лет назад (10—15 лет) определение микрограммовых количеств вещества удовлетворяло практику, то в настоящее время определение даже нанограммовых количеств (1 нанограмм = 0.001 микрограмма) вещества является недостаточным для некоторых новых областей техники.

Среди других методов анализа в последние годы успешно развивается метод амальгамной полярографии с накоплением (АПН). Метод АПН выгодно отличается от некоторых других высокочувствительных современных методов (например, нейтронно-активационного и масс-спектрального) сравнительной несложностью аппаратуры, простотой методик (небольшое число операций при подготовке навески пробы к анализу) и непродолжительностью анализа.

В то же время метод АПН обладает высокой чувствительностью и при оптимальных условиях, достигнутых в последние годы, удается определять до 0,01 нанограмма вещества в миллилитре раствора, что соответствует концентрации определяемого элемента  $10^{-10}$  моля в литре или содержанию  $10^{-9}$  процента примеси в материале (если эту примесь из 1 грамма материала сконцентрировать в 1 см<sup>3</sup> раствора). Следует подчеркнуть, что эта чувствительность не является пределом для метода АПН. Таким образом, метод АПН выдвигается в настоящее время в число наиболее чувствительных методов наряду с нейтронно-активационными, химико-спектральными и масс-спектральными методами анализа.

Сущность метода АПН состоит в том, что очень небольшие количества определяемого элемента (порядка нескольких нанограмм и менее) концентрируют в процессе предварительного электролиза в виде амальгамы на ртутном электроде, а затем анодно растворяют этот элемент

(металл) из амальгамы при линейно меняющемся со временем потенциалом. При этом зависимость тока анодного растворения металла из амальгамы от потенциала (времени) имеет вид пика (зубца). Высота этого пика (глубина зубца) пропорциональна концентрации ионов определяемого металла в растворе (и в амальгаме), а положение пика определяется природой иона металла и фона. Методом АПН в аналитической практике определяется в настоящее время более десяти элементов (медь, висмут, сурьма, свинец, кадмий, таллий, индий, олово, цинк, галлий, германий) с чувствительностью 1,0—0,01 нанограмма в миллилитре раствора ( $10^{-8}$ — $10^{-10}$  моля в литре раствора). Имеются предварительные данные, показывающие возможность определения методом АПН щелочных, щелочноземельных и редкоземельных элементов, а также железа, никеля, кобальта, марганца, урана и некоторых других элементов. При использовании метода пленочной полярографии с накоплением (ППН), в котором определяемый элемент концентрируется на поверхности электрода в виде твердой пленки, число определяемых элементов может быть еще значительно увеличено.

Определенный вклад в развитие метода АПН внесла проблемная лаборатория физико-химических методов определения микропримесей в полупроводниковых и особо чистых материалах при кафедре физической и коллоидной химии Томского политехнического института.

В данном сборнике содержится 47 статей по развитию метода АПН, выполненных в основном сотрудниками проблемной лаборатории, аспирантами и преподавателями кафедры в течение последних лет (1964—1966 гг.). Эти статьи сгруппированы в четырех частях сборника.

В первой части помещена группа статей (17 статей) по теории метода АПН и ее опытной проверке. Во второй части (12 статей) рассматриваются вопросы повышения чувствительности и разрешающей способности, приемы работы и аппаратура метода АПН. Третья часть (9 статей) посвящена применению метода АПН для решения физико-химических вопросов (природа и состав интерметаллических соединений в ртути, состав комплексов в водных растворах, принимающих непосредственное участие в электродном процессе и др.). Применение метода АПН для решения аналитических вопросов рассматривается в четвертой части (9 статей).

Одновременная комплексная разработка в проблемной лаборатории разных вопросов метода АПН (теория, приемы работы, аппаратура, практическое применение) позволила выявить ряд новых возможностей этого нового ценного электрохимического метода исследования и анализа.

Мы надеемся, что этот сборник будет стимулировать дальнейшее развитие работ в области амальгамной полярографии с накоплением, и его с интересом прочтут работники вузов, научно-исследовательских институтов и заводских лабораторий, работающих в области электрохимии, амальгамной химии, анализа материалов высокой чистоты и определения нанограммовых количеств вещества.