

УДК 631. 638

Применение нафтеновых кислот для извлечения ртути из почв и растений / В. П. Полянов // Научное приборостроение. — 1992. — Т.2. — N 1. — С. 101-103.

Рассматривается определение ртути в почвах и растениях с применением нафтеновой кислоты. Табл.— 2.

В. П. Полуянов

(Военная инженерная радиотехническая академия ПВО, г. Харьков)

ПРИМЕНЕНИЕ НАФТЕНОВЫХ КИСЛОТ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ РТУТИ ИЗ ПОЧВ И РАСТЕНИЙ

В настоящее время большое внимание уделяется проблеме экологии окружающей среды. Человечество стоит перед экологическим кризисом. Однако высокая надежность работы промышленных предприятий не исключает возможность возникновения аварийных ситуаций при их эксплуатации и вследствие этого загрязнения окружающей среды тяжелыми металлами. Следовательно, загрязнение почвы и растений стало реальным фактом, способным вызвать глубокие последствия; возникла необходимость определения тяжелых металлов в природных объектах.

Сущность метода определения ртути заключается в том, что к водному раствору определяемого элемента добавляют пикриновую кислоту, которая образует пикрат и количественно экстрагируется хлороформным раствором нафтенной кислоты.

Подготовка пробы почвы. Навеску массой 1 г воздушно-сухой почвы смешивают с 0,25 г двуокиси свинца и через воронку переносят в нижний шарик трубки Пемфильда (трубка Саукова). Пробу нагревают сначала на коптящем пламени, затем в окислительном пламени газовой или бензиновой горелки до красного накаливания в положении 10-15 °С к горизонтальной плоскости. Время отгонки 5-7 мин. После этого нижний шарик трубки отплавляют (с помощью горелки) и выбрасывают, а в оставшуюся запаянную с конца трубку наливают 1 мл концентрированной азотной кислоты. Дают постоять несколько минут для растворения отогнанной ртути. Раствор ртути сливают в делительную воронку, трубку обмывают несколько раз таким количеством воды, чтобы получить среду 1 М по азотной кислоте (около 15-20 мл). К раствору добавляют по каплям 0,1 М раствора марганцевокислого калия до появления розовой окраски, которую устраняют каплей 3 %-ного раствора перекиси водорода.

Подготовка пробы растений. В коническую колбу вместимостью 500 мл помещают 20 г измельченного растения. Пробу равномерно распределяют по дну, последовательно добавляют 1 мл этилового спирта, 80 мл дистиллированной воды и 30 мл (порциями по 2-3 мл) концентрированной азотной кислоты. Колбу закрывают воронкой, содержимое перемешивают и оставляют при комнатной температуре на 8-9 ч. Затем через воронку осторожно по каплям добавляют 50 мл серной кислоты. Скорость внесения кислоты должна быть такой, чтобы поддерживалась реакция разложения азотной кислоты, но не выделялись окислы азота из колбы, так как при бурной реакции возможны потери ртути. По окончании внесения серной кислоты колбу оставляют в вытяжном шкафу при комнатной температуре до прекращения выделения бурных паров окисла азота, но не более чем на 30 мин. Затем колбу помещают в водяную баню. В первые 15 мин возможно бурное разложение азотной кислоты с большим выделением окислов азота. При активном течении реакции в колбу порциями по 50-10 мл добавляют кипящую воду так, чтобы общее количество воды было 30—50 мл (или колбу необходимо вынимать на 3—5 мин из бани).

Деструкцию проводят до полного просветления придонного слоя жидкости в колбе, но не менее 45 мин. Колбу вынимают из бани и горячий деструктат фильтруют в колбу вместимостью 500 мл, в которую через увлажненный водой (100-150 мл) двойной бумажный фильтр, уложенный в воронку, предварительно наливают 20 мл раствора мочевины. Фильтрат и колбу из-под деструктата несколько раз промывают кипящей водой. Общий объем деструктата и промывных вод доводят до 300 мл.

Экстракция. К 2.5 мл анализируемого раствора добавляют 2.5 мл $7 \cdot 10^{-2}$ М стандартного раствора пикриновой кислоты и экстрагируют 5.0 мл $5 \cdot 10^{-2}$ М хлороформным раствором нафтенной кислоты. Органическую фазу отделяют, профильтровывают и разбавляют в два раза абсолютным этиловым спиртом. Содержание ртути в почвах и растениях определяют атомно-абсорбционным методом на приборе марки "НИТАСНИ" при аналитической линии, равной 253.7 нм. Сначала пропускают стандартные растворы, а затем фотометрируют анализируемые пробы и по калибровочному графику находят концентрацию данного металла.

По разработанной методике проанализированы стандартные образцы почв и растений, а результаты определений металла приведены в табл. 1.

Метод статистически обработан. Правильность его проверена при анализе искусственных смесей, стандартных образцов природных объектов. Полученные значения сопоставлены с данными колориметрического метода определения (табл. 2).

Таблица 1

Определение содержания ртути в почвах и растениях, мкг/кг

Образец	Аттестованное содержание металла	Найдено ртути ($n = 5; \alpha = 0.95$)			
		\bar{X}	V	\bar{S}	$\epsilon_{\alpha, k} = t_{\alpha, k} \frac{\bar{S}}{\sqrt{n}}$
1. Почвы					
П-400	814	812	6.5	2.5	3.2
П-401	612	610	4.8	2.2	2.8
П-402	317	318	3.3	1.8	2.3
П-403	456	455	3.5	1.9	2.4
2. Растения					
Рожь	389	387	7.0	2.6	3.3
Свекла кормовая	687	685	5.8	2.4	3.1
Пижма	468	470	5.3	2.3	2.9
Овес	321	319	2.8	1.7	2.2

Примечания: 1. При аналитической линии Hg^{2+} — 253.7 нм. 2. П-400 — черноземные почвы на плотных глинах, П-401 — серые оподзоленные легкосуглинистые почвы, П-402 — дерново-слабоподзолистые песчаные почвы, П-403 — каштановые, сильно и слабо солонцеватые почвы, \bar{X} — среднее арифметическое значение содержания металла в почвах и растениях, V — дисперсия, Sr и \bar{S} — стандартное отклонение, ϵ — точность прямого измерения, α — надежность, $t_{p, f}$ и $t_{\alpha, k}$ — коэффициент Стьюдента.

Таблица 2

Сравнительное определение содержания ртути в почвах и растениях, мкг/кг

Образец	Аттестованное содержание металла	Экстракционно-атомно-абсорбционный способ нахождения			Колориметрический способ нахождения		
		\bar{X}	Sr	$\bar{X} \pm \frac{t_{p,f} \cdot S}{\sqrt{n}}$	\bar{X}	Sr	$\bar{X} \pm \frac{t_{p,f} \cdot \bar{S}}{\sqrt{n}}$
1. Почвы							
П-400	814	803	0.02	803 ± 16	782	0.03	782 ± 21
П-401	612	628	0.03	628 ± 17	640	0.04	640 ± 22
П-402	317	300	0.04	300 ± 10	275	0.05	275 ± 12
П-403	456	469	0.03	469 ± 13	489	0.04	489 ± 18
2. Растения							
Рожь	389	374	0.03	374 ± 10	352	0.04	352 ± 13
Свекла кормовая	687	670	0.02	670 ± 12	652	0.03	652 ± 18
Пшеница	468	450	0.04	450 ± 16	427	0.05	427 ± 19
Овес	321	336	0.03	336 ± 9	359	0.04	359 ± 13

Примечание: при аналитической линии Hg^{2+} — 253.7 нм, $n = 8$, $p = 0.95$.

Эксперименты показали, что на определение ртути не влияют натрий (950), калий (412), барий (846), кальций (78), магний (691), марганец (273), алюминий (125), железо (504) — кратные молярные количества.

Ртуть в почвах и растениях определялась двумя методами и проверялась с помощью критерия Фишера. Расхождения незначительны, и их можно отнести к одной совокупности. Относительное стандартное отклонение составляет 0.02—0.05. Предел обнаружения металла в растворе равен 0.005 мкг/мл.

Результаты исследований показали, что разработанные методики можно использовать для определения ртути в почвах и растениях. Они обеспечивают надежность и точность в определении данного металла, просты и не требуют больших затрат реактивов. Учитывая регенерируемость нафтенных кислот, методики являются экономически эффективными.

Рукопись поступила 19.12.91