

УДК 631.638

Выделение хрома из сельскохозяйственных объектов / В. П. Полуянов // Научное приборостроение. -1992.-Т.2.-N 2.-С: 95-97.

Проведено количественное определение хрома в почвах и растениях с использованием циклогексанкарбоновой кислоты. К водному раствору определяемого элемента добавляется пикриновая кислота, которая образует пикрат, и количественно экстрагируется хлороформным раствором этой кислоты. Табл. -2.

В. П. Полуянов

(Военная инженерная радиотехническая академия ПВО, г. Харьков)

## ВЫДЕЛЕНИЕ ХРОМА ИЗ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОБЪЕКТОВ

Научно-технический прогресс, определяющий развитие промышленного и сельскохозяйственного производства, сопровождается эффектами, которые могут быть не безразличны, а иногда заведомо опасны для окружающей природной среды.

Промышленные предприятия выбрасывают в окружающую среду тысячи тонн токсичных и канцерогенных веществ, которые переносятся на большие расстояния. Общее количество их растет. Многие сельскохозяйственные районы загрязнены пестицидами, тяжелыми металлами, радиоактивными элементами, нитратами и другими канцерогенными веществами, концентрация которых в десятки раз превышает предельно допустимые нормы. Поэтому возникает необходимость в совершенствовании методов контроля за ее состоянием, в том числе за содержанием тяжелых металлов в сельскохозяйственных объектах.

**Подготовка пробы почвы.** 10 г воздушно-сухой почвы, растертой в яшмовой ступке до состояния пудры, помещают в платиновый тигель, прибавляют 50 г плавня ( $K_2CO_3$ ) и тщательно перемешивают. Тигель помещают в холодную муфельную печь и нагревают при температуре 800—1000 °С. Сплав выщелачивают из тигля следующим образом: добавляют 200 мл  $HCl$ , разбавленной в соотношении 1:1 и выпаривают досуха. Затем осадок смачивают несколькими каплями  $HCl$  и выпаривают. Такую обработку нужно провести два раза. После этого добавляют 500 мл горячей дистиллированной воды, перемешивают, закрывают стеклом (чтобы не было испарения раствора), ставят в водяную баню на 10—20 мин до полного растворения солей. Раствор пропускают через фильтр диаметром 9—11 см. Осадок в чашке промывают два-три раза горячим 1%-ным раствором  $HCl$ . Промывая осадок декантацией, его постепенно переносят на фильтр. Фильтрат собирают и выпаривают до объема 3—4 мл с последующим перенесением в мерную пробирку на 10 мл и доводят 1%-ным раствором  $HCl$  до объема 5 мл. К 5 мл фильтрата прибавляют 5 мл насыщенного раствора щелочи (КОН). Аморфный осадок отфильтровывают через крупнопористый фильтр.

**Подготовка пробы растений.** В тигле взвешивают навеску массой 30 г измельченного растения. Помещают тигель в сушильный шкаф, где постепенно доводят температуру до 150 °С и выдерживают около трех часов до начала обугливания. Затем переносят на электроплитку и проводят обугливание до прекращения выделения дыма. После этого тигель помещают в электропечь при температуре около 250 °С. Повышая температуру на 50 °С через каждые

30 мин, доводят ее до 450 °С. Минерализацию продолжают при этих условиях до получения серой золы. Тигель с золой вынимают из электропечи, охлаждают до комнатной температуры, и серую золу смачивают 0.5—1.0 мл раствора азотной кислоты. Выпаривают досуха на электроплитке со слабым нагревом и снова помещают тигель с пробой в электропечь при температуре 250 °С. Постепенно доводят температуру до 450 °С и выдерживают 1 ч. Полученную золу растворяют в тигле при нагревании в водяной бане в 5 мл разбавленной в соотношении 1:2 азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 25 мл бидистиллированной воды и 2 г лимонной кислоты. При растворении лимонной кислоты добавляют 1 мл тимолового синего раствора и доводят рН 4.8 медленным введением аммиака, охлаждая пробу в ледяной бане. Цвет раствора должен измениться от красного (промежуточный желтый) до зеленовато-синего. Если при подщелачивании раствором аммиака образуется осадок, увеличивают количество добавляемой лимонной кислоты. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250—500 мл, смывают несколько раз тигель бидистиллированной водой и доводят объем до 150 мл.

**Экстракция.** К 2.0 мл анализируемого раствора добавляют 2.0 мл  $7 \cdot 10^{-2}$  М стандартного раствора пикриновой кислоты и экстрагируют 4.0 мл  $5 \cdot 10^{-2}$  М хлороформным раствором циклогексанкарбоновой кислоты. Органическую фазу отделяют, профильтровывают и разбавляют в два раза абсолютным этиловым спиртом. Содержание хрома в почвах и растениях определяют атомно-абсорбционным методом на приборе марки "НИТАСН1" при аналитической линии, равной 357.9 нм. Первоначально пропускают стандартные растворы, затем фотометрируют анализируемые пробы и по калибровочному графику находят концентрацию данного металла.

По предложенной методике проанализированы стандартные образцы сельскохозяйственных объектов. Результаты определений металла приведены в табл. 1.

Таблица 1

Определение содержания хрома в почвах и растениях, мкг/кг

Образец	Аттестованное содержание металла	Найдено хрома ( $n = 5; \alpha = 0.95$ )			
		$\bar{X}$	$V$	$\bar{S}$	$\epsilon_{\alpha, k} = t_{\alpha, k} \frac{S}{\sqrt{n}}$
<b>1. Почвы</b>					
П-300	615	613	4.8	2.2	2.8
П-301	562	560	3.3	1.8	2.3
П-302	394	395	4.5	2.1	2.7
П-303	680	682	4.0	2.0	2.5
<b>2. Растения</b>					
Пшеница	528	527	5.3	2.3	2.9
Люцерна	495	493	2.8	1.7	2.2
Гречиха	341	340	7.0	2.6	3.3
Звербой	630	632	3.5	1.9	2.4

**Примечания:** 1. При аналитической линии  $Cr^{3+}$  — 357.9 нм. 2. П-300 — коричневые почвы, П-301 — луговые почвы, П-302 — чернозем южный карбонатный, П-303 — торфяно-болотные и торфяники низинные,  $\bar{X}$  — среднее арифметическое значение содержания металла в почвах и растениях,  $V$  — дисперсия,  $S_r$  — стандартное отклонение,  $\epsilon$  — точность прямого измерения.  $\alpha$  — надежность,  $t_{p, f}$ ;  $t_{\alpha, k}$  — коэффициент Стьюдента.

Таблица 2

## Сравнительное определение содержания хрома в почвах и растениях, мкг/кг

Образец	Аттестованное содержание металла	Экстракционно-атомно-абсорбционный способ нахождения			Полярографический способ нахождения		
		$\bar{X}$	Sr	$X \pm \frac{t_{p.f.} \cdot S}{\sqrt{n}}$	$\bar{X}$	Sr	$X \pm \frac{t_{p.f.} \cdot S}{\sqrt{n}}$
<b>1. Почвы</b>							
П-300	615	603	0.02	$603 \pm 12$	584	0.03	$584 \pm 17$
П-301	562	576	0.01	$576 \pm 5$	600	0.02	$600 \pm 11$
П-302	394	382	0.03	$382 \pm 10$	357	0.04	$357 \pm 13$
П-303	680	694	0.01	$694 \pm 7$	719	0.02	$719 \pm 15$
<b>2. Растения</b>							
Пшеница	528	540	0.02	$540 \pm 9$	559	0.03	$559 \pm 16$
Люцерна	495	510	0.03	$510 \pm 13$	529	0.04	$529 \pm 19$
Гречиха	341	326	0.02	$326 \pm 6$	307	0.03	$307 \pm 9$
Зверобой	630	613	0.01	$613 \pm 5.7$	591	0.02	$591 \pm 10$

Примечание: при аналитической линии  $Cr^{3+}$  — 357.9 нм,  $n = 8$ ,  $p = 0.95$ .

значения сопоставлены с данными полярографического метода определения (табл. 2).

Исследования показали, что на определение хрома не влияют натрий (762), калий (386), барий (625), марганец (228), магний (493), алюминий (54), железо (427) — кратные молярные количества.

Определение хрома в почвах и растениях осуществлялось двумя методами и проверялось с помощью критерия Фишера. Расхождения незначительны, и их можно отнести к одной совокупности. Метод позволяет обеспечить точные результаты. Относительное стандартное отклонение при определении хрома составляет 0.01—0.04. Предел обнаружения металла в растворе равен 0.005 мкг/мл.

Предложенные методики определения хрома в почвах и растениях основаны на применении циклогексанкарбоновой кислоты. Они отличаются от существующих методик повышенной селективностью, чувствительностью и точностью определения металла, достаточно просты в ходе анализа и не требуют больших затрат реагентов.

Рукопись поступила 19.12.91