

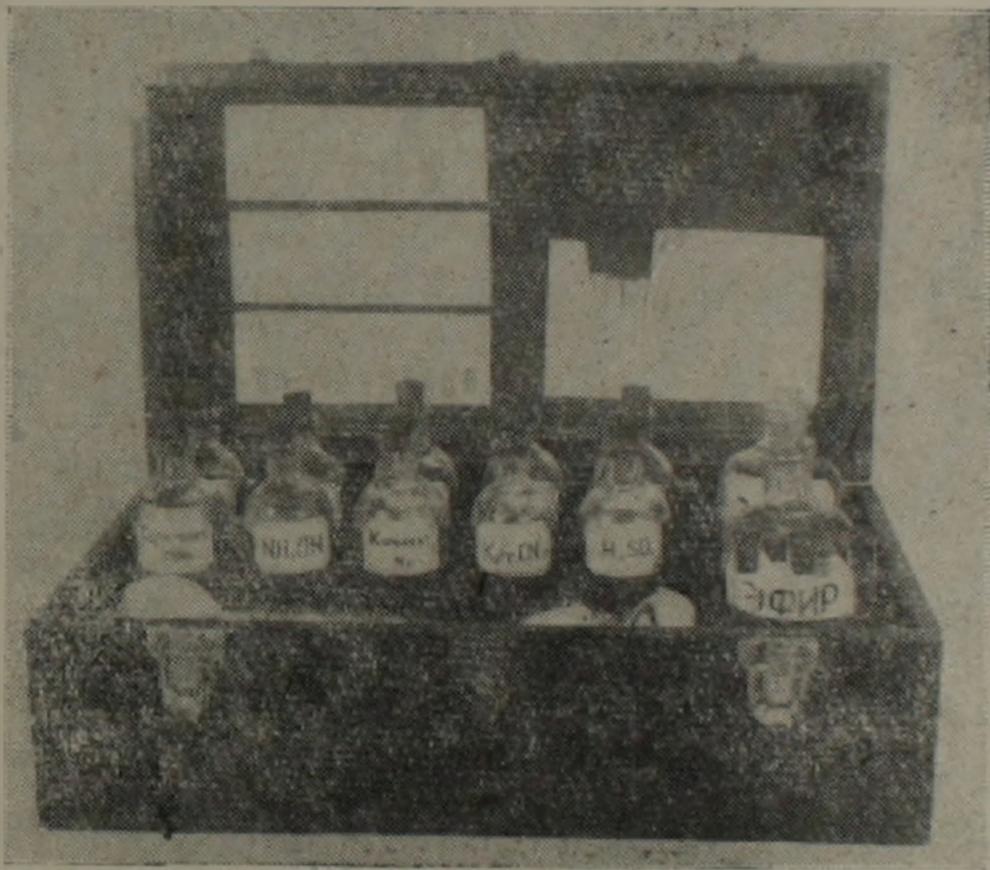
НАУЧНЫЕ ЗАМЕТКИ

Э. А. КЮРЕГЯН

ПОЛЕВАЯ ЛАБОРАТОРИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
НЕКОТОРЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ВОДАХ И В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ

Предлагаемая нами лаборатория дает возможность в полевых условиях готовить водные вытяжки, и определять с достаточной точностью в водах и в водных вытяжках содержание различных элементов.

Лаборатория представляет собой небольшой ящик, объемом $42 \times 23 \times 17$ см (фиг. 1).



Фиг. 1.

Оборудование лаборатории не сложное: пипеток 3 шт., пробирок—5 шт., одна фарфоровая чашка ($d = 6$ см), два цилиндра с притертыми пробками емкостью в 200 мл, аналитическая воронка, 4 химических стакана на 50 и 100 мл, маленькое сито (3 мм), спиртовка, фарфоровая кюветка, две стеклянные палочки и лопаточка, одна плоскодонная колба (из стекла Пирекс) емкостью в 500 мл с резиновой пробкой, одна мензурка на 50 мл и склянки для реактивов (12 шт.).

На крышке ящика в кармане помещается инструкция и фильтровальная, лакмусовая и свинцовая бумаги. Рядом с карманом прикреплены цветные шкалы на молибден, медь, общее железо, величину рН и таблица для определения сульфатов.

Набор реактивов состоит из 12 склянок со следующими растворами:

- | | |
|---|--|
| 1. Кислота соляная HCl (уд. в. 1,12) | 8. Четыреххлористый углерод CCl_4 |
| 2. Кислота серная H_2SO_4 (1 : 1) | 9. Желтая кровяная соль $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ (10 ⁰ / ₀) |
| 3. Кислота уксусная CH_3COOH (лед.) | 10. Эфир этиловый |
| 4. Аммиак NH_4OH (25 ⁰ / ₀) | 11. Универсальный индикатор |
| 5. Калий роданистый KCNS (30 ⁰ / ₀) | 12. Диэтилдитиокарбамат натрия—(карбамат натрия) (0,1 ⁰ / ₀). |
| 6. Аммоний надсернокислый $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (30 ⁰ / ₀) | |
| 7. Олово хлористое SnCl_2 (15 ⁰ / ₀) | |

Кроме этого в пробирках помещены соли:

- | | |
|--|---|
| 13. Барий хлористый BaCl_2 | 17. Кислота винная |
| 14. Калий иодистый KI | 18. Метилвиолет (0,06 ⁰ / ₀) |
| 15. Железо хлорное FeCl_3 (1 · 10 ⁻³ гр в 1 мл р-ра) | 19. Дитизон |
| 16. Свинец металлический (в палочках или гранулах). | 20. Кислота азотная HNO_3 (конц.) |

С помощью предлагаемой лаборатории можно произвести следующие количественные и качественные определения:

количественные — рН, $\text{MoO}_4^{''}$, $\text{Cu}^{''}$, $\text{Fe}^{''}$, $\text{Fe}^{''}$, $\text{SO}_4^{''}$;
качественные $\text{Zn}^{''}$, $\text{Pb}^{''}$, H_2S .

Так как в основном все определения элементов в полевых условиях производятся колориметрическими методами, очень удобно пользоваться предложенными нами цветными шкалами, для каждого элемента в отдельности.

Так, для молибдена цветная шкала составлена по содержанию $\text{MoO}_4^{''}$ в количествах от 0,00001 до 0,0008 гр/л, со следующими интервалами:

$\text{MoO}_4^{''}$ в гр/л	О к р а с к а
0,00001	Очень светло-желтая
0,00007	Светло-желтая
0,00015	Светло-оранжево-желтая
0,0003	Оранжево-желтая
0,0008	Оранжевая, густая

Для меди цветная шкала составлена по содержанию Cu^{++} от 0,00003 до 0,002 *гр/л* с интервалами:

Cu^{++} в <i>гр/л</i>	О к р а с к а
0,00003	Очень светло-золотистая
0,00009	Светло-золотистая
0,0003	Светло-желтая
0,0008	Желтая
0,002	Желтая густая

Для железа цветная шкала составлена по содержанию Fe^{+++} от 0,00001 до более 0,002 *гр/л* с интервалами:

Fe^{+++} в <i>гр/л</i>	О к р а с к а
0,00001	Очень слабо-розовая
0,00008	Слабо-розовая
0,0005	Розовая
0,002	Розово-красная
0,002	Красная

При колориметрировании предлагается окрашенные растворы наблюдать на фоне смоченного в воде кружка фильтровальной бумаги, тогда, даже при очень незначительных содержаниях элементов-окраска прекрасно наблюдается.

Реактивов в полевой лаборатории взято из расчета 45 определений MoO_4^{--} , 80— Cu^{++} , 25— SO_4^{--} , по 70— Fe^{+++} , Zn^{++} , величины рН; 30— Pb^{++} .

Ниже дается краткое описание химических методов определения этих элементов с помощью предлагаемой полевой лаборатории, а также принятый способ приготовления водной вытяжки.

1. Приготовление водной вытяжки

Через 3 мм сито просеивается воздушно-сухая почва. Мензуркой отмеривается 50 *см*³ почвы. Навеска почвы переносится в плоскодонную колбу (Пирекс) с резиновой пробкой, приливается к ней 250 *мл* воды. Пробка плотно закрывается и колба встряхивается 3 мин. Если вытяжка получается окрашенной, нужно нагреть её до кипения, добавив 5 *мл* 30% раствора $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (6)*, после быстро наступающего обесцвечивания, вытяжка фильтруется (в горячем виде фильтрация

* Цифры в скобках соответствуют порядковым номерам списка реактивов на стр. 72.

идет очень быстро) и из первой же порции отбирается по 50 мл на различные определения.

При определении ионов Zn , SO_4 , величины pH и Fe^{++} в водных вытяжках, раствор $(NH_4)_2S_2O_8$ (6) прибавлять не следует.

II. Определение иона MoO_4

1. Роданидный метод.

50 мл прозрачной испытуемой пробы (если вода загрязненная, она предварительно фильтруется), наливается в цилиндр с притёртой пробкой, прибавляется 8 мл HCl (1), перемешивается. Если проба воды, или водная выдержка содержит много железа, то сейчас же, после прибавления HCl, приливается 2 мл KCNS (5). Если же проба воды содержит железа очень мало, тогда необходимо после прибавления HCl, прибавить 2—3 мл раствора $FeCl_3$ ($1 \cdot 10^{-3}$ гр Fe в 1 мл раствора) (15). Полученная смесь перемешивается, добавляется 2 мл $SnCl_2$ (7), перемешивание повторяется. Ярко-красная окраска сменяется светло-оранжевой, цветом молибден-роданидного комплекса. Через 5 минут добавляется 10 мл эфира (10), цилиндр энергично встряхивается несколько раз (пробка придерживается руками), после чего окраска эфирного слоя сравнивается с цветной шкалой на молибден. Стойкость окраски 2 часа.

2. Капельная реакция на молибден.

На кружок фильтровальной бумаги наносится капля HCl (1), и на образовавшееся пятно наносится несколько капель испытуемой пробы. После того как жидкость впитывается, вводится капля KCNS (5), и 2—3 капли $SnCl_2$ (7). При наличии Mo появляется красное пятно или кольцо.

III. Определение иона Cu

1. Карбаматный метод (для малых количеств).

К 10—25 мл испытуемой пробы в пробирке, приливается 1 мл сегнетовой соли (19), 2 мл NH_4OH (4), перемешивается, прибавляется 0,5 мл карбамата натрия (12), снова перемешивается, и полученная окраска сравнивается с цветной шкалой на Cu. Стойкость окраски 1 час.

2. Аммиачный метод (для больших содержаний).

10—25 мл испытуемой пробы нейтрализуется NH_4OH (4) (по лакмусу), дается 2—3 мл избытка его. При наличии меди появляется сине-голубое окрашивание.

IV. Определение иона Zn (качественное)

1. Реакция с железисто-синеродистым калием.

В пробирку с 10—20 мл испытуемой пробы прибавляется 2—3 капли H_2SO_4 (2) и 1 мл $K_4Fe(CN)_6$ (9).

При наличии Zn^{++} появляется белый осадок (при значительном содержании) или опалесценция (при небольшом содержании).

2. Реакция с метилвиолетом.

В пробирку с 10—20 мл испытуемой пробы прибавляется 1—2 капли HCl (1) и 2 капли $KCNS$ (5). При окрашивании раствора (от присутствия железа), в пробирку опускается полоска или грануля металлического свинца (16). Пробирка нагревается (3—5 минут) до полного обесцвечивания раствора (Fe^{+++} , Fe^{++}). Затем раствор охлаждается, металлический свинец устраняется, прибавляется еще по 2—3 капли HCl (1) и винной кислоты (17). Тщательно перемешивается, прибавляется 0,5 мл метилвиолета (18), и капля $KCNS$ (5). В присутствии иона Zn раствор окрашивается в фиолетово-синий цвет.

V. Определение иона Pb (качественное)

1. Реакция с иодистым калием.

К 5—10 мл испытуемой пробы в фарфоровой чашечке прибавляется по две капли H_2SO_4 (2) и CH_3COOH (3), перемешивается, прибавляется два кристаллика KI (14). Снова перемешивается. При наличии иона Pb появляется окраска правильного желтого цвета, характерная для иодистого свинца (PbI_2).

2. Реакция с соляной кислотой (для больших количеств).

К 10—20 мл испытуемой пробы в стаканчике приливается 3 мл HCl (1), перемешивается. При наличии свинца выпадает осадок белого цвета—хлористый свинец.

VI. Определение железа

1. Определение общего содержания железа.

К 5—50 мл испытуемой пробы (в зависимости от содержания железа—если его много, берется меньший объем), прибавить 2—5 капли HCl (1) и 10 капель HNO_3 (21) (для окисления закисного железа). Нагревается на спиртовке несколько минут. Охлаждается, прибавляется 1—3 мл $KCNS$ (5), перемешивается. Полученная розовая или красная окраска сравнивается с цветной шкалой. Содержание железа определяется при рассматривании раствора в пробирке сверху.

2. Определение окисного железа производится также, как и общего количества железа, только без окисления HNO_3 и без нагревания.

3. Определение закисного железа производится по разности, вычитанием содержания окисного железа из содержания общего железа.

При определении закисного железа в растворах водных вытяжек, обесцвечивание последних $(NH_4)_2S_2O_8$ не производится.

VII. Определение концентрации водородных ионов по Michaelis'y

В фарфоровую кюветку с 5 мл испытуемой воды или не обработанной раствором $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ водной вытяжки, прибавляется 2 капли универсального индикатора (11). Окраска сравнивается с цветной шкалой.

VIII. Определение сульфатов

К 10—50 мл испытуемой пробы в пробирке прибавляется 2—3 капли HCl и BaCl_2 (13). Выпадающий белый осадок указывает на наличие в исследуемой пробе солей серной кислоты. По объему осадка находят по таблице примерное содержание иона SO_4 .

IX. Определение H_2S (качественное)

Полоска свинцовой бумажки держится некоторое время над испытуемым раствором. При содержании H_2S бумажка чернеет (образуется сернистый свинец PbS).

Как показал опыт полевых работ, лаборатория дает возможность за 8-ми часовый рабочий день производить по сорок определений Mo и Cu , и по двадцать определений остальных элементов.

С помощью предлагаемой лаборатории можно производить в поле также анализ некоторых элементов методом растирания сухого остатка проб воды и водных вытяжек с соответствующим реактивом.

Институт геологических наук
АН Армянской ССР

Поступила 14 V 1957

Է. Ա. ԿՅՐԵԳՅԱՆ

ՋՐՈՒՄ ԵՎ ՋՐԱՅԻՆ ՄՁՎԱԾՔՆԵՐՈՒՄ ՄԻ ՇԱՐՔ ԷԼԵՄԵՆՏՆԵՐ
ՈՐՈՇԵԼՈՒ ՀԱՄԱՐ ՕՓՏԱԳՈՐԾՎՈՂ ԴԱՇՏԱՅԻՆ ԼԱԲՈՐԱՏՈՐԻԱ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Հոգվածում արծարծվում է ջրի և ջրային մզվածքների քիմիական հետազոտման հնարավորությունը դաշտային պայմաններում և այդ նպատակով հեղինակի կողմից առաջարկվում է շարժական դաշտային լաբորատորիա:

Ջրերի և ջրային մզվածքների նմուշների քիմիական բնութագրումը, որը կատարվում է քիմիական անալիզի միջոցով հատուկ լաբորատորիայում, պահանջում է շատ ժամանակ, հատուկ հարմարանքներ, սարքավորումներ, որոնց անհնարին է կիրառել դաշտային պայմաններում:

Հեղինակի կողմից առաջարկվող դաշտային լաբորատորիան դժուրակիր է (ծավալը կազմում է 42.23.17 սմ) և հնարավոր է դարձնում արագ, բավական ճիշտ (այդ պայմանների համար թուլատրվող սխալների սահմանում) ջրում և ջրային մզվածքներում որոշել մեզ հետաքրքրող այս կամ այն էլեմենտի քանակը: Բացի այդ, լաբորատորիան մեզ հնարավորություն է տալիս

անմիջապես դաշտում ջրային մղվածքների պատրաստել ինչպես և կատարել մի քանի էլեմենտների որոշումը արտրման միջոցով, որի համար անհրաժեշտ է ջրերի և ջրային մղվածքների չոր մնացորդների ստանալ և նրանց հետագա արտրումը կատարել յուրաքանչյուր էլեմենտի համապատասխան սեպարիվով:

Լաբորատորիայի սարքավորումը բարդ չէ, սեպարիվների քանակը թույլ է տալիս կատարել մոլիբդենի 45, պղնձի 80, սուլֆատների 25, երկաթի, ցինկի և քՄ-ի մինչև 70, կապարի 30 որոշումներ: Հետագա մարշրուտների համար առաջարկվում է վերցնել սեպարիվների պաշար:

Քանի որ դաշտային պայմաններում էլեմենտների բոլոր որոշումները կատարվում են կոլորիմետրիկ մեթոդով, որը հիմնված է գունավորման սեպարիվների ստանալու վրա, շատ հարմար է ամեն մի էլեմենտի համար օգտվել առաջարկվող գունավոր ցուցանակներով (շկալա) հետևյալ ինտերվալներով. մոլիբդենի համար 0,00001-ից մինչ 0,0008 գր/լ, պղնձի համար 0,00003-ից մինչ 0,0008 գր/լ, երկաթի համար 0,00001-ից մինչև 0,002 գր/լ և քՄ-ի 3-ից մինչև 8): Գունավոր ցուցանակներն ամրացված են լաբորատորիայի կափարիչի ներսի երեսի վրա: Նույն երեսի վրա կա գրպան, որի մեջ գտնվում է հրահանգ լաբորատորիայով օգտվելու մասին: Օրինակ ՄՕ իոնի որոշումը սոդանիտային մեթոդով և կաթիլային սեպարիվով, Сu իոնի որոշումը կարբամատային և ամիակային մեթոդով, Zn-ի ապիայությունը երկաթ-սինեթոգիամային կալիումի մեթոդով և գունավոր սեպարիվով—մեթիլվիոլետով, Pb-ի ապիայությունը կալիում-լոգիտով և HCl-ի սեպարիվով, երկաթի որոշումը սոփորական սոդանիտային մեթոդով, քՄ-ի մեթոլյունը Michaelis-ի մեթոդով, սուլֆատները բարիում-քլորիտով և H₂S-ի ներկայությունը կապարի թղթի միջոցով:

Ինչպես ցույց է տվել դաշտային աշխատանքների փորձը, 8 ժամյա աշխատանքային օրվա ընթացքում հնարավոր է կատարել ՄՕ-ի, Сu-ի մինչ 40 և մնացած էլեմենտների 20-ական որոշում:

Այսպիսով դաշտում կատարած անալիզները հնարավորություն են տալիս կատարել հիդրոքիմիական հետազոտումներ և դաշտային պայմաններում բնական ջրերն կլասիֆիկացիայի ենթարկել ըստ էլեմենտների պարունակության և նրանցից ամենահետաքրքիր ու բնորոշ նմուշները վերցնել հետագա լաբորատոր հետազոտումների համար:

ЛИТЕРАТУРА

1. Бабко А. К. и Пилипенко А. Т. Количественный анализ. Госхимиздат, 1951 г.
2. Виноградов А. П. (под редакцией). Методы определения микроэлементов. М.—Л., 1950 г.
3. Гедройц К. К. Химический анализ почвы. М.—Л., 1932 г.
4. Голубева М. О колориметрическом определении меди диэтилдитиокарбаматом натрия. Журн. Санитария и гигиена, № 5, 1946 г.
5. Исаков П. М. Качественный анализ руд и минералов методом растирания порошков. Гос. изд. геол. лит., М., 1953 г.
6. Сендэл Е. Б. Колориметрическое определение следов металла. Госхимиздат, 1949 г.