Записки Ленинградского ордена Ленина и ордена Трудового Красного Знамени горного института им. Г. В. Плеханова, т. LIV, вып. 3, 1973 г.

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕАГЕНТА ОП-4

В. Л. Пархомовский

Реагент ОП-4 представляет собой оксиэтилированный алкилфенол со средней степенью оксиэтилирования, равной 4, и применяется при флотации руд.

Для количественного определения такого рода поверхностно-активных веществ (ПАВ) предложены различные методы [1, 2, 4, 5]. Однако почти все они применялись для анализа либо чистых ПАВ, либо сравнительно концентрированных растворов. При этом обычно определялись хорошо растворимые в воде, в отличие от ОП-4, ПАВ типа ОП-7 и ОП-10, имеющие большую степень оксиэтилирования.

Учитывая химическое строение реагента ОП-4, в настоящей работе рассматривается метод определения малых количеств его по оксиэтильным группам.

За основу взят колориметрический метод Стефенсона [6], использующий способность ПАВ образовывать труднорастворимое соединение по реакции с хлористым барием и фосфорно-молибденовой кислотой. Однако, как показали наши исследования, при содержании сульфат-ионов выше 0,25 *г/л* применение хлористого бария приводит к отклонению от основного закона светопоглощения, вероятно, вследствие сорбции фосфорно-молибденовой кислоты осадком сульфата бария. Вместе с тем Харада и Кимура [3] показали, что оксиэтилированные соединения в присутствии фосфорно-молибденовой кислоты дают осадки также и с хлористым кальцием. Так как произведение растворимости сульфата кальция во много раз больше произведения растворимости сульфата бария, осаждающим реагентом принят хлористый кальций.

Методика определения реагента ОП-4 применительно к анализу сточных вод обогатительных фабрик заключается в

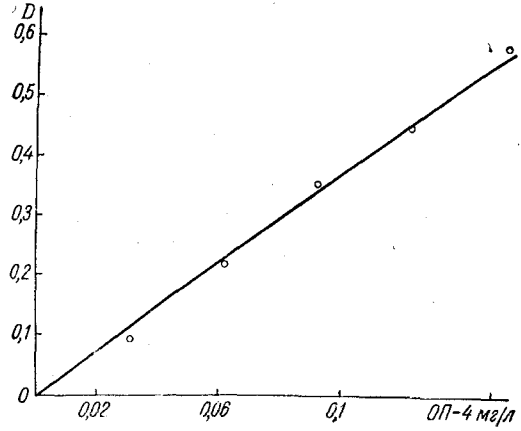
следующем. В центрифужную пробирку емкостью 15 *мл* отбирают 5—10 *мл* сточной воды, содержащей от 1 до 10 *мг/л* реагента ОП-4. Затем прибавляют 3 капли соляной кислоты 1 : 4, 1 *мл* 20%-ного раствора хлористого кальция и 2 капли 10%-ного свежеприготовленного раствора фосфорно-молибденовой кислоты. После добавления каждого реактива содержимое пробирки тщательно перемешивают. Так как осадок выпадает не сразу, то для ускорения реакции необходимо после добавления фосфорно-молибденовой кислоты потереть о стенки пробирки стеклянной палочкой. Потом пробирку центрифугируют 45 *мин* при скорости 3000 *об/мин,* либо 35 *мин* при скорости 4000 *об/мин.* Осветленный раствор сливают, а осадок промывают 5 *мл* дистиллированной воды, взмучивая его, и центрифугируют 20 *мин* при выбранной скорости. Такую промывку делают дважды.

Промытый осадок растворяют в 1,7 *мл* концентрированной серной кислоты. После 15 *мин* выдержки в пробирку прибавляют 5 *мл* дистиллированной воды и охлаждают. К охлажденному раствору приливают 1 *мл* 5%-ного раствора роданистого аммония, 0,5 *мл* 3,5%-ного раствора хлористого олова (3,5 *г* хлористого олова растворяют в 10 *мл* концентрированной соляной кислоты и разбавляют до 100 *мл* водой), каждый раз тщательно перемешивая содержимое пробирки. Полученный раствор переливают в цилиндр емкостью 10 *мл,* доводят дистиллированной водой до 10 *мл,* перемешивают и после 15—20 *мин* выдержки окрашенные растворы просматривают на фотоколориметре по сравнению с холостой пробой в кювете 10 *мм* с синим светофильтром. Если взятая на анализ сточная вода мутная, то перед переводом в цилиндр раствор необходимо отцентрифугировать 10 *мин* при выбранной скорости.

Холостая проба приготавливается следующим образом: к 1,7 *мл* концентрированной серной кислоты прибавляют 5 *мл* дистиллированной и охлаждают. Затем добавляют 1 *мл* роданистого аммония, 0,5 *мл* хлористого олова и 1,8 *мл* дистиллированной воды. Результаты анализа рассчитывают по калибровочной кривой (см. рисунок), которую строят, отбирая в пробирки, куда предварительно добавлено 5 или 10 *мл* дистиллированной воды, от 0,1 до 1 *мл* стандартного уксуснокислого раствора реагента ОП-4 концентрацией 0,1 *мг/мл.* Далее поступают так же, как и при анализе пробы сточной воды.

Результаты анализа можно рассчитать и методом добавок. Тогда все определения проводят с двумя аликвотными частями анализируемой сточной воды, причем к одной из них прибавляют известное количество стандартного раствора реагента ОП-4 (0,2—1,0 *мл*). Содержание реагента в сточной

воде рассчитывают в соответствии с пропорциональностью оптических плотностей концентрациям.



Калибровочный график

Для проверки влияния на результаты анализа по предлагаемому методу различных веществ, обычно сопутствующих реагенту ОП-4 в сточных водах обогатительных фабрик, была искусственно приготовлена сточная вода (аэрофлот 10 *мг/л*; магний 250 *мг/л*; никель 10,0 *мг/л*; кобальт 2 *мг/л*; железо 2 *мг/л;* медь 10,0 *мг/л*; натрий хлористый 1,5 *г/л*; ксантогенат 5,0 *мг/л;* талловое масло 5 *мг/л;* Т-66 2 *мг/л*) и в ней определяли заранее заданное количество реагента ОП-4. В результате установлено, что принятый состав сточной воды не оказывает заметного влияния на анализ.

По такой методике проанализировано несколько проб сточной воды, полученной при обогащении руд Ковдорского месторождения. Для проверки результатов анализа добавляли известное количество реагента ОП-4, а затем находили общее его содержание:

ОП-4, *мг/л*			
Найдено	3,6	3,6	3,6
Добавлено	17,2	8,6	12,9
Получено расчетом	20,8	12,2	16,5
анализом	21,2	11,6	16,1
Ошибка, %	+1,9	- 4,9	—2,4

Таким образом, для определения реагента ОП-4 в сточных водах обогатительных фабрик можно рекомендовать колориметрический метод, основанный на способности оксиэтилиро-

ванных соединений образовывать труднорастворимое соединение с хлористым кальцием в присутствии фосфорно-молибденовой кислоты.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лурье Ю. Ю., Рыбникова А. И. Химический анализ производственных сточных вод. Госхимиздат, 1963.
2. Уно М. Анализ ПАВ. Бюро переводов Всесоюзного ин-та научной и технической информации, № 38442.
3. Шинода К. Коллоидные поверхностно-активные вещества. Мир, 1966.
4. Schönfeld N. Nature, 1953, v. 172.
5. Oliver I., Preston C. Nature, 1949, v. 164.
6. Stevenson D. G. Anal., 1954, v. 79.