

С помощью шпилек и гаек к фланцу прижимается крышка 5. Между ними, для герметичности ставится резиновая прокладка 6 толщиной 2—3 мм. Горловина малого цилиндра закрывается крышкой 7 с закрепленными на ней электрическим патроном 8 и лампой 9 (109 вт). Таким образом лампа находится внутри малого цилиндра и является источником тепла. На внешней поверхности малого цилиндра припаяно девять обоем 10 из латуни 0,2 мм, в которые вставляются аллонжи. В трубку 11, впаянную между большим и малым цилиндрами, вставлен термометр. Для плавного регулирования температуры в цепь лампы включен реостат. Разрежение производится масляным вакуумным насосом через штуцер 12 и контролируется вакуумметром.

Для высушивания приготовленные аллонжи со взвешенной ватой вставляют в обоймы, закрывают крышку прибора и откачивают воздух, поддерживая в течение 10 мин. максимальное разрежение. Температура должна быть предварительно доведена до 100°. После этого отключают

Результаты сравнительных анализов

Определено пыли, мг		Определено пыли, мг	
высушиванием в сушильном шкафу при 105°	высушиванием в вакууме	высушиванием в сушильном шкафу при 105°	высушиванием в вакууме
15,7	15,5	12,9	13,3
5,8	5,9	17,6	17,1
15,1	14,7	4,4	4,3
8,6	8,2	1,7	1,7
9,6	9,4	1,7	1,5
9,1	8,7	4,6	4,4

насос, снимают крышку прибора, вынимают аллонжи и помещают их в эксикатор.

Для проверки метода была проведена серия сравнительных анализов (см. таблицу), результаты которых показывают, что метод сушки вполне применим для весового определения пылей и в особенности горючих пылей, изменяющих при сжигании свой химический состав.

А. А. РАКОВ и К. И. РОЗЕНТАЛЬ

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКАЯ ЯЧЕЙКА С ВРАЩАЮЩИМСЯ ПЛАТИНОВЫМ МИКРОЭЛЕКТРОДОМ

(Научно-исследовательский физико-химический институт им. Карпова)

Вращающийся платиновый микроэлектрод¹ имеет ряд существенных недостатков. Вал из железа, на котором укреплен микроэлектрод, при работе в агрессивных средах подвергается довольно быстро коррозии, несмотря на покрытие церезином. Ртутный затвор, служащий для отделения измерительной ячейки от атмосферы и для контакта с электродом, имеет сравнительно большую открытую поверхность ртути; при больших скоростях вращения электрода происходит разбрызгивание ртути и распыление, причем возможно попадание ее и в анализируемый раствор. Разработанная нами ячейка лишена этих недостатков, позволяет вести работу целиком в стеклянной аппаратуре без ртутного затвора и доводит скорость вращения электрода до 3000 об/мин.

Ячейка (рис. 1) состоит из трех частей: вращающейся части А, неподвижной трубки В и измерительной ячейки С. Вращающаяся часть А представляет собой раструб шлифа D, вращающегося вокруг неподвижного конуса E. В центре раструба впаяна трубка а с испытуемым микроэлектродом в. Необходимо тщательное центрирование трубки а в раструбе D, чтобы предохранить его от поломки во время вращения. Смазкой

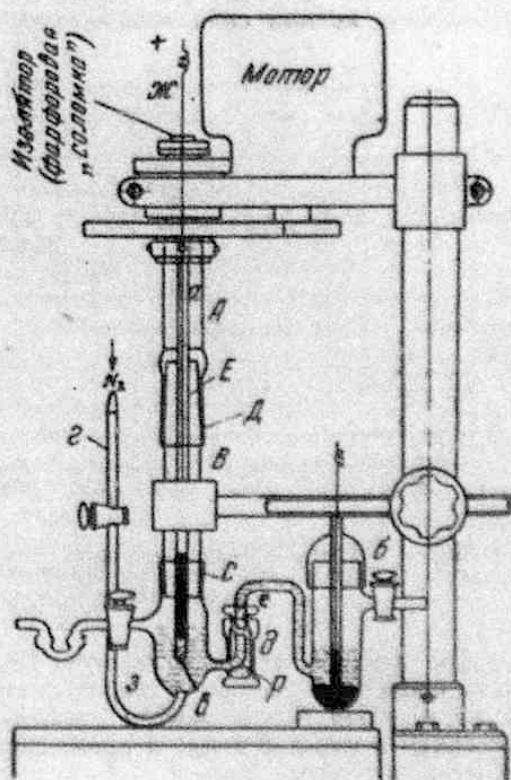


Рис. 1. Поларографическая ячейка с вращающимся платиновым микроэлектродом

¹И. М. Кольтгоф и Д. Лингайн, Полярграфия, Госхимиздат (1948).

шлифа *D* служит 2-н. раствор серной кислоты.

Контакт с вращающимся микроэлектродом осуществляется путем опускания неподвижной проволоки *ж* в ртуть, налитую внутрь трубки.

Для того чтобы ртуть не протекала в месте спая платинового электрода, внутри трубки и предварительно расплавляется несколько крупинок пинцена.

Вращение осуществляется при помощи мотора через зубчатую передачу. Требуемое число оборотов регулируется реостатом в пределах от 300 до 3000 об/мин.

В другом варианте конструкции микроэлектрод посажен непосредственно на ось мотора, причем проволока *ж* пропущена

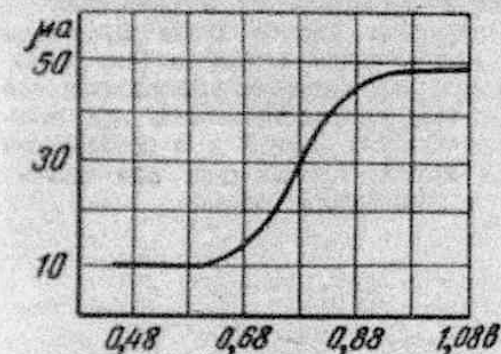


Рис. 2. Полярограмма раствора, содержащего $5 \cdot 10^{-3}$ -м. FeSO_4 в 1-н. H_2SO_4 .

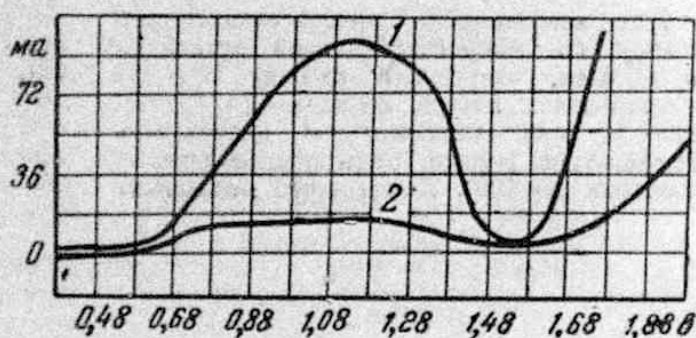


Рис. 3. Полярограмма растворов, содержащих: 1 — $3,5 \cdot 10^{-3}$ -м. Na_2SO_3 в 1-н. H_2SO_4 и 2 — $4,0 \cdot 10^{-4}$ -м. Na_2SO_3 в 1-н. H_2SO_4 .

через отверстие, просверленное вдоль оси вала мотора и изолированное тонкой фарфоровой трубкой.

Вращающийся платиновый микроэлектрод был использован нами в качестве анода для автоматической съемки на полярографе Гейровского кривых сила тока — напряже-

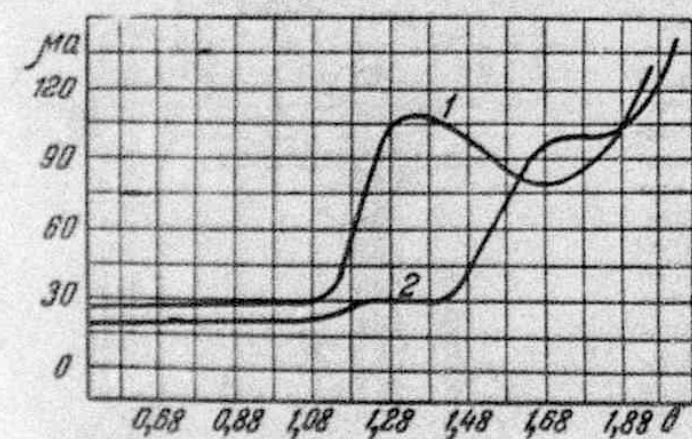


Рис. 4. Полярограммы растворов, содержащих: 1 — $2,5 \cdot 10^{-2}$ -м. KNO_3 и 2 — $2,5 \cdot 10^{-4}$ -м. KNO_3 в 1-н. HNO_3 .

ние. Он представлял собой гладкую платиновую проволоку длиной 5 мм, диаметром 0,5 мм, которая перед опытом очищалась травлением в царской водке и промыванием в дистиллированной воде.

Электролизер *C* объемом 4 мл состоял из сосуда *з* и полого крана *д*, имеющего отверстие *в* сверху и трубку *р* внутри. Испы-

туемый раствор наливался таким образом, чтобы уровень жидкости в кране *д* был выше трубки *р*. В отверстие *в* вставлялся каломельный или нормальный водородный электрод *б*, являющийся одновременно катодом и электродом сравнения. Наличие такого крана обеспечивало малое омическое сопротивление пространства между анодом и катодом, одновременно исключая диффузию раствора от электрода *б* к электроду *в*.

Перед снятием кривых испытуемый раствор насыщался азотом или другим газом, необходимым по условиям проведения опыта, при закрытом кране *д*. Затем ток азота прекращался, кран *д* открывался и снимались соответствующие кривые *I—E* при скорости вращения микроэлектрода 800—1000 об/мин.

На рис. 2 приведена полярограмма анодного окисления Fe^{2+} в Fe^{3+} в $5 \cdot 10^{-3}$ -м. растворе FeSO_4 и 1-н. H_2SO_4 . Опыты показали, что диффузионный ток прямо пропорционален концентрации Fe^{2+} в интервале концентраций 10^{-2} — 10^{-4} -м. с точностью до 2—3%. Потенциал полувысоты равен 0,78 в (по

нормальному водородному электроду), т. е. равен нормальному окислительно-восстановительному потенциалу этой системы.

Мы исследовали также реакции анодного окисления сернистой кислоты в 1-н. растворе H_2SO_4 (рис. 3) и азотистой кислоты в 1-н. растворе HNO_3 (рис. 4).

Полученные величины *i* (для случая окисления сернистой кислоты величина *i*, соответствует максимуму кривой рис. 3) при постоянных условиях диффузии и концентрации окисляемого вещества в растворе зависят от состояния поверхности платинового микроэлектрода. Наиболее воспроизводимые величины *i_d* получаются на предварительно «активированной» поверхности

платины, что достигается путем быстрой (в течение 2—3 мин.) многократной (3—4 раза) поляризации электрода от высоких анодных потенциалов 1,5 до 0,3 в по нормальному водородному электроду. При этом условии *i_d* линейно меняется с концентрацией в интервале концентраций 10^{-2} — 10^{-4} -м.