

максимума 2-го рода значительно упрощает метод и сокращает время определения органических веществ в воде до 10—20 мин.

2. По уменьшению силы тока, вызываемому торможением движений поверхности ртутной капли, могут быть определены органические поверхностно-активные вещества, не восстанавливающиеся и не окисляющиеся на капельном ртутном электроде.

3. Загрязненность воды может быть выражена в условных единицах, характеризующих суммарную поверхностную активность растворенных в ней органических веществ, или может быть выражена количеством содержащегося в ней органического вещества, если состав загрязнителя известен, или же пересчитана на количество какого-либо условного органического вещества.

З. А. ИОФА и Г. М. ФЛОРИАНОВИЧ

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АДСОРБЦИОННОЙ АКТИВНОСТИ УГЛЯ ПО МЕТИЛЕНОВОЙ ГОЛУБОЙ

(Московский государственный университет)

В зависимости от условий активирования и степени обгара угля можно получить различную степень развития и расширения его микропор. Адсорбционная активность по ноду, обычно определяемая для характеристики угля, дает общую поверхность пор адсорбента, включая и мелкие поры, в которые легко проникают молекулы ноды. Часто, однако, для более полной характеристики сорбента, например, в случае применения его для процессов обесцвечивания мелассы, растворов, содержащих краски и др., возникает необходимость определять адсорбционную активность по крупным порам, в которые могут проникать лишь крупные молекулы¹.

Эта характеристика макропористости угля обычно определяется измерением адсорбционной активности по метиленовой голубой калориметрическим методом².

Описываемый здесь полярогра-

фический метод³ отличается простотой выполнения, точностью и надежностью.

Анализ адсорбционной активности угля по метиленовой голубой полярографическим методом производится следующим образом: 0,2 г активированного угля, предварительно высушенного до постоянного веса, взбалтывают в течение 10 мин. при помощи мотора в колбе с 20 мл 0,5%-ного раствора метиленовой голубой. Более длительное взбалтывание, как показали опыты, излишне. К 10 мл суспензии добавляют 0,2 мл 1-н. раствора серной кислоты и определяют содержание метиленовой голубой полярографическим методом в открытом сосуде с капельным ртутным катодом и ртутным анодом, пользуясь калибровочной кривой.

На рис. 1 дана серия кривых зависимости тока диффузии от потенциала, за нуль принят потенциал большого ртутного анода в том же растворе, кривые получены в чистом 0,5%-ном растворе метиленовой голубой (кривая 1) и после разбавления в 2, 4 и 8 раз (кривые 2, 3 и 4). Предельный ток

¹ М. М. Дубинин, Е. Д. Заверина и Л. В. Радужкевич, Журнал физической химии, 21, 1351 (1947).

² М. М. Дубинин и Е. Д. Заверина, Акта физика химика, 4, 467 (1936).

М. М. Дубинин, Физико-химические основы сорбционной техники, Госхимиздат (1935).

³ Я. Гейровский, Полярография (1949).

диффузии в пределах потенциалов от 0,6 до 1,0 в имеет постоянное значение. Поэтому для получения калибровочных кривых, а также

циала для одного из образцов сахарного угля. Ток диффузии в пределах потенциала от 0,5 до 1,0 в остается постоянным. Отсюда следует,

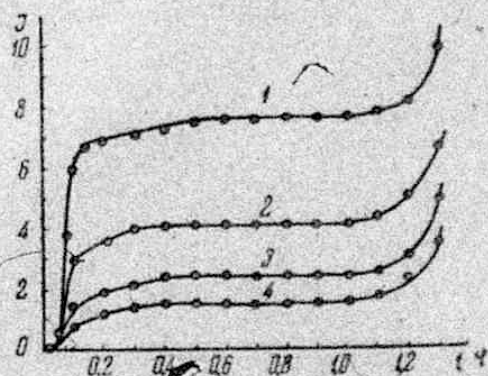


Рис. 1. Зависимость силы тока от потенциала в подкисленных растворах метиленовой голубой различной концентрации:

1 — в 0,5%-ном; 2 — в 0,25%-ном; 3 — в 0,125%-ном и 4 — в 0,625%-ном растворах

для определения концентрации метиленовой голубой, остающейся в растворе после адсорбции углем, нет необходимости снимать всю полярографическую кривую; достаточно измерить предельный ток диффузии при потенциале, лежащем в указанных выше пределах.

На рис. 2 показаны кривые зависимости предельного тока диффузии от концентрации метиленовой голубой в процентах, снятые для двух различных чувствительностей гальванометра.

Активность угля A по метиленовой голубой рассчитывается по формуле:

$$A = \frac{C_1 - C_2}{C_1} 100\%,$$

где C_1 и C_2 — начальная и конечная концентрации красителя.

Нами установлено, что полярографические кривые для различных образцов беззольного сахарного угля, снятые в воде, подкисленной серной кислотой, не отличаются от кривых, снятых в такой же подкисленной воде без угля (кривые заряжения). Поэтому для определения концентрации метиленовой голубой можно пользоваться кривыми I — φ без вычета тока заряжения. На рис. 3 дана зависимость тока диффузии от потен-

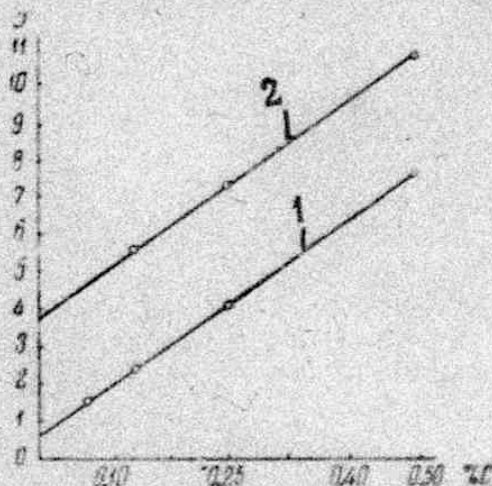


Рис. 2. Калибровочные кривые для двух различных чувствительностей гальванометра

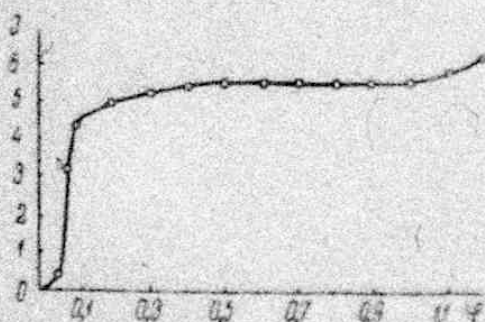


Рис. 3. Кривая зависимости тока диффузии от потенциала в растворе метиленовой голубой после адсорбции активированным сахарным углем

циала для получения предельного тока диффузии в суспензии с углем, протекающего при восстановлении метиленовой голубой в лейкооснование, достаточно измерить ток при каком-либо потенциале, лежащем в пределах 0,5 — 1,0 в.

По величине предельного тока диффузии (5,50) кривой (рис. 3), пользуясь калибровочной кривой I (рис. 2), находим концентрацию метиленовой голубой, равную 0,33%. Отсюда активность данного образца угля.

$$A = \frac{0,5 - 0,33}{0,5} 100 = 34\%$$

Полярографические кривые для технических углей, содержащих золу, искажены и невоспроизводимы; загрязнение в углях приводит к

сильным колебаниям тока и к образованию полярографических максимумов.

Для очистки таких образцов углей от золы может быть применена двукратная обработка химически чистой соляной кислотой (1:1) при нагревании с последующим промыванием угля дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод. На 0,2 г угля достаточно 20 мл разбавленной соляной кислоты.

Промывка методом декантации может привести к небольшому снижению определяемой активности вследствие потери некоторой части мелких взвешенных частиц угля. Поэтому целесообразно промывные воды отфильтровывать через бу-

мажный фильтр и дальнейшее промывание угля производить на фильтре. Промытый угольный порошок должен быть высушен на фильтре. Навеска его может служить для анализа адсорбционной активности по метиленовой голубой описанным выше методом. Полярограммы, полученные при анализе промытого таким образом зольного технического угля, не отличаются от кривых для сахарного угля. Это было проверено на примерах определения адсорбционной активности по метиленовой голубой древесного, торфяного и каменного углей различной активности. Отклонения отдельных определений для одного и того же сорта угля не превышали 1—2%.

Н. А. КОРШУНОВ, З. Б. КУЗНЕЦОВА, Л. Н. САЗАНОВА
и А. С. КИРИЛЛОВА

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АРОМАТИЧЕСКИХ АЛЬДЕГИДОВ И КЕТОНОВ

(Горьковский государственный университет)

Ацетофенон, бензофенон, бензальдегид, р-диметиламинобензальдегид и коричный альдегид находят применение при изготовлении различного рода красок, смол, душистых веществ и т. д.

Эти вещества восстанавливаются на ртутном капельном катоде, что позволяет для их количественного определения использовать полярографический метод анализа.

Для восстановления органических молекул на ртутном капельном катоде большое значение, как известно, имеет концентрация ионов водорода в растворе фона.

В подавляющем числе случаев с изменением рН фона меняется потенциал полуволны восстановления, форма и величина диффузионного тока. Исходя из этого, мы исследовали восстановление ацетофенона, бензофенона, бензальдегида, р-диметиламинобензальдегида и корич-

ного альдегида в присутствии ацетатных и фосфатных буферных смесей, взятых в качестве фона; рН буферных смесей изменялось от 2 до 10.

Для ацетофенона, бензофенона, р-диметиламинобензальдегида и бензойного альдегида в средах с кислой реакцией наблюдается только одна диффузионная волна. При изменении рН фона от 3 до 6 на полярограммах можно наблюдать две волны, одна из которых уменьшается с ростом рН, а вторая возрастает.

Если величина рН фона больше 6,0, то на полярограммах также наблюдается только одна диффузионная волна.

При восстановлении коричневого альдегида можно наблюдать еще третью диффузионную волну, сохраняющуюся при всех значениях рН фона; потенциал полуволны