

Давыденко Е.С.
Научный руководитель: Зубцова Т.И., к.х.н., доцент
ГО ВПО "Донецкий национальный технический университет", г. Донецк

ОЦЕНКА ДОСТОВЕРНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУЛЬФИДОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ.

Загрязнение окружающей среды токсичными веществами – одно из наиболее глобальных последствий производственной деятельности человека. Мониторинг состояния технических объектов, оказывающих техногенную нагрузку на окружающую среду, является одной из актуальных проблем современной экологии. Решение экологических задач непосредственно связано и с совершенствованием способов надежного контроля степени очистки выпускаемых в реки и озера сточных вод и промышленных отходов.

Для эффективного удаления токсичных веществ из сточных вод необходимо располагать соответствующей информацией о концентрации этих веществ. Достоверные данные о составе и количествах присутствующих загрязнителей можно получить только путем химического анализа.

Одним из наиболее массовых загрязнителей воды в нашем высокоиндустриальном регионе являются соединения серы. Сульфиды натрия, калия и аммония содержатся не только в сточных водах производств

металлургических, горнодобывающих, коксохимических, но и в бытовых стоках. Существует ряд производственных сточных вод, присутствие сероводорода в которых обусловлено образованием его в ходе технологического процесса. В этих случаях концентрация его солей в сточных водах достигает нередко десятков и сотен мг/л. Например, на очистные сооружения коксохимических заводов поступает сток с концентрацией сульфидов 15 – 120 мг/л.

Химические методы определения сульфид – ионов основаны на титровании их либо раствором йода, либо раствором железосинеродистого калия с индикатором.

Цель данной работы – экспериментально сравнить химический и инструментальный методы определения сульфид - ионов. Для решения поставленной задачи необходимо было сопоставить метрологические характеристики титриметрического метода определения сульфидов с визуальным фиксированием точки эквивалентности и потенциметрического метода с нахождением конечной точки титрования по характеру кривой титрования. Для обоих методов использовалась одна и та же сточная вода объемом 50 мл, один тот же стандартный раствор гексацианоферрата калия с концентрацией 0,0200 моль/л и одно и то же количество опытов равное 10.

При $pH = 9$ гексацианоферрат калия количественно окисляет сульфид - ионы до элементарной серы. Необходимое значение pH устанавливали добавлением аммиачного буфера. Конец титрования определяли с помощью индикатора диметилглиоксимины железа (II).

В качестве инструментального метода был применен потенциметрический метод с использованием платинового электрода в качестве индикаторного и хлорид – серебряного в качестве электрода сравнения. Показания иономера записывали после каждого прибавления стандартного раствора $K_3 [(Fe (CN)_6]$. По полученным данным строили интегральные и дифференциальные кривые титрования. По кривым титрования

определяли точку эквивалентности - объем раствора $K_3 [(Fe (CN)_6]$, затраченный на реакцию с сульфид - ионами в каждом опыте.

Для количественной оценки разброса результатов анализа использовали значение стандартного отклонения. Проведенные эксперименты по анализу сточных вод коксохимического завода показали следующие результаты: для обычного титрования величина стандартного отклонения составила 0.0592, а для потенциометрического титрования – 0,0161., что свидетельствует о более высокой точности инструментального метода определения сульфидов.

Расчетным путем установлены пределы области вокруг экспериментального среднего, внутри которой следует ожидать с данной степенью вероятности ($P = 0,95$) нахождение истинного среднего (доверительный интервал). Для химического метода он составил 0,0431, а для инструментального метода – 0,0117. Таким образом, подтверждается, что результаты анализа, полученные путем потенциометрического титрования более достоверны в сравнении с обычным титрованием. Но существенным недостатком данного инструментального метода анализа оставалась длительность обработки результатов анализов. Однако, применение компьютерных программ, используемых для расчета кривых титрования, показало, что результат анализа можно получить без графического построения интегральных и дифференциальных кривых. Это значительно сокращает время анализа. Был обработан большой массив данных и проведен сравнительный анализ метрологических характеристик рассматриваемых методов.

В результате проведенной работы по определению сульфидов в сточных водах был сделан вывод о том, что достоверность данных, полученных при потенциометрическом титровании гораздо выше, чем при обычном титровании с индикатором.

Список использованных источников:

1. Дугов Ю.С, Родин А.А. Экологическая аналитическая химия.- С.-Пб: "Анатолия", 2002, - 464с.
2. Бусев А.И., Симонова Л.Н. Аналитическая химия серы. – М.: "Наука", 1975. – 273с.
3. Зайдель А.Н. Ошибки измерений физических величин. – Л.: "Наука", 1974. – 108с.