

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ЭКЗЕМПЛЯР

УЧРЕЖДЕНИЕ ОБРАЗОВАНИЯ

«БРЕСТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

КАФЕДРА ВОДОСНАБЖЕНИЯ, ВОДООТВЕДЕНИЯ
И ОХРАНЫ ВОДНЫХ РЕСУРСОВ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к выполнению лабораторных работ по дисциплине:

**«Водоотведение и очистка сточных вод
промышленных предприятий»**

для студентов специальности 1-70 04 03

«Водоснабжение, водоотведение и охрана водных ресурсов»,
специализации 1-70 04 03 03 «Очистка природных и сточных вод»

Брест 2015

Методические указания подготовлены для студентов очной формы обучения специальности 1-70 04 03 «Водоснабжение, водоотведение и охрана водных ресурсов», изучающих курс «Водоотведение и очистка сточных вод промышленных предприятий».

Методические указания включают шесть лабораторных работ по очистке производственных сточных вод различными методами и предназначены для выполнения учебной программы. Приводятся теоретические основы, описание лабораторных установок, порядок выполнения работ, методики анализа, контрольные вопросы, рекомендуемая литература, что облегчит самостоятельную подготовку к лабораторным занятиям. Выполнение данного лабораторного практикума позволит студентам ознакомиться с методикой проведения экспериментальных исследований, а также закрепить теоретический материал по курсу.

Составители: Белов С.Г., доцент, к.т.н.,
Житенёв Б.Н., профессор, к.т.н.,
Наумчик Г.О., ассистент.

ВВЕДЕНИЕ

Охрана окружающей природной среды и рациональное использование природных ресурсов приобретают в наши дни исключительное значение. При современных масштабах и темпах развития производительных сил должны предъявляться повышенные требования к вопросам, связанным с охраной окружающей среды и рациональным использованием природных ресурсов.

В настоящее время в Республике Беларусь одним из приоритетных направлений в решении проблемы охраны окружающей среды и защиты водоемов от загрязнения является разработка и внедрение высокоэффективных систем очистки производственных сточных вод.

Настоящие методические указания рекомендуются к использованию при проведении лабораторных работ по курсу «Водоотведение и очистка сточных вод промышленных предприятий» студентами очной формы обучения специальности 1-70 04 03 «Водоснабжение, водоотведение и охрана водных ресурсов».

Методические указания включают шесть лабораторных работ по нейтрализации сточных вод, очистки сточных вод от ионов тяжелых металлов различными методами, разрушению стойких органических загрязнений, находящихся в сточных водах методом озонирования. В лабораторный практикум включена лабораторная работа, проводимая на локальных очистных сооружениях ПРУП «Брестский электротехнический завод», обеспечивая тем самым связь учебного процесса с производством.

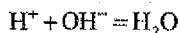
НЕЙТРАЛИЗАЦИЯ СТОЧНЫХ ВОД

Цель работы: Произвести нейтрализацию модельного образца производственных сточных вод до заданного значения pH с использованием различных реагентов.

Теоретическая часть

Производственные сточные воды (ПСВ) многих отраслей промышленности имеют кислую ($\text{pH} < 7$) или щелочную ($\text{pH} > 7$) реакцию. Кислые стоки часто содержат соли тяжелых металлов, обладающие высокой токсичностью. В целях предупреждения разрушения материалов канализационных сетей и сооружений, перевода в нерастворимое состояние ионов тяжелых металлов, а также предупреждения нарушения биохимических процессов, происходящих в биологических окислителях и водоемах сточные воды, pH которых ниже 6,5 или выше 8,5 подвергают нейтрализации.

Нейтрализация – это химическая реакция между ионами водорода (H^+) и гидроксила (OH^-), в результате которой образуется недиссоциированная молекула воды:



При равенстве концентраций ионов водорода и гидроксила происходит их полная нейтрализация, реакция раствора в этом случае является нейтральной, что соответствует концентрации ионов водорода и гидроксила в чистой воде (10^{-7} моль/дм³ при 25°C).

Для выражения реакции растворов вместо концентрации ионов водорода указывают ее десятичный логарифм, взятый с обратным знаком. Данная величина называется водородным показателем и обозначается через pH:

$$\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]$$

Для приближенного измерения pH используют реактивы (индикаторы), окраска которых меняется в зависимости от концентрации ионов водорода. Более точно водородный показатель определяют электрометрическим методом с помощью электродной системы, состоящей из измерительного стеклянного электрода и электрода сравнения, подключенных к измерительному прибору. При изменении pH на единицу потенциал стеклянного электрода изменяется на 59,1 мВ (при 25°C), причем зависимость между потенциалом электрода и значением pH раствора, в который он погружен, практически линейна, это облегчает калибровку измерительных электродов с помощью буферных растворов. При электрометрическом методе определения pH результаты измерений практически не зависят от присутствия в растворе взвешенных и коллоидных частиц, железа, сероводорода, красителей, окислителей и восстановителей, данный метод позволяет определять pH водных сред с высокой точностью, поэтому он широко используется при анализе ПСВ.

При очистке ПСВ применяют следующие способы нейтрализации:

- а) взаимная нейтрализация кислых и щелочных сточных вод;
- б) фильтрование кислых стоков через твердые щелочные материалы (известняк, доломит, мел, мрамор, магнезит);
- в) нейтрализация щелочных стоков дымовыми газами, содержащими кислотообразующие оксиды (CO_2 , SO_2 , NO_2);
- г) введение соответствующих реагентов (щелочей или кислот).

Наиболее часто используют реагентный способ нейтрализации, поскольку в отличие от других способов он может применяться на любых предприятиях.

В качестве реагентов в основном используют негашеную или гашеную известь (CaO , Ca(OH)_2), кальцинированную соду (Na_2CO_3), каустическую соду (NaOH), раствор серной кислоты (H_2SO_4), раствор аммиака (NH_4OH).

Массовый расход реагента (в пересчете на 100%) для нейтрализации ПСВ, если известно значение pH стоков и их расход, определяют по формуле:

$$g_p = \frac{M_p \cdot N \cdot Q}{n}, \quad (1.1)$$

где g_p – массовый расход реагента, кг/ч;

M_p – молекулярная масса реагента, г/моль;

n – основность кислоты или кислотность основания, используемых в качестве реагента для нейтрализации ПСВ;

Q – расход сточных вод, м³/ч;

N – нормальность ПСВ, г-экв/дм³.

- при $\text{pH} < 7$ нормальность производственных сточных вод равна:

$$N = \frac{1}{10^{\text{pH}}}, \text{ г-экв/дм}^3 \quad (1.2)$$

- при $\text{pH} > 7$ нормальность производственных сточных вод равна:

$$N = \frac{1}{10^{14-\text{pH}}}, \text{ г-экв/дм}^3 \quad (1.3)$$

С учетом концентрации и плотности рабочего раствора реагента определяют его объемный расход:

$$q_p = \frac{100 \cdot g_p}{\rho \cdot C}, \quad (1.4)$$

где q_p – объемный расход реагента, дм³/ч;

g_p – массовый расход 100%-ного реагента, кг/ч;

ρ – плотность рабочего раствора реагента, кг/дм³;

C – концентрация рабочего раствора реагента, %.

Методика выполнения работы

1. Электрометрическим методом определить величину pH модельного образца ПСВ (приложение 1).

2. Рассчитать необходимую дозу реагента для доведения pH модельного образца производственных сточных вод до заданного значения (объем нейтрализуемого модельного образца ПСВ задается преподавателем).

3. Отобрать в сосуд с мешалкой заданный объем модельного образца ПСВ и при перемешивании добавить рассчитанный объем (при использовании твердого вещества – рассчитанную массу) реагента, до завершения реакции продолжать перемешивание.

4. Электрометрическим методом определить рН модельного образца ПСВ после добавления реагента.

5. Сравнить значение рН образца ПСВ после нейтрализации с заданным значением рН, если отклонение от заданного значения превышает 0,5 ед. рН, следует проверить расчеты и повторно выполнить нейтрализацию.

6. Аналогично согласно п. 2-5 выполнить нейтрализацию модельного образца ПСВ с помощью следующих реагентов (всего 3 реагента).

Результаты измерений и расчетов занести в таблицу.

Обработка экспериментальных данных

Таблица 1.1 – Результаты измерений и расчетов

№ опыта	рН ПСВ до нейтрализации, ед. рН	Объем ПСВ, см ³	Заданное значение рН ПСВ после нейтрализации, ед. рН	Используемый реагент	Расчетная доза 100%-ного реагента, г	Концентрация технического реагента, %	Расчетный объем (доза) технического реагента, см ³ (г)	Полученное значение рН ПСВ после нейтрализации, ед. рН	Отклонение полученного значения рН от заданного, ед. рН
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

Расчетная доза 100%-ного реагента определяется по формуле:

$$G_p = \frac{M_p \cdot N \cdot V}{n}, \quad (1.5)$$

G_p – доза 100%-ного реагента, г;

M_p – молекулярная масса реагента, г/моль;

n – основность кислоты или кислотность основания, используемых в качестве реагента для нейтрализации ПСВ;

V – объем нейтрализуемого образца ПСВ, дм³;

N – нормальность ПСВ (рассчитанная по формулам 1.2, 1.3), г-экв/дм³.

Расчетный объем рабочего раствора реагента определяется по формуле:

$$v_p = \frac{100 \cdot G_p}{\rho \cdot C}, \quad (1.6)$$

v_p – объем рабочего раствора реагента, см³;

G_p – доза 100%-ного реагента, г, (рассчитанная по формуле 1.5);

ρ – плотность рабочего раствора реагента, г/см³;

C – концентрация рабочего раствора реагента, %.

При использовании в качестве реагента твердого или пастообразного вещества его доза определяется по формуле:

$$m_p = \frac{100 \cdot G_p}{C}, \quad (1.7)$$

m_p — доза реагента, г;

C — концентрация действующего вещества в техническом реагенте, %.

Отклонение полученного значения рН от заданного:

$$\Delta \text{pH} = \left| \text{pH}_{\text{зад.}} - \text{pH}_{\text{фак.}} \right| \quad (1.8)$$

Контрольные вопросы

1. В каких случаях и по каким причинам необходимо осуществлять нейтрализацию ПСВ?
2. С помощью какой величины выражают кислотность или щелочность растворов и ПСВ? Как данная величина связана с концентрацией ионов водорода?
3. Какими методами определяют реакцию растворов и ПСВ? Какие методы более точные?
4. Укажите способы нейтрализации, которые применяют при очистке ПСВ. Какой способ используется наиболее часто? По каким причинам?
5. Перечислите основные реагенты, применяемые для нейтрализации ПСВ.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ОЧИСТКА СТОЧНЫХ ВОД ОТ СОЕДИНЕНИЙ ХРОМА ХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы: Произвести очистку модельного образца производственных сточных вод от соединений хрома (VI) химическим методом.

Теоретическая часть

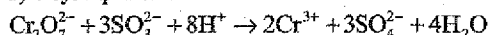
Практически на всех предприятиях, на которых имеются гальванические цеха и участки, а также на кожевенных заводах, текстильных предприятиях и некоторых химических производствах образуются сточные воды, содержащие ионы тяжелых металлов (в основном Zn^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Cr^{3+} , Cr^{6+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} ; значительно реже Pb^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} и др.). Особенно широкое распространение в гальванике получил процесс хромирования — нанесения слоя хрома на металлические поверхности. При осуществлении процесса хромирования образуются промывные воды и отработанные технологические растворы, содержащие шестивалентный хром (Cr^{6+}), который находится в растворах в виде анионов хромовых кислот (хромовой CrO_4^{2-} и двуххромовой $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$). Обработкой известью анионы хромовых кислот из раствора не удаляются, поскольку кальциевые соли данных кислот растворимы в воде. Ионы, содержащие Cr^{6+} , являются сравнительно высокотоксичными (ПДК = $0,05 \text{ мг/дм}^3$ для водоемов хозяйственно-

питьевого и культурно-бытового назначения), попадание их в окружающую водную среду недопустимо. Ионы трехвалентного хрома (Cr^{3+}) являются менее токсичными (ПДК = $0,5 \text{ мг/дм}^3$), в слабощелочной среде (при $\text{pH} = 8 \dots 9$) образуют нерастворимое в воде основание $\text{Cr}(\text{OH})_3$. Поэтому химический метод очистки ПСВ от ионов, содержащих Cr^{6+} , основан на восстановлении Cr^{6+} до ионов Cr^{3+} и последующем переводе ионов Cr^{3+} в осадок в виде нерастворимого основания.

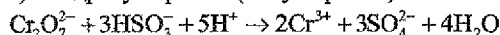
Для восстановления ионов, содержащих Cr^{6+} , до ионов Cr^{3+} в качестве восстановителей в основном используют соли сернистой кислоты (Na_2SO_3 , NaHSO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) или соли двухвалентного железа (FeSO_4 , FeCl_2).

С солями сернистой кислоты реакция протекает в кислой среде:

1) с сульфитом:

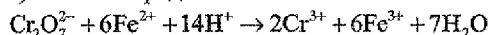


2) с гидросульфитом (бисульфитом):

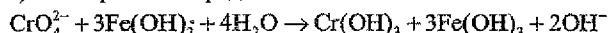


С солями двухвалентного железа реакция восстановления шестивалентного хрома происходит не только в кислой, но также в нейтральной и слабощелочной средах:

1) в кислой среде:

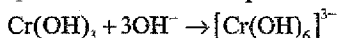


2) в нейтральной среде:



Недостатком использования в качестве восстановителей солей двухвалентного железа является 4-х кратное увеличение объема образующегося осадка (по сравнению с применением сульфитов), плохо отдающего влагу.

Для проведения реакции с достаточной скоростью pH хромсодержащих стоков доводят до $2 \dots 3,5$ добавлением реагентов или кислых стоков. Затем доводят восстановитель и перемешивают в течение $5 \dots 15$ минут до завершения реакции восстановления. Далее обработанные восстановителем ПСВ нейтрализуют и осветляют совместно с другими кислыми стоками. Для нейтрализации используют известь, соду, гидроксид натрия, при этом pH стоков не должно превышать 9, поскольку при дальнейшем увеличении pH начинает увеличиваться растворимость гидроксида хрома. При $\text{pH} > 12$ гидроксид трехвалентного хрома переходит в растворимое состояние с образованием хромит-ионов:



Критерием оценки эффективности очистки ПСВ от ионов хрома является его остаточная концентрация, которая для химического метода очистки при правильном проведении не превышает $0,3 \text{ мг/дм}^3$ для ионов Cr^{3+} , и концентрации шестивалентного хрома менее $0,05 \text{ мг/дм}^3$.

В соответствии с вышеприведенными уравнениями реакций восстановления анионов хромовых кислот для восстановления одной массовой единицы хрома требуется:

- сульфита натрия (Na_2SO_3) – 3,63 массовых единиц;
- гидросульфита натрия (NaHSO_3) – 3,06 массовых единиц;
- метабисульфита натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) – 2,74 массовых единиц;
- железного купороса ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) – 16,04 массовых единиц;
- хлорида двухвалентного железа ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) – 11,42 массовых единиц.

Для более быстрого и полного протекания реакции дозу восстановителя по сравнению с теоретической увеличивают в 1,75 – 2,5 раза (для солей сернистой кислоты) или в 1,25 раза (для солей двухвалентного железа).

Массовый расход восстановителя для перевода шестивалентного хрома в трехвалентный, если известна его концентрация в ПСВ, определяют по формуле:

$$g_{\text{в}} = \frac{0,1 \cdot Q \cdot C_{\text{Cr}} \cdot D_{\text{т}} \cdot K}{C_{\text{а}}}, \quad (2.1)$$

$g_{\text{в}}$ – массовый расход восстановителя, кг/ч;

Q – расход сточных вод, м³/ч;

C_{Cr} – концентрация шестивалентного хрома в ПСВ, г/м³ (мг/дм³);

$D_{\text{т}}$ – теоретическая удельная доза используемого восстановителя (в соответствии с уравнением реакции) для восстановления шестивалентного хрома в трехвалентный, г/г;

K – коэффициент превышения дозы восстановителя по сравнению с теоретической;

$C_{\text{а}}$ – концентрация восстановителя в техническом препарате (рабочем растворе), дозируемом в ПСВ, %.

Методика выполнения работы

1. Определить концентрацию шестивалентного хрома в модельном образце ПСВ (приложение 2).

2. Электрометрическим методом определить величину pH модельного образца ПСВ (приложение 1).

3. Рассчитать необходимую дозу реагента для восстановления хрома (VI) в хром (III) и объем 0,1 н. раствора серной кислоты для доведения pH модельного образца ПСВ до значения 2...3,5 (объем обрабатываемого модельного образца ПСВ задается преподавателем).

4. Отобрать в сосуд с мешалкой заданный объем модельного образца ПСВ, добавить рассчитанный объем раствора серной кислоты, затем прилить рассчитанный объем раствора восстановителя, перемешивать в течении 15 минут.

5. Электрометрическим методом определить pH модельного образца ПСВ после проведения реакции восстановления.

6. Рассчитать необходимую дозу щелочного реагента для доведения pH образца ПСВ до значения 8...9.

7. Добавить рассчитанное количество щелочного реагента к образцу ПСВ, перемешать, дать осесть образовавшемуся гидроксиду хрома $\text{Cr}(\text{OH})_3$ в течении 30 минут, профильтровать раствор через бумажный фильтр.

8. Определить концентрацию хрома (VI) в очищенном образце ПСВ.

Результаты измерений и расчетов занести в таблицу 2.1.

Обработка экспериментальных данных

Таблица 2.1 – Результаты измерений и расчетов

Концентрация $C_{Cr^{6+}}$ в ПСВ, мг/дм ³	Объем ПСВ, см ³	Используемый реагент (восстановитель)	Расчетная доза 100%-ного реагента, г	Концентрация рабочего раствора реагента, %	Расчетный объем раствора реагента, см ³	Концентрация ионов Cr^{6+} в ПСВ после очистки, мг/дм ³	Эффект очистки ПСВ от Cr^{6+} , %
1	2	3	4	5	6	7	8

Расчетная доза 100%-ного реагента (восстановителя) определяется по формуле:

$$g_0 = V \cdot C_{Cr} \cdot D_0 \cdot K, \quad (2.2)$$

g_0 – расчетная доза 100%-ного реагента (восстановителя), г;

V – объем ПСВ, дм³;

C_{Cr} – концентрация шестивалентного хрома в ПСВ, г/дм³;

D_0 – теоретическая удельная доза используемого восстановителя (в соответствии с уравнением реакции) для восстановления шестивалентного хрома в трехвалентный, г/г;

K – коэффициент превышения дозы восстановителя по сравнению с теоретической;

Расчетный объем рабочего раствора реагента (восстановителя) определяется по формуле:

$$v_0 = \frac{100 \cdot g_0}{\rho \cdot C_p}, \quad (2.3)$$

v_0 – расчетный объем рабочего раствора реагента (восстановителя), см³;

g_0 – расчетная доза 100%-ного реагента, г, (рассчитанная по формуле 2.2);

ρ – плотность рабочего раствора реагента, г/см³;

C_p – концентрация рабочего раствора реагента, %.

Эффект очистки ПСВ от шестивалентного хрома определяется по формуле:

$$\mathcal{E}_{оч} = \frac{C_{исх} - C_{кон}}{C_{исх}} \cdot 100, \quad (2.4)$$

$\mathcal{E}_{оч}$ – эффективность очистки, %.

$C_{исх}$ – концентрация Cr^{6+} до очистки, мг/дм³;

$C_{кон}$ – концентрация Cr^{6+} после очистки, мг/дм³;

Контрольные вопросы

1. При осуществлении каких технологических процессов на промышленных предприятиях сточные воды загрязняются соединениями хрома? Какие соединения хрома представляют большую опасность для водоемов? Укажите их ПДК.

2. Перечислите восстановители, наиболее часто применяемые для обработки сточных вод, содержащих соединения хрома (VI). Укажите их преимущества и недостатки.

3. Какое значение pH необходимо выдерживать при осаждении гидроксида хрома (III)? По какой причине?

4. Какой индикатор используют для колориметрического определения концентрации хрома (VI) в ПСВ?

5. Объясните порядок действий при определении хрома (VI) колориметрическим методом.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

УДАЛЕНИЕ ИОНОВ МЕДИ ИЗ ПРОМЫВНЫХ РАСТВОРОВ ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ ЦЕХОВ И УЧАСТКОВ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ

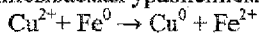
Цель работы: Произвести очистку модельного стока линии нанесения медного покрытия от ионов меди методом «цементации».

Теоретическая часть

Ввиду высокой тепло- и электропроводности и другим ценным физическим и химическим свойствам медь широко используется в промышленности, особенно в таких отраслях, как электротехника и радиоэлектроника. Также в значительных количествах медь используется для изготовления промышленной аппаратуры, производства сплавов и катализаторов, в сельском хозяйстве, при производстве искусственного шелка, в гальванотехнике. Во всех этих производственных процессах образующиеся сточные воды часто содержат медь в растворенном состоянии. Учитывая высокую стоимость меди и ее токсичность в высоких концентрациях для водных организмов, очистка медьсодержащих стоков с последующей утилизацией медного шлама является важной задачей.

В водных растворах медь может присутствовать в виде простых ионов (Cu^{2+}) и в виде комплексных ионов ($[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$). В последнем случае выделение меди из раствора методом осаждения в виде гидроксида сильно осложняется. Кроме химического осаждения для выделения меди из технологических и промывных растворов также используются такие методы, как электролиз, ионный обмен, электродиализ, обратный осмос, контактное выделение из раствора более активным металлом (метод «цементации»).

Метод «цементации» имеет ряд преимуществ по сравнению с другими методами выделения меди из растворов – простота аппаратного оформления, достаточно высокая эффективность очистки, отсутствие внесения в очищаемую воду анионов и образования загрязненных растворов. В качестве металлов, контактно вытесняющих медь из водных растворов, могут применяться цинк, железо, никель, алюминий. По экономическим соображениям в основном используется железо. При этом происходит окислительно-восстановительная реакция, описываемая уравнением:



В результате данной реакции медь выделяется из раствора на поверхности железа в виде красной губчатой массы, а железо переходит в раствор в виде ио-

нов Fe^{2+} . Для ускорения протекания реакции железо используют в виде стружки, опилок, мелкой дробы, которые загружают в непрерывно вращающиеся барабаны – реакторы. Медьсодержащие растворы могут в них обрабатываться как в непрерывном, так и в периодическом режиме. Вращение реакторов приводит к интенсивному механическому трению частиц железной загрузки между собой и о стенки реактора, поэтому выделяющаяся медь диспергируется, и выводится из реактора вместе с обработанным раствором в виде тяжелого шлама. Данный шлам легко отделяется от раствора при отстаивании. Обработанный раствор, содержащий ионы Fe^{2+} , направляется на дальнейшую очистку совместно с другими стоками, содержащими ионы тяжелых металлов (Ni^{2+} , Cr^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} и др.). Медьсодержащий шлам после механического обезвоживания сдается на переработку.

Методика выполнения работы

1. Определить концентрацию ионов меди в модельном образце промывного раствора линии меднения методом инверсионной вольтамперометрии (приложение 3).

2. Подготовить к работе реактор с железной загрузкой. Для этого необходимо проверить герметичность крышки реактора, затем интенсивно встряхивать его в течение одной минуты, после этого открыть крышку и слить из реактора воду с образовавшейся взвесью. После этого снова залить в реактор дистиллированную воду по уровень загрузки, закрыть крышку и повторить операцию интенсивного встряхивания и слива воды. Реактор готов к работе.

3. С помощью мерного цилиндра отмерить необходимый объем промывного раствора и влить его в подготовленный реактор с железной загрузкой, плотно закрыть крышку, затем интенсивно встряхивать реактор (приблизительно 60 встряхиваний в минуту) в течение заданного промежутка времени. Объем обрабатываемого раствора и время обработки задаются преподавателем.

4. После завершения обработки открыть крышку реактора и слить из него обработанный раствор вместе с образовавшимся шламом в лабораторный стакан, не высыпая загрузку.

5. Дать обработанному раствору немного отстояться и слить осветленный раствор в другой стакан с выпавшего шлама.

6. К осветленному раствору добавить 0,5 мл раствора пероксида водорода с концентрацией 10% и 6 мл раствора NaOH с концентрацией 40 г/л (1 н).

7. Перемешивать реакционную смесь в течение 1-ой минуты и затем профильтровать обработанный раствор через бумажный фильтр «синяя лента».

8. Определить концентрацию ионов меди в обработанном профильтрованном образце промывного раствора методом инверсионной вольтамперометрии (приложение 3).

9. Аналогично согласно п. 3...8 выполнить обработку и анализ модельного образца промывного раствора при другом времени реакции (всего 3...5 различных значений по заданию преподавателя).

Результаты измерений и расчетов занести в таблицу 3.1.

Обработка экспериментальных данных

Таблица 3.1 Результаты измерений и расчетов

Концентрация Cu^{2+} в исходном растворе, мг/дм ³	Объем обрабатываемого раствора, см ³	Время обработки, мин	Концентрация Cu^{2+} в растворе после обработки, мг/дм ³	Эффект очистки промывного раствора от ионов меди, %	Суточный расход промывного раствора от линии меднения, м ³ /сут.	Масса меди, выделяемая в виде шлама за сутки работы предприятия, кг/сут
1	2	3	4	5	6	7

Эффект очистки промывного раствора от ионов меди определяется по формуле:

$$\Theta_{\text{оч}} = \frac{C_{\text{исх}} - C_{\text{кон}}}{C_{\text{исх}}} \cdot 100, \quad (3.1)$$

$\Theta_{\text{оч}}$ – эффективность очистки, %;

$C_{\text{исх}}$ – концентрация Cu^{2+} до очистки, мг/дм³;

$C_{\text{кон}}$ – концентрация Cu^{2+} после очистки, мг/дм³.

Масса меди, выделяемая в виде шлама из промывного раствора за 1 сутки:

$$G_{\text{шл}} = \frac{Q_{\text{пр}} \cdot C_{\text{окс}} \cdot Y_{\text{р}}}{100 \cdot 1000} \quad (3.2)$$

$G_{\text{шл}}$ – масса меди, выделяемая в виде шлама за 1 сутки работы предприятия, кг/сут;

$Q_{\text{пр}}$ – суточный расход промывного раствора от линии меднения, м³/сут;

По данным таблицы 3.1 строится график эффекта очистки промывного раствора от ионов меди в зависимости от времени обработки.

Контрольные вопросы

1. Почему необходимо утилизировать медь из промывных технологических растворов?
2. Какие методы используются для удаления меди из технологических и промывных растворов?
3. Каков механизм выделения меди из технологических и промывных растворов при осуществлении метода «цементации»?
4. Какие металлы используются в качестве вытеснителя меди из раствора при осуществлении метода «цементации»?
5. Объясните порядок действий при осуществлении метода «цементации» в лабораторных условиях.

ОЧИСТКА ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ОТ СВИНЦА

Цель работы: Выполнить исследования по влиянию дозы реагента-осадителя (Na_2S) и активной реакции среды (рН) на очистку производственных сточных вод от свинца методом осаждения.

Теоретическая часть

Источником сточных вод, содержащих свинец, являются заводы по обогащению руды, выплавке свинца, изготовлению свинцовых аккумуляторных батарей, силовых кабелей, а также предприятия по переработке аккумуляторов. Свинец относится к токсичным загрязнителям, поэтому сточные воды должны подвергаться очистке перед сбросом в канализацию. Предельно допустимая концентрация свинца в водопроводной воде не должна превышать $0,01 \text{ мг/л}$.

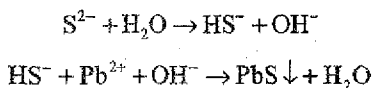
Очистка воды от свинца может осуществляться следующими методами: реагентным осаждением, электрофлотацией, ионным обменом.

Основной принцип реагентного осаждения состоит в подборе реагентов, способных образовывать нерастворимые в воде соли свинца. Для характеристики растворимости солей используют постоянную величину, называемую произведением растворимости (ПР). Произведение концентраций ионов малорастворимой соли в насыщенном при данной температуре растворе есть величина постоянная. Например, для соли A^+B^- $\text{ПР} = [\text{A}^+] \cdot [\text{B}^-]$, где концентрации ионов $[\text{A}^+]$ и $[\text{B}^-]$ измеряются в *моль/л*. Значения ПР при 10°C для сульфида свинца $\text{ПР}_{\text{PbS}} = 3,4 \cdot 10^{-28}$.

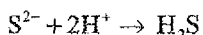
Принцип электрофлотации заключается в электролизе воды, содержащей ионы свинца, в присутствии ионов фтора в массовом соотношении 1:3. При этом рН очищаемой воды доводят до значения 9,5 и дополнительно вводят смесь солей Fe (II) и Fe (III) при массовом соотношении свинца к смеси 1:0,9, при этом соотношение ионов Fe(II):Fe(III) составляет 2:3. Подают токовую нагрузку на аппарат. Электролиз ведут при плотности тока $7,5 \text{ мА/см}^2$ в течение 4 минут. В результате образующихся электролитических газов кислорода и водорода из объема на поверхность воды всплывают ферриты металлов, которые удаляются механически.

Удаление ионов свинца из очищаемой воды методом ионного обмена осуществляется с помощью катионитов. Если концентрация металла велика, ионный обмен объединяют с методом осаждения.

В данной лабораторной работе для удаления ионов свинца используется метод реагентного осаждения. В качестве реагента применяется сульфид натрия (Na_2S). При растворении в воде он подвергается гидролизу:



Характеристика образующегося осадка зависит в значительной степени от pH и дозы реагента-осадителя. При низких значениях pH растворимость сульфида свинца увеличивается, в результате осадок не образуется, а сульфид-ионы взаимодействуют с ионами водорода с образованием сероводорода:



Для получения максимального эффекта осаждения свинца при минимальном расходе реагента-осадителя, процесс следует проводить в нейтральной или слабощелочной среде.

Методика выполнения работы

1. Приготовить основной раствор азотнокислого свинца $Pb(NO_3)_2$ с концентрацией 5000 мг-ион/л, для этого 4 грамма $Pb(NO_3)_2$ перенести в мерную колбу на 500 мл и довести объем дистиллированной водой до метки, 1 мл основного раствора содержит 5 мг-ионов Pb^{2+} ;

2. Рассчитать необходимую дозу реагента для доведения концентрации свинца в модельном (рабочем) растворе в пределах 5...20 мг-ион/л (задается преподавателем). Например, для приготовления 1 литра раствора с концентрацией 10 мг-ион/л необходимо 2 мл основного раствора перенести в мерную колбу на 1000 мл и довести объем воды водопроводной водой до метки.

3. Приготовить основной раствор реагента-осадителя с концентрацией 1000 мг/л Na_2S , для этого 1000 мг Na_2S переносят в мерную колбу на 1000 мл и доводят объем раствора до метки, 1 мл раствора содержит 1 мг Na_2S .

В соответствии со стехиометрическим отношением для осаждения 207 мг-ионов Pb^{2+} необходимо 32 мг-ионов S^{2-} или 78 мг Na_2S . Для облегчения дозирования следует приготовить рабочий раствор Na_2S с концентрацией 100 мг/л, для этого в мерную колбу на 100 мл внести 10 мл основного раствора Na_2S и довести объем до метки, в 1 мл рабочего раствора содержится 0,1 мг Na_2S .

4. В коническую колбу отобрать 100 мл рабочего раствора $Pb(NO_3)_2$ (модельная сточная вода), внести аликвотное количество рабочего раствора Na_2S , отстоять 15 минут и затем профильтровать через бумажный фильтр «синяя лента». В отфильтрованном растворе с помощью прибора АВА-3 определяется остаточная концентрация ионов Pb^{2+} (см. приложение 4).

5. Исследовать процесс осаждения в кислой и щелочной среде, для этого в колбу на 200 мл отобрать 100 мл рабочего раствора модельной сточной воды, довести pH до значений, указанных преподавателем добавлением 0,1н. HCl и 0,1н. NaOH, провести исследования в соответствии с пунктом 4.

6. Исследовать влияние дозы реагента-осадителя на эффективность удаления свинца. Для этого в три колбы отобрать по 100 мл рабочего модельного раствора, внести различные дозы Na_2S (по рекомендации преподавателя), провести исследования в соответствии с пунктом 4.

Обработка экспериментальных данных

Таблица 4.1 – Результаты измерений и расчетов по влиянию дозы реагента-осадителя на эффект удаления ионов свинца осадждением

№ опыта	Исходное содержание ионов свинца, мг-ион/л	Доза реагента-осадителя, Na ₂ S, мг/л	Относительная доза по стехиометрическому соотношению	Остаточное содержание ионов свинца после очистки, мг-ион/л	Эффект удаления ионов свинца после очистки, %
1	2	3	4	5	6

Эффект удаления ионов свинца рассчитывается по формуле:

$$\mathcal{E}_{оч} = \frac{C_{исх} - C_{кон}}{C_{исх}} \cdot 100, \quad \% \quad (4.1)$$

$\mathcal{E}_{оч}$ – эффективность очистки, %;

$C_{исх}$ – концентрация Pb²⁺ до очистки, мг/дм³;

$C_{кон}$ – концентрация Pb²⁺ после очистки, мг/дм³.

По данным таблицы 4.1 строится график зависимости эффекта удаления ионов свинца от относительной дозы реагента-осадителя по стехиометрическому соотношению.

Таблица 4.2 – Результаты измерений и расчетов по влиянию активной реакции среды на эффект удаления ионов свинца осадждением

№ опыта	Исходное содержание ионов свинца, мг-ион/л	Доза реагента-осадителя Na ₂ S, мг/л	Активная реакция среды (рН)	Остаточное содержание ионов свинца после очистки, мг-ион/л	Эффект удаления ионов свинца после очистки, %
1	2	3	4	5	6

По данным таблицы 4.2 строится график зависимости эффекта очистки от активной реакции среды при постоянной дозе реагента-осадителя.

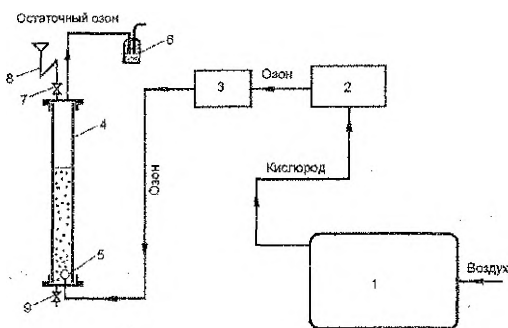
Теоретически любое органическое соединение с помощью озона можно окислить до углекислого газа и воды. Однако, для этого требуются очень большие дозы озона и длительное время для осуществления реакций. При осуществлении очистки сточных вод более целесообразно использовать дозы озона, достаточные для разрушения ароматических колец (данные дозы значительно ниже доз необходимых для полного разрушения ароматических соединений), поскольку алифатические органические окиссоединения, образующиеся в результате деструкции ароматических соединений, как правило, легко удаляются при биологической очистке в искусственных или природных условиях.

В практике очистки приходится иметь дело со сточными водами, содержащими различные органические загрязнения (неизвестен химический состав, неизвестна концентрация), поэтому необходимые дозы озона для конкретного стока устанавливают опытным путем. Для этого строят калибровочный график остаточной концентрации загрязнителя от удельной дозы озона (удельная доза принимается по отношению к загрязняемому веществу, либо по отношению к объему обрабатываемого стока).

При непрерывной обработке сточных вод методом озонирования доза озона определяется расходом озоносодержащего газа и концентрацией озона в нем, но при этом также необходимо знать коэффициент использования озона, показывающий долю озона, вступившего в химические реакции. Для определения коэффициента использования озона необходимо учитывать расход и концентрацию озона как на входе в барботажную камеру, так и на выходе из нее, а также самораспад озона, что осуществить довольно сложно. В данной работе, для увеличения точности, озон дозируется в виде водного раствора.

Исследования эффективности разрушения органических соединений с помощью озонирования выполняются на лабораторном стенде, представленном на рисунке 5.1. Для точного установления вводимой дозы озона используется метод точного дозирования, разработанный преподавателями кафедры ВВиОВР. Данный метод заключается в дозировании озона в виде раствора в дистиллированной воде, что позволяет точно учесть вводимую дозу озона в реакционную смесь.

Раствор озона получается барботированием через пористую насадку озонкислородной смеси в стеклянной колонке высотой 1,5 м, заполненной дистиллированной водой.



1 – концентратор кислорода *Atmung oxy 6000*;
 2 – озонатор *PLATON 10/2*;
 3 – озонметр *МЕДОЗОН 254/5*;
 4 – контактная колонка;
 5 – диспергатор;
 6 – деструктор остаточного озона;
 7 – вентиль для заливки воды;
 8 – гидравлический затвор;
 9 – вентиль для отбора озонированной воды.

Рисунок 5.1 – Схема лабораторной установки для получения озонированной воды

Кислород (концентрация кислорода 95%), вырабатываемый концентратором кислорода 1 поступает в озонатор 2, где вырабатывается озон. Озоно-кислородная смесь подается в контактную колонку 4 через диспергатор 5, при этом вода насыщается озоном. Далее обедненная озоном озоно-кислородная смесь поступает в деструктор 6, представляющий собой склянку Дрекслея, заполненную насадкой, разрушающей озон. Озонированная вода из контактной колонки 4 отбирается с помощью вентиля 9. Новые порции воды в контактную колонку 4 вводятся через гидравлический затвор 8 с помощью вентиля 7.

Равновесная концентрация озона в воде определяется по формуле Гомела:

$$C_{p_оз_вода} = R_t \cdot C_{оз_газ} \cdot \frac{p}{p_a} \quad (4.1)$$

где $C_{p_оз_вода}$ – равновесная концентрация озона в воде, мг/дм³;

R_t – коэффициент распределения (при 20^oC $R_t=0,22$);

$C_{оз_газ}$ – концентрация озона в газе, мг/дм³;

p – общее давление воды и газа в аппарате, Па;

p_a – атмосферное давление, Па.

В качестве модельного образца ПСВ используется водный раствор ароматического соединения известной концентрации (по заданию преподавателя). Деструкция ароматических соединений под воздействием озона осуществляется методом точного дозирования озона в виде водного раствора. Эксперимент осуществляется следующим образом. Расчетное количество органического ароматического соединения в виде концентрированного водного раствора заливается в стакан объемом 1 дм³, далее при непрерывном перемешивании вводится заданная доза озона в виде его водного раствора в дистиллированной воде. После этого, при необходимости, объем смеси растворов доводится дистиллированной водой до 1 дм³. Далее с помощью спектрофотометра СФ-2000 методом УФ-спектроскопии определяется концентрация ароматического соединения после обработки озоном.

Методика выполнения работы

1. В мерной колбе из концентрированного раствора органического ароматического соединения разбавлением дистиллированной водой приготовить рабочий раствор заданной концентрации (концентрация рабочего раствора задается преподавателем).

2. С помощью спектрофотометра СФ-2000 снять спектр поглощения рабочего раствора в УФ-области (диапазон сканирования от 190 до 380 нм). Зафиксировать интенсивность поглощения B -полосы (приложение 6).

3. В учебной лаборатории 3/117а «Очистка производственных сточных вод» запустить учебный стенд получения озонированной воды, получить раствор озона в дистиллированной воде, определить концентрацию озона в растворе с помощью жидкостного анализатора озона «МЕДОЗОН 245/8 (Ж-30)» (приложение 5).

4. С учетом концентрации раствора озона, полученного в барботажной колонке, по формуле (5.2) рассчитать объем озонированной воды, необходимый для введения заданной дозы озона (первая доза озона принимается 0,5 мг/мг вещества).

5. В мерный стеклянный стакан объемом 1 дм³ ввести необходимый объем концентрированного раствора органического вещества, при разбавлении которого до 1 дм³ получается рабочий раствор. Далее добавить в мерный стакан расчетный объем озонированной воды и довести дистиллированной водой объем реакционной смеси до 1 дм³.

6. С помощью спектрофотометра СФ-2000 снять спектр поглощения обработанного заданной дозой озона рабочего раствора в УФ-области (диапазон сканирования от 190 до 380 нм). Зафиксировать интенсивность поглощения В-полосы обработанного раствора (приложение 6).

7. По расчетной формуле (5.3) с учетом интенсивности поглощения В-полосы обработанного раствора определить остаточную концентрацию разрушаемого вещества.

8. Повторить действия пунктов 4...7 для получения значения остаточной концентрации, соответствующего другой удельной дозе озона. Удельные дозы озона (мг озона / мг вещества) принимаются таким образом, чтобы всего получилось 5...7 точек, при этом максимальная удельная доза озона должна составлять 1,5...2,5 мг/мг вещества.

Результаты измерений и расчетов занести в таблицу 5.1.

Обработка экспериментальных данных

Таблица 5.1 – Результаты измерений и расчетов

№ опыта	Концентрация рабочего раствора ароматического соединения, мг/дм ³ .	Объем обрабатываемого раствора ароматического соединения, дм ³	Доза озона, мг/мг вещества	Концентрация озона в озонированной воде, мг/дм ³	Вводимый объем озонированной воды, дм ³	Интенсивность В-полосы поглощения в УФ-области	Остаточная концентрация органического соединения в растворе, мг/дм ³
1	2	3	4	5	6	7	8

Объем концентрированного раствора органического вещества, необходимый для получения рабочего раствора вещества заданной концентрации, рассчитывается по формуле:

$$V_{\text{конц}} = \frac{C_{\text{р}} \cdot V_{\text{р}}}{C_{\text{конц}}} \quad (5.1)$$

$V_{\text{конц}}$ – объем концентрированного раствора органического вещества, см^3 ;
 V_p – заданный объем рабочего раствора, дм^3 ;
 C_p – концентрация рабочего раствора органического вещества, мг/дм^3 ;
 $C_{\text{конц}}$ – концентрация концентрированного раствора органического вещества, мг/дм^3 .

Объем озонированной воды для введения расчетной дозы озона определяется по формуле:

$$V_{\text{оз}} = \frac{d_{\text{оз}} \cdot V_{\text{конц}} \cdot C_{\text{конц}}}{C_{\text{оз}}} \quad (5.2)$$

где $V_{\text{оз}}$ – объем озонированной воды для введения заданной дозы озона, см^3 ;
 $d_{\text{оз}}$ – заданная удельная доза озона, мг/мг вещества ;
 $V_{\text{конц}}$ – объем концентрированного раствора органического вещества, см^3 ;
 $C_{\text{конц}}$ – концентрация концентрированного раствора органического вещества, мг/дм^3 .
 $C_{\text{оз}}$ – концентрация озона в озонированной воде, мг/дм^3 .

Остаточная концентрация органического соединения после обработки озоном определяется по формуле:

$$C_{\text{ост}} = C_p \cdot \frac{D_{\text{ост}}}{D_p} \quad (5.3)$$

где $C_{\text{ост}}$ – остаточная концентрация органического вещества в растворе после обработки озоном, мг/дм^3 ;

C_p – концентрация органического вещества в рабочем растворе, мг/дм^3 ;

$D_{\text{ост}}$ – оптическая плотность обработанного озоном раствора на длине волны, соответствующей В-полосе данного органического соединения;

D_p – оптическая плотность рабочего раствора на длине волны, соответствующей В-полосе данного органического соединения.

По данным таблицы 5.1 строится график зависимости остаточной концентрации деструктируемого ароматического соединения от удельной дозы озона.

Контрольные вопросы

1. Какие вещества образуются при деструкции ароматических соединений озоном?

2. По каким параметрам определяется доза озона, введенная в ПСВ при непрерывном процессе озонирования? Каким образом производится дозирование озона в данной работе?

3. Каким методом в данной работе определяется концентрация ароматических соединений в ПСВ?

4. По какой формуле рассчитывается объем озонированной воды, необходимый для введения заданной дозы озона?

5. Как методом точного дозирования определить дозу озона, достаточную для полной деструкции ароматического соединения в растворе?

**ИЗУЧЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ
СХЕМЫ ОЧИСТКИ ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ СТОКОВ
МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОКОАГУЛЯЦИИ**

**(на примере работы локальных очистных сооружений
ПРУП "Брестский электротехнический завод")**

Цель работы: 1. На теоретическом уровне изучить технологическую схему очистки гальванических стоков методом электрокоагуляции.

2. На локальных очистных сооружениях ПРУП "Брестский электротехнический завод" практически закрепить изученный теоретический материал и дать оценку технологической эффективности метода электрокоагуляции при очистке сточных вод гальванического производства.

Теоретическая часть

Состав сточных вод. Гальванические стоки, образующиеся на территории ПРУП "Брестский электротехнический завод", разделяются на два потока:

- кислотнo-щелочные электролиты (-К8-);
- промывные кислотнo-щелочные и хромсодержащие стоки (-К10-).

Гальванические стоки содержат ионы металлов, сульфаты, фосфаты, хлориды с концентрациями:

$$\begin{aligned}Cr^{6+} &= 25 \text{ мг/дм}^3; \\ Ni^{2+} &= 6,1 \text{ мг/дм}^3; \\ SO_4^{2-} &= 56,3 \text{ мг/дм}^3; \\ PO_4^{3-} &= 3,8 \text{ мг/дм}^3; \\ Cl^- &= 17,8 \text{ мг/дм}^3; \\ pH &= 2,74.\end{aligned}$$

После очистки часть сточных вод возвращается на повторное использование, а оставшаяся часть сбрасывается в городской коллектор. Качество воды должно удовлетворять следующим требованиям: $Cr^{6+}=0,1 \text{ мг/дм}^3$, $Ni^{2+}=0,3 \text{ мг/дм}^3$, $pH = 6,5-8,5$.

Выбор метода очистки. Основной задачей подготовки кислотнo-щелочного стока к сбросу в бытовую канализацию и на повторное использование является его очистка от ионов тяжелых металлов переводом их в гидроксиды и последующим выделением в осадок.

Технология обработки стоков предусматривает усреднение в накопителе гальванического стока и далее его обработку методом электрокоагуляции в установке проточного типа с пластинчатыми электродами из низкоуглеродистой стали.

Технологическая схема очистки гальваностоков (приложение 7). Промывные кислотнo-щелочные и хромовые стоки из гальванического участка самотеком поступают в подземные усреднители поз. К10.1. Концентрированные кислотнo-

щелочные электролиты сливаются в лоток, по которому самотеком также поступают в усреднители поз. К10.1, после чего проходят очистку совместно с промывными стоками.

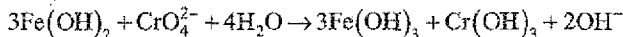
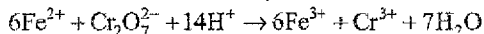
В усреднители также поступает декантат из илоуплотнителя поз. О1.1, вода от промывки сорбционных фильтров поз. В10.3, фильтрат из ресивера поз. О1.4, слив и перелив осадка из корыта вакуум-фильтра поз. О1.3, отработанные регенерационные растворы щелочи и магнезия, а также слив и перелив осветленной воды из бака поз. В10.1. Время пребывания стоков составляет 3 часа.

Из усреднителей поз. К10.1 промывные кислотнo-щелочные и хромсодержащие стоки насосами поз. К10.2 подаются для предварительной электрохимической обработки в электроионный сепаратор поз. К10.3.

Сущность метода заключается в следующем:

- в анодные камеры сепаратора поз. К10.3 (элемент блока электрохимической обработки) подается насосами поз. Р2.2 из статического гальванокоагулятора с рецикловым баком поз. Р2.1 раствор, содержащий ионы Fe^{2+} , а в катодные камеры поступают очищаемые стоки;

- ионы Fe^{2+} под воздействием электрического тока проходят через полупроницаемую мембрану в катодные камеры, где смешиваются с очищаемым стоком и восстанавливают Cr^{6+} до Cr^{3+} по следующей схеме:



Статический гальванокоагулятор с рецикловым баком поз. Р2.1 осуществляет подачу раствора железа Fe^{2+} с помощью насосов поз. Р2.2. Нарabотка железа происходит в статическом гальванокоагуляторе, заполненного стальной стружкой при циркуляции через нее суспензии катодного вещества.

Поддержание pH в рецикловом баке поз. Р2.1 осуществляется путем подачи концентрированной кислоты в рецикловый бак поз. Р2.1 посредством дозирочного насоса поз. Р3.2 №1, из бутылки с кислотой, с регулировкой объема кислоты, обеспечивающего концентрацию раствора железа Fe^{2+} в рецикловом баке, необходимую для обезвреживания шестивалентного хрома усредненных промывных стоков.

Электропитание электроионного сепаратора осуществляется от выпрямительного агрегата поз. К10.6.

Прошедшие электрохимическую очистку стоки поступают в смеситель, поз. К10.4 коридорного типа, блока очистки поз. К10.5, где смешиваются с раствором щелочи, подаваемым из дозатора щелочи поз. Р1.3 через вентиль с электроприводом У1, управляемый автоматически, по показаниям pH-метра, установленного на выходе из смесителя, для поддержания pH в пределах 8,5...9,5.

В результате подщелачивания стоков до pH=8,5...9,5 образуются нерастворимые или слабо растворимые гидроксидные соединения, например:



На выходе из смесителя поз. К10.4 стоки смешиваются с раствором флокулянта, подаваемым по мере необходимости, из дозатора поз. Р7.1, для улучшения процесса осаждения осадка.

Образовавшиеся гидроксиды железа интенсивно коагулируют примеси и другие гидроксиды в крупные плотные частицы, легко выпадающие в осадок, которые захватывают и часть растворенных примесей, таких как фосфаты, сульфаты, карбонаты, кальций, магний и другие.

Далее стоки проходят камеру хлопьеобразования, где интенсивно происходит процесс образования осадка, после чего направляются для осветления в тонкослойный модуль блока очистки поз. К10.5, непосредственно над которым расположен фильтр из вспененного полистирола, обеспечивающий удаление мелкодисперсных примесей и повышение эффективности очистки гальваностоков.

Осветленная от загрязнений вода, пройдя фильтр из вспененного полистирола, сливается в бак поз. В10.1, из которого насосами поз. В10.2 подается для доочистки на сорбционные фильтры поз. В10.3, загруженные алюмосиликатным адсорбентом.

Промывка сорбционных фильтров поз. В10.3, осуществляется водой, подаваемой насосом поз. В11.2 из бака поз. В11.1. Промывка фильтра производится в течение 5...10 мин.

Промывная вода от фильтров поз. В10.3 (ФОВ-1-0.6) отводится в усреднитель поз. К10.1.

Регенерация алюмосиликатной загрузки сорбционных фильтров поз. В10.3 осуществляется путем рециркуляции через слой загрузки последовательно раствора щелочи и сернокислого (хлористого) магния.

Отработанные регенерационные растворы щелочи и магния сбрасываются в усреднитель промывных стоков поз. К10.1.

Регенерация сорбционных фильтров проводится со следующей периодичностью:

- регенерация раствором щелочи – 1 раз в год со сбросом регенерационного раствора в усреднитель поз. К10.1;

- регенерация раствором магния – 1 раз в три месяца, после чего отработанный регенерационный раствор может использоваться несколько раз (сброс отработанного регенерационного раствора магния производится 2 раза в год).

После сорбционных фильтров, полностью очищенная вода, под остаточным напором, поступает в подземный резервуар очищенной воды поз. В11.1 из которого часть очищенной воды сбрасывается в сеть бытовой канализации, а часть возвращается на повторное использование.

Образующийся в процессе очистки гальваностоков осадок из блока очистки поз. К10.5 периодически сбрасывается в двухсекционный илтоуплотнитель поз. О1.1. Одновременно, за счет движения жидкости сверху вниз, удаляются частицы, задержанные полистирольным фильтром, то есть происходит их регенерация.

После 3-5 часового отстаивания происходит снижение влажности осадка и уменьшение его объема.

Декантат, образующийся в илоуплотнителе поз.О1.1, в процессе отстаивания осадка, самотеком сбрасывается в усреднители поз. К10.1.

Уплотненный в осадкоуплотнителе поз. О1.1 осадок, насосом поз. О1.2 подается на вакуум-фильтр поз. О1.3, где обезвоживается до влажности 70% и вывозится на захоронение.

Методика выполнения работы

1. Занятия в лаборатории.

На теоретическом уровне изучить сущность метода электрокоагуляции при очистке гальванических стоков (на примере технологической схемы очистки сточных вод на локальных очистных сооружениях (ЛОС) ПРУП “Брестский электротехнический завод”).

2. Экскурсия на ЛОС ПРУП “Брестский электротехнический завод”.

2.1. Практически закрепить теоретические знания по очистке гальванических сточных вод методом электрокоагуляции

2.2. Изучить конструкцию и принцип работы оборудования, применяемого в технологической схеме очистки гальванических стоков.

2.3. По данным журнала лабораторного контроля за ходом очистки сточных вод, оценить качество воды до и после очистки по показателям: рН, концентрация хрома (III), хрома (VI), концентрация никеля (II) и др.

2.4. Дать оценку технологической эффективности метода электрокоагуляции при обезвреживании гальванических сточных вод.

Обработка экспериментальных данных

Таблица 6.1 – Результаты измерений

Наименование показателя	Единицы измерения	Значение показателя в сточной воде		Эффект очистки, %
		до очистки	после очистки	
1	2	3	4	5

Контрольные вопросы

1. Какие категории сточных вод образуются на территории ПРУП “Брестский электротехнический завод”?

2. Объясните сущность электрокоагуляционного метода очистки хромсодержащих сточных вод.

3. Какую реакцию среды необходимо поддерживать в рецикловом баке для обеспечения требуемой концентрации ионов Fe^{2+} ? За счет чего происходит создание требуемой реакции среды?

4. При каком уровне рН происходит образование нерастворимых или слабо-растворимых гидроксидных соединений? Как обеспечивается требуемый уровень рН?

5. Какие сооружения в технологической схеме предназначены для осветления и доочистки сточных вод?

6. Изложите последовательность обработки осадка, образующегося при очистке хромсодержащих сточных вод.

Определение pH электрометрическим методом

Сущность метода. Электрометрический метод определения pH основан на измерении разности потенциалов, возникающей на поверхности раздела между стеклянным электродом и раствором. Он представляет собой трубку с напаянным на конце полым шариком из литиевого электродного стекла. При погружении электрода в раствор между поверхностью шарика и раствором происходит обмен ионами, в результате которого ионы лития в поверхностных слоях стекла замещаются ионами водорода, и стеклянный электрод приобретает свойства водородного. При изменении pH на единицу потенциал стеклянного электрода изменяется на 58,1 мВ (при 20°C). Пределы линейной подчиненности потенциала электрода зависят от состава стекла электрода. Современные стеклянные электроды позволяют измерять pH от 0 до 14.

В качестве вспомогательного электрода сравнения при измерении pH используют хлорсеребряный электрод, корпус которого заполняется насыщенным раствором хлорида калия. Верхняя часть корпуса с отверстием для заливки хлорида калия закрывается резиновой пробкой, которая при измерениях вынимается.

Аппаратура: иономер лабораторный И-130М со стеклянным измерительным электродом ЭСЛ-43-07 и хлорсеребряным электродом сравнения ЭВЛ-1М.3.1.

Реактивы: 1) буферный раствор с pH 1,68 при 20°C (0,05М раствор тригидродиоксалата калия); 2) буферный раствор с pH 4 при 20°C (0,05М раствор гидрофталата калия); 3) буферный раствор с pH 6,98 при 20°C (0,025М раствор дигидроортофосфата калия и 0,025М гидроортофосфата натрия); 4) буферный раствор с pH 9,22 при 20°C (0,01М раствор тетрабората натрия). Буферные растворы хранят в посуде из полиэтилена или стекла «пирекс».

Подготовка к работе. Измерительный электрод подключается к гнезду «Изм.», вспомогательный – к гнезду «Всп.». Переключатель рода работ устанавливается в положение рХ⁺(рН). Переключатель вида термокомпенсации на передней панели прибора устанавливается в положение «ручн.» (рекомендуется при постоянной температуре раствора). Электроды и термометр устанавливаются на штативе. Иономер включается в сеть и прогревается в течении 30 мин.

Настройка иономера. Перед измерением pH проверяют прибор по стандартным буферным растворам. Погружают электродную систему и термометр в первый буферный раствор. Определяют температуру раствора и устанавливают значение температуры раствора органами настройки «t раств. °С». После установления показаний, если они отличаются от стандартного значения, настраивают прибор. Для этого нажимают кнопку «Инд.» и ориентируясь по показаниям цифрового табло органами настройки «рХ_в» устанавливают значение pH первого буферного раствора. Затем отжимают кнопку «Инд.». Удаляют пробу с первым буферным раствором, электроды промывают дистиллированной водой, удаляют остатки воды фильтровальной бумагой и погружают во второй буферный раствор. После установления показаний органами настройки крутизны «S %» устанавливают значение pH второго буферного раствора при данной температуре.

Ход измерения. Электродную систему погружают в исследуемый раствор и по показаниям цифрового табло отсчитывают величину потенциала стеклянного электрода в единицах pH, округляя результаты до 0,05...0,1.

Фотометрический метод определения шестивалентного хрома с дифенилкарбазидом

Сущность метода. Дифенилкарбазид реагирует в кислой среде с бихромат-ионами с образованием соединения фиолетового цвета, в котором хром содержится в восстановленной форме, в виде хрома (III), а дифенилкарбазид окислен до дифенилкарбазона. Метод очень чувствителен: при $\lambda = 540$ нм молярный коэффициент поглощения $\epsilon = 4,2 \cdot 10^4$.

Аппаратура: спектрофотометр SP-830 plus.

Подготовка к работе. После включения дать прибору прогреться в течении 30 минут. Нажатием «100», «010» и «001» установить длину волны λ (нм), нажатием «A/T/C» выбрать режим A (абсорбции света).

Измерение оптической плотности. Вставить кювету с холостой пробой в кюветодержатель и закрыть крышку кюветного отделения, нажать «BLANK». Заменить кювету с холостой пробой на кювету с измеряемым образцом, закрыть крышку. На дисплее снять показания в единицах оптической плотности.

Реактивы: дифенилкарбазид, 0,1%-ный спиртовой раствор; серная кислота, 2 н. раствор.

Построение калибровочного графика. Приготовить методом разбавления раствор $K_2Cr_2O_7$ в дистиллированной воде с концентрацией хрома 1 мг/дм^3 (растворить 0,7071 г просушенного $K_2Cr_2O_7$ в 1 дм^3 дистиллированной воды, затем отобрать 4 см^3 полученного раствора и разбавить до 1 дм^3). В ряд мерных колб емкостью 100 мл отмерить 1, 2, 5, 10, 20, 35, 50 см^3 раствора с концентрацией хрома 1 мг/дм^3 и довести объемы до метки. Полученные растворы имеют концентрации хрома: 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,35; 0,5 мг/дм^3 . Перелить растворы в конические колбы емкостью 100 мл. Ко всем растворам прилить $1,25 \text{ см}^3$ 2 н. H_2SO_4 , 1 см^3 0,1% раствора дифенилкарбазиды, перемешать и через 10 минут определить оптическую плотность на длине волны $\lambda = 540$ нм. Из полученных значений оптической плотности вычесть результат холостого определения и построить график в координатах: оптическая плотность - концентрация хрома (VI).

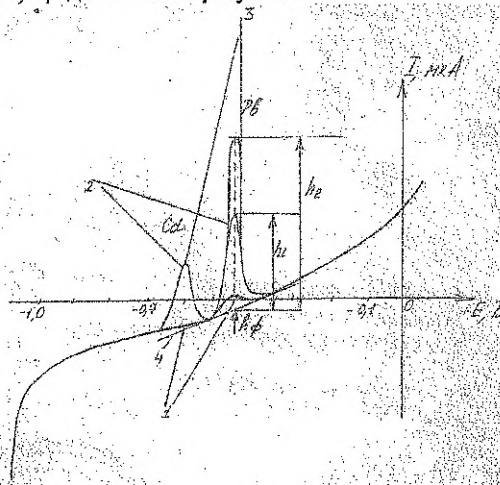
Ход определения хрома (VI). В 3 конических колбы емкостью 100 мл поместить по 50 см^3 профильтрованной пробы, предварительно разбавленной так, чтобы в пробе содержалось 0,01...0,5 мг/дм^3 хрома. Затем пробу в одной из колб нейтрализовать 0,1 н. раствором едкой щелочи по фенолфталеину до слабо-розового окрашивания, в другой нейтрализовать таким же объемом раствора едкой щелочи, но без прибавления индикатора, прилить $0,62 \text{ см}^3$ 2 н. раствора H_2SO_4 и $0,5 \text{ см}^3$ 0,1% раствора дифенилкарбазиды и через 10...15 мин определить оптическую плотность раствора по отношению к пробе в третьей колбе, к которой прибавить все реактивы, кроме дифенилкарбазиды. Измерение проводить при $\lambda = 540$ нм. По калибровочному графику определить концентрацию шестивалентного хрома (при необходимости учесть разбавление пробы).

Определение концентрации ионов меди методом инверсионной вольтамперометрии

Сущность метода. Метод инверсионной вольтамперометрии основан на способности металлов электрохимически осаждаться из анализируемого раствора на индикаторном электроде при постоянном потенциале, а затем растворятся в процессе анодной поляризации при определенном потенциале, характерном для каждого металла. Процесс электроосаждения каждого металла на индикаторном электроде происходит при заданном потенциале электролиза в течение определенного времени. Электрорастворение металлов проводят в режиме линейноменяющегося потенциала с заданной скоростью его изменения.

Один цикл измерений включает в себя четыре стадии: три предварительные (регенерация, накопление, успокоение), протекающие в потенциостатическом режиме, и четвертая — измерительная, в течение которой происходит растворение металлов с поверхности электрода. На измерительной стадии регистрируют вольтамперную кривую. Регистрируемая вольтамперограмма содержит аналитические сигналы (максимальные анодные токи) определяемых металлов. Аналитический сигнал металла прямо пропорционально зависит от его концентрации. Массовые концентрации металлов в испытуемом растворе пробы определяют по методу добавок аттестованных растворов определяемых металлов.

Пример вольтамперограммы, полученный методом инверсионной вольтамперометрии (ИВА) представлен на рисунке 1.



1 — раствор фона (пик растворения кадмия отсутствует, h_0 — высота пика растворения следов свинца); 2 — анализируемый раствор (появляется пик растворения кадмия и увеличивается пик растворения свинца, характеризуемый высотой h_1); 3 — анализируемый раствор после введения в него добавки калибровочного раствора свинца (высота пика растворения свинца h_2 примерно равна $2h_1$)

Рисунок 1 — Вольтамперограммы, полученные методом ИВА

Реактивы:

Бидистиллированная вода.

Раствор азотной кислоты с плотностью 1,21 г/см³ и концентрацией 6,46 моль/л, осч.

Раствор нитрата калия с концентрацией 1 моль/см³.

Фоновый раствор, содержащий, содержащий 0,2 моль/дм³ KNO₃ и 0,02 моль/дм³ HNO₃. Фоновый раствор предназначен для заполнения электрохимической ячейки, он приготавливается из растворов азотной кислоты и нитрата калия, приведенных выше, в объеме 0,1, 0,5 или 1 дм³ в зависимости от количества анализов. Срок хранения фонового раствора в колбе с притертой пробкой не более 1-го месяца.

0,25 н. стандартный раствор. 12,258 г бихромата калия, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105°C, растворяют в дистиллированной воде и разбавляют раствором водой до 1 дм³.

Концентрированный раствор азотнокислой ртути, содержащий 0,05 моль/дм³ Hg(NO₃)₂ (10 г/дм³ в пересчете на металл) и 0,26 моль/дм³ HNO₃ раствор.

Разбавленный раствор азотнокислой ртути, приготавливается из концентрированного раствора азотнокислой ртути путем его разбавления бидистиллированной водой в 10 раз. Данный раствор вводят непосредственно в ячейку перед проведением измерений по 3 капли на 15 мл анализируемого раствора. Срок хранения разбавленного раствора азотнокислой ртути в колбе с притертой пробкой не более 3-х месяцев.

Стандартные растворы ионов меди с концентрациями 50 мг/дм³ и 0,5 мг/дм³. Приготавливаются методом последовательного разбавления фоновым раствором из ампул ГСО. Раствор ионов меди с концентрацией 0,5 мг/дм³ и ниже хранится не более 10 суток до проведения измерений.

Аппаратура: анализатор вольтамперометрический АВА-1 в комплекте с приставкой АВА-1s и персональным компьютером.

Подготовка к работе. Проверить подключение соединительных кабелей между измерительным блоком и приставкой АВА-1s, между приставкой АВА-1s и персональным компьютером, между измерительным блоком и электрохимической ячейкой, а также сетевых кабелей. Включить компьютер измерительный блок и приставку АВА-1s в сеть. Установить следующие параметры на измерительном блоке: Кнопка «ДИВА ВКЛ» отжата; масштаб тока – 100 мкА/В; кнопка «ПУСК» отжата; кнопка «ЭКВ/ЯЧЕЙКА» – отжата; остальные кнопки на измерительном блоке могут находиться в произвольном положении.

Выполнить проверку функционирования аппаратуры на встроенном электрическом эквиваленте ячейки. Для этого запустить программу «Сбор данных», ярлык которой находится на рабочем столе, после этого появится окно «Параметры эксперимента» — нажать ОК. После этого появится окно «Объект». Нажать кнопку «Проба» правой клавишей мыши, затем в появившемся окне нажать левой клавишей мыши кнопку «Пуск». При этом начинается работа прибора АВА-1 в тестовом режиме, последовательно протекают стадии регенерации, накопления, успокоения, развертки потенциала. Данный цикл повторяется

два раза. После этого происходит передача и сохранения данных и построение вольтамперной характеристики встроенной ячейки — наклонная зависимости тока от потенциала. Если вольтамперная кривая имеет вид прямой линии под углом 45 градусов к оси ОХ, то можно приступить к измерению.

В первую очередь пипеткой в электролитическую ячейку вливается 15 см³ фоновый раствор и туда же добавляется 3 капли раствора с концентрацией ионов ртути 1 г/см³. Также в ячейку вставляются вспомогательный электрод и электрод сравнения.

Далее выполняется проверка бестокового потенциала. Для этого необходимо на измерительном блоке нажать следующие кнопки: «Е СТАЦ», «ЭКВ/ЯЧЕЙКА», «Е/І», после этого на цифровом вольтметре измерительного блока будет показано значение бестокового потенциала между рабочим электродом и электродом сравнения, который должен составлять в пределах +150...+650 мВ. Если бестоковый потенциал принимает отрицательное значение, то в цепи имеется разрыв, который необходимо найти и устранить.

После проверки бестокового потенциала можно приступить к измерениям. В первую очередь производится измерение на фоновом растворе. Для этого необходимо отжать кнопку «Е СТАЦ» и запустить компьютерную программу по вышеописанной методике и выбрать пункт «Фоновый раствор». После измерения фонового раствора необходимо проанализировать вольтамперную кривую фона. Высота пиков элементов должна быть не более 5 мкА (критерий чистоты используемых растворов), а угол наклона кривой должен быть не более 30° относительно оси ОХ. Если данное условие выполняется, то электрохимическую ячейку и используемые растворы можно считать чистыми, а рабочий электрод — готовым к работе.

Ход измерения. Вылить фоновый раствор и внести в электрохимическую ячейку первую часть подготовленной к измерениям пробы. При этом необходимо придерживаться рекомендации по подбору аликвотной части пробы в зависимости от ожидаемой концентрации элементов в пробе (см. таблица 1).

Таблица 1 — Подбор аликвотной части пробы для анализа.

Поддиапазон измеряемых концентраций ионов металлов (кг/дм ³)	Степень разбавления пробы фоном (количество раз)	Аликвота пробы
менее 50	—	15 см ³ пробы
50...500	10	1,5 см ³ пробы +13,5 см ³ фона.
500...1000	20	0,75 см ³ пробы +14,25 см ³ фона.

Всего при каждом измерении пробы снимается две вольтамперные кривые.

Далее в раствор с пробой вводится добавка калибровочного раствора так, чтобы концентрация меди в пробе после добавки увеличилась примерно в 2 раза, для этого нужно взять раствор меди с такой концентрацией, чтобы объем добавки был не более 1 см³. В таблице 2 представлены рекомендуемые объемы добавок, вводимых в пробу.

Таблица 2 – Рекомендуемые объемы добавок.

Объем раствора пробы в ячейке, $см^3$	Предварительно определенная концентрация металла в ячейке ($мкг/дм^3$)	Массовая концентрация градуировочного раствора, $мг/дм^3$.	Объем добавки, вводимой из градуировочного раствора в пробу, $см^3$
15	5	1	0,08
15	10	1	0,15
15	20	1	0,3
15	30	10	0,05
15	40	10	0,06
15	50	10	0,08
15	60	10	0,09

Также снимаются две вольтамперные кривые пробы с добавкой.

После этого произвести измерение второй части подготовленной пробы.

Расчет. Во всех измерениях необходимо идентифицировать пик меди, находящийся в области потенциалов +40...+250 мВ:

Величину концентрации ионов меди в анализируемом растворе рассчитывают по формуле:

$$C_M = \frac{C_D \cdot V_D \cdot (\bar{h}_1 - \bar{h}_D)}{V_{\text{яч}} \cdot (\bar{h}_2 - \bar{h}_1) + V_D \cdot (\bar{h}_2 - \bar{h}_D)}$$

C_M – концентрация ионов меди в растворе пробы, $мкг/дм^3$;

C_D – концентрация ионов меди в растворе добавки, $мкг/дм^3$;

V_D – объем добавки, $см^3$;

$V_{\text{яч}}$ – объем раствора в ячейке ($V_{\text{фон}} + V_{\text{проба}} = 15$), $см^3$;

\bar{h}_1 – среднее арифметическое значение высоты пика меди в пробе, мм;

\bar{h}_2 – среднее арифметическое значение высоты пика меди в пробе с добавкой,

мм;

\bar{h}_D – среднее арифметическое значение высоты пика меди в фоне, мм.

При наличии в фоновом растворе следов меди вводится поправка. Исправленный результат получают по формуле:

$$C_M^{\text{исп}} = C_M - C_M^{\text{фон}}$$

$C_M^{\text{фон}}$ – концентрация меди в фоновом растворе, которая может быть определена при анализе фона как пробы, при этом надо в предыдущей формуле принять $\bar{h}_D = 0$ при расчете концентрации, $мкг/дм^3$.

В заключении рассчитывается среднеарифметическое значение концентрации элемента в первой и второй частях пробы по формуле:

$$\bar{C}_M = \frac{C_{M1}^{\text{исп}} + C_{M2}^{\text{исп}}}{2}$$

Методика определения свинца в водных растворах методом инверсионной вольтамперометрии с использованием анализатора АВА-3

ABA - Аналитика

Исследователь: Павлова В. С.

Описание: Вода из колодца

Предполагаемый элемент: Сд. Рв. Св. - Фенитратный

Тип объекта: Вода и растворы

Объект:

Параметры:

	U (В)	t (сек)
Регенерация	300	10
Предобработка	1, 300, 2, 10	
Накопление	-1150	30
Услоение	-1100	10
Скорость развертки	500	
Калибровка	1	

OK

1. Зарегистрируйтесь

ABA - Аналитика

Исследователь: Семин А. Н.

Описание: Вода из колодца

Предполагаемый элемент: Сд. Рв. Св. - Фенитратный

Тип объекта: Вода и растворы

Объект:

Параметры:

	U (В)	t (сек)
Регенерация	300	10
Предобработка	1, 300, 2, 10	
Накопление	-1150	30
Услоение	-1100	10
Скорость развертки	500	
Калибровка	1	

OK

2. Укажите объект исследования

ABA - Аналитика

Исследователь: Семин А. Н.

Описание: Вода из колодца

Предполагаемый элемент: Сд. Рв. Св. - Фенитратный

Тип объекта: Сд. Рв. Св. - Хлоридный фон

Объект: Вод. - Фенитратный

Параметры:

	U (В)	t (сек)
Регенерация	300	10
Предобработка	1, 300, 2, 10	
Накопление	-1150	30
Услоение	-1100	10
Скорость развертки	500	
Калибровка	1	

OK

3. Выберите элементы, которые Вы хотите определять и фоновый раствор

ABA - Аналитика

Исследователь: Семин А. Н.

Описание: Вода из колодца

Предполагаемый элемент: Сд. Рв. Св. - Хлоридный фон

Тип объекта: Вода и растворы

Объект: Анализатор

Параметры:

	U (В)	t (сек)
Регенерация	300	10
Предобработка	1, 300, 2, 10	
Накопление	-1150	30
Услоение	-1100	10
Скорость развертки	500	
Калибровка	1	

OK

4. Выберите объект, в котором находятся определяемые элементы

ABA - Аналитика

Исследователь: Семин А. Н.

Описание: Вода из колодца

Предполагаемый элемент: Сд. Рв. Св. - Хлоридный фон

Тип объекта: Вода и растворы

Объект: Вод. - Фенитратный

Параметры:

	U (В)	t (сек)
Регенерация	300	10
Предобработка	1, 300, 2, 10	
Накопление	-1150	30
Услоение	-1100	10
Скорость развертки	500	
Калибровка	1	

OK

5. В зависимости от предполагаемой концентрации определяемого элемента, устанавливаем время накопления. Чем меньше концентрация – тем больше время накопления

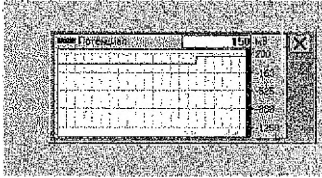
ABA

Эксперимент: Свинца Окно: Свинца Справка: Свинца

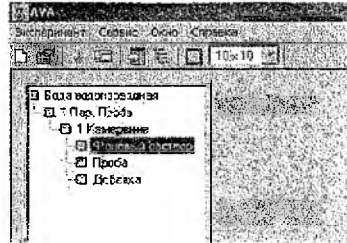
Вольтампер

- Вода из колодца
- 1 Пер. Плата
- 2 Измерение
- 2 Измерение
- Плата
- Добавка

6. Проверьте бестоковый потенциал, нажав на соответствующую клавишу



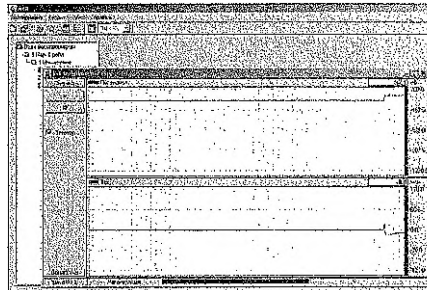
7. Приемлемым является бестоковый потенциал в интервале от 100 мВ до 700 мВ



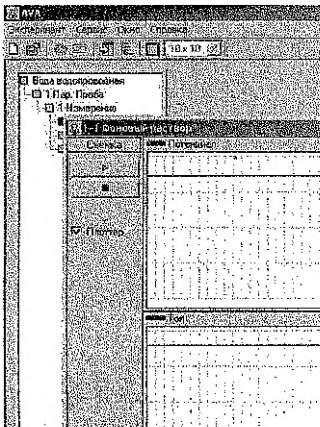
8. Нажатием правой клавиши мыши, приступаем к измерению фонового раствора



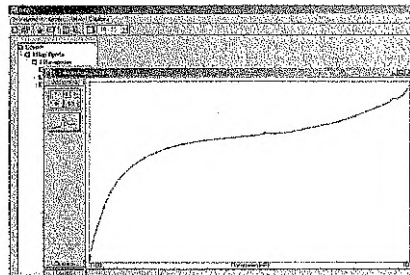
9. Для начала эксперимента, левой клавишей мыши нажимаем на кнопку



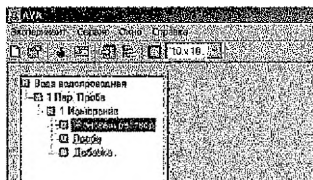
10. Процесс регенерации, накопления, успокоения и развертки происходит в автоматическом режиме



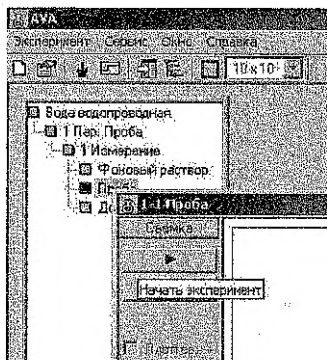
11. На стадии «накопление» происходит перемешивание раствора вращением электрода



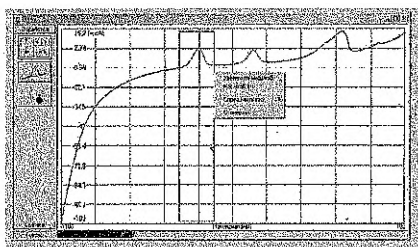
12. Прибор регистрирует вольтамперную кривую фонового раствора



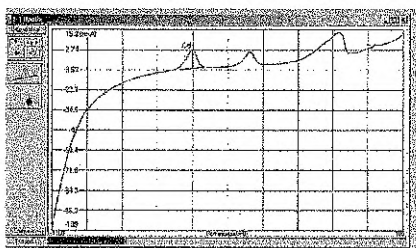
13. Приступаем к измерению пробы



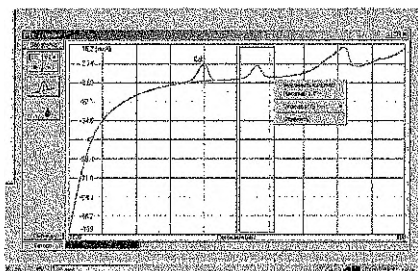
14. Начинаем эксперимент



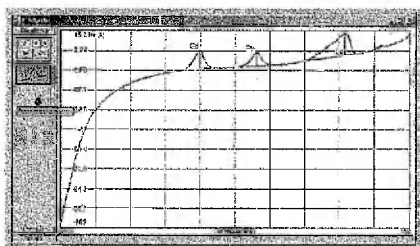
15. Нажав левую клавишу мыши «подскажем» пики соответствующих элементов



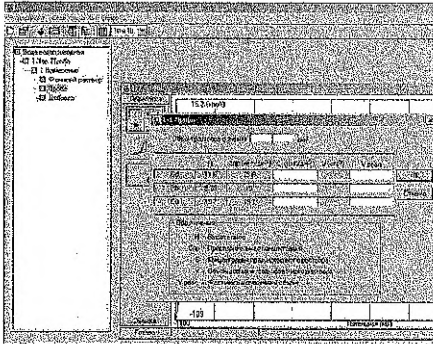
16. «Подсеченный» пик кадмия



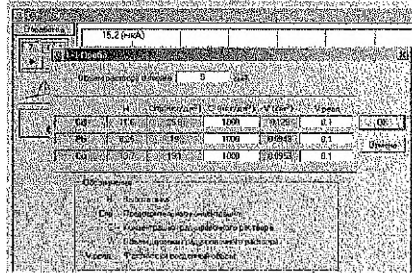
17. Подобным образом «подскажем» пики всех определяемых элем.



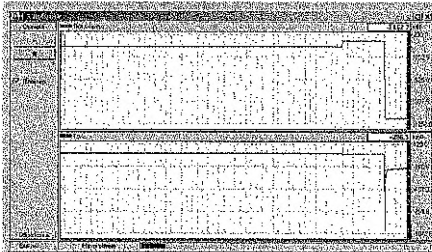
18. Для установления параметров добавки нажимаем соответствующую клавишу



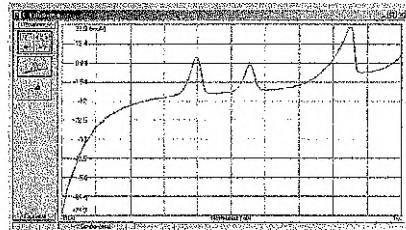
19. В данном окне вводим объем пробы в ячейке, а также концентрацию и объем добавки градуировочного раствора для всех найденных элементов



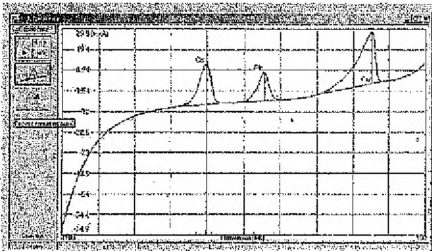
20. Для подтверждения выбранных значений нажимаем «ОК»



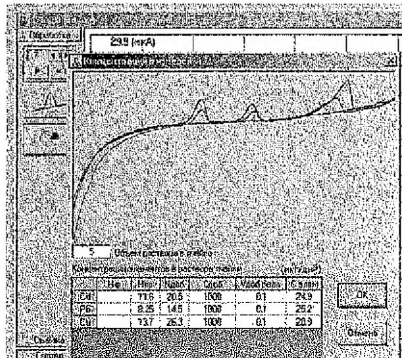
21. Производим измерение добавки



22. Подскаем полученные пики



23. Для расчета концентрации нажимаем



24. Получаем результат.

Получение озонированной воды и определение в ней концентрации озона

Сущность метода. Суть метода заключается в дозировании озона в виде водного раствора, что позволяет сравнительно точно учитывать вводимую дозу. Озонированная вода получается путем пропускания озono-кислородной смеси в контактной колонке через дистиллированную воду. Концентрация озона в озонированной воде определяется инструментальным методом с помощью озонометра МЕДОЗОН 245/8 (Ж-30). Прибор работает по принципу измерения поглощения УФ-излучения ртутной лампы на длине волны $\lambda = 255 \text{ нм}$.

Аппаратура: озонометр МЕДОЗОН 245/8 (Ж-30), кварцевая кювета с длиной оптического пути 10 мм, лабораторная установка для получения озонированной воды.

Подготовка к работе.

Озонированная вода получается с помощью установки, описанной в лабораторной работе №4 (рисунок 4.1).

Ход работы.

Залить в контактную колонку 1,8 литра дистиллированной воды, запустить в работу концентратор кислорода, с помощью регулятора установить требуемый расход кислорода, включить электропитание озономеров МЕДОЗОН 254/5 и МЕДОЗОН 245/8 (Ж-30), дать озономерам прогреться в течении 10 мин. Залить в кварцевую кювету озонометра МЕДОЗОН 245/8 (Ж-30) дистиллированную воду, вставить кювету в кюветное отделение прибора прозрачной стороной перпендикулярно световому потоку, нажать кнопку «Эталон», при этом должен появиться звуковой сигнал. Через несколько секунд после появления звукового сигнала повторно нажать кнопку «Эталон». Включить водяное охлаждение озонатора, включить электропитание озонатора PLATON 10/2, постепенно регулятором концентрации установить требуемую концентрацию озона в озono-кислородной смеси, барботировать озono-кислородную смесь через дистиллированную воду в контактной колонке в течении 20 мин. Отобрать пробу озонированной воды из контактной колонки, заменить в кварцевой кювете озонометра МЕДОЗОН 245/8 (Ж-30) дистиллированную воду озонированной водой, вставить кювету в кюветное отделение, нажать кнопку «Измерение». На цифровом табло снять значение концентрации озона в дистиллированной воде (мг/дм^3).

Определение концентрации ароматических соединений методом УФ-спектроскопии

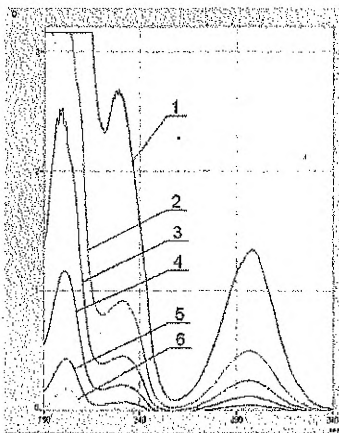
Спектры поглощения органических соединений в УФ-области в зависимости от электронного строения соединения обуславливаются различными электронными переходами и состоят из нескольких максимумов поглощения на различных длинах волн при возбуждении различных электронных уровней. Существуют следующие полосы поглощения, обусловленные переходом электрона со связывающей π -орбитали на разрыхляющую π^* -орбиталь (обозначается $\pi \rightarrow \pi^*$) — *K*-полосы, *E*-полосы и *B*-полосы. *E*-полосы и *B*-полосы характерны для ароматических соединений, они обусловлены запрещенными электронными переходами в высокосимметричной молекуле бензола. Интенсивность *K*-полосы ароматических соединений наиболее высокая, однако данная полоса расположена в более дальней УФ-области (к примеру для бензола на длине волны 184 нм.).

Интенсивность *E*-полосы примерно на порядок ниже чем *K*-полосы (молярный коэффициент поглощения *K*-полосы бензола — 60000, молярный коэффициент поглощения *E*-полосы бензола — 7900), но она расположена в более близкой УФ-области (для бензола на длине волны 204 нм.), что облегчает ее обнаружение с помощью кварцевой УФ-спектроскопии. *B*-полосы ароматических соединений имеют еще более низкую интенсивность (молярный коэффициент поглощения от сотен до тысяч единиц), но эти полосы находятся в области длин выше 250 нм. Именно данные полосы, несмотря на их невысокую интенсивность наиболее подходят для идентификации ароматических и многих гетероциклических веществ в природных и сточных водах. Это обусловлено тем, что в данных водах практически всегда присутствуют различные примеси, такие как ионы тяжелых металлов (особенно железо), которые интенсивно поглощают УФ-излучение в области ниже 250 нм., тем самым перекрывая и накладываются на *K*-полосы и *E*-полосы органических соединений.

На рисунке, приведенном ниже, представлены спектры поглощения раствора салициловой кислоты (*o*-оксибензойная кислота) в дистиллированной воде при различных концентрациях в диапазоне длин волн 190...380 нм (кварцевая УФ-спектрометрия). На спектрах четко видны *K*, *E* и *B*-полосы поглощения. Видно, что *K*-полоса поглощения находится на длине волны 201 нм, *E*-полоса — на длине волны 232 нм, *B*-полоса на длине волны 298 нм. Их интенсивность определяется высотой пика. К примеру, оптическая плотность *K*-полосы спектра, соответствующего концентрации салициловой кислоты 10 мг/дм³, составляет 2,5. Оптическая плотность *E*-полосы значительно ниже, и составляет 0,45, а оптическая плотность *B*-полосы еще ниже и составляет 0,25.

Для точного фиксирования интенсивности поглощения необходимо после снятия спектра поглощения вещества с помощью программного обеспечения спектрофотометра, используя меню «обработка», выбрать «поиск экстремумов» и далее выбрав «поиск максимумов» найти максимумы поглощения.

Для определения уровня поглощения ароматического органического соединения на *B*-полосе отметить высоту максимального пика, расположенного в диапазоне длин волн 250...350 нм.



- 1 — 50 мг/дм³;
- 2 — 20 мг/дм³;
- 3 — 10 мг/дм³;
- 4 — 5 мг/дм³;
- 5 — 2 мг/дм³;
- 6 — 1 мг/дм³.

Рисунок 1 — Спектры поглощения салициловой кислоты в дистиллированной воде

Концентрация вещества по известному уровню поглощения (в данном случае на длине волны, соответствующей В-полосе) определяется из соотношения Бугера-Ламберта-Бера:

$$m = \frac{D}{\varepsilon \cdot l}$$

m — молярная концентрация, $\text{моль}/\text{дм}^3$;

D — оптическая плотность;

ε — молярный коэффициент поглощения, $\text{дм}^3/\text{моль} \cdot \text{см}$;

l — длина пути света в образце, см .

Для перевода молярной концентрации в весовую концентрацию используется формула:

$$C = m \cdot M$$

C — весовая концентрация, $\text{г}/\text{дм}^3$;

m — молярная концентрация, $\text{моль}/\text{дм}^3$;

M — вес одного моля вещества, $\text{г}/\text{моль}$.

ЛИТЕРАТУРА

1. ТКП 45-4.01-202-2010 - Очистные сооружения сточных вод. Строительные нормы проектирования.
2. СНиП 2.04.03-84. Строительные нормы и правила. Канализация. Наружные сети и сооружения. — М.: ЦИТП, 1986. — 72 с.
3. Водоотводящие системы промышленных предприятий: Учеб. для вузов / С.В. Яковлев, Я.А. Карелин, Ю.М. Ласков, Ю.В. Воронов; Под ред. С.В. Яковлева. - М.: Стройиздат, 1990.- 511 с.
4. Канализация населенных мест и промышленных предприятий/ Н.И. Лахачев, И.И. Ларин, С.А. Хаскин и др.; Под ред. В.Н. Самохина. — М.: Стройиздат, 1981. — 639 с. — (Справочник проектировщика).
5. Жуков А.И., Демидов Л.Г., Монгайт И.Л., Родзиллер И.Д. Канализация промышленных предприятий. М.: Стройиздат, 1969. — 375 с.
6. Урецкий Е.А. Ресурсосберегающие технологии в водном хозяйстве промышленных предприятий. Брест.: Издательство БрГТУ, 2008. — 320 с.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 НЕЙТРАЛИЗАЦИЯ СТОЧНЫХ ВОД	4
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 ОЧИСТКА СТОЧНЫХ ВОД ОТ СОЕДИНЕНИЙ ХРОМА	7
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 УДАЛЕНИЕ ИОНОВ МЕДИ ИЗ ПРОМЫВНЫХ РАСТВОРОВ ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ ЦЕХОВ И УЧАСТКОВ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ	11
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 ОЧИСТКА ПРОИЗВОДСВЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ОТ СВИНЦА	14
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 ОЧИСТКА ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ОТ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ ОЗОНИРОВАНИЕМ	17
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 ИЗУЧЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ СХМЫ ОЧИСТКИ ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ СТОКОВ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОКОАГУЛЯЦИИ	22
Приложение 1 Определение pH электрометрическим методом	26
Приложение 2 Фотометрический метод определения шестивалентного хрома	27
Приложение 3 Определение концентрации ионов меди методом инверсионной вольтамперометрии	28
Приложение 4 Методика определения свинца в водных растворах методом инверсионной вольтамперометрии с использованием анализатора АВА-3	32
Приложение 5 Получение озонированной воды и определение в ней концентрации озона	36
Приложение 6 Определение концентрации ароматических соединений методом УФ-спектроскопии	36
ЛИТЕРАТУРА	38

Учебное издание

Составители:

*Белов Сергей Григорьевич
Житенёв Борис Николаевич
Наумчик Григорий Остапович*

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к выполнению лабораторных работ по дисциплине:

**«Водоотведение и очистка сточных вод
промышленных предприятий»**

для студентов специальности 1-70 04 03

«Водоснабжение, водоотведение и охрана водных ресурсов»,
специализации 1-70 04 03 03 «Очистка природных и сточных вод»

Текст печатается в авторской редакции

Ответственный за выпуск: Наумчик Г.О.

Редактор: Боровикова Е.А.

Компьютерная вёрстка: Соколюк А.П.

Подписано в печать 08.09.2015 г. Формат 60x84 ¹/₁₆. Бумага «Performer».
Гарнитура «Times New Roman». Усл. печ. л. 2,33. Уч. изд. л. 2,5. Заказ № 913. Тираж 70 экз.
Отпечатано на ризографе учреждения образования «Брестский государственный
технический университет». 224017, г. Брест, ул. Московская, 267.