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

ОЧИСТКА СТОЧНЫХ ВОД ОТ ФТОР-ИОНА И КОЛЛЕКТОРА АНП

Б. В. Ивановский, С. К. Афанасьев, В. Л. Пархомовский, В. Ф. Смачная

Широкое применение различных веществ при флотации полезных ископаемых засоряет сточные воды, которые, отравляя водоемы, ставят под угрозу нормальное существование живой природы.

Очистке воды от фтор-иона посвящено много работ. А. Е. Анциферова [1], например, применяла белую глину, окись алюминия, мрамор, известковое молоко и сухую известь. При этом концентрация фтора снижалась с 730—1460 до 9,8—15,3 *мг/л*. Очистка кислых сточных вод (pH=2,5) гашеной известью снижает содержание фтор-иона с 500 до 47 *мг/л*, а дальнейшая доочистка сернокислым алюминием — до 1,0—2,0 *мг/л*. В. И. Лайнер рекомендует проводить доочистку ионообменными смолами [2].

Вопросом очистки сточных вод от АНП практически не занимались. В институте Уралмеханобр очистку производили торфом в статических и динамических условиях.

Цель данной работы — стремление довести остаточную концентрацию фтор-иона до 1,5 *мг/л* и коллектора АНП до 0,05 *мг/л*. Для этого при очистке сточной воды от фтор-иона введена предварительная очистка известковым молоком при расходе 2 *г/л* CaO и перемешивании в течение 30 *мин*, что снизило содержание фтора с 60 до 10—12 *мг/л*. Такое высокое остаточное содержание вызвало необходимость двухстадийной очистки. Доочистка воды водной вытяжкой суперфосфата или двойного суперфосфата при расходе первого 3 и второго 1,3 *г/л* с одновременной добавкой известкового молока (2 *г/л*) и времени перемешивания 90 *мин* снижала содержание фтор-иона до санитарной нормы.

Как показали опыты, доочищать воду можно также и оки-

сью магния при расходе последней 4 *г/л* и перемешивании в течение 60 *мин*. Однако это очень дорого. Применение окиси алюминия от 2 до 3 *г/л* не обеспечивает снижения концентрации фтор-иона до санитарной нормы. Использование ионообменных смол приводит к положительным результатам, однако не рекомендуется из-за их значительного расхода и высокой стоимости.

Для очистки сточной воды от коллектора АНП при исходном его содержании 5—6 *мг/л* был испытан ряд таких сорбентов как бурый уголь, торфяной кокс, каменноугольная зола, катиониты КУ-1 и КУ-2, а также окись кальция, окись магния и суперфосфат. Очистку проводили в статических условиях (перемешивание) и изучали влияние природы сорбента и его расход, продолжительность перемешивания, исходную концентрацию АНП, крупность зерна сорбента, pH раствора и продолжительность отстаивания раствора.

В результате установлено, что из всех испытанных веществ наилучшие показатели у процесса с бурым углем (Бабаевское месторождение, содержание гуминовых кислот около 46%). При однократной обработке углем достигается степень очистки, равная 95,5%. Снижение концентрации АНП обеспечивает двухкратная обработка бурым углем при расходе 1 *г/л* и перемешивании в течение 30 *мин* на каждой стадии. Аналогичные результаты достигаются предварительной очисткой сточной воды от фтора известковым молоком и суперфосфатом с последующей однократной доочисткой бурым углем при расходе 1 *г/л* и перемешиванием в течение 30 *мин*.

Для определения остаточной концентрации фтор-иона и коллектора АНП нами опробованы и могут быть рекомендованы следующие методы.

Фтор-ион. Наиболее перспективен метод титрования азотнокислым торием, согласно которому к 50 *мл* сточной воды прибавляют 1 *мл* раствора ализаринсульфоната натрия и по каплям 0,5 н раствора едкого натра до перехода окраски раствора в красную. Затем добавляют 1 *мл* раствора метиленового голубого и 12 капель буферного раствора (растворяется 3, 4 *г* монохлоруксусной кислоты в 30 *мл* воды и разбавляется до 60 *мл;* 38 *мл* этого раствора нейтрализуется по фенолфталеину 20%-ным раствором едкого натра; смешивается с оставшимся раствором монохлоруксусной кислоты и разбавляется водой до 100 *мл*).

Для рабочего раствора должен быть pH=3,6÷3,7. Далее медленно титруют раствором азотнокислого тория до перехода окраски в серо-фиолетовую. Титрантом служат 0,01 и 0,001 н растворы азотнокислого тория. Чувствительность 25 *мкг* в пробе.

Коллектор АНП. Наиболее надежные результаты обеспечивает метод В. П. Живописцева [3], разработанный для определения аминов.

В делительную воронку отбирают 100 *мл* анализируемой воды, чтобы в пробе содержалось от 0,05 до 1,1 *мг* АНП. Затем прибавляют 20 *мл* ацетатного буферного раствора с pH=5,5 и перемешивают. Затем добавляют 15 *мл* хлороформа, 6 *мл* раствора реагента «Аминон» [бис-(4-диметиламинофенил-) — (I—II-сульфофенил-3-метилпиразон-5-ил) карбинол] и содержимое делительной воронки встряхивают в течение 3 *мин*. После двухминутного отстаивания из хлороформенного экстракта пипеткой отбирают 5 *мл*, помещают в маленький цилиндр с притертой пробкой и оставляют стоять в течение 20 *мин*. Затем замеряют оптическую плотность раствора при синем светофильтре в кювете 10 *мм*.

Содержание АНП в анализируемой пробе находят по калибровочному графику, построенному по эталонным водным растворам, содержащим заданные количества АНП, с последующей обработкой и колориметрированием, как указано выше. Буферный раствор приготовляют смешением 210 *мл* раствора уксусной кислоты, содержащего 2,5 *мл* ледяной уксусной кислоты, и 110 *мл* раствора ацетата натрия, содержащего 12,6 *г* $CH_3COONa \cdot 3H_2O$. Чувствительность метода 1 *мкг* в пробе.

Выводы

1. Очищать сточные воды обогатительных фабрик от фтор-иона с доведением концентрации до санитарной нормы (1,5 *мг/л*) можно известковым молоком (2 *г/л* CaO при перемешивании в течение 30 *мин*) с последующей доочисткой путем обработки водной вытяжкой суперфосфата или двойного суперфосфата (соответственно 3 и 1,3 *г/л*) с одновременной добавкой известкового молока (2 *г/л* CaO).

2. Снижение концентрации коллектора АНП до 0,05 *мг/л* достигается двухстадийной обработкой сточных вод бурым углем (1 *г/л*) при продолжительности перемешивания в каждой стадии 30 *мин*.

ЛИТЕРАТУРА

1. Анциферова А. Е. Промышленные стоки Полевского криолитового завода и их очистка. Сан. техника. Изв. постоянного бюро Всесоюзных водопроводных и сантехнических съездов. 1934, № 9.

2. Лайнер В. И. Вопросы обезвреживания сточных вод в металлургии. Металлургиздат, 1952.

3. Живописцев В. П. и др. Фотометрическое определение малых количеств алифатических аминов бис — (4-диметиламинофенил) — (I—II сульфофенил-3-метилпирозолон-5-ил) карбинолом. ЖАХ, 1968, т. XXIII, № 9.