

ГРАВИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛИЯ И НАТРИЯ В МАЛОМИНЕРАЛИЗОВАННЫХ ВОДАХ

М. Э. ЭФЕНДИ, В. Б. СОКОЛОВИЧ

(Представлено проф. докт. хим. наук Б. В. Троновым)

Определение щелочных металлов в виду большой растворимости их солей представляет значительные трудности. При анализе вод натрий определяется гравиметрически с помощью уранилацетатов магния или цинка при концентрациях натрия соответственно не менее 10 мг/мл или 1 мг/мл [3, 5, 8]. Калий определяется трудоемким хлорплатинатным методом [1, 3], а также с использованием нитритокмплексов [2, 4, 7, 10, 13] или тетрафилборнатрия [15]. При концентрациях калия не менее 1,3 мг/мл он осаждается дипикриламином натрия или магния [9, 12, 13, 14], последний используется и для фотоколориметрического определения [6]. Экспериментальное определение щелочных металлов часто заменяется расчетом обычно суммы миллиграмм-эквивалентов калия и натрия [1, 3].

Мы поставили целью выяснить применимость магнийуранилацетата и диникриламинов натрия и магния для гравиметрического определения натрия и калия в маломинерализованных водах.

Определение натрия

После выяснения влияния на точность определения натрия температуры и времени осаждения и высушивания осадка, избытка осадителя примесей сульфат-ионов, ионов калия, магния и кальция была составлена методика, проверенная затем на 0,0519-н растворе хлорида натрия (табл. 1) и образцах речной воды с добавками хлорида натрия (табл. 2). В качестве осадителя используется магнийуранилацетат, для приготовления которого 5,6 г окиси магния растворяется в 50 мл подогретого 80-процентного раствора уксусной кислоты, смешивается с 6,4 г ацетата уранила, 100 мл этилового спирта и 30 мл воды. Смесь нагревается на водяной бане в течение двух часов, затем охлаждается, разбавляется до 200 мл и оставляется на ночь. После отфильтровывания выпавшего осадка раствор хранится в колбе иенского стекла.

250 мл воды упаривается более чем в 10 раз, освобождается от сульфат-иона 0,1-н раствором хлорида бария и доводится до 25 мл. Осаждение натрия ведется при 0° с периодическим перемешиванием реакционной смеси. В стаканчик из стекла пирекс, помещенный в баню со снегом, вносится 5 мл воды (с содержанием натрия не менее 0,2 мг/мл), прибавляется сначала 10 мл охлажденного раствора магнийуранилацетата, затем через 20 минут еще дважды добавляется по 5 мл. Через час осадок отфильтровывается через стеклянный фильтр № 3, остатки осадка извлекаются охлажденным раствором осадителя, насыщенного тройной солью. Промывается осадок сначала маленькими порциями спирта, насыщенного тройной солью, затем ацетоном. Высушивается—током воздуха через тигель в течение нескольких минут, затем в эксикаторе при комнатной температуре. Взвешивается — через 2 часа. Весовая форма: тройной ацетат натрия, магния и уранила (1:1:3) с шестью молекулами воды. Фактор пересчета на натрий 0,01536.

Таблица 1

Взято натрия, мг	Вес осадка, г	Определено натрия, мг	Абсолютная ошибка, мг
5,96	0,3819	5,86	— 0,10
5,96	0,3890	5,97	+ 0,01
5,96	0,3724	5,72	— 0,24
2,39	0,1462	2,25	— 0,14

Таблица 2

Обра- зец	Добавлено натрия, мг/л	Вес осадка, г	Определено натрия в пробе, мг	Концентра- ция натрия в воде, мг/л	Найдено из добавленно- го, мг/л
I	6,0	0,0528	0,81	16,22	5,28
II	9,0	0,0680	1,04	20,90	9,96
III	нет	0,0356	0,55	10,94	—

Определение калия

С учетом предварительно полученных данных о влиянии на полноту осаждения калия температуры, избытка осадителя, искусственного ускорения кристаллизации, а также сведений из литературы о влиянии примесей [11] была составлена методика определения калия, проверенная затем на 0,0107-н растворе хлорида калия (табл. 3) и образцах речной воды с добавками хлорида калия (табл. 4). В качестве осадителя применяется как 1-проц. спиртоводный раствор дипикрилами́ната натрия, так и раствор дипикрилами́ната магния [2, 12].

Из 250 мл воды, упаренной до 40 мл, осаждается сумма полуторных окислов. Фильтрат подкисляется соляной кислотой, выпаривается досуха, остаток прокаливается до удаления ионов аммония и органических примесей. Прокаленный остаток растворяется в горячей дистиллированной воде, объем раствора после фильтрования доводится до 25 мл. В стаканчик стекла пирекс вносится 5 мл воды (с содержанием калия около 0,4 мг/мл) и быстро при перемешивании 5 мл 1-проц. раствора дипикрилами́ната натрия. Реакционная смесь 15 — 20 минут выдерживается при перемешивании в бане со снегом, затем осаждение продолжается при комнатной температуре в течение двух часов. Для фильтрования используется стеклянный фильтр № 3. Остатки осадка извлекаются охлажденным раствором дипикрилами́ната натрия. Промывается осадок охлажденным в снегу эфиром, высушивается сначала током воздуха через фильтр, затем в сушильном шкафу при 90 — 80°. Весовая форма дипикрилами́нат калия. Фактор пересчета на калий 0,08191.

Таблица 3

Взято калия, мг	Вес осадка, г	Определено калия, мг	Абсолютная ошибка, мг
4,18	0,0530	4,34	+ 0,16
2,09	0,0240	1,97	— 0,12
2,09	0,0260	2,13	+ 0,14
2,09	0,0267	2,19	+ 0,10

Таблица 4

Образец	Добавлено калия, мг/л	Вес осадка, г	Определено калия в пробе, мг	Концентрация калия в воде, мг/л
I	нет	0,0076	0,62	12,44
II	4,0	0,0102	0,84	16,80
III	8,0	0,0138	1,13	22,60
IV	нет/4,0 натрия	0,0072	0,59	11,80

Определение натрия и калия

При анализе вод определение щелочей лучше проводить в отдельной пробе.

После упаривания 250 мл воды и удаления суммы полуторных окислов сульфат-ионов, ионов аммония и органических примесей объем доводится до 25 мл и из аликвотных частей (5 мл) определяются по вышеуказанным методикам калий и натрий. Если маломинерализованная вода упаривается не в 10, а в 50 раз (т. е. 1000 мл до 20 мл), то определение натрия и калия указанными реактивами может проводиться при комнатной температуре.

В нескольких образцах природных вод щелочи были определены как способами, предложенными нами, так и вычислением суммы миллиграмм-эквивалентов по данным полного химического анализа (табл. 5).

Таблица 5

Образец	Вычислено сумма (калия+натрия), мг=экв/л	Определено			Разность между определенной и вычисленной суммой (калия+натрия) мг=экв/л
		сумма (калия+натрия), мг=экв/л	в том числе		
			калия, мг=экв/л	натрия, мг=экв/л	
I	0,276	0,257	0,042	0,215	0,019
II	0,414	0,425	0,174	0,251	0,011
III	0,723	0,829	0,342	0,487	0,106
IV	0,561	0,728	0,200	0,528	0,167

Выводы

1. Показана возможность определения в природных водах малой минерализации натрия с помощью магнийурилатацетата и калия с помощью натрийдипикриламиата и магнийдипикриламиата.

ЛИТЕРАТУРА

1. Анализ минерального сырья. Госхимиздат, 1956.
2. Гаиченко В. М. и Шейнцис О. Г. Заводск. лаборатория, 14, 410, 1948.
3. Кольтгоф И. М. и Сендэл Е. Б. Количественный анализ. Госхимиздат, 1948.
4. Zimmet H. Z. analyt. Chem., 155, 337, 1957.
5. Краснова В. С. Заводск. лаборатория, 8, 219, 1939.
6. Кристалева Л. Б. Тр. Томск. ун-та, 126 (серия химическая), 191, 1954.
7. Лурье Ю. Ю. и Николаева З. В. Заводск. лаборатория, 16, 1058, 1950.
8. Назаров И. И. и Бакина Л. П. Заводск. лаборатория, 3, 226, 1934.
9. Резников А. А. и Муликовская Е. П. Методы анализа природных вод. Госгеохимиздат, 1954.
10. Современные методы химического анализа природной воды. Изд. АН СССР, 1955.
11. Шейнцис О. Г. Заводск. лаборатория, 4, 1047, 1935.
12. Шейнцис О. Г. Ж. прикл. химии, 11, 1012, 1938.
13. Шейнцис О. Г. Заводск. лаборатория, 9, 161, 1940.
14. Шейнцис О. Г. Заводск. лаборатория, 10, 151, 1941.
15. Berkhout H. W., Jongen G. H. Chemist—Analyst, 45, 6, 1956.