

ИННОВАЦИОННЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА ЦИНКА ОКСИХИНОЛИНОМ В ПРИСУТСТВИИ МЕДИ

Из существующего уровня техники известен способ колориметрического определения концентрации цинка в водных растворах. Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет комплексного соединения цинка с дитизоном с дальнейшим извлечением дитизоната цинка в слой четыреххлористого углерода при $\text{pH}=4,5-1,8$ и колориметрированием в области 535 нм [1].

Этот способ предусматривает процедуру экстракции окрашенного продукта органическим растворителем, отделение органического слоя с дитизонатом цинка, перевод цинка в водный раствор, отделение и нейтрализацию водного слоя с последующим титрованием цинка Трилоном Б. Набор перечисленных процедур существенно увеличивает время определения концентрации цинка в пробе.

Также известен способ определения цинка в водных растворах по реакции «родамина С» с ионами цинка с образованием окрашенного комплексного соединения, при котором осуществляется экстрагирование образованного комплекса диэтиловым эфиром с последующим измерением светопоглощения образующегося коллоидного водного раствора [2].

Этот способ неудобен из-за высокой погрешности и длительности определения.

Более экспрессным является способ определения цинка антралиновой кислотой осаждением комплекса $\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_6\text{NO}_2) \cdot x\text{H}_2\text{O}$ из нейтральных и слабокислых растворов, однако к недостаткам способа относится мешающее определению присутствие большинства других металлов, кроме щелочных и щелочноземельных металлов [3].

Возможно также определение цинка 8-оксихинолином осаждением цинка в виде желтого кристаллического осадка $\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO}_2) \cdot x\text{H}_2\text{O}$ из уксуснокислых растворов. После сушки при $130-140^\circ\text{C}$ анализируется гравиметрическая форма оксихинолята цинка $\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO}_2)$. Осаждению не мешают алюминий, хром, железо, свинец, висмут, олово, мышьяк, кобальт, никель и марганец. Медь приходится маскировать тиомочевинной [3].

Необходимость проведения процесса маскирования меди, приводит к дополнительному приготовлению и использованию тиомочевины.

Предлагаемый нами инновационный метод анализа цинка позволяет избежать процесса маскирования меди тиомочевинной.

Мы предложили перед проведением анализа цинка устранить присутствие меди, как металла, стоящего в ряду активности после водорода, электролитическим осаждением.

Полноту осаждения меди удобно контролировать помещением 2-3 каплей исследуемого раствора на часовое стекло с прибавлением 2 каплей ацетата натрия и 2 каплей раствора желтой кровяной соли. Если не появляется красновато-бурый осадок $[\text{Cu}_2\text{Fe}(\text{CN})_6]$, осаждение меди на катоде можно считать законченным.

Для осуществления экспериментов приготовили:

- модельный раствор, содержащий по 16 мг/дм³ меди и 16 мг/дм³ цинка, а также по 5 г ацетата натрия и 5 см³ уксусной кислоты для поддержания рН = 4–5;
- 0,05 М раствор тиомочевины, содержащий 3,8 г/дм³ тиомочевины, для маскирования меди в растворе;
- 5 % уксуснокислый раствор 8-оксихинолина;
- электролизер с угольными электродами.

В ходе экспериментов осуществляли электролиз 1 дм³ модельных растворов в течение 30 с на угольных электродах при напряжении 1,7 В и катодной плотности тока 2 А/дм². После электролиза измеряли массу катода с осажденной на него медью. С помощью капельной реакции с желтой кровяной солью убеждались в полном осаждении меди благодаря отсутствию красновато-бурого осадка $[\text{Cu}_2\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Для анализа цинка раствор после электролиза нагревали до 60⁰С и вводили 100 мм³ 5 % уксуснокислого раствора 8-оксихинолина, оставляли на кипящей водяной бане до коагуляции осадка. Осадок отфильтровывали, промывали и сушили при 130 -140⁰С до постоянной массы. Вес осадка отвечает содержанию цинка в соединении $\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2$.

ЛИТЕРАТУРА

1. Патент РФ 2125724, опубл. 27.01.1999. Способ определения цинка в воде / Автор Ахметов Т.И.
2. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. М.: Химия, 1984, С. 164.
3. Основы аналитической химии. Практическое руководство. Учебное пособие для вузов. М., Высшая школа, 2001, С. 221-222.