

НАУЧНЫЕ ЗАМЕТКИ

Э. А. КЮРЕГЯН

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ СВИНЦА В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ И В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ ИЗ ПОЧВ НОВЫМ РЕАКТИВОМ «ПЛЮМБОН-ИРЕА»

Перспективные методы геохимических поисков различных элементов, получившие в последнее время большое развитие, требуют в первую очередь применения таких методов химического анализа, которые, ускоряя процесс определений, при этом сохраняли бы чувствительность, а по простоте были бы доступны в полевых условиях.

Методов для определения различных количеств свинца существует очень много. Наиболее чувствительным в настоящее время, методом определения свинца в микрограммовых содержаниях является дитизоновый метод с применением 10% раствора цианистого калия. Последний ядовит и работа с ним вызывает большие трудности.

Всесоюзным научно-исследовательским институтом химических реактивов синтезирован и предложен новый реактив для определения свинца колориметрическим методом — «Плюмбон-Иреа», образующий со свинцом при pH—9,0 соединение оранжевого цвета.

О возможности применения этого реактива к тем или иным видам пород, руд, типам почв или же к природным водным растворам указаний не имеется.

Новый реактив был испробован нами на стандартном растворе свинца, а затем на пробах вод и на водных вытяжках из почв, отобранных с полиметаллических месторождений Армянской ССР.

Чувствительность реактива «Плюмбон-Иреа» проверялась на стандартном растворе Pb(NO₃)₂, содержащем в 1 мл—1 мкг свинца.

Табл. 1. показывает чувствительность реактива.

Таблица 1

Взято ст. р-ра Pb (NO ₃) ₂ с сод. Pb ⁺⁺ в мкг	Получено Pb ⁺⁺ в мкг	
	дитизон. методом	Плюмбон-Иреа
0,5	0,5	не обн.
1,0	1,0	не обн.
2,0	2,0	не обн.
3,0	3,0	3,0
4,0	4,0	4,0

Окраска хорошо заметна при содержании в растворе трех микрограммов свинца. Этим количеством определяется чувствительность реактива «Плюмбон-Иреа».

Определению свинца реактивом «Плюмбон-Иреа» мешают: медь, цинк, железо, молибден.

Для выяснения верхнего и нижнего пределов содержания в испытуемом растворе меди, цинка, железа и молибдена, мешающих определению свинца, мы провели определение его в соответствующих стандартных растворах-сернокислой меди, хлористого цинка, хлорного железа и молибденовокислого аммония.

Определения контролировались дитизоновым методом с применением цианистого калия.

Содержание свинца в этих стандартных растворах равно 3 мкг в 1 мл раствора.

Нижеприводимые данные, полученные в результате определения свинца двумя методами — дитизоновым и с помощью «Плюмбон-Иреа» в стандартных растворах, показывают те количества ионов меди и цинка, которые, присутствуя в испытуемых растворах, мешают определению свинца реактивом «Плюмбон-Иреа».

Таблица 2

Влияние Cu^{++} и Zn^{++} на окраску «Плюмбон-Иреа»

Взято	Содержится в растворе		Получено
В микрограммах			
Pb ⁺⁺	Cu ⁺⁺	Zn ⁺⁺	Pb ⁺⁺
3,0	1,0	1,0	2,9
3,0	3,0	3,0	2,8
3,0	5,0	5,0	3,0
3,0	8,0	8,0	3,0
3,0	10,0	10,0	2,9
3,0	13,0	13,0	3,0
3,0	15,0	15,0	2,9
3,0	18,0	18,0	2,8
3,0	20,0	20,0	2,9
3,0	23,0	23,0	изменение окраски
3,0	25,0	25,0	изменение окраски

Как показывают приведенные данные, окраска «Плюмбон-Иреа» меняется при наличии в исследуемых растворах свыше 20 мкг ионов меди и цинка. Как указывалось выше, помимо ионов меди и цинка, мешают определению свинца также железо и молибден.

Для определения количества их также проводилось определение свинца в соответствующих стандартных растворах — хлорного железа и молибденовокислого аммония.

Следующие данные показывают какие количества железа и молибдена мешают определению свинца.

Как показывают полученные данные, наличие в испытуемом растворе

Таблица 3

Влияние ионов Fe^{+++} и MoO_4^- на окраску «Плюмбон-Иреа»

Взято	Содержатся в растворе		Получено
В микрограммах			
Pb ⁺⁺	Fe ⁺⁺⁺	MoO ₄ ⁻	Pb ⁺⁺
3,0	1,0	1,0	3,0
3,0	3,0	3,0	3,0
3,0	5,0	5,0	2,9
3,0	8,0	8,0	2,9
3,0	10,0	10,0	Изменение окраски
3,0	13,0	13,0	Изменение окраски

свыше 10 мкг железа и молибдена разрушает окраску «Плюмбон-Иреа», что делает невозможным вести дальнейшее определение свинца.

Для связывания меди рекомендуется применять 50% раствор тиомочевины, цинка — 10% раствор железистосинеродистого калия.

Для полного связывания железа хорошо применять 2—3% раствор щавелево-кислого аммония. Однако, как показала практика наших работ, прибавлять раствор $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ можно только в количестве 0,2—0,3 миллилитров, так как большее количество ослабляет окраску «Плюмбон-Иреа». Поэтому, если железо, присутствующее в растворе, не полностью связывается прибавлением 0,2—0,3 мл раствора $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, его следует выделить из раствора несколькими каплями аммиака.

Таким образом, определение свинца в водах и в водных вытяжках из почв, в присутствии меди, цинка, железа и молибдена, производится следующим образом:

Объем испытуемого раствора в количестве 3—5 мл помещают в пробирку на 20 мл, подкисляют 1—2 каплями 0,1 н HCl , прибавляют 2 мл раствора железистосинеродистого калия, перемешивают, приливают 3 мл раствора буры (для получения величины рН раствора $\sim 8,0$). Затем прибавляют 2 мл 0,05% водного раствора «Плюмбон-Иреа», уравнивают объемы до 15—20 мл, перемешивают. Полученную окраску сравнивают со шкалой стандартных растворов, приготовленных одновременно с пробами. Таким же образом готовят холостую пробу.

Если определение свинца проводят в водных вытяжках, то холостую пробу нужно готовить на растворе водной вытяжки, не содержащей свинец; тогда окраска полностью соответствует окраске испытуемых проб.

В ы в о д ы

1. Реактив «Плюмбон-Иреа» возможно применять при определении свинца в водах и в водных вытяжках.

2. Реактив можно применять при определении свинца до сотых миллиграмма.

3. Определению свинца мешают: свыше 20 мкг/л/100 г почвы меди и цинка и свыше 8 мкг/л/100 г почвы железа и молибдена.

4. Небольшой объем испытуемого раствора (3—5 мл) дает возможность рекомендовать применение этого метода при гидрохимических поисках на свинец.

Институт геологических наук
АН Армянской ССР

Поступила 11. III 1961.

Է. Ա. ԿՅՈՒՐԵԴՅԱՆ

ՋՐԵՐՈՒՄ ԵՎ ՀՈՂԻ ՋՐԱՅԻՆ ՄՋՎԱԾՔՆԵՐՈՒՄ ԿԱՊԱՐԻ
ՓՈՔՐ ՔԱՆԱԿՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԻ ՈՐՈՇՈՒՄԸ «ՊԼՅՈՒՄԲՈՆ-ԻՐԵԱ» ՆՈՐ
ՌԵԱԿՏԻՎԻ ՄԻՋՈՑՈՎ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Հոգվածում արծարծվում է կապարի փոքր քանակությունների որոշումը ջրերում և հողերի ջրային մզվածքներում «Պլյումբոն-իրեա»-ի նոր ռեակտիվի միջոցով:

Մեթոդի զգայնությունը ստուգված է ստանդարտ լուծույթի վրա: Ռեակտիվի զգայնությունը հավասար է 3 մկգ. կապարի: Որոշմանը խանգարում են պղինձը, ցինկը, երկաթը և մոլիբդենը, որի համար յուրաքանչյուր էլեմենտը փորձարկվել է իր ստանդարտ լուծույթով (ծծմբաթթվային պղինձի, երկաթի քլորիդի, ցինկի քլորիդի և ամոնի-մոլիբդենաթթվի լուծույթներով): Հոգվածում տրվում է աղյուսակ, որտեղից երևում է, թե խանգարող էլեմենտների տարբեր քանակությունները ինչպիսի ազդեցություններ են գործում ջրերում և հողերի ջրային մզվածքներում կապարի որոշման վրա: Խանգարող էլեմենտները կապելու համար առաջարկվում է ավելացնել տարբեր կոնցենտրացիաների և տարբեր քանակությունների մի շարք լուծույթներ, որոնք նշված են հոգվածում: Հոգվածի վերջում նկարագրվում է կապարի որոշման ամալիտիկ ընթացքը, որը կարելի է օգտագործել կապարի հիդրոքսիմիական որոնումների ժամանակ:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Методы определения микроэлементов. Под ред. А. В. Виноградова, М.—Л., 1950.
2. Основные указания по аналитическому применению нового реактива «Плюмбон-Иреа». Рук. Мин. химической промышленности СССР и Главного Управления, 1956.