

ОБ ОПРЕДЕЛЕНИИ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

Н. И. Казнина

Московский научно-исследовательский институт гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана

Методы определения свободной двуокиси кремния в присутствии силикатов, разработанные В. В. Добровольской и Н. Г. Полежаевым, наиболее распространены в практике санитарно-промышленных лабораторий. Ф. М. Фидельман в своей статье предлагает внести в метод Н. Г. Полежаева поправку — для сплавления проб заменить стальные тигли серебряными, которые не подвергаются коррозии при высокой температуре в присутствии солей и служат значительно дольше стальных. Кроме того, автор рекомендует проводить колориметрирование по синему восстановленному молибдену.

При определении двуокиси кремния мы использовали метод Н. Г. Полежаева с учетом предложения Ф. М. Фидельмана. Однако получить воспроизводимые результаты нам удавалось не всегда. Поэтому интересно было изучить оптимальные условия проведения реакции. Мы обратили внимание на то, что большую роль играют рН среды и температура, при которой восстанавливается молибден, а также качество реактивов. В результате было установлено, что реакция на двуокись кремния с образованием желтого силикомолибденового комплекса идет при рН 4,0 и восстановление молибдена — при 70°, а растворы кристаллического карбоната натрия, перекристаллизованного молибденовокислого аммония и сульфита натрия должны быть свежеприготовленными. После всех этих уточнений метод Н. Г. Полежаева применен при определении двуокиси кремния в пыли.

Исследование проводится следующим образом. Навеску 0,05—0,01 г обрабатывают в стакане 10 мл смеси равных объемов соляной и азотной кислот, разведенных в соотношении 1 : 1, при кипении в течение 2 мин. Раствор фильтруют и фильтр с осадком дважды обрабатывают 20 мл¹ кипящего 2% раствора хлористого аммония, затем 20 мл кипящего 10% раствора кристаллического карбоната натрия и вновь дважды 20 мл¹ 2% кипящего раствора хлористого аммония. Фильтр с осадком в серебряном тигле сжигают, прокалывают в муфельной печи при 600°, остаток после прокалывания переносят в агатовую ступку, стирают с 50-кратным количеством по весу плавня, состоящего из равных частей обезвоженных бикарбоната натрия или калия и хлорида натрия или калия. Смесь, перенесенную в серебряный тигель, сплавляют в муфельной печи при 800—850° (не выше). Застывший плав обрабатывают 40 мл 5% раствора карбоната натрия и доводят до 100 мл дистиллированной водой.

При колориметрировании сравнивают со шкалой с содержанием 0, 5, 10, 20, 40, 60, 80 и 100 мкг двуокиси кремния. Стандартный раствор с содержанием 0,5 мг двуокиси кремния в 1 мл готовят сплавлением тщательно растертой в агатовой ступке смеси, состоящей из 0,05 г кварца и 2,5 г плавня, употребляемого для сплавления пробы. Сплавление проводят в серебряном тигле в муфельной печи при 800—850° (не выше).

¹ Каждый раз по 10 мл.

Плав обрабатывают 40 мл 5% карбоната натрия, фильтруют и фильтр доводят до 100 мл водой.

Для анализа берут 1 и 5 мл пробы. Объем в пробирках шкалы и пробы доводят до 5 мл 5% раствором карбоната натрия. Затем вносят во все пробирки шкалы и пробы по 0,5 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3, и по 0,5 мл 10% уксусной кислоты. Пробирки взбалтывают и добавляют по 1 мл 10% раствора молибденовокислого аммония. Жидкость взбалтывают и оставляют на 15 мин. Затем добавляют по 0,5 мл 10% виннокислой кислоты, взбалтывают, оставляют на 5 мин. и добавляют по 1 мл насыщенного на холоду раствора сульфита натрия или по 0,1 мл 0,5% раствора аскорбиновой кислоты, а затем нагревают на водяной бане при 70° в течение 5 мин. Пробы по охлаждению сравнивают со шкалой.

Для оценки видоизмененного метода Н. Г. Полежаева мы сравнили его с общепринятым методом В. В. Добровольской. Для этого из каждого образца брали 2 навески, в которых дважды проводили определения двуокиси кремния. Результаты, достигнутые при применении этих методов, оказались практически одинаковыми, расхождения были в пределах 0,11—8,9%.

ЛИТЕРАТУРА

Быховская М. С., Гинзбург С. Л., Хализова С. Д. Методы определения вредных веществ в воздухе и других средах. М., 1960, т. 1, с. 165. — Новое в области санитарно-химического анализа. М., 1962.

Поступила 11/VI 1965 г.

УДК 616-008.828.41 + 616-008.928.41]-074

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ ТОРИЯ В БИОЛОГИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ

Канд. фарм. наук *Н. А. Павловская*

Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, Москва

По литературным данным, чувствительность большинства способов определения тория в биологических материалах (Б. П. Белоусов и С. А. Потапова; Л. А. Кузьмина; Н. А. Павловская и соавторы; Welford; Albert; Jeonmaire и Jammot) находится в пределах 1—5 мкг вещества в анализируемой пробе. Perkins и Kalkwarf, Sill и Wills предлагают более чувствительные методы определения тория. Метод Перкинса и Колкварфа разработан для выявления малого количества тория в моче. Применение этого способа для анализа других объектов (ткани, внутренние органы) невозможно без дополнительной проверки. Метод Силла и Виллса, основанный на выделении тория при соосаждении его с сульфатом бария и последующем флюорометрическом определении с морином, позволяет проводить анализ 2—10⁻⁸% тория в тканях и кале. Применение его усложняется из-за недостаточной избирательности (мешают рубидий, стронций, висмут и др.), трудоемкости и продолжительности анализа.

Таким образом, применение рекомендуемых методов для определения малого количества тория в биологических материалах связано с серьезными затруднениями.

Мы попытались использовать для этой цели реагент арсеназо III, предложенный С. Б. Саввиным и нашедший широкое применение при исследовании ряда элементов в природных материалах. Арсеназо III образует с торием высокопрочное комплексное соединение изумрудно-зеленого цвета, устойчивое даже в сильно кислой среде. Чувствитель-