

УДК 628.3

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ИОНОВ В ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОДАХ

**А. Р. Матвеева, магистр гр. ХНм-171, Т. В. Буланова, к.х.н, доцент  
каф.ХТНВиН**

Кузбасский государственный технический университет  
имени Т. Ф. Горбачева  
г. Кемерово

Вода - ценнейший природный ресурс. Она играет исключительную роль в процессах обмена веществ, составляющих основу жизни. Огромное значение вода имеет в промышленном и сельскохозяйственном производстве. Общеизвестна необходимость ее для бытовых потребностей человека, всех растений и животных.

Основными источниками загрязнения и засорения водоемов является недостаточно очищенные сточные воды промышленных и коммунальных предприятий. Загрязняющие вещества, попадая в природные водоемы, приводят к качественным изменениям воды, которые, в основном, проявляются в изменении химического состава воды, в частности, появление в ней вредных веществ. Производственные сточные воды загрязнены в основном отходами и выбросами производства. Количественный и качественный состав их разнообразен и зависит от отрасли промышленности, ее технологических процессов.

Процесс очистки сточных вод, обработка сточных вод с целью разрушения или удаления из них вредных веществ. Освобождение сточных вод от загрязнения - сложное производство. В нем, как и в любом другом производстве имеется сырье (сточные воды) и готовая продукция (очищенная вода).

Сточные воды – любые воды и атмосферные осадки, отводимые в водоемы с территорий промышленных предприятий и населенных мест через систему канализации или самотеком, свойства которых оказались ухудшенными в результате деятельности человека.

В зависимости от происхождения вида и состава сточные воды подразделяются на три основные категории:

-бытовые (поступают от жилых и общественных зданий, а также от бытовых помещений и промышленных предприятий);

-производственные (воды, использованные в технологических процессах, не отвечающие более требованиям, предъявляемым к их качеству; к этой категории вод относят воды, откачиваемые на поверхность земли при добыче полезных ископаемых);

-атмосферные (дождевые и талые; вместе с атмосферными отводятся воды от полива улиц, от фонтанов и дренажей).

В практике используется также понятие городские сточные воды, которые представляют собой смесь бытовых и производственных сточных вод.

Сточные воды представляют собой сложные гетерогенные смеси, содержащие примеси органического и минерального происхождения, которые находятся в нерастворенном коллоидном и растворенном состоянии.

Степень загрязнения сточных вод оценивается концентрацией, т.е. массой примесей в единицу объема  $\text{мг/см}^3$  или  $\text{г/м}^3$ . Состав сточных вод регулярно анализируется.

Для обеспечения объективной информации о показателях качества сброса сточных вод и текущего лабораторного контроля производственных процессов возникла необходимость в подборе метода определения массовой концентрации ионов цинка в очищенных сточных водах.

При этом были поставлены следующие задачи:

- провести проверку приемлемости результатов анализа в условиях воспроизводимости;

- провести расчет затрат при реализации методик в лаборатории.

С целью подбора метода определения массовой концентрации ионов цинка, взят за основу ПНД Ф 14.1:2.60-96 «Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом с дитизоном», а так же ПНД Ф 14.1:2:4.183-02 «Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и очищенных сточных вод флуориметрическим методом с применением анализатора жидкости ФЛЮОРАТ-02» Данные методики допущены для целей государственного экологического контроля.

Санитарная лаборатория, контролирующая сбросы «Кемеровского механического завода» в городские очистные сооружения, подвергала испытаниям одну и ту же пробу ионов цинка, для оценки приемлемости результатов анализа в условиях воспроизводимости.

ПНД Ф 14.1:2.60-96 «Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом с дитизоном»

Реактивы:

Дистиллированная вода, ГОСТ 6779

Тиосульфат натрия, ГОСТ 244

Четыреххлористый углерод, ГОСТ 20288

Дитизон, ГОСТ 10165

Ацетат натрия, ТУ 6-09-246

Уксусная кислота, ГОСТ 61

При определении массовой концентрации ионов цинка фотометрическим методом,  $10 \text{ см}^3$  подготовленной пробы (рН 2-3) переносят в делительную воронку вместимостью  $125 \text{ см}^3$ , приливают  $5 \text{ см}^3$  ацетатного буферного раствора,  $1 \text{ см}^3$  раствора тиосульфата натрия и перемешивают. На этой ступени анализа рН раствора должен быть в пределах 4-5,5. Приливают  $10 \text{ см}^3$  раствора дитизона и взбалтывают 4 минуты. Дают раствору разделиться,

сливают нижний слой четыреххлористого углерода в кювету с толщиной слоя 1 см и измеряют оптическую плотность про длине волны 535 нм (против холостого раствора)

Градуировочный коэффициент  $K=0,8795$  в интервале [0,05-0,1вкл.] мг/дм<sup>3</sup>. Метод основан на взаимодействии ионов цинка с дифенилтикарбазоном в четыреххлористом углероде, в результате которого образуется окрашенный в красный цвет дитизонат цинка.

Результаты испытаний представлены в таблице 1.

ПНД Ф 14.1:2:4.183-02 «Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и очищенных сточных вод флуориметрическим методом с применением анализатора жидкости ФЛЮОРАТ-02», метод основан на образовании комплексного соединения с 8-меркаптохинолином в среде ацетатного буфера (рН 4,6-4,9), экстракции его хлороформом и измерении интенсивности флуоресценции экстракта на анализаторе жидкости «Флюорат-02». Для устранения мешающего влияния меди используются 8,8<sup>1</sup>-дихинолилдисульфид, а железа- 1,10-фенатроплин.

Реактивы:

Дистиллированная вода, ГОСТ 6779

Натрий 8- меркаптохинолинат 2- водный, ТУ 6-09-4933-68

8,8<sup>1</sup>-дихинолилдисульфид, ТУ 6-09-16-907-84

Аскорбиновая кислота, Р.73.941.09

Натрий уксуснокислый 3-водный, ТУ 6-09-1567-78

Кислота уксусная, ГОСТ 61-75

1,10-фенатроплин, ТУ 6-09-40-2472-87

Хлороформ, ТУ 6-09-4263-76

Аммиак водный, ГОСТ 3760-79

Спирт этиловый, ГОСТ 183000-87

При определении массовой концентрации ионов цинка флуориметрическим методом, в делительную воронку вместимостью 50см<sup>3</sup> помещают 5см<sup>3</sup> пробы, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 5см<sup>3</sup> ацетатно буферного раствора, 1см<sup>3</sup> раствора 1,10-фенатроплина и 1 см<sup>3</sup> 8,8<sup>1</sup>-дихинолилдисульфид и через 2 минуты приливают 5 см<sup>3</sup> хлороформа. Экстрагируют в течении 1 мин. После разделения слоев нижний слой фильтруют через фильтр «красная лента» в кювету анализатора, измеряют массовую концентрацию.

В случае, если концентрация меди в пробе превышает 0,1 мг/дм<sup>3</sup>, после буферного раствора добавляют 5 см<sup>3</sup> 8,8<sup>1</sup>-дихинолилдисульфид в хлороформе, экстрагируют 2 мин. ,после разделения экстракт отделяют и отбрасывают, далее пробу ведут по анализу

Градуировку анализатора осуществляют путем измерения сигналов флуоресценции растворов. При градуировки анализатора и и всех измерениях в канале возбуждения используют светофильтр № 11, а в канале регистрации светофильтр № 5. Метод основан на образовании комплексного соединения с 8-меркаптохинолином в среде ацетатного буфера (рН 4,6-4,9), экстракции его

хлороформом и измерении интенсивности флуоресценции экстракта на анализаторе жидкости «Флюорат-02». Для устранения мешающего влияния меди используются 8,8<sup>1</sup>-дихинолилдисульфид, а железа- 1,10-фенатроплин.

Результаты испытаний представлены в таблице 2.

Таблица 1.

Результаты испытаний фотометрическим методом

№ п/п	Результаты измерений X, мг/дм <sup>3</sup>	Среднее значение X <sub>ср.</sub> , мг/дм <sup>3</sup>	Результат контрольной процедуры K <sub>к</sub> = X- X <sub>ср</sub>	Норма контроля K=0,84*1,96*Q <sub>R</sub> *C <sub>ист</sub> * 0,01	K <sub>к</sub> ≤K	Оценка результатов
1	0,218	0,218	0,018	0,040	0,018 ≤ 0,040	Удов.
2	0,219					
3	0,217					
4	0,218					
5	0,218					

Таблица 2.

Результаты испытаний флуориметрическим методом

№ п/п	Результаты измерений X, мг/дм <sup>3</sup>	Среднее значение X <sub>ср.</sub> , мг/дм <sup>3</sup>	Результат контрольной процедуры K <sub>к</sub> = X- X <sub>ср</sub>	Норма контроля K=0,84*1,96*Q <sub>R</sub> *C <sub>ист</sub> * 0,01	K <sub>к</sub> ≤K	Оценка результатов
1	0,180	0,180	0,020	0,040	0,020 ≤ 0,040	Удов.
2	0,181					
3	0,180					
4	0,181					
5	0,180					

Проверка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости

$$X_{\max} - X_{\min} \leq 0.01 * X_{\text{ср.}} * R$$

$$0,218 - 0,180 \leq 0,01 * 0,119 * 34$$

$$0,038 \leq 0,040$$

X<sub>max</sub> – больший результат измерений, мг/дм<sup>3</sup>

X<sub>min</sub> – меньший результат измерений, мг/дм<sup>3</sup>

X<sub>ср.</sub> – среднее арифметическое результатов измерений разными методами, мг/дм<sup>3</sup>

R – значения предела воспроизводимости ( 34%)

Относительное допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не превышает допускаемого расхождения (R = 34%) при доверительной вероятности P=0,95 (для массы ионов цинка в

анализируемом растворе от 0,05 до 0,1 вкл.), следовательно, результаты анализа в условиях повторяемости приемлемы.

Расхождение между результатами по показателю «массовая концентрация ионов цинка» незначимо. Затраты на реализацию методов одинаковые.

С целью экономии времени и реактивов, затрачиваемых на построение и проверку градуировочных характеристик, рекомендуется определять массовую концентрацию ионов цинка флуориметрическим методом с применением анализатора жидкости ФЛЮОРАТ-02.

#### **Список литературы**

1. ПНД Ф 14.1:2:4.183-02 «Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и очищенных сточных вод флуориметрическим методом с применением анализатора жидкости ФЛЮОРАТ-02».
2. ПНД Ф 14.1:2.60-96 «Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом с дитизоном».