

УДК 631.638

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ОЛОВА ИЗ ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТОВ КРАУН-ЭФИРАМИ

В. П. ПОЛУЯНОВ

(Военная инженерная радиотехническая академия ПВО)

Научно-технический прогресс тесно связан с использованием природных ресурсов и неизбежно вызывает существенное изменение естественного облика нашей планеты, что, в свою очередь, влияет на среду обитания живых организмов. Следовательно, процветать общество может лишь в том случае, если прогресс не ведет к необратимым изменениям среды, делаящим невозможным сам факт существования жизни. Известно, что одной из издержек развития техники, индустриализации является загрязнение среды различными отходами производства.

Целью данной работы является количественное определение содержания олова в природных объектах с применением краун-эфиров. Сущность метода: к водному раствору определяемого элемента добавляется пикриновая кислота, которая образует пикрат, и экстрагируется хлороформным раствором краун-эфира.

Экспериментальная часть

Подготовка пробы почвы. Пробу почвы массой 30 г взвешивают с погрешностью не более 0,1 г и помещают в колбу емкостью 500 мл. К пробам приливают по 150 мл ацетатного буферного раствора (рН 3,5). Почву с раство-

ром периодически перемешивают рукой до прекращения бурного выделения углекислого газа, затем колбу закрывают и суспензии перемешивают на ротаторе или встряхивателе в течение 30 мин. Пробки обертывают полиэтиленовой пленкой для предупреждения их контакта с раствором.

Суспензии фильтруют через бумажные фильтры, стараясь перенести как можно большее количество почвы. Если фильтраты мутные, их возвращают на фильтры. Одновременно проводят контрольный опыт, включающий все стадии анализа, кроме взятия пробы почвы. Для каждой партии образцов контрольный опыт проводят в 3-кратной повторности.

Подготовка пробы растений. 3,0 г золы помещают в термический стакан или фарфоровую чашку, приливают 6М HCl из расчета 2—3 мл на 1,0 г золы. Содержимое стакана выпаривают досуха на плитке, охлаждают и снова приливают 6 М HCl с последующим выпариванием досуха. Эту операцию повторяют 2—3 раза. К сухому остатку приливают 15,0 мл 6М соляной кислоты, кипятят в течение 30 мин. Кислотную вытяжку декантируют. В осадок заливают 15,0 мл 6 М соляной кислоты и вновь кипятят 30 мин. Теплый раствор фильтруют. Осадок на фильтре 2—3 раза промывают горячей водой.

Таблица 1

Содержание олова в почвах и растениях (при аналитической линии Sn^{2+} — 286,3 нм)

Образец почв	Аттестованное содержание металла в почвах, мкг/кг	Найдено олова ($n=5$; $\alpha=0,95$), мкг/кг			
		\bar{X}	V	S	$\varepsilon_{\alpha, \kappa} = t_{\alpha, \kappa} \frac{S}{\sqrt{n}}$
<i>В почве</i>					
П-200	748	746	4,5	2,1	2,7
П-201	657	659	2,8	1,7	2,2
П-202	361	363	7,0	2,6	3,3
П-203	426	425	3,3	1,8	2,3
<i>В растении</i>					
Люцерна	680	678	4,8	2,2	2,8
Рожь	498	496	4,0	2,0	2,5
Гречиха	598	600	5,3	2,3	2,9
Пижма	341	343	6,5	2,5	3,2

Примечание. П-200 — черноземные почвы на плотных глинах; П-201 — темно-каштановые, средне- и сильносолонцеватые почвы; П-202 — торфяно-болотные и торфяники низинные; П-203 — луговые почвы; \bar{X} — среднее арифметическое значение содержания металла в почвах и растениях; V — дисперсия; S ; S — стандартное отклонение; ε — точность прямого измерения; α — надежность; $t_{\alpha, \kappa}$; $t_{\alpha, \kappa}$ — коэффициент Стьюдента.

Фильтраты объединяют, а осадок отбрасывают. Объем раствора уменьшают до 10 мл путем выпаривания.

Экстракция. К 2,0 мл анализируемого раствора добавляют 2,0 мл

7×10^{-2} М стандартного раствора пикриновой кислоты и экстрагируют 4,0 мл 5×10^{-2} М хлороформным раствором краун-эфира. Органическую фазу отделяют, профильтровывают и разбавляют в 2 раза

Таблица 2

Сравнительное определение содержания олова в почвах (при аналитической линии Sn^{2+} — 286,3 нм; $n=8$; $p=0,95$)

Образец почв	Аттестованное содержание металла в почвах, мкг/кг	Найдено, мкг/кг					
		экстракционно-атомно-абсорбционным			колориметрическим		
		\bar{X}	S_r	$\bar{X} \pm \frac{t_{p, r} S}{\sqrt{n}}$	\bar{X}	S_r	$\bar{X} \pm \frac{t_{p, r} S}{\sqrt{n}}$
<i>В почве</i>							
П-200	748						
П-200	748	760	0,01	760 ± 7	785	0,02	785 ± 14
П-201	657	643	0,02	643 ± 11	620	0,03	620 ± 16
П-202	361	375	0,01	375 ± 3	397	0,02	397 ± 9
П-203	426	412	0,02	412 ± 8	384	0,03	384 ± 10
<i>В растении</i>							
Люцерна	680	694	0,01	694 ± 7	719	0,02	719 ± 15
Рожь	498	483	0,02	483 ± 9	460	0,03	460 ± 12
Гречиха	598	583	0,01	583 ± 5	576	0,02	576 ± 11
Пижма	341	326	0,02	326 ± 6	307	0,03	307 ± 9

абсолютным этиловым спиртом. Содержание олова в почвах и растениях определяют атомно-абсорбционным методом на приборе марки «НІТАСНІ» при аналитической линии 286,3 нм.

Первоначально пропускают стандартные растворы, затем фотометрируют анализируемые пробы и по калибровочному графику находят концентрацию данного металла.

По предложенной методике проанализированы стандартные образцы почв и растений. Результаты определений содержания в них металла статистически обработаны (табл. 1). С помощью этого метода проанализированы искусственные смеси, стандартные образцы природных объектов. Полученные значения сопоставлены с данными колориметрического метода (табл. 2).

Исследования показали, что на определение олова не влияют натрий (648), калий (230), барий (883), кальций (46), магний (725), марганец (117), алюминий (82), железо (394) — кратные мольные количества.

Данные о содержании олова в почвах и растениях, полученные

двумя методами, проверяли с помощью критерия Фишера. При этом расхождения были незначительные и их можно отнести к одной совокупности. Предлагаемый метод позволяет обеспечить получение точных результатов. Относительное стандартное отклонение при определении олова составило 0,01—0,03. Найденные значения стандартных отклонений для иона олова показывают предпочтительность этого метода перед существующими. Наибольший уровень металла, обнаруженного в растворе, равен 0,005 мкг/мл.

Выводы

Предлагаемые методики определения содержания олова в почвах и растениях, которые основаны на применении краун-эфиров, отличаются от известных методик повышенной селективностью, чувствительностью и точностью определения данного металла. Они достаточно просты по своему ходу анализа и не требуют больших затрат реагентов.

Статья поступила 5 декабря 1991 г.