

НАУЧНЫЕ ЗАМЕТКИ

Э. А. КЮРЕГЯН

РЕАКЦИЯ ВЫТЯЖЕК ПРИ ПОИСКОВОЙ ПОЧВЕННО-
ГИДРОХИМИЧЕСКОЙ СЪЕМКЕ

Одним из наиболее активных факторов воздействия на материнские горные породы и на почвы является вода.

Однако, не все минеральные, органические или минерально-органические соединения, присутствующие в почвах, доступны воздействию воды. Для того, чтобы иметь возможность проследить поведение трудно растворимых соединений почвы, изучить их химический состав и наличие в них какого-либо интересующего нас элемента, применяются, помимо водных вытяжек, извлекающих из почв все водно-растворимые соединения, также и кислые вытяжки.

Нами были испробованы солянокислые, сернокислые, азотнокислые, уксуснокислые вытяжки. Следует отметить, что вытяжки, приготовленные на растворах уксусной кислоты разной концентрации, показали полное отсутствие молибдена и меди, и поэтому уксусная кислота из наших работ была изъята.

Азотнокислые вытяжки для определения молибдена не применялись, так как при одновременном присутствии окислителя (азотная кислота) и восстановителя (двухлористое олово) невозможно образование молибден-роданидного комплекса.

Концентрация растворов кислот (соляной, серной и азотной) для приготовления вытяжек бралась 5—10—15—20—30—40 (в %), на дистиллированной воде, причем вытяжки готовились на холоду и при нагревании (доводились до кипения).

Соотношение почвы к растворам кислот 1:10. т. е. к навеске почвы в 5 г приливается объем кислоты в 50 мл.

Если вытяжки готовятся на холоду, то производится 3-минутное встряхивание, с последующей фильтрацией; если же вытяжки готовятся при нагревании, то операция взбалтывания не производится: вытяжка (почва+раствор кислоты) нагревается и сейчас же в горячем виде фильтруется. В обоих случаях в фильтратах, в аликвотной части (для определения берется 10—50 мл испытуемого раствора) ведется определение молибдена роданидным методом, с экстрагированием эфиром и меди-диэтилдитиокарбаматом натрия, с применением лимонно-кислого аммония и экстрагированием четыреххлористым углеродом.

Результаты содержания молибдена и меди, полученные двумя вариантами (на холоду и при нагревании) в кислых вытяжках приведены в следующих таблицах.

Таблица 1

Содержание молибдена в кислых вытяжках

Концент. р-ов кислот в %	На холоду		При нагревании	
	Получено MoO_4 в мг/100 г почвы			
	H_2SO_4	HCl	H_2SO_4	HCl
5	0,355	0,035	0,362	0,900
10	0,852	0,170	0,800	0,185
15	0,913	0,769	0,940	0,805
20	2,620	2,280	2,639	2,295
30	2,882	2,456	2,920	2,501
40	2,607	2,230	2,611	2,245

Таблица 2

Содержание меди в кислых вытяжках

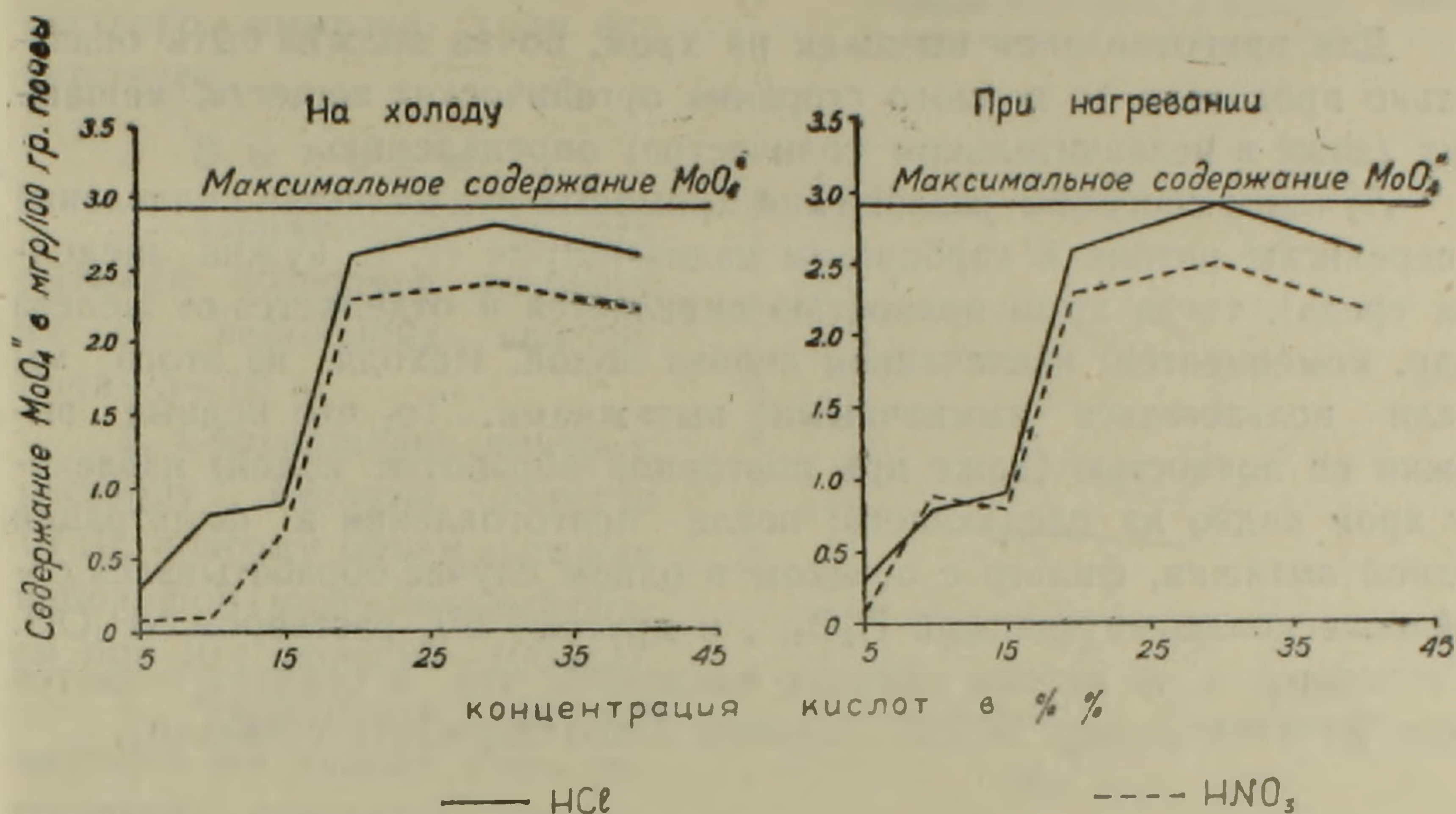
Концент. р-ов кислот в %	На холоду			При нагревании		
	Получено Cu^{++} в мг/100 г почвы					
	H_2SO_4	HCl	HNO_3	H_2SO_4	HCl	HNO_3
5	0,250	0,300	0,300	0,300	0,450	0,490
10	0,290	0,500	0,450	0,350	0,470	0,460
15	0,290	0,530	0,470	0,350	0,480	0,450
20	0,440	0,600	0,570	0,390	0,700	0,670
30	0,300	0,500	0,380	0,300	0,550	0,500
40	0,250	0,300	0,280	0,300	0,400	0,350

По табличным данным составлены фиг. 1 и 2. Как показывают приведенные данные и фиг. 1—2, 30% сернокислые вытяжки извлекают из почвы при нагревании максимальное количество молибдена, а 20% соляно-кислые — максимальное количество меди.

Как сернокислые, так и солянокислые вытяжки извлекают молибден и медь также и на холоду, а потому могут с успехом применяться в полевых условиях. Правда, на холоду извлечение получается не совсем полным, но это обстоятельство, по нашему мнению, не имеет большого значения, так как при проведении почвенной съемки, важно непосредственно в поле констатировать наличие молибдена и меди в пробах почв, для правильного направления дальнейших поисковых работ.

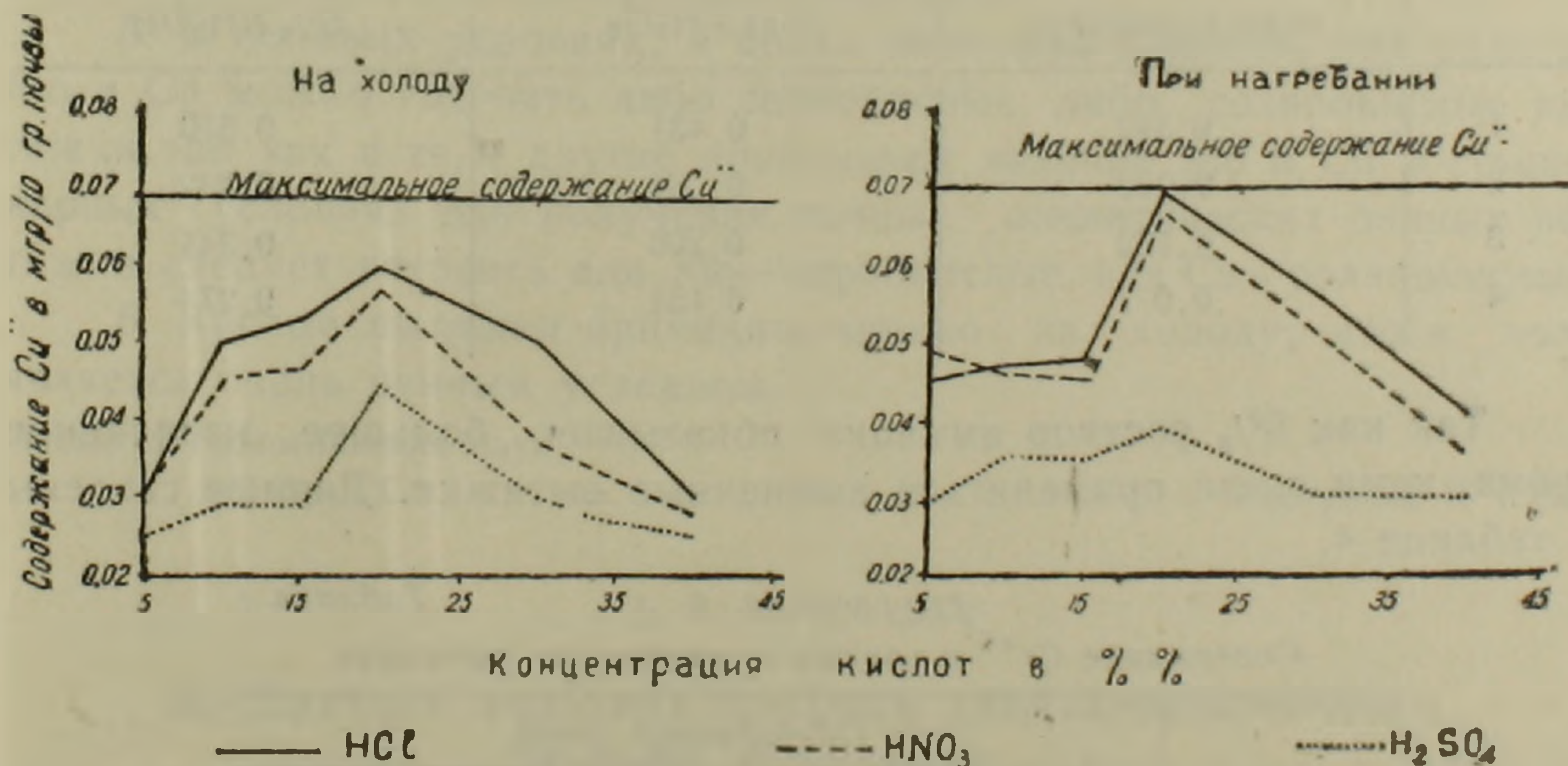
В стационарных условиях, кислые вытяжки безусловно следует нагревать. Большое значение имеет концентрация кислых вытяжек:

Зависимость содержания иона Mo от концентрации и вида кислоты



Фиг. 1.

Зависимость содержания иона Cu от концентрации и вида кислоты



Фиг. 2.

чем слабее концентрация кислоты, тем меньше переходят в вытяжку соли железа и алюминия, мешающие анализу. 30% сернокислые вытяжки для определения молибдена имеют интенсивно-желтую окраску, обусловленную по-видимому наличием органических веществ, в кислой среде эфиром не экстрагируемых и следовательно не мешающих определению молибдена.

При работе с 20% солянокислыми вытяжками для определения в них меди вредное влияние солей железа и др. устраняется прибавлением к растворам вытяжек лимонно-кислого аммония и сегнетовой соли.

Для приготовления вытяжек на хром, почва должна быть обязательно прокалена до полного сгорания органических веществ, мешающих (даже в незначительном количестве) определению.

Лучшим способом разложения хромовых руд является сплавление с перекисью натрия и карбонатом калия-натрия (т. е. нужна щелочная среда), тогда хром полностью окисляется и отделяется от железа и др. компонентов извлечением сплава водой. Исходя из этого мы стали пользоваться аммиачными вытяжками. То, что водные вытяжки не полностью (даже при повторной обработке водой) извлекают хром видно из следующего: после приготовления и фильтрации водной вытяжки, фильтр с осадком в одном случае обрабатывался содой и несколькими каплями H_2O_2 , в другом — 5% раствором NH_4OH . И в первом, и во втором случаях оказалось, что в осадках остается хром, не извлеченный водой. Таблица 3 подтверждает сказанное.

Таблица 3

Сравнительные данные содержания Cr^{+6} в вытяжках и в осадках

№№ пр.	Прокаленная почва		
	Содержание Cr^{+6} в мг/100 г почвы		
	водная вытяжка	сода + H_2O_2	5% NH_4OH
1	0,342	0,431	0,510
2	0,092	0,84	0,232
3	0,152	0,206	0,344
4	0,07	0,154	0,274

Так как 5% раствор аммиака показывает большее извлечение хрома, нами стали применяться аммиачные вытяжки. Данные сведены в таблице 4.

Таблица 4

Содержание Cr^{+6} в водных и аммиачных вытяжках

№№ проб	Прокаленная почва	
	Содержание Cr^{+6} в мг/100 г почвы	
	водная вытяжка	аммиачная вытяжка
1	0,374	0,514
2	0,340	0,520
3	0,306	0,440
4	0,152	1,539

По данным таблицы 4 составлена фиг. 3.

Как показывают данные и приведенная фиг. 3, аммиачные вытяжки извлекают хром больше, чем водные; при повторной обработке фильтров с осадком 5% раствором аммиака, хром отсутствует.

В ы в о д ы

1. Применение кислых вытяжек позволяет готовить их из небольших навесок почв—5—10 г.

2. Соотношение почвы к раствору кислоты берется 1 : 10, поэтому объем вытяжки небольшой (максимальный объем при 10 г навеске—100 мл).

3. Фильтрация кислых вытяжек (на холоду и при нагревании) протекает чрезвычайно быстро, что является очень ценным обстоятельством.

4. В результате извлечения молибдена и меди кислыми вытяжками, а хрома-аммиачными, получают повышенные показатели содержания этих элементов; таким образом аналитику легче вести определение в макро, а не в микро-концентрациях.

5. В полевых условиях, в целях экономии времени, при поисках Мо и Си можно готовить либо серноокислые, либо солянокислые вытяжки, так как и те, и другие показывают наличие Мо и Си. В стационарных условиях для получения точных аналитических данных вытяжки следует готовить для Мо—серноокислые, для Си—солянокислые.

6. Кислые вытяжки применять можно на холоду, что в поле является очень ценным условием.

Институт геологических наук
АН АрмССР

Поступила 15 V 1958

Է. Ա. ԿՅՈՒՐԵՂՅԱՆ

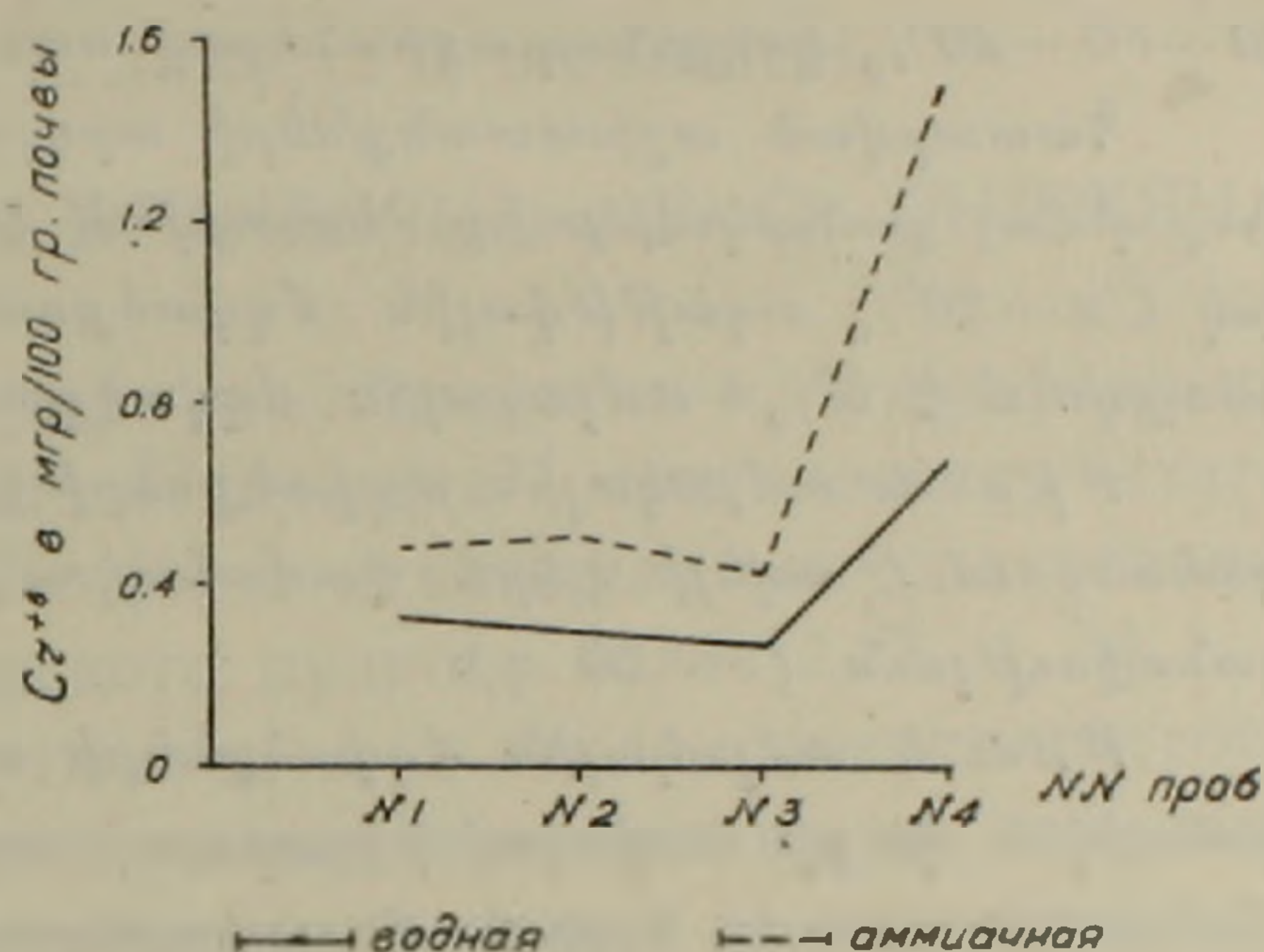
ՄՋՎԱԾՔՆԵՐԻ ԽԵԱԿՅԻԱՆ ՈՐՈՆՄԱՆ ՀՈՂԱ-ՀԻԴՐՈՔԻՄԻԱԿԱՆ
ՀԱՆՈՒԹԻ ԸՆԹԱՅՔՈՒՄ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Հողվածում արծարծվում է թթու և ամլակային մզվածքների օգտագործումը Cu-ի, Mo-ի և Cr-ի հողա-հիդրոքիմիական հանութի ժամանակ:

Մինչ այժմ հողա-հիդրոքիմիական հանութն անցկացնելու ժամանակ օգտագործվում էին ջրային մզվածքները, որոնց քիմիական անալիզները մեծ մասամբ բացառել են Cu-ի, Mo-ի և Cr-ի առկայությունը: Բացի դրանից

Содержание хрома в водных и аммиачных вытяжках



Фиг. 3.

նշված էլեմենտների քանակական պարունակությունը ջրային մզվածքներում որոշվում է միկրոքանակություններով, որը պահանջում է շատ նուրբ անալիտիկ աշխատանք: Կիրառելով թթվային մզվածքները Cu -ը և Mo -ը հալունաբերվել են միկրոքանակություններով, նույն քանակություններով հալունաբերվել է նաև Cr -ը ամյակային միջավայրում:

Աշխատանքների ընթացքում փորձարկվել են աղաթթվային, ծծմբաթթվային և ազոտաթթվային մզվածքները. թթուները վերցվել են՝ 5—10—15—20—30—40% կոնցենտրացիաներով սառը և տաք պայմաններում:

Կատարված աշխատանքների արդյունքները ցույց են տվել, որ Mo -ի մաքսիմալ քանակությունը ստացվում է 30% ծծմբաթթվային մզվածքում, իսկ Cu —20% աղաթթվային մզվածքում: Cr -ի մաքսիմալ քանակությունը ստացվում է 5%—ամյակային մզվածքում:

Թթու և ամյակային մզվածքների կիրառումը դաշտային պայմաններում պահանջում է ավելի կարճ ժամանակամիջոց և նմուշների շատ ավելի քիչ քանակություն (5—10 գ):

Թթու և ամյակային մզվածքների արագ ֆիլտրացիան, բոլորովին թափանցիկ և փոքր ծավալով ֆիլտրատի ստացումը, Cu -ի, Mo -ի և Cr -ի մաքսիմալ անջատումը նշված միջավայրերում թույլ է տալիս մեզ առաջարկել թթու և ամյակային մզվածքները կիրառել Cu -ի, Mo -ի և Cr -ի հողային հանութի ժամանակ:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Виноградов А. П. (под. ред.). Методы определения микроэлементов. М.—Л., 1950.
2. Гедройц К. К. Химический анализ почвы. М.—Л., 1932.
3. Книпович Ю. Н., Морачевский Ю. В. (под. ред.). Анализ минерального сырья. Л., 1956.
4. Пономарев А. И. Методы химического анализа горных пород. М.—Л., 1935.