

Определение остаточного активного хлора в транспортно-моечных водах сахарного завода

А. И. СОРОКИН, А. П. ПАРХОМЕЦ
ВНИИСП

Определение остаточного активного хлора в транспортно-моечных водах сахарного завода имеет важное значение при проведении процесса обеззараживания их газообразным хлором, гипохлоритом натрия или хлорной известью.

Объемный йодометрический и колориметрический с *o*-толидином методы определения активного хлора в чистой воде [1] не могут быть использованы при анализе транспортно-моечных вод из-за большого содержания в них высокодисперсных взвесей, затрудняющих проведение анализа.

Поэтому метод йодометрического определения активного хлора в чистой воде был изменен.

При добавлении к пробе транспортно-моечной воды, содержащей ак-

тивный хлор, уксусно-ацетатного буферного раствора и йодида калия происходит окисление J^- -ионов до свободного йода, который затем фиксируют титрованным раствором тиосульфата натрия, прибавляемого в избытке к пробе. После фиксации выделившегося йода пробу осветляют на лабораторной пробирочной центрифуге и в фугате (осветленной воде) определяют непрореагировавший тиосульфат натрия путем титрования его 0,01 н. раствором йода при индикаторе — 0,5%-ном растворе крахмала.

По разности количества добавленного раствора тиосульфата натрия и найденного при титровании раствора йода рассчитывают содержание активного хлора в транспортно-моечной воде. При этом разница между числом грамм-эквивалентов тиосульфата натрия, прибавленного к пробе, и числом грамм-эквивалентов йода, затра-

ченного при титровании пробы, равна числу грамм-эквивалентов йода, вытесненного из йодида калия активным хлором, т. е. числу грамм-эквивалентов активного хлора в пробе.

Чтобы выявить расхождение между результатами анализов по общепринятому и предложенному методам, а также для оценки точности предлагаемого метода и воспроизводимости результатов анализов было проведено несколько серий опытов по параллельному определению остаточного активного хлора в водах I категории двумя методами. Для этого в цилиндр, наполненный водой I категории, добавляли определенный объем хлорной воды (раствор хлорной извести в дистиллированной воде) с концентрацией активного хлора около 100 мг/л. Количество добавляемой хлорной воды рассчитывали, исходя из дозы активного хлора, которая составляла от 1,82 до 6 мг Cl_2 /л.

После 30-минутного контакта хлора с водой из цилиндра отбирали пробу воды, которую делили на две части: в первой части пробы определяли остаточный активный хлор по общепринятому методу, а в другой — по предлагаемому.

Количество параллельных определений остаточного активного хлора при анализе каждой части пробы воды было 3—4. Результаты параллельных определений остаточного активного хлора в каждой части пробы I категории воды двумя методами обрабатывали с использованием математической статистики [2] (см. таблицу).

Оценку расхождений между результатами анализов, выполненными по двум методам, проводили путем срав-

нения отношений вычисленных дисперсий с табличными значениями для доверительной вероятности $P=0,05$.

Как видно из данных таблицы, вычисленные отношения дисперсий меньше табличных. Это указывает на то, что расхождения между данными анализов по двум методам являются следствием случайных ошибок опытов.

Таким образом, предлагаемый метод может применяться для определения остаточного активного хлора в транспортно-мочных водах сахарных заводов.

Ниже приводятся последовательность выполнения анализа по предлагаемому методу определения остаточного активного хлора в транспортно-мочных водах, а также перечень необходимых приборов и реактивов.

Приборы и реактивы. Лабораторная центрифуга любого типа, 0,01 н. раствор тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3$), 10%-ный раствор йодида калия (KJ); уксусно-ацетатный буферный раствор (рН=4,5).

Смешивают в литровой мерной колбе 102 мг 1 н. раствора уксусной кислоты и 98 мл 1 н. раствора ацетата натрия. Объем полученного раствора доводят дистиллированной водой до 1 л. Для приготовления 1 н. раствора уксусной кислоты разбавляют 57 мл ледяной уксусной кислоты до 1 л. Затем готовят 1 н. раствор ацетата натрия, растворяя 136 г ацетата натрия $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ в воде и разбавляя полученный раствор до 1 л. Индикатором служит 0,5%-ный раствор крахмала.

Ход определения. В коническую колбу, снабженную притертой стеклянной пробкой, наливают 200—500 мл ана-

Добавлено хлора на 1 л воды, мг	Обнаружено хлора после 30-минутного контакта по методу, мг												$\bar{x}_1 - \bar{x}_2$	$T_H = \frac{s_2^2}{s_1^2}$	$T_{H, 0,05}$
	общепринятому						предлагаемому								
	n_1	\bar{x}_1 , мг/л	$s_{x_1} \cdot 10^{-2}$, мг/л	$s_{x_1} \cdot 10^{-2}$, мг/л	$s_{x_1} \cdot 10^{-2}$, мг/л	ω_1 , %	n_2	\bar{x}_2 , мг/л	$s_{x_2} \cdot 10^{-2}$, мг/л	$s_{x_2} \cdot 10^{-2}$, мг/л	$s_{x_2} \cdot 10^{-2}$, мг/л	ω_2 , %			
1,82	3	1,24	2,12	1,23	5,27	1,71	3	1,27	5,1	2,95	12,69	4,02	-0,03	5,79	19,00
2,0	4	1,58	4,28	2,14	6,81	2,71	4	2,02	9,95	4,93	15,67	4,93	-0,44	5,40	9,28
2,5	3	1,85	1,41	0,82	3,51	0,76	3	2,08	4,58	2,65	11,39	2,20	-0,13	10,54	19,00
5,0	4	4,03	4,87	2,40	7,64	1,19	4	4,24	7,68	3,84	12,22	1,81	-0,21	2,56	9,28
6,0	4	4,76	3,46	1,73	5,50	0,73	4	4,79	4,8	2,4	7,64	1,00	-0,03	1,92	9,28

лизируемой транспортно-моечной воды, вносят 5—10 мл йодида калия и добавляют 10—20 мл уксусно-ацетатного буферного раствора. Через 5 мин в колбу добавляют 20—30 мл 0,01 н. раствора тиосульфата натрия. Содержимое колбы слегка перемешивают и разливают в пробирки для центрифугирования. Центрифугируют 5—8 мин при частоте вращения ротора центрифуги 6000—8000 мин⁻¹ в зависимости от степени дисперсности взвесей в воде. Осветленную воду из пробирок осторожно отбирают пипеткой, чтобы не взмутить уплотнившийся осадок, и в количестве 200—300 мл переводят в коническую колбу для титрования. Содержимое колбы титруют 0,01 н. раствором йода в присутствии раствора крахмала. Конец реакции определяют по появлению синей окраски, не исчезающей от одной лишней капли йода.

Параллельно проводят контрольный опыт, для чего берут 200—500 мл транспортно-моечной воды, отобранной перед обработкой ее хлором, и проводят через все ступени анализа и в той же последовательности, как и воду, обработанную хлором.

Расчет. Содержание активного хлора x (в мг/л) вычисляют по формуле

$$x = \frac{(a-b)KN \cdot 35,45 \cdot 1000 \left(\frac{V_1 - V_2}{V_1} \right)}{V}$$

где a — объем раствора йода, израсходованного на титрование в контрольном опыте, мл;

b — объем раствора йода, израсходованного на титрование пробы, мл;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора йода к точно заданной нормальности;

N — нормальность раствора йода;

35,45 — атомная масса хлора;

V — объем пробы осветленной воды, титруемой йодом, мл;

V_1 — объем пробы неосветленной воды, мл;

V_2 — объем реагентов, добавленных к пробе неосветленной воды (уксусно-ацетатный буферный раствор, титрованный раствор тиосульфата натрия, 10%-ный раствор йодида калия).

Таким образом, видоизмененный метод йодометрического определения остаточного активного хлора в транспортно-моечных водах сахарного завода прост, нетрудоемок, удобен для применения в заводских лабораториях.

Он позволяет оперативно вести контроль за процессом обеззараживания транспортно-моечных вод и при необходимости осуществлять корректировку процесса хлорирования.

Список использованной литературы

1. Лурье Ю. Ю., Рыбникова А. И. Химический анализ производственных сточных вод.— 4-е изд., перераб. и доп.— М.: Химия, 1974, с. 105—107.

2. Справочник по физико-химическим методам исследования объектов окружающей среды/под ред. Г. И. Арановича.— Л.: Судостроение, 1979, с. 607—630.