УДК 543. 253: 54-39

НЕПРЯМЕ ПОЛЯРОГРАФІЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ПЕРОКСИКАРБОНОВИХ КИСЛОТ У ВОДНИХ РОЗЧИНАХ

М.Є.Блажеєвський

Національна фармацевтична академія України

Кількісне визначення органічних пероксикислот методом полярографії на меркурієвому крапельному електроді (м.к.е.) вельми утруднене внаслідок взаємодії їх з матеріалом мікроелектроду [1].

Нами опрацьований простий і надійний спосіб кількісного окиснення вільного йоду до йодату за посередництвом пероксикарбонових кислот, який цілком придатний для непрямого полярографічного визначення останніх у розбавлених ($1 \cdot 10^{-6}$-$1 \cdot 10^{-4}$ М) водних розчинах на м.к.е.

Мікронаважку чи аліквотний об'єм проби, який містить мікрограмові кількості пероксикислоти, обробляють надлишковою кількістю свіжовиготовленого розчину вільного йоду в спирті і витримують не менше 10 хв до завершення реакції при 20°С. Потім до реакційної суміші додають насичений розчин сульфіту натрію до знебарвлення розчину, підлужнюють його 5 мл 1 М розчину гідроксиду калію і ще приливають декілька мл насиченого розчину сульфіту, після чого переносять одержаний розчин (загальний об'єм 15 мл) у електролізер і реєструють полярограму від -0,6 до -1,9 В (в класичному або змінноструму́вому режимі при швидкості розгортки напруги 5 мВ/с, чутливості 1:10 і періоді крапання 2-3 с). При визначенні найменших кількостей пероксикислот досліджувані розчини додатково 15 хв продувають аргоном. Вміст пероксикислоти знаходять за допомогою градуювального графіку залежності висоти піку (мм) від концентрації пероксикислоти-стандарта чи йодату калію в перерахунку на досліджувану пероксикислоту в мкг/мл.

Переведення пероксикислоти у йодат можна представити наступним рівнянням:

$$5RCO_3H + J_2 + H_2O = 5RCO_2H + 2\ HJO_3$$

Сульфіт не тільки руйнує надлишок йоду, але й видаляє розчинений кисень і служить фоновим електролітом при наступному полярографуванні розчину. Йодат дає одну шестиелектронну хвилю відновлення:

$$JO_3^- + 6e^- + 3\ H_2O = J^- + 6OH^-$$

Апаратура і реактиви. Полярограф ППТ-1 чи іншої марки. Калію гідроксид, о.с.ч., 1 М розчин (56 г КОН у 1 л). Моно- (C_2-C_{10}) та ди- (C_4-C_{10}) пероксикарбонові кислоти одержували за методикою [3], перекристалізовували із петролейного ефіру або бідистиляту (двоосновні); вихідний стандартний розчин з концентрацією 0,1 мг/мл готували розчиненням 10,0 мг зразка у бідистиляті. Їх вміст контролюють методом йодометрії [2]. Робочі стандартні розчини з вмістом 0,002 мг/мл пероксикислоти готують із вихідних відповідним розбавленням. Натрію сульфіт, х.ч., насичений свіжовиготовлений розчин (30 г/100 мл при 20°С). Аргон газоподібний, осч, у балоні з редуктором.

При виконанні аналізу у змінноструму́вому режимі межа виявлення пероксикислот $C_{мін}$ (P= =95%, n=7) 0,25-0,5 мкг/мл розчину, нижня визначувана концентрація $C_н$ 0,5- 1 мкг/мл, точність вимірювання — від 25 до ±5% (відн.).

Таким чином, полярографічне визначення пероксикарбонових кислот можлна здійснювати на меркурієвому крапельному електроді із достовірною точністю.

ВИСНОВКИ

Опрацьований новий непрямий метод полярографічного визначення органічних пероксикислот на меркурієвому крапельному електроді за йодатом, який одержують кількісним окисненням вільного йоду визначуваною пероксикислотою.

ЛІТЕРАТУРА

1. *Левин Э.С., Ямщиков А.В. Прогресс электрохимии органических соединений. — М.: Наука, 1969. — С. 357-381.*
2. *Полюдек-Фабини Р., Бейрих Т. Органический анализ. Пер. с нем./ Под ред. А.Б.Томчина. — Л.: Химия, 1981. — 624 с.*
3. *Parker W.E., Witnauer L.P., Swern D. // J. Am. Chem. Soc. — 1957. — Vol. 79, №8. — P. 1929-1931.*