

Министерство науки и высшего образования и Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Невинномысский технологический институт (филиал) СКФУ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по выполнению практических занятий
по дисциплине «Контроль состояния окружающей среды на предприятиях
отрасли»
для студентов заочной формы обучения
направления подготовки
18.03.01 Химическая технология

Невинномысск 2020

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ФГОС ВО и рабочей программы дисциплины «Контроль состояния окружающей среды на предприятиях отрасли». Указания предназначены для студентов заочной формы обучения направления подготовки 18.03.01 Химическая технология.

Содержат основные разделы изучаемого теоретического материала, перечень вопросов необходимых для проработки, а также список рекомендуемой литературы.

Составители

Л.В. Москаленко, доцент.

Е.В. Вернигорова ассистент

Отв. редактор

А.Л. Проскурнин, канд.хим.наук, доцент.

Содержание

Практическое занятие 1. Федеральный закон "Об охране окружающей среды"	4
Практическое занятие 2 Изучение и анализ определения качества и безопасности окружающей среды, эффективность различных методов мониторинга	5
Практическое занятие 3 Определение суммарного количества оксидов азота, выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.	7
Практическое занятие 4 Определение суммарного количества оксидов азота, выбрасываемых в атмосферу (при сжигании мазута), с дымовыми газами.	10
Практическое занятие 5. Определение суммарного количества оксидов азота (при слоевом сжигании твердого топлива), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.	12
Практическое занятие 6. Определение суммарного количества оксидов серы в дымовых газах при сжигании в топке котла мазута, угля.	15
Практическое занятие 7. Определение суммарного количества оксида углерода, выбрасываемого с отходящими газами из котла при использовании в качестве топлива: угля, мазута, природного газа.	17
Практическое занятие 8. Определение максимальных значений приземной концентрации вредного вещества при выбросе газо-воздушной смеси из одиночного точечного источника с круглым устьем	19
Список литературы	27

Практическое занятие 1. Федеральный закон "Об охране окружающей среды".

Цель: Знакомство с положениями закона. Узнать работоспособность данного закона. Выявить цели и задачи преследуемые положениями закона.

Краткий теоретический курс

Охрана окружающей природной среды, как недавно говорили охрана природы, необходима каждому государству. Природная среда — это те экосистемы, в которых живут граждане той или иной страны, и они в первую очередь заинтересованы в чистом воздухе и воде, в неядовитых продуктах питания. Среду приходится защищать от загрязнения сельскохозяйственными и промышленными предприятиями, от бытовых стоков каждого крупного населенного пункта. Так что законы об охране среды - это всегда законы об ограничении деятельности человека в данном районе. Среду необходимо защищать и от посягательств извне, дабы чужеземцы не захватили природные богатства, исторически (по праву жительство) принадлежащие конкретному народу. Все это так, и, однако, во всех этих рассуждениях имеется множество противоречий. Для разрешения многих спорных вопросов, связанных с охраной окружающей среды, приняли федеральный закон «Об охране окружающей среды». ФЗ «Об охране окружающей среды» состоит из преамбулы, 16 главы. Первая глава посвящена общим положениям Закона, вторая глава – основам управления в области охраны окружающей среды, третья глава раскрывает права и обязанности граждан общественных и иных некоммерческих объединений в области охраны окружающей среды, экономическое регулирование в области окружающей среды осуществляется на основе четвертой главы закона. Пятая глава Закона посвящена нормированию в области охраны окружающей среды. В шестой главе дан механизм оценки воздействия на окружающую среду. Требования в области охраны окружающей среды при осуществлении хозяйственной деятельности приведены в седьмой главе Закона. Восьмая глава состоит из одной статьи, она называется «Зоны экологического бедствия, зоны чрезвычайных ситуаций» и раскрывает порядок их установления. Девятая глава посвящена природным объектам, находящимся под особой охраной, посвящена их правовому статусу и механизму правовой охраны. Государственному мониторингу окружающей среды посвящена глава десять Закона. В следующей, одиннадцатой главе, раскрывается правовое регулирование экологического контроля. Научные исследования в области окружающей среды проводятся на основе главы XII ФЗ «Об охране окружающей среды». Глава XIII посвящена основам формирования экологической культуры. Ответственность за правонарушения в области охраны окружающей среды установлена Главой XIV Закона. Пятнадцатая глава посвящена вопросам международного сотрудничества в области охраны окружающей среды. Последняя, шестнадцатая глава, содержит заключительные положения Закона.

Задания для выполнения практического занятия:

1. Изложить основные положения федерального закона «Об охране окружающей среды» (с изменениями на 29 июля 2017 года).

Практическое занятие 2 Изучение и анализ определения качества и безопасности окружающей среды, эффективность различных методов мониторинга

Цель: Научиться создавать основы для защиты окружающей среды.

Краткий теоретический курс

Мониторинг и его виды.

Огромное значение в организации рационального природопользования имеет изучение проблем природопользования на глобальном, региональном и локальном уровнях, а также оценка качества окружающей человека среды на конкретных территориях, в экосистемах различного ранга.

Мониторинг- это система наблюдений, оценки и прогноза, позволяющая выявить изменения состояния окружающей среды под влиянием антропогенной деятельности.

Наряду с отрицательным влиянием на природу человек может в результате хозяйственной деятельности оказывать и положительное влияние.

В состав мониторинга входит:

наблюдение за изменением качества окружающей среды, факторами, воздействующими на окружающую среду;

оценка фактического состояния природной среды;

прогноз изменения качества среды.

Наблюдения могут осуществляться по физическим, химическим и биологическим показателям, перспективны интегрированные показатели состояния окружающей среды.

Виды мониторинга. Выделяют глобальный, региональный и локальный мониторинг. Глобальный мониторинг позволяет оценить современное состояние всей природной системы Земли. Региональный мониторинг осуществляется за счет станций системы, куда стекается информация о территориях, подверженных антропогенному влиянию.

Рациональное природопользование возможно при наличии и правильном использовании информации, представленной системой мониторинга.

Экологический мониторинг - это система наблюдения, оценки и прогноза изменения состояния окружающей среды под влиянием антропогенного воздействия.

Задачами мониторинга являются:

- количественная и качественная оценка состояния воздуха, поверхностных вод, климатических изменений, почвенного покрова, флоры и фауны, контроль стоков и пылегазовых выбросов на промышленных предприятиях;
- составление прогноза о состоянии окружающей среды;
- информирование граждан и об изменениях в окружающей среде.

Что такое прогноз и прогнозирование? В различные периоды развития общества способы изучения окружающей среды изменялись. Одним из важнейших «инструментов» природопользования в настоящее время считают прогнозирование. В переводе на русский язык слово «прогноз» означает предвидение, предсказание.

Поэтому прогноз в природопользовании — это предсказание изменений природно-ресурсного потенциала и потребностей в природных ресурсах в глобальном, региональном и локальном масштабах

Прогнозирование — это совокупность действий, которые позволяют вынести суждения относительно поведения природных систем и определяются естественными процессами и воздействием на них человечества в будущем.

Главной целью прогноза является оценка предполагаемой реакции окружающей природной среды на прямое или опосредованное воздействие человека, а также решение задач будущего рационального природопользования в связи с ожидаемыми состояниями окружающей природной среды.

В связи с переоценкой системы ценностей, изменением технократического мышления на экологическое происходят изменения и в прогнозировании. Современные прогнозы должны проводиться с позиций общечеловеческих ценностей, главными из которых являются человек, его здоровье, качество окружающей среды, сохранение планеты как дома для человечества. Таким образом, внимание к живой природе, к человеку делает задачи прогнозирования экологическими.

Задания для выполнения практического занятия:

1. Произвести наблюдение за факторами, воздействующими на окружающую природную среду, и за состоянием среды;
2. Дать оценку фактического состояния природной среды;
4. Спрогнозировать состояние окружающей природной среды и оценку этого состояния.

Практическое занятие №3 Определение суммарного количества оксидов азота, выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.

Цель: Определить суммарное количество оксидов азота в пересчете на NO_2 (г/с), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.

Суммарное количество оксидов азота NO_x в пересчете на NO_2 (в г/с, т/год), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами, определяются по формуле:

$$M_{\text{NO}_x} = B_p \cdot Q_1^r \cdot K_{\text{NO}_2}^r \cdot \beta_k \cdot \beta_t \cdot \beta_\alpha \cdot (1 - \beta_r) \cdot (1 - \beta_\delta) \cdot k_{\text{П}}$$

где B_p - расчетный расход топлива, $\text{нм}^3/\text{с}$ (тыс. $\text{нм}^3/\text{год}$);

при работе котла в соответствии с режимной картой с достаточной степенью точности может быть принято $B_p = B$ - фактическому расходу топлива на котел;

Q_1^r - низшая теплота сгорания топлива, $\text{МДж}/\text{нм}^3$;

$K_{\text{NO}_2}^r$ - удельный выброс оксидов азота при сжигании газа, $\text{г}/\text{МДж}$.

Для паровых котлов:

$$K_{\text{NO}_2}^r = 0,01 \cdot \sqrt{D} + 0,03 \quad (3.2)$$

где D - фактическая паропроизводительность котла, $\text{т}/\text{ч}$.

Для водогрейных котлов:

$$K_{\text{NO}_2}^r = 0,0113 \cdot \sqrt{Q_r} + 0,03 \quad (3.3)$$

где Q_t - фактическая тепловая мощность котла по введенному в топку теплу, МВт , определяемая по формуле:

$$Q_r = B_p \quad (3.4)$$

β_k - безразмерный коэффициент, учитывающий принципиальную конструкцию горелки.

Для всех дутьевых горелок напорного типа (т.е. при наличии дутьевого вентилятора на котле) принимается $\beta_k = 1,0$.

Для горелок инжекционного типа принимается $\beta_k = 1,6$.

Для горелок двухступенчатого сжигания (ГДС) $\beta_k = 0,7$.

β_t — безразмерный коэффициент, учитывающий температуру воздуха, подаваемого для горения:

$$\beta_t = 1 + 0,002 \cdot (t_{\text{ГВ}} - 30) \quad (3.5)$$

где $t_{\text{ГВ}}$ - температура горячего воздуха, $^{\circ}\text{C}$

β_α - безразмерный коэффициент, учитывающий влияние избытка воздуха на образование оксидов азота.

В общем случае значение $\beta_\alpha = 1,225$.

При работе котла в соответствии с режимной картой $\beta_{\alpha} = 1$.

Для котлов с напорными (дутьевыми) горелками или горелками ГДС при наличии результатов испытаний котла с измерением O_2 и CO для более точного учета избытка воздуха используется формула¹:

$$\beta_{\alpha} = \beta_{\alpha}^H = 1 - 0,1 \cdot (O_2 - \frac{5}{Q'})^2 - 0,3 \cdot (O_2 - \frac{5}{Q'}) \quad (3.6)$$

где O_2 - концентрация кислорода в дымовых газах за котлом, %;

Q' - относительная тепловая нагрузка котла, равная отношению

$$Q' = Q_{\phi}/Q_H \text{ или } Q' = D_{\phi}/D_H$$

где Q_{ϕ} , D_{ϕ} , Q_H , D_H - соответственно фактические и номинальные тепловая нагрузка и паропроизводительность котла, МВт, т/ч.

Для котлов с инжекционными горелками влияние избытка воздуха учитывается коэффициентом β_{α}^H

$$\beta_{\alpha} = \beta_{\alpha}^H = 0,577 \cdot \sqrt{S_T''}, \quad (3.7)$$

где S_T'' — разрежение в топке, кгс/м² (мм вод. ст.)

β_r - безразмерный коэффициент, учитывающий влияние рециркуляции дымовых газов через горелки на образование оксидов азота.

При подаче газов рециркуляции в смеси с воздухом:

$$\beta_r = 0,16 \cdot \sqrt{r} \quad (3.8)$$

где r - степень рециркуляции дымовых газов, %.

β_{δ} - безразмерный коэффициент, учитывающий ступенчатый ввод воздуха в топочную камеру:

$$\beta_{\delta} = 0,022 \cdot \delta \quad (3.9)$$

где δ - доля воздуха, подаваемого в промежуточную зону факела (в процентах от общего количества организованного воздуха);

κ_{II} - коэффициент пересчета;

при определении выбросов в граммах в секунду $\kappa_{II} = 1$; при определении выбросов в тоннах в год $\kappa_{II} = 10^{-3}$.

¹ Снижение коэффициента β_{α} (т.е. уменьшение выбросов NO_x) за счет снижения концентрации кислорода O_2 ограничивается ростом концентрации CO сверх 0,01%. Увеличивать концентрацию кислорода O_2 для снижения β_{α} не рекомендуется по причине роста потерь с уходящими газами q_2

При определении максимальных выбросов оксидов азота в граммах в секунду по формуле (3.1) значения входящих в формулу величин определяются при максимальной тепловой мощности котла.

При определении валовых выбросов оксидов азота за год значения входящих в формулу (3.1) величин определяются по средней за рассматриваемый промежуток времени нагрузке котла.

Задача. Определить суммарное количество оксидов азота в пересчете на NO_2 (г/с), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.

D – производительность котла по пару, г/ч;

$t_{г.в.}$ – температура воздуха подаваемого на горение, °С;

δ – доля воздуха подаваемого в промежуточную зону факела, %;

$\beta_k = 1,6$;

V_p – расчетный расход природного газа, $\text{нм}^3/\text{с}$;

Q_i^r – низшая теплота сгорания природного газа, $Q_i^r = 39,98 \text{ МДж}/\text{нм}^3$
($49,98 \text{ МДж}/\text{нм}^3$);

r – степень рециркуляции дымовых газов, %.

Таблица 1

Варианты	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
D	20	24	26	28	30	20	24	26	28	30
$t_{г.в.}$	40	45	50	55	60	40	45	55	60	55
δ	20	21	22	23	24	21	22	21	23	23
V_p	0,203	0,244	0,264	0,285	0,3	0,203	0,244	0,244	0,285	0,3
r	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

Варианты	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
D	20	24	26	28	30	20	24	26	28	30
$t_{г.в.}$	45	40	55	55	60	45	50	50	55	55
δ	21	20	23	22	23	20	22	21	23	22
V_p	0,203	0,244	0,264	0,264	0,3	0,244	0,264	0,264	0,264	0,285
r	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

Варианты	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
D	20	24	26	28	30	24	20	30	30	26
$t_{г.в.}$	45	50	45	60	55	45	45	60	45	55
δ	22	22	21	24	24	23	21	21	22	22
V_p	0,244	0,264	0,244	0,3	0,285	0,285	0,264	0,203	0,244	0,264
r	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

Практическое занятие № 4. Определение суммарного количества оксидов азота, выбрасываемых в атмосферу (при сжигании мазута), с дымовыми газами.

Цель: Определить суммарное количество оксидов азота NO_x в пересчете на NO_2 в г/с (при сжигании мазута), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.

Суммарное количество оксидов азота NO_x в пересчете на NO_2 (в г/с, т/год), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами, определяется по формуле:

$$M_{NO_x} = B_p \cdot Q_1^r \cdot K_{NO_2}^r \cdot \beta_t \cdot \beta_\alpha \cdot (1 - \beta_r) \cdot (1 - \beta_\delta) \cdot k_{\Pi} \quad (4.1)$$

где B_p - фактический расход топлива на котел кг/с (т/год), определяемый по формуле

$$B_p = B \cdot \left(1 - \frac{q_4}{100}\right) \quad (4.2)$$

где B – фактический расход топлива на котел кг/с (т/год);

q_4 - потери тепла от механической неполноты сгорания;

Q_1^r - низшая теплота сгорания топлива, МДж/кг;

$K_{NO_2}^r$ – удельный выброс оксидов азота при сжигании мазута, г/МДж;

Для паровых котлов:

$$K_{NO_2}^r = 0,01 \cdot \sqrt{D} + 0.1 \quad (4.3)$$

где D - фактическая паропроизводительность котла, т/ч.

Для водогрейных котлов:

$$K_{NO_2}^r = 0.0113 \cdot \sqrt{Q_T} + 0.1 \quad (4.4)$$

где Q_T - фактическая тепловая мощность котла по введенному в топку теплу, определяемая по формуле (4.4).

Приведенные зависимости $K_{NO_2}^r$ от D и Q_T справедливы для мазутов, поставляемых отечественными НПЗ.

β_t - безразмерный коэффициент, учитывающий температуру воздуха, подаваемого для горения; определяется по формуле (18);

β_α - безразмерный коэффициент, учитывающий влияние избытка воздуха на образование оксидов азота при сжигании мазута.

В общем случае значение $\beta_\alpha = 1,114$.

При работе котла в соответствии с режимной картой $\beta_\alpha = 1$.

При наличии результатов испытаний котла с измерением O_2 и CO для более точного учета избытка воздуха используют формулу²

$$\beta_{\alpha} = 1 - 0,2 \cdot (O_2 - \frac{6}{Q'})^2 - 0,3 \cdot (O_2 - \frac{6}{Q'}) \quad (4.5)$$

где O_2 - концентрация кислорода в дымовых газах за котлом, %

Q' - относительная тепловая нагрузка котла, равная отношению

$$Q' = Q_{\phi} / Q_H \text{ или } Q' = D_{\phi} / D_H$$

где Q_{ϕ} , D_{ϕ} , Q_H , D_H - соответственно фактические и номинальные тепловая нагрузка и паропроизводительность котла, МВт, т/ч.

β_r - безразмерный коэффициент, учитывающий влияние рециркуляции дымовых газов через горелки на образование оксидов азота.

При подаче газов рециркуляции в смеси с воздухом:

$$\beta_r = 0,17 \cdot \sqrt{r} \quad (4.6)$$

где r - степень рециркуляции дымовых газов, %.

β_{δ} - безразмерный коэффициент, учитывающий ступенчатый ввод воздуха

в топочную камеру:

$$\beta_{\delta} = 0,018 \cdot \delta \quad (4.7)$$

где δ - доля воздуха, подаваемого в промежуточную зону факела (в процентах от общего количества организованного воздуха);

κ_n - коэффициент пересчета;

при определении выбросов в граммах в секунду $\kappa_n = 1$;

при определении выбросов в тоннах в год $\kappa_n = 10^{-3}$

² Снижение коэффициента β_{α} (т.е. уменьшение выбросов NOx) за счет снижения концентрации кислорода O_2 ограничивается ростом концентрации CO сверх 0,01%. Увеличивать концентрацию кислорода O_2 для снижения β_{α} не рекомендуется по причине роста потерь с уходящими газами q_2

Задача. Определить суммарное количество оксидов азота NO_x в пересчете на NO₂ в г/с (при сжигании мазута), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.

B – фактический расход топлива на котел, кг/с;

q_4 – потери тепла от механической неполноты сгорания, %;

Q_i^f – низшая теплота сгорания, Дж/кг;

D – фактическая производительность котла, т/ч;

$t_{г.в.}$ – температура горячего воздуха, °С;

β_2 – коэффициент, учитывающий влияние избытка воздуха ($\beta_2 = 1,113$);

r – степень рециркуляции дымовых газов ($r = 10\%$);

δ – доля воздуха, подаваемого в промежуточную зону факела.

Таблица 2

Варианты	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
B	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,1	0,2	0,3	0,3	0,4
q_4	1	2	3	4	5	2	3	2	3	3
Q_i^f	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
D	20	24	26	28	30	24	20	26	20	28
$t_{г.в.}$	40	45	50	55	60	45	40	45	40	50
δ	19	20	21	22	23	19	19	20	19	23

Варианты	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
B	0,5	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,1	0,2	0,3	0,4
q_4	5	1	4	2	4	4	1	3	3	3
Q_i^f	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
D	30	20	24	20	24	26	28	30	24	28
$t_{г.в.}$	55	45	50	40	45	50	55	60	45	60
δ	22	20	21	19	20	21	22	23	21	23

Варианты	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
B	0,5	0,1	0,2	0,3	0,4	0,2	0,4	0,5	0,1	0,4
q_4	4	2	1	2	5	3	3	4	2	4
Q_i^f	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
D	30	20	26	26	26	24	30	20	30	24
$t_{г.в.}$	55	45	55	50	50	45	55	40	60	50
δ	23	21	23	21	21	19	22	19	23	21

Практическое занятие № 5. Определение суммарного количества оксидов азота (при слоевом сжигании твердого топлива), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.

Цель: Определить суммарное количество оксидов азота NO_x в пересчете на NO₂ в г/с (при слоевом сжигании твердого топлива), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.

Для котлов, оборудованных топками с неподвижной, цепной решеткой, с пневмомеханическим забрасывателем и для шахтных топок с наклонной решеткой суммарное количество оксидов азота NO_x в пересчете на NO₂ (в г/с, т/год), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами, определяется по формуле:

$$M_{NO_x} = B_P \cdot Q_1^r \cdot K_{NO_2}^r \cdot \beta_r \cdot k_{\Pi} \quad (5.1)$$

где B_P - расчетный расход топлива, определяемый по формуле (24), кг/с (т/год);

$$B_P = B \cdot \left(1 - \frac{q_4}{100}\right) \quad (5.2)$$

Q_1^r - низшая теплота сгорания топлива, МДж/кг;

$K_{NO_2}^r$ - удельный выброс оксидов азота при слоевом сжигании твердого топлива, г/Дж,

Величина $K_{NO_2}^r$ определяется по формуле:

$$K_{NO_2}^r = 0,35 \cdot 10^{-3} \cdot \alpha_T \cdot \left(1 + 5,46 \cdot \frac{100 - R_6}{100}\right) \cdot \sqrt[4]{Q_1^r \cdot q_R} \quad (5.3)$$

где α_T - коэффициент избытка воздуха в топке, определяемый по формуле:

$$\alpha_T = \frac{21}{21 - O_2} \quad (5.4)$$

где O_2 — концентрация кислорода в дымовых газах за котлом, %

при отсутствии информации о концентрации кислорода в дымовых газах

за котлом можно принимать $\alpha_T = 2,5$;

R_6 – характеристика гранулометрического состава угля – остаток на сите с размером ячеек 6 мм, % принимается по сертификату на топливо;

- тепловое напряжения зеркала горения, МВт/м²

Величина q_R определяется по формуле:

$$q_R = Q_T / F \quad (5.5)$$

где F – зеркало горения (определяется по паспортным данным котельной установки), м²;

Q_T – фактическая тепловая мощность, Дж;

β_r - безразмерный коэффициент, учитывающий влияние рециркуляции дымовых газов, подаваемых в смеси с дутьевым воздухом под колосниковую решетку, на образование оксидов азота;

$$\beta_r = 1 - 0,075 \cdot \sqrt{r} \quad (5.6)$$

где r - степень рециркуляции дымовых газов, %;

k_n - коэффициент пересчета;

при определении выбросов в граммах в секунду $k_n = 1$;

при определении выбросов в тоннах в год $\kappa_n = 10^3$.

В связи с установленными раздельными ПДК на оксид и диоксид азота и с учетом трансформации оксидов азота суммарные выбросы оксидов азота разделяются на составляющие и рассчитываются раздельно.

Задача. Определить суммарное количество оксидов азота NO_x в пересчете на NO_2 в г/с (при слоевом сжигании твердого топлива), выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами.

B – фактический расход топлива на котел, кг/с;

q_4 – потери тепла от механической неполноты сгорания топлива, %;

D – фактическая паропроизводительность котла, т/ч;

R_6 – характеристика гранулометрического состава угля, ($R_6 = 20\%$);

F – зеркало горения, ($F = 2 \text{ м}^3$);

α_T – коэффициент избытка воздуха в топке, ($\alpha_T = 2,5$);

Q_i^f – низшая теплота сгорания природного газа, МДж/нм³;

r – степень рециркуляции дымовых газов, ($r = 10\%$).

Таблица 3

Варианты	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
q_4	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5
B	0,15	0,25	0,2	0,3	0,4	0,25	0,15	0,3	0,4	0,3
Q_i^f	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
D	20	22	25	27	30	20	20	27	30	27

Варианты	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
q_4	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5
B	0,25	0,2	0,25	0,25	0,4	0,2	0,2	0,15	0,3	0,35
Q_i^f	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
D	22	25	25	25	27	22	22	20	25	27

Варианты	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
q_4	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5
B	0,2	0,25	0,3	0,35	0,35	0,2	0,2	0,25	0,25	0,3
Q_i^f	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
D	20	21	26	30	30	30	25	27	26	22

Практическое занятие № 6.Определение суммарного количества оксидов серы в дымовых газах при сжигании в топке котла мазута, угля.

Цель: Определить суммарное количество оксидов серы в дымовых газах при сжигании в топке котла мазута, угля.

Суммарное количество оксидов серы M_{SO_2} , выбрасываемых в атмосферу с дымовыми газами (г/с, т/год), вычисляют по формуле:

$$M_{SO_2} = 0.02 \cdot B \cdot S^r \cdot (1 - \eta'_{SO_2}) \cdot (1 - \eta''_{SO_2}) \quad (6.1)$$

где B - расход натурального топлива за рассматриваемый период, г/с (т/год);

S^r - содержание серы в топливе на рабочую массу, %;

η'_{SO_2} - доля оксидов серы, связываемых летучей золой в котле;

η''_{SO_2} - доля оксидов серы, улавливаемых в мокром золоуловителе попутно с улавливанием твердых частиц.

Ориентировочные значения η'_{SO_2} при сжигании различных видов топлива составляют:

Топливо	η'_{SO_2}
торф	0,15
сланцы эстонские и ленинградские	0,8
сланцы других месторождений	0,5
экибастузский уголь	0,02
березовские угли Канско-Ачинского бассейна	
для топок с твердым шлакоудалением	0,5
для топок с жидким шлакоудалением	0,2
другие угли Канско-Ачинского бассейна	
для топок с твердым шлакоудалением	0,2
для топок с жидким шлакоудалением	0,05
угли других месторождений	0,1
мазут	0,02
газ	0

Доля оксидов серы (η''_{SO_2}), улавливаемых в сухих золоуловителях, принимается равной нулю. В мокрых золоуловителях эта доля зависит от общей щелочности орошающей воды и от

приведенной зернистости топлива СПР:

$$S^{IP} = \frac{S^r}{Q_1^r} \quad (6.2)$$

При характерных для эксплуатации удельных расходах воды на орошение золоуловителей 0,1 - 0,15 дм³/нм³ определяется по рисунку.

При наличии в топливе сероводорода к значению содержания серы на рабочую массу S_r в формуле (6.1) прибавляется величина:

$$\Delta S^r = 0.94 \cdot H_2S \quad (6.3)$$

где H_2S - содержание на рабочую массу сероводорода в топливе, %

Задача. Определить суммарное количество оксидов серы в дымовых газах при сжигании в топке котла мазута, угля.

B – фактический расход топлива, г/с;

S – содержание серы в топливе, %;

η'_{SO_2} – доля оксидов серы, связываемых летучей золой в котле; мокрые золоуловители отсутствуют.

Таблица 4

Варианты		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
B	уголь	0,15	0,25	0,2	0,3	0,4	0,15	0,25	0,2	0,3	0,2
	мазут	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,1	0,2	0,25	0,3	0,3
S	уголь	0,5	0,6	0,7	0,75	0,8	0,6	0,5	0,65	0,7	0,45
	мазут	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3
η'_{SO_2}	уголь	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	мазут	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02

Варианты		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
B	уголь	0,15	0,2	0,2	0,3	0,4	0,15	0,2	0,25	0,3	0,4
	мазут	0,4	0,35	0,3	0,3	0,4	0,15	0,25	0,2	0,35	0,45
S	уголь	0,55	0,55	0,45	0,65	0,25	0,55	0,5	0,7	0,7	0,75
	мазут	0,2	0,3	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3	0,5
η'_{SO_2}	уголь	0,1	0,1	0,1	0,1	0,25	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	мазут	0,02	0,02	0,02	0,02	0,2	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02

Варианты	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
----------	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----

В	уголь	0,15	0,2	0,25	0,3	0,4	0,15	0,25	0,25	0,3	0,4
	мазут	0,1	0,1	0,2	0,25	0,5	0,1	0,2	0,2	0,3	0,5
S	уголь	0,6	0,65	0,7	0,75	0,8	0,65	0,55	0,8	0,6	0,7
	мазут	0,1	0,2	0,3	0,4	0,4	0,3	0,2	0,5	0,1	0,3
η'_{SO_2}	уголь	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	мазут	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02

Практическое занятие № 7. Определение суммарного количества оксида углерода, выбрасываемого с отходящими газами из котла при использовании в качестве топлива: угля, мазута, природного газа.

Цель: Определить суммарное количество оксида углерода, выбрасываемого с отходящими газами из котла при использовании в качестве топлива: угля, мазута, природного газа.

При отсутствии данных инструментальных замеров оценка суммарного количества выбросов оксида углерода, г/с (т/г), может быть выполнена по соотношению:

$$M_{\text{CO}} = 10^{-3} B C_{\text{CO}} (1 - q_4/100) \quad (7.1)$$

где В - расход топлива, г/с (м/г);

C_{CO} - выход оксида углерода при сжигании топлива, (г/кг) или кг/т (кг/тыс).

Определяется по формуле:

$$C_{\text{CO}} = q_3 R Q_1^r \quad (7.2)$$

где q_3 - потери тепла вследствие неполноты сгорания топлива, %

R - коэффициент, учитывающий долю потери тепла вследствие химической неполноты сгорания топлива, обусловленную наличием в продуктах неполного сгорания оксида углерода; принимается для:

твердого топлива..... 1,0

мазута..... 0,65

газа..... 0,5

Q_1^r — низшая теплота сгорания топлива, Дж/кг, (Дж/м³);

q_4 - потери тепла вследствие механической неполноты сгорания топлива, %.

При отсутствии эксплуатационных данных значения q_3 и q_4 принимаются по таблице.

Ориентировочная оценка суммарного количества выбросов оксида углерода M_{CO} , (г/с, м/г) может проводиться по формуле:

$$M_{\text{CO}} = 10^{-3} B Q_1^r K_{\text{CO}} (1 - q_4/100) \quad (7.3)$$

где K_{CO} - количество оксида углерода, образующееся на единицу тепла, выделяющегося при горении топлива, $кг/Дж$; принимается по таблице.

Задача. Определить суммарное количество оксида углерода, выбрасываемого с отходящими газами из котла при использовании в качестве топлива: угля, мазута, природного газа.

B – фактический расход топлива, г/с;

q_3 – потери тепла вследствие химической неполноты сгорания топлива, %;

R – коэффициент, учитывающий долю потери тепла;

Q_i^f – низшая теплота сгорания топлива, Дж/кг;

q_4 – потери тепла.

Таблица 5

Варианты		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
B	уголь	0,15	0,2	0,25	0,3	0,4	0,15	0,2	0,25	0,4	0,2
	мазут	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,2	0,1	0,2	0,4	0,1
	прир. газ	100	200	300	400	500	100	200	300	500	200
Q _i ^f	уголь	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
	мазут	52	52	52	52	52	52	52	52	52	52
	прир. газ	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98
R	уголь	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	мазут	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65
	прир. газ	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
q ₃	уголь	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	мазут	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
	прир. газ	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
q ₄	уголь	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
	мазут	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	прир. газ	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Варианты		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
B	уголь	0,15	0,2	0,2	0,25	0,3	0,35	0,4	0,15	0,2	0,25
	мазут	0,1	0,3	0,1	0,3	0,45	0,5	0,45	0,2	0,25	0,25
	прир. газ	200	100	200	200	300	400	400	100	200	300
Q _i ^f	уголь	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
	мазут	52	52	52	52	52	52	52	52	52	52
	прир. газ	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98
R	уголь	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	мазут	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65
	прир. газ	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5

q ₃	уголь	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	мазут	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
	прир.газ	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
q ₄	уголь	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
	мазут	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	прир.газ	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Варианты		21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
B	уголь	0,3	0,4	0,15	0,2	0,25	0,15	0,2	0,2	0,3	0,4
	мазут	0,35	0,4	0,1	0,15	0,4	0,1	0,3	0,25	0,4	0,45
	прир. газ	300	500	100	100	200	100	200	100	300	500
Q _i ^r	уголь	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
	мазут	52	52	52	52	52	52	52	52	52	52
	прир.газ	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98	49,98
R	уголь	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	мазут	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65
	прир.газ	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
q ₃	уголь	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	мазут	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
	прир.газ	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
q ₄	уголь	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
	мазут	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	прир.газ	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Практическое занятие № 8. Определение максимального значений приземной концентрации вредного вещества при выбросе газо-воздушной смеси из одиночного точечного источника с круглым устьем

1. Максимальное значение приземной концентрации вредного вещества C_m ($\text{мг}/\text{м}^3$) при выбросе газовой смеси из одиночного точечного источника с круглым устьем достигается при неблагоприятных метеорологических условиях на расстоянии x_m (м) от источника и определяется по формуле:

$$C_m = \frac{A \cdot M \cdot F \cdot m \cdot n \cdot \eta}{H_2 \cdot \sqrt[3]{V_1 \cdot \Delta T}} \quad (8.1)$$

где A - коэффициент, зависящий от температурной стратификации атмосферы в единицу времени; F - безразмерный коэффициент, учитывающий скорость оседания вредных веществ в атмосферном воздухе; m и n - коэффициенты, учитывающие условия выхода газовой смеси из устья источника выброса; H (м) - высота

источника выброса над уровнем земли (для наземных источников при расчетах принимается $H = 2$ м); η - коэффициент, учитывающий влияние рельефа местности, в случае ровной или слабопересеченной местности с перепадом высот, не превышающим 50 м на 1 км, $\eta = 1$; ΔT ($^{\circ}\text{C}$) разность между температурой выбрасываемой газовой смеси T_{Γ} и температурой окружающего атмосферного воздуха T_{B} ; V_1 ($\text{м}^3/\text{с}$) - расход газовой смеси, определяемый по формуле:

$$V_1 = \frac{\pi \cdot D^2}{4} \cdot \omega_0 \quad (8.2)$$

где D - диаметр устья источника выброса; ω_0 ($\text{м}/\text{с}$) - средняя скорость выхода газовой смеси из устья источника выброса.

2. Значение коэффициента A - соответствующее неблагоприятным метеорологическим условиям, при которых концентрация вредных веществ в атмосферном воздухе максимальна, принимается равным:

а) 250 - для районов Средней Азии южнее 40° с. ш., Бурятской АССР и Читинской области;

б) 200 - для Европейской территории РФ: для районов РФ южнее 50° с.ш., для остальных районов Нижнего Поволжья, Кавказа, Молдавии; для Азиатской территории РФ: для Казахстана, Дальнего Востока и остальной территории Сибири и Средней Азии;

в) 180 — для Европейской территории РФ и Урала от 50 до 52° с.ш. за исключением попадающих в эту зону перечисленных выше районов и Украины;

г) 160 - для Европейской территории РФ и Урала севернее 52° с.ш. (за исключением Центра ЕТС), а также для Украины (для расположенных на Украине источников высотой менее 200 м в зоне от 50 до 52° с. ш. - 180, а южнее 50° с.ш. - 900);

д) 140 - для Московской, Тульской, Рязанской, Владимирской, Калужской, Ивановской областей.

Примечание.

Для других территорий значения коэффициента A должны приниматься соответствующими значениям коэффициента A для районов РФ со сходными климатическими условиями турбулентного обмена.

3. Значения мощности выброса M ($\text{г}/\text{с}$) и расхода газовой смеси V_1 ($\text{м}^3/\text{с}$) при проектировании предприятий определяются расчетом в технологической части проекта или принимаются в соответствии с действующими для данного производства (процесса) нормативами. В расчете принимаются сочетания M и V_1 , реально имеющие

место в течение года при установленных (обычных) условиях эксплуатации предприятия, при которых достигается максимальное значение C_m .

Примечания.

1. Значение M следует относить к 20-30-минутному периоду осреднения, в том числе и в случаях, когда продолжительность выброса менее 20 мин.

2. Расчеты концентраций, как правило, проводятся по тем веществам, выбросы которых удовлетворяют требованиям методик.

4 При определении значения ΔT ($^{\circ}C$) следует принимать температуру окружающего атмосферного воздуха T_v ($^{\circ}C$) равной средней максимальной температуре наружного воздуха наиболее жаркого месяца года по СНиП 2.01.01-82, а температуру выбрасываемой в атмосферу газовой смеси T_r ($^{\circ}C$) - по действующим для данного производства технологическим нормативам.

Примечания.

1. Для котельных, работающих по отопительному графику, допускается при расчетах принимать значения T_v равными средним температурам наружного воздуха за самый холодный месяц по СНиП 2.01.01-82.

2. При отсутствии данных по T_v в СНиП 2.01.01-82 они запрашиваются в территориальном управлении Госкомгидромета (УГКС) по месту расположения предприятия.

5 Значение безразмерного коэффициента F принимается:

а) для газообразных вредных веществ и мелкодисперсных аэрозолей (пыли, золы и т. п., скорость упорядоченного оседания которых практически равна нулю) $F=1$.

б) для мелкодисперсных аэрозолей (кроме указанных в п. 2.5а) при среднем эксплуатационном коэффициенте очистки выбросов не менее 9,0 % - 2; от 75 до 90 % - 2,5; менее 75 % и при отсутствии очистки - 4.

Примечания.

1. При наличии данных о распределении на выбросе частиц аэрозолей по размерам определяются диаметр d_g так что масса всех частиц диаметром больше d_g составляет 5% общей массы частиц, и соответствующая d_g скорость оседания V_g , (м/с). Значение коэффициента F устанавливается в зависимости от безразмерного отношения V_g/U_M , где U_M - опасная скорость ветра. При этом $F = 1$ в случае $V_g/U_M \leq 0,015$ и $F = 1,5$ в случае $0,015 < V_g/U_M \leq 0,030$.

2. Вне зависимости от эффективности очистки значение коэффициента F принимается равным 3 при расчетах концентраций пыли в атмосферном воздухе для производств, в

которых содержание водяного пара в выбросах достаточно для того, чтобы в течение всего года наблюдалась его интенсивная конденсация сразу же после выхода в атмосферу, а также коагуляция влажных пылевых частиц (например, при производстве глинозема мокрым способом).

6 Значения коэффициентов m и n определяются в зависимости от параметров f, V_M, V'_M, f_e :

$$f = 1000 \cdot \frac{\omega_0^2 \cdot D}{H^2 \cdot \Delta T} \quad (8.3)$$

$$V_M = 0.65 \cdot \sqrt[3]{\frac{V_1 \cdot \Delta T}{H}} \quad (8.4)$$

$$V'_M = 1.3 \cdot \frac{\omega_0 \cdot D}{H} \quad (8.5)$$

$$f_e = 800 \cdot (V'_M)^3, \quad (8.6)$$

Коэффициент m определяется в зависимости от f по рисунку 2.1 или по формулам:

$$m = \frac{1}{0.67 + 0.1 \cdot \sqrt{f} + 0.34 \cdot \sqrt[3]{f}}, \quad (8.7a)$$

при $f < 100$;

$$m = \frac{1.47}{\sqrt[3]{f}} \quad (8.7b)$$

при $f \geq 100$.

Для $f_e < f < 100$ значение коэффициента m вычисляется при $f = f_e$.

Коэффициент n при $f < 100$ определяется в зависимости от V_M по рисунку 2.2 или формулам:

$$n=1 \text{ при } V_M \geq 2 \quad (8.8a)$$

$$n=0.532 \cdot V_M^2 - 2.13 \cdot V_M + 4.13 \text{ при } 0.5 \leq V_M < 2 \quad (8.8b)$$

$$n=4.4 \cdot V_M \text{ при } V_M < 0.5 \quad (8.8в)$$

При $f \geq 100$ или $\Delta T = 0$ коэффициент n вычисляется по п. 7

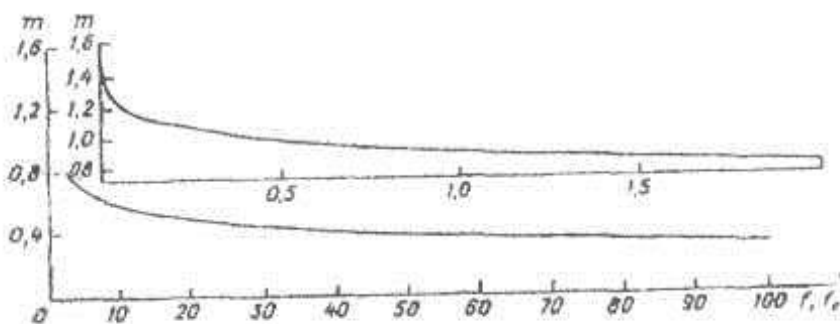


Рисунок 2.1

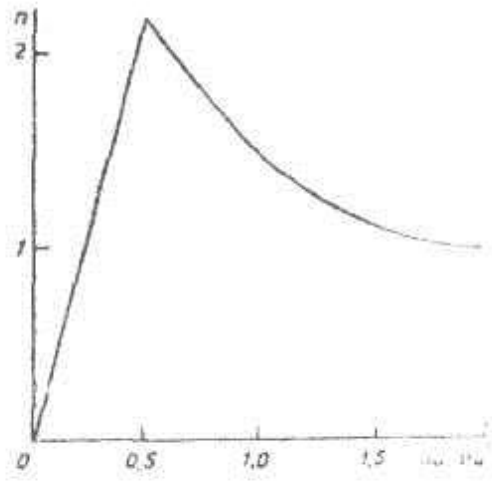


Рисунок 2.2

Задача. Определить максимальное значение приземной концентрации вредного вещества C_m ($\text{мг}/\text{м}^3$) при выбросе газо-воздушной смеси из одиночного точечного источника с круглым устьем.

A – коэффициент, зависящий от температурной стратификации атмосферы, ($A = 200$);

F – коэффициент, учитывающий скорость оседания вредных веществ в атмосферном воздухе, ($F = 1$);

n – коэффициент, учитывающий влияние рельефа местности, ($n = 1$);

H – высота источника выброса над уровнем земли, м;

D – диаметр устья источника выброса, м;

W_0 – скорость выхода газо-воздушной смеси из устья источника выброса, м/с;

M – масса вредного выбрасываемого вещества, г/с;

T_r – температура газа, выбрасываемого в атмосферу, $^{\circ}\text{C}$;

T_b – температура атмосферного воздуха, $^{\circ}\text{C}$.

Таблица 6

Варианты	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
H	2	4	5	7	8	10	11	12	13	14
D	1	1,2	1,3	1,4	1,5	1	1,1	1,2	1,3	1,4

W ₀	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10
M	10	10,5	11	11,5	12	12,5	13	13,8	14	14,3
T _г	120	123	124	125	126	127	128	129	130	125,5
T _в	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24

Варианты	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
H	15	16	17	18	20	22	23	25	26	28
D	1,5	1	1,2	1,3	1,4	1,5	1	1,1	1,2	1,3
W ₀	5,5	6	6,5	7	7,5	8,2	8,8	9	9,5	10
M	14,6	15	15,5	15,9	16	10,5	11	12	12,5	12,7
T _г	126	126,5	127	127,5	128	128,5	125	126	127	128
T _в	25	26	15,5	16,7	17,8	18,5	19,5	20	21	22

Варианты	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
H	30	31	32	33	35	36	38	40	41	43
D	1,4	1,5	1	1,2	1,3	1,4	1,5	1	1,1	1,2
W ₀	6	7	7,8	8	8,3	6,5	7	7,5	8	8,5
M	13	14	14,5	15	15,8	16	10	11	11,5	12,7
T _г	125	129	130	131	132	125	126,5	127	127,5	128,5
T _в	23	17	18	19	15	16	17	18	19	20

Вопросы для собеседования

1. Принципы охраны окружающей среды, принятые федеральным законом «Об охране окружающей среды».
2. Необходимость контроля за выбросами в атмосферу.
3. Организация работ по контролю выбросов на предприятии.
4. Категории видов источников выброса загрязняющих веществ.
5. Виды проб и методики их отбора при контроле загрязнения атмосферы.
6. Права субъектов Российской Федерации по экологическому контролю, принятые федеральным законом «Об охране окружающей среды».
7. Какие нормативные качества окружающей среды установлены федеральным законом «Об охране окружающей среды».
8. Размещение и количество постов наблюдения при контроле загрязнения атмосферы.

9. Оценка соблюдения нормативов при контроле выбросов промышленного предприятия.
10. Аналитический контроль качества сточных вод.
11. Категории контроля качества водоемов.
12. Особенности отбора проб воды в водотоках и водоемах с учетом глубины и условий смещения водного объекта.
13. Правовые основы обращения с отходами.
14. Основные понятия и термины, используемые в нормативной документации по твердым отходам.
15. Экологические требования по обращению с отходами производства и потребления.
16. Порядок сбора, накопления и хранения промышленных отходов.
17. Условия временного хранения промышленных отходов.
18. Порядок учета промышленных отходов по подразделениям.
19. Контроль соблюдения санитарных требований к транспортировке отходов.
20. Методы и аппаратура, применяемые при контроле окружающей среды.
21. Виды проб и методы отбора при контроле загрязнения атмосферы.
22. По каким показателям осуществляется контроль качества сточных вод.
23. Организация работ по контролю выбросов на предприятии.
24. Классы опасности твердых отходов.
25. Экологические требования по обращению с отходами производства и потребления.
26. Понятие ПДК, ПДВ веществ.
27. Принципы охраны окружающей среды.
28. Каким образом устанавливаются лимиты на выбросы и сбросы?
29. Организация работ на предприятии по контролю выбросов.
30. Правила отбора газообразных проб при контроле выбросов в атмосферу.
31. Понятие максимальной разовой, среднесуточной пробы.
32. Аппаратура при отборе газовых проб.
33. Правила хранения газовых проб.
34. Методы контроля газовых проб.
35. Газоочистное оборудование, применяемое на предприятиях, виды.
36. Оценка контроля газоочистного оборудования.
37. Классификация сточных вод.
38. Качество и состав загрязняющих веществ в сточных водах.

39. Пункты контроля качества воды в водоемах и водотоках.
40. Правила отбора проб воды.
41. Контроль качества сточных вод, показатели оценки качества.
42. Индекс качества воды.
43. Аппаратура, применяемая для контроля состава сточных вод.
44. Методы аналитического контроля применяемые для контроля состава сточных вод.
45. Источники твердых отходов на химических предприятиях.
46. Правила охраны окружающей среды при утилизации твердых отходов.
47. Основные классы опасности.
48. Правила обращения с твердыми отходами.
49. Порядок сбора, накопления и хранения твердых отходов.
50. Понятие нормативного объема образования твердых отходов.
51. Правила транспортировки твердых отходов.
52. Способы захоронения твердых отходов.
53. Методы ликвидации твердых отходов.
54. Применяемые методы контроля компонентов твердых отходов.
55. Требования к полигонам по захоронению твердых отходов.
56. Паспорт безопасности вещества, что характеризует этот документ.
57. Чем отличается паспорт безопасности от сертификата на данное вещество.
58. Экологический менеджмент предприятия – основные задачи и пути развития.

Список литературы

Основная литература:

1. Безопасность труда в химической промышленности: учеб. пособие: / Под ред. Л.К.Марининой.- М.: Академия, 2012. ISBN 978-5-7695-4291-6

Дополнительная литература:

1. А.С.Бобков, А.А. Блинов, И.А. Роздин. Охрана труда и экологическая безопасность в химической промышленности. Учебник. - М.: Химия, 1997.- 400с.
2. Федеральный закон "Об охране окружающей среды" 10 января 2002
3. Тищенко Н.Ф. Охрана атмосферного воздуха. М.: "Химия", 1991.
4. Перечень и коды веществ, загрязняющих атмосферный воздух. С.-Пб., НИИ Охраны атмосферного воздуха. Министерство охраны окружающей среды и природных ресурсов РФ, Фирма "Интеграл", 1997
5. П.П. Кукин, В.Л. Лапин, Н.Л. Понаморов. Безопасность технологических процессов и производств (охрана труда); Уч. Пособие.- М.: Высшая школа, 2001.-318с.

Министерство науки и высшего образования и Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Невинномысский технологический институт (филиал) СКФУ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по выполнению лабораторных работ
по дисциплине «Контроль состояния окружающей среды на предприятиях
отрасли»
для студентов заочной формы обучения
направления подготовки
18.03.01 Химическая технология

Невинномысск 2020

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ФГОС ВО и рабочей программы дисциплины «Контроль состояния окружающей среды на предприятиях отрасли». Указания предназначены для студентов заочной формы обучения направления подготовки 18.03.01 Химическая технология.

Содержат основные разделы изучаемого теоретического материала, перечень вопросов необходимых для проработки, а также список рекомендуемой литературы.

Составители

Л.В. Москаленко, доцент.

Е.В. Вернигорова ассистент

Отв. редактор

А.Л. Проскурнин, канд.хим.наук, доцент.

СОДЕРЖАНИЕ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1	4
Методы анализа, используемые для контроля состояния окружающей среды. Оценка качества определения соответствия погрешностей анализа нормативам	
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2	12
Выполнение измерений массовой концентрации фосфат-ионов в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом	
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3	16
Выполнение измерений массовой концентрации общего содержания железа в сточных водах	
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4	21
Правила отбора газовых проб. Определение аммиака в атмосферном воздухе	
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5	25
Определение хлора в воздухе фотометрическим методом, при взаимодействии хлора в кислой среде с метиловым оранжевым	
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6	29
Выполнение измерений массовой концентрации содержания алюминия в сточных водах	
ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ	32
Список литературы	33

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

МЕТОДЫ АНАЛИЗА, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СОСТОЯНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ. ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СООТВЕТСТВИЯ ПОГРЕШНОСТЕЙ АНАЛИЗА НОРМАТИВАМ

Цель работы: Научиться оценивать достоверность результатов анализа и соответствие погрешностей нормативам.

Время выполнения 2 часа.

2.1 Теоретические основы

Охрана окружающей среды невозможна без достоверных данных об источниках и степени ее загрязнения.

При рассмотрении результатов анализа всегда возникает вопрос: насколько они точны и достоверны.

Неверно считать, что использование дорогостоящей аппаратуры однозначно обеспечивает более высокую достоверность, чем «старые», например фотометрические, методы. Сам факт использования новейших физических методов, приборов, ЭВМ для анализа вещества часто создает иллюзию «непогрешимости» этих средств контроля, правильности полученных с их использованием результатов. Применение самых современных приборов не дает оснований для излишнего оптимизма: новые методы таят в себе опасность наличия весьма значительных погрешностей, особенно систематических. Эта опасность вуалируется тем, что внешне все обстоит благополучно: работают отдельные узлы прибора, действует автоматика, компьютер обрабатывает данные, которые регистрируются печатающим устройством. Но неправильный пробоотбор, ошибки при пробоподготовке, необоснованный выбор образцов сравнения и некорректная градуировка, неверный учет взаимного влияния компонентов пробы – все это часто приводит к весьма значительному искажению результатов анализа и влечет за собой огромные потери. Поэтому сам аналитический контроль должен тщательно и надежно контролироваться.

Также неверно считать, что более правильны результаты у вышестоящей или контролирующей лаборатории (хотя последняя должна к этому стремиться).

Условно аналитический контроль за сточными водами можно разделить на два вида: регулирующий и фиксирующий. По результатам первого немедленно меняют какие-то технологические параметры процесса очистки, например, увеличивают дозу реагента. Результаты фиксирующего аналитического контроля используют для принятия тех или иных решений, например о соответствии параметров работы очистных сооружений проектным либо нормативным показателям, о необходимости строительства очистных сооружений с той или иной технологией очистки, о наложении штрафа за превышение нормативных показателей. В масштабах города, области, региона на основании данных фиксирующего аналитического контроля оценивается водоохранная деятельность в целом.

Очевидно, что недостоверные данные приведут к необоснованным штрафам, к дорогостоящим ошибкам в проектировании и строительстве очистных сооружений, к неправильному вложению средств в водоохранную деятельность.

Понятие достоверности не совпадает с понятием точности, а шире его. Понятие достоверности используют для того, чтобы характеризовать правильность какого-либо утверждения, соответствия его объективной реальности. Все анализы должны быть достоверны, иначе они бессмысленны, но требуемая точность анализа (не только абсолютная, а даже относительная) может быть разной.

Так, например, если требуется определить, превышена ли предельно допустимая концентрация (ПДК) кобальта в водоеме ($0,1 \text{ мг/дм}^3$), то погрешность анализа $\pm 50\%$ допустима, если найденная концентрация больше $0,2 \text{ мг/дм}^3$. (Предположим, найдена концентрация $0,3 \text{ мг/дм}^3$, тогда с учетом погрешности действительная концентрация лежит в интервале $0,3 \pm 0,15$ – в любом случае больше ПДК). Также допустима погрешность $\pm 50\%$, если найденная концентрация меньше $0,07 \text{ мг/дм}^3$. Например, найдено $0,05 \text{ мг/дм}^3$, то

есть с учетом погрешности действительная концентрация лежит в интервале $0,05 \pm 0,025$ – в любом случае ниже ПДК.

Если же найдена концентрация $0,11 \text{ мг/дм}^3$, то вывод о превышении ПДК недостоверен даже при впятеро большей точности, когда погрешность составляет всего $\pm 10\%$. Действительная концентрация в таком случае лежит в интервале $0,09-0,12 \text{ мг/дм}^3$.

При систематическом фиксирующем контроле следует стремиться к снижению числа выполняемых анализов за счет усреднения проб (естественно для тех компонентов, которые можно консервировать и хранить), и обоснованному снижению частоты анализов. Нормативные документы позволяют уменьшать частоту отбора при стабильных показателях вплоть до одной пробы в год.

Силы и средства, сэкономленные за счет уменьшения «фиксирующих» анализов, следует направить на повышение их качества. С этой точки зрения в худшем положении оказываются лаборатории, выполняющие разовые анализы, а это в основном лаборатории контролирующих организаций. Увеличение доли работ по повышению качества анализов однозначно ведет к уменьшению их количества и, следовательно, уменьшению объема контроля.

Для большинства методик нормативная погрешность составляет $\pm 25\%$, то есть уже вторая значащая цифра не является достоверной, тем более третья и четвертая.

Важным является вопрос о минимальной определяемой концентрации анализируемого вещества, из 1 дм^3 пробы невозможно определить меньше, чем $0,5 \text{ мг/дм}^3$ нефтепродуктов, а из 500 см^3 – меньше, чем $5 \div 15 \text{ мг/дм}^3$ взвешенных веществ.

2.2 Общие вопросы освоения методик, основные источники ошибок

Выполнение анализа сточных вод, показывает, что воспроизведение аналитических методик не вызывает, как правило, каких-либо затруднений. Основные ошибки возникают на подготовительных стадиях, а также при построении градуировочного графика и расчете результатов анализа.

Освоение фотометрической методики идет по следующим стадиям:

- 1) приготовление растворов реактивов;
- 2) подготовка реактива для приготовления стандартного раствора; проверка его чистоты;
- 3) приготовление стандартных растворов, проверка правильности приготовления;
- 4) выполнение анализа растворов стандартной серии для построения градуировочного графика;
- 5) вывод расчетной формулы;
- 6) проверка правильности освоения методики на модельной и натуральной сточной воде;
- 7) оценка качества анализа.

При выполнении анализа химик имеет дело с большим количеством различных растворов. Чтобы не сделать ошибки в последующих расчетах, необходимо использовать единые сокращения для обозначения растворов и строго их придерживаться.

Градуировочный график строят по данным анализа растворов стандартной серии, полученных при разбавлении различных объемов рабочего стандартного раствора.

Рабочий стандартный раствор пригоден только свежеприготовленный; готовят его разбавлением более концентрированного основного стандартного раствора, который может храниться длительное время. В некоторых случаях возникает необходимость иметь еще более концентрированный запасной стандартный раствор.

Описание каждой методики начинается с того, что взятую для анализа пробу воды разбавляют или концентрируют до определенного объема. Полученный при этом раствор называется анализируемым раствором (ан). Последней стадией анализа является колориметрирование. Раствор, полученный на последней стадии анализа, называется раствором для колориметрирования (к). Объем этого раствора всегда указан в методике. С объемом раствора для колориметрирования не следует путать фактический объем раствора, заливаемого в кювету для колориметрирования.

В процессе колориметрирования следует различать растворы: рабочего опыта (р), холостого (х) и сравнения (ср).

В некоторых случаях ошибки возникают из-за недостаточного знания номенклатуры неорганических соединений и тривиальных названий. Например, часто путают между собой кальцинированную Na_2CO_3 , кристаллическую $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$; $n = 1; 7; 10$, каустическую NaOH и питьевую NaHCO_3 соду; нашатырный спирт NH_4OH и нашатырь NH_4Cl , желтую $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ и красную $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ кровавую соль и т. д.

2.2.1 Приготовление реактивов и стандартных растворов

При приготовлении стандартных растворов часто полагают, что достаточно воспользоваться реактивом высокой степени чистоты, чтобы приготовить стандартный раствор точной концентрации. Это неверно. Почти все реактивы, применяемые для приготовления стандартных растворов, гигроскопичны, а многие образуют кристаллогидраты переменного состава.

Для правильного приготовления стандартного раствора необходимо подготовить реактив (выделить в виде вещества определенного состава), а затем проверить. Если действовать таким путем, то нет необходимости в использовании «химически чистых» и «чистых для анализа» реактивов; достаточно квалификации «чистый».

При проверке может оказаться, что содержание основного вещества в реактиве больше или меньше теоретического. Например, содержание семиводного сульфата никеля в соответствующем реактиве может быть 95% (присутствует гигроскопическая вода), а может быть 105% (реактив частично потерял кристаллизационную воду, его состав соответствует формуле $\text{NiSO}_4 \cdot 6,25 \text{H}_2\text{O}$). По этой причине массу навески для приготовления стандартного раствора следует увеличить или уменьшить по сравнению с той, которая приведена в методике.

Приготовленный стандартный раствор следует также проверить. В ряде случаев концентрация основного стандартного раствора (то есть раствора, содержащего точное количество вещества, который

может храниться длительное время и из которого готовят менее концентрированные рабочие стандартные растворы) недостаточна для проверки его принятым методом (чаще всего трилонометрическим или гравиметрическим). Поэтому целесообразнее приготовить более концентрированный запасной стандартный раствор, который затем уже разбавляют до концентрации основного стандартного раствора. Отличие фактической концентрации стандартного раствора от требуемой расчетной концентрации следует учитывать с помощью поправочного коэффициента к концентрации стандартного раствора K , который показывает отношение фактической концентрации стандартного раствора к расчетной концентрации:

Во многих лабораториях, чтобы не вводить коэффициент K в последующие расчеты, предпочитают вторично приготовить раствор, взяв новую навеску с учетом этой поправки.

2.2.2 Фотометрирование, построение градуировочного графика, вывод расчетной формулы

Фотометрические методы анализа основаны на законе Ламберта-Бугера-Бера, в соответствии с которым оптическая плотность раствора D прямо пропорциональна концентрации поглощающего вещества C и толщине слоя раствора l :

$$D = k_{\lambda}lC,$$

где k_{λ} – коэффициент пропорциональности.

Если концентрация выражается в моль/дм³ и толщина слоя в см, то k_{λ} называется коэффициентом молярного поглощения (обозначается ϵ_{λ}), который показывает оптическую плотность раствора с концентрацией 1 моль/дм³, измеренную в кювете 1 см при длине волны излучения λ нм. Если концентрация выражается в мг/дм³ и толщина слоя в см, то k называется коэффициентом удельного поглощения (обозначается a_{λ}), который показывает оптическую плотность раствора с концентрацией 1 мг/дм³, измеренную в кювете 1 см при длине волны излучения λ нм.

Результаты колориметрирования записывают в таблицу 2.1.

Таблица 2.1

№ п/п	Объем взятого рабочего стандартного раствора, V_{pc} , см ³	Количество находящейся в растворе меди, M , мг	Расчетная концентрация меди в колориметрируемом растворе, C_k^p , мг/дм ³	Оптическая плотность, D , Бер	Примечание
1	0	0	0	0,035	1) дата
2	0,5	0,005	0,2	0,095	2) $C_{pc}^c = 10$ мг/дм ³
3	1,0	0,010	0,4	0,160	3) $K = 0,995 \cong 1,0$
4	1,5	0,015	0,6	0,260	4) $V_{ан} = V_{cc} = 100$ см ³
5	2,0	0,020	0,8	0,290	5) $V_k = 25$ см ³
6	2,5	0,025	1,0	0,360	6) $C_k^p = \underline{\hspace{2cm}}$
7	3,0	0,030	1,2	0,440	7) КФК-2 №1
8	3,5	0,035	1,4	0,485	8) $l = 2$ см
9	4,0	0,040	1,6	0,543	9) $\lambda = 440$ нм
10	5,0	0,050	2,0	0,680	

Здесь: $V_{ан}$ – объем анализируемой пробы, см³; V_{cc} – объем раствора стандартной серии (градуировочный), см³; l – длина кюветы, см; λ – длина волны, нм.

Формула для расчета C_k^p :

$$C_k^p = C_{pc}^p : V_k = 5 \cdot V_p : 50 = 0,1 \cdot V_{pc},$$

где C_k^p – расчетная концентрация меди в колориметрируемом растворе, мг/дм³; C_{pc}^p – расчетная концентрация рабочего стандартного раствора, мг/дм³; V_k – объем взятого колориметрируемого раствора, см³; V_p – объем рабочего раствора, см³; V_{pc} – объем взятого рабочего стандартного раствора, см³.

Градуировочный график строят по данным таблицы в координатах: концентрация меди в колориметрируемой пробе, мг/дм³ – оптическая плотность, Бер.

2.3 Чувствительность, предел определения, точность анализа

Чувствительность и предел определения являются важнейшими аналитическими характеристиками. Часто под чувствительностью

методики химики понимают ту минимальную концентрацию вещества, которую можно достоверно определить данной методикой. Это неверно. Такая характеристика так и называется: минимальная определяемая концентрация, или нижняя граница определяемых концентраций, или предел определения.

От предела определения следует отличать предел обнаружения – ту минимальную концентрацию вещества, при которой можно с уверенностью говорить о наличии анализируемого вещества в пробе.

Чувствительность методики является характеристикой фотометрической реакции и на практике она пропорциональна углу наклона градуировочного графика. Удобнее всего ее выражать величиной оптической плотности раствора с концентрацией 1 мг определяемого вещества в литре растворителя, замеренной в кювете 1 см по отношению к холостому опыту при длине волны λ нм. Но эта величина и есть коэффициент удельного погашения a_λ .

Ранее была широко распространена оценка чувствительности по Сенделу $S = 1:1000 a$, которая выражалась в микрограммах на квадратный сантиметр.

В отличие от чувствительности предел определения связан не только с фотометрической реакцией, но и со всей методикой анализа в целом: прежде всего со стадией концентрирования, то есть соотношением $V_{ст} : V_k$ (концентрирование может осуществляться не только за счет упаривания пробы или ее отгонки в меньший объем, но и экстракцией в меньший объем растворителя, а также высаждения с последующим растворением в меньшем объеме), а также использованием кювет большей длины.

Таким образом, задача нахождения минимально определяемой концентрации сводится к задаче нахождения той минимальной величины оптической плотности, которую еще можно надежно измерить.

Распространенной ошибкой является мнение, что любое значение оптической плотности, полученное в результате анализа, можно использовать для расчета. Вопрос оценки минимально определяемой концентрации настолько важен, что его следует разобрать более подробно.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФОСФАТ-ИОНОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

3.1 Сущность метода

Метод основан на фотометрическом измерении интенсивности окраски анализируемого раствора. Массовую долю P_2O_5 рассчитывают с помощью градуировочного графика.

Время выполнения: 3 час.

3.2 Оборудование, посуда, реактивы, растворы

Весы общего назначения по ГОСТ 24104 – 80 4 класса точности.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 – 80 2 класса точности или аналогичного типа.

Набор гирь по ГОСТ 7323 – 82.

Спектрофотометр с монохроматором или фильтром с фотоэлектрическим элементом, фотоэлектрокалориметры типа КФК ($\lambda = 440$ нм) и ФЭК-56 (светофильтр №4) или другой аналогичный прибор с кюветами с толщиной поглощающего слоя $l = 10$ мм.

Шкаф сушильный ШС–40М с погрешностью регулирования температуры до $+2,5^{\circ}C$.

Эксикатор по ГОСТ 23932 – 79, заполненный осушителем.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770 – 74.

Бюретки по ГОСТ 29228 – 91, пипетки по ГОСТ 20292 – 74 2 класса с пределами допускаемых погрешностей по ГОСТ 8.100 – 73.

Стаканчики СН–34/12 или СН–60/14 ГОСТ 25336 – 82.

Реактивы квалификации (ч.д.а.).

Кислота азотная по ГОСТ 4461 – 77, плотностью $1,4$ г/см³, разбавленная 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 – 77, плотностью $1,15-1,19$ г/см³, раствор с массовой долей соляной кислоты 20%.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 – 78 раствор с массовой долей аммония молибденовокислого – 5%, готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 500 см³ горячей воды, разбавляют до 1 дм³ водой и фильтруют.

Аммоний ванадиевокислый, мета ГОСТ 9336 – 75 раствор с массовой долей аммония ванадиевокислого 0,25% готовят следующим образом: 2,5 г мета-ванадиевокислого аммония ч.д.а. растворяют в 500 см³ горячей воды, приливают 20 см³ H₂SO₄ концентрированной кислоты и доводят объем раствора водой до 1 дм³, фильтруют.

Стандартный раствор дигидрофосфата калия (х.ч.) по ГОСТ 4198 – 75. Навеску KН₂РO₄ (1,917 г.), взвешенную с точностью 2·10⁻⁴ г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе емкостью 1 дм³, приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Получают раствор (раствор А), 1 см³ которого содержит 1 мг Р₂О₅. 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу емкостью 500 см³ доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Получают раствор (раствор Б), 1 см³ которого содержит 0,05 мг Р₂О₅.

Реактив на фосфаты готовят следующим образом: смешивают в равных объемах (1 дм³) раствора азотной кислоты, разбавляют 1:2 мета-ванадиевокислого и молибденовокислого аммония в указанной последовательности.

3.3 Построение градуировочного графика

В мерные колбы емкостью 100 см³ приливают 2, 5, 10, 20, 30, 40, 50 см³ раствора Б, что соответствует содержанию Р₂О₅ по 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 мг. Объемы в колбах доводят дистиллированной водой до суммарного объема, равного 50 см³, приливают по 25 см³ смеси* реактивов, доводят объем до метки дистиллированной водой и

* Смесь устойчива в течение 6-8 часов.

перемешивают. Через 15 минут измеряют оптическую плотность окрашенных растворов с помощью фотокалориметра в кювете с рабочей длиной $l = 10$ мм при $\lambda = 440$ мкм. Относительной холостой пробы.*

Для приготовления холостой пробы в мерную колбу емкостью 100 см^3 приливают 50 см^3 дистиллированной воды, 25 см^3 смеси реактивов, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

По получении значений оптической плотности строят градуировочный график: по оси абсцисс – содержание P_2O_5 в мг; по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности.

3.4 Проведение анализа

При выполнении массовой доли водорастворимого P_2O_5 отбирают пипеткой 5 см^3 раствора исследуемой пробы и при определении общего P_2O_5 – 5 см^3 , переносят в мерную колбу емкостью 100 см^3 и доводят дистиллированной водой до суммарного объема 50 см^3 . Затем приливают 25 см^3 смеси реактивов, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают*.

Через 15 минут. Окрашенные растворы фотометрируют в кювете с рабочей длиной $l = 10$ мм при $\lambda = 440$ мкм. Относительно холостой пробы, приготовленной также как и при построении градуировочного графика.

3.5 Обработка результатов

Массовую долю P_2O_5 как общего, так и водорастворимого в анализируемой пробе в процентах рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{a \cdot V_1 \cdot 100}{1000 \cdot V_2 \cdot g},$$

где: a – масса P_2O_5 , найденная по градуировочному графику, мг; V_1 – объем разбавления, см^3 ; 1000 – пересчет мг в г.; 100 – пересчет в %;

* Если для измерения используют ФЭК–М, то применяют синий светофильтр, если ФЭК–56-светофильтр № 4.

* В случае необходимости раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

V_2 – аликвотная часть раствора на калориметрирование, см.; g – масса навески сточной воды, г.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результатов измерений для водорастворимого P_2O_5 при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют:

поддиапазон (0,1 – 0,4%)	$\pm 0,125 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (0,4 – 1,6%)	$\pm 2,00 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (1,6 – 6,4%)	$\pm 7,22 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (6,4 – 10,0%)	$\pm 23,43 \cdot 10^{-2} \%$.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результатов измерений для общего P_2O_5 при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют:

поддиапазон (0,1 – 0,4%)	$\pm 0,99 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (0,4 – 1,6 %)	$\pm 2,48 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (1,6 – 6,4%)	$\pm 9,65 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (6,4 – 10,0 %)	$\pm 26,43 \cdot 10^{-2} \%$.

3.6 Контроль точности измерений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми для каждого поддиапазона не превышает значения допускаемого расхождения, равного:

– для анализа растворимого P_2O_5 :

поддиапазон (0,1 – 0,4%)	$\pm 2,25 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (0,4 – 1,6 %)	$\pm 4,46 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (1,6 – 6,4%)	$\pm 9,24 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (6,4 – 10,0 %)	$\pm 13,60 \cdot 10^{-2} \%$;

– для анализа общего P_2O_5 :

поддиапазон (0,1 – 0,4%)	$\pm 1,83 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (0,4 – 1,6 %)	$\pm 4,19 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (1,6 – 6,4%)	$\pm 16,00 \cdot 10^{-2} \%$;
поддиапазон (6,4 – 10,0 %)	$\pm 26,00 \cdot 10^{-2} \%$.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА В СТОЧНЫХ ВОДАХ

Цель работы: Определить массовую концентрацию II и III-х валентного железа в сточной воде.

Время выполнения 3 часа.

4.1 ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ

Для определения общего содержания железа рекомендуют несколько методов с применением о-фенантролина, роданида и сульфосалициловой кислоты.

Роданидный метод известен давно и основан на реакции ступенчатого образования комплексов роданид-иона с ионами трехвалентного железа.

Для определения этим методом общего содержания железа предварительно проводят окисление железа II (которое может присутствовать в воде) в железо III. В качестве окислителей используют персульфат, перекись водорода, а чаще всего – перманганат в кислой среде. Преобладание в растворе того или иного комплекса зависит от концентрации реагентов и pH среды.

Более богатые роданидом комплексы окрашены в более интенсивный красный цвет. Оптимальная кислотность раствора соответствует 0,05-0,2 н. соляной, серной или азотной кислоте.

Окраска водных растворов роданидных комплексов неустойчива во времени, поэтому измерение окраски следует производить в течение 2-3 минут после введения роданида.

Определению железа роданидным методом мешают анионы, образующие устойчивые комплексы с трехвалентным железом, в том числе фториды, фосфаты, цитраты. Определению железа мешают ионы металлов, образующих в условиях реакции окрашенные

комплексы с роданидом (кобальт, молибден, висмут, титан), мешающее влияние также оказывает медь.

Метод рекомендуется для проб сточной воды, сильно загрязненных органическими веществами в растворенном и взвешенном состоянии. В процессе кипячения с окислителем органические вещества полностью разрушаются и не мешают дальнейшему определению железа.

При определении железа с о-фенантролином и сульфосалициловой кислотой сильно загрязненные пробы требуют предварительной минерализации.

В кислой среде сульфосалициловая кислота взаимодействует с железом III, образуя комплекс сиреневого цвета; в щелочной среде железо (как II, так и III) образует комплекс ярко-желтого цвета. Определению мешает присутствие более высоких, чем железо, концентраций алюминия и меди, которые подобно железу образуют цветные комплексы.

4.2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА С РОДАНИДОМ

В методике изменен только общий объем колориметрируемого раствора (уменьшен с 57,5 до 50 см³). Фотометрирование проводят при длине волны около 495 нм в кювете длиной 2 или 3 см.

4.2.1 Реактивы

1) Железо-аммонийные квасцы, стандартный основной раствор с концентрацией железа 1 г/дм³.

Растворяют 8,634 г двенадцативодных железо-аммонийных квасцов в 500 см³ дистиллированной воды, прибавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят объем до 1 дм³ дистиллированной водой.

2) Рабочий стандартный раствор с концентрацией железа 20 мг/дм³.

Разбавляют 10 см³ основного стандартного раствора дистиллированной водой до 500 см³. Используют свежеприготовленным.

3) Серная кислота, ч.д.а., раствор разбавленный (1:2).

4) Перманганат калия, примерно 0,1 н. раствор.

Растворяют 3,2 г перманганата калия ч.д.а., в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³.

5) Щавелевая кислота, примерно 0,1 н. раствор.

Растворяют 6,3 г щавелевой кислоты ч.д.а. в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³.

6) Роданид калия или аммония ч.д.а. 20% раствор.

7) Соляная кислота ч.д.а., раствор разбавленный (1:1).

4.2.2 Анализ растворов стандартной серии. Построение градуировочного графика

В ряд стаканов для кипячения помещают 0, 1, 2 . . . 10 см³ рабочего стандартного раствора и разбавляют дистиллированной водой приблизительно до 50 см³.

В рабочий раствор добавляют 2,5 см³ разбавленной серной кислоты, 2,5 см³ раствора перманганата калия и кипятят 5 минут, пока не останется примерно 25-35 см³ жидкости. Горячий раствор вначале обесцвечивают щавелевой кислотой, а затем по каплям прибавляют к нему 2,5 см³ разбавленной соляной кислоты. Раствор перемешивают, добавляют 5,0 см³ раствора роданида, доводят до метки дистиллированной водой и после перемешивания колориметрируют по сравнению с дистиллированной водой.

Результаты колориметрирования заносят в таблицу, аналогичную таблице 2.1.

Формула для расчета C_k^p :

$$C_k^p = C_{pc}^p \cdot V_{pc} : V_k = 20 \cdot V_{pc} : 50 = 0,4 \cdot V_{pc},$$

где C_k^p – расчетная концентрация железа в колориметрируемом растворе, мг/дм³; C_{pc}^p – расчетная концентрация рабочего стандартного раствора, мг/дм³; V_k – объем взятого колориметрируемого раствора, см³; V_{pc} – объем взятого рабочего стандартного раствора, см³.

Градуировочный график строят по данным таблицы в координатах: концентрация железа в колориметрируемой пробе, мг/дм³ – оптическая плотность, Бер.

4.2.3 Анализ сточной воды

В стаканчик для кипячения емкостью 200 см³ помещают 50 см³ хорошо перемешанной пробы с концентрацией железа не более 4,0 мг/дм³ (или меньший объем пробы сточной воды, доведенный до 50 см³ дистиллированной водой). Далее ход анализа аналогичен ходу анализа растворов стандартной серии. Если в процессе кипячения раствор перманганата обесцветился (израсходовался на окисление органических веществ), то в пробу необходимо добавлять раствор перманганата калия до тех пор, пока после кипячения не будет оставаться устойчивое розовое окрашивание. Холостой опыт выполняют так же, как и рабочий, но вместо сточной воды используют дистиллированную воду.

Расчет производят по формуле:

$$C_{ст} = П\Delta D : V_{ст}, \text{ мг/дм}^3.$$

4.3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

4.3.1 Реактивы

1) Основной стандартный раствор с концентрацией железа 1 г/дм³. Приготавливают так же, как в разделе 4.2.

2) Рабочий стандартный раствор с концентрацией железа 25 мг/дм³. Разбавляют 5 см³ основного стандартного раствора железа до 200 см³ дистиллированной водой.

3) Раствор хлористого аммония. Растворяют 107 г хлористого аммония в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³.

4) Аммиак разбавленный (1:1).

5) Сульфосалициловая кислота, 20%-й раствор. Растворяют 20 г реактива в 80 см³ дистиллированной воды.

4.3.2 Анализ растворов стандартной серии. Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб емкостью 100 см³ наливают 0; 1; 2 . . . 10 см³ рабочего стандартного раствора железа и разбавляют примерно до 90 см³ дистиллированной водой.

В каждую колбочку приливают последовательно 2 см³ раствора хлористого аммония, 2 см³ сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют 2 см³ раствора аммиака, доводят до метки, еще раз перемешивают и через 5 минут колориметрируют при длине волны примерно 430 нм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

Результаты колориметрирования заносят в таблицу, аналогичную таблице 2.1.

Формула для расчета C_k^p :

$$C_k^p = C_{pc}^p : V_k = 25 \cdot V_{pc} : 100 = 0,25 \cdot V_{pc}.$$

Градуировочный график строят по данным таблицы в координатах: концентрация железа в колориметрируемой пробе, мг/дм³ – оптическая плотность, Бер.

4.3.3 Анализ сточной воды

К 100 см³ сточной воды (или к меньшему объему, доведенному до 100 см³ дистиллированной водой) прибавляют 0,5 см³ концентрированной азотной кислоты и упаривают на плитке до объема около 10 см³. Затем ее разбавляют дистиллированной водой до объема около 50 см³ и фильтруют в мерную колбу на 100 см³, доводя объем приблизительно до 90 см³. Далее анализ продолжают как в п 4.3.2.

Холостая проба готовится, как и рабочая, но вместо сточной воды используют дистиллированную воду.

Расчет выполняется аналогично (см. п.4..2.3).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

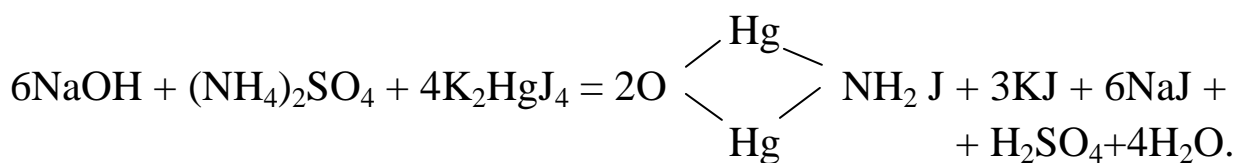
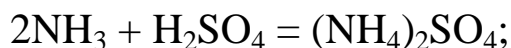
ПРАВИЛА ОТБОРА ГАЗОВЫХ ПРОБ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИОКСИДА АЗОТА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Цель работы: Измерить объемную долю аммиака в хвостовых газах фотоколориметрическим методом в диапазоне от 0,001 до 0,030%.

Время выполнения 3 часа.

5.1 Метод измерений

Анализ основан на поглощении аммиака и аммиачных солей раствором серной кислоты и измерения оптической плотности окрашенных в желтый цвет растворов, содержащих комплексное соединение, образующееся при взаимодействии ионов аммония с реактивом Несслера.



5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

1) Концентрационный фотоколориметр КФК-2МП по ГОСТ 12083 – 78 с абсолютной погрешностью измерения коэффициента пропускания не более $\pm 1,5\%$.

2) Весы лабораторные общего назначения модели ВЛА-200 по ГОСТ 24104 – 88 или весы другого типа с пределом взвешивания 200 г с ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$ г не ниже второго класса точности.

3) Манометр АМ 133 (100), манометр абсолютного давления с верхним пределом измерения 133 гПа.

- 4) Набор гирь.
- 5) Моновакуумметр диаметром 160 мм с верхним пределом измерения избыточного давления 0,06 мПа.
- 6) Термометр, секундомер, бюретка, пипетки, колбы, цилиндры.
- 7) Кислота серная с молярной концентрацией $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$ моль/дм³.
- 8) Аммоний хлористый, калия тетраiodомеркурат (II) в щелочном растворе (реактив Несслера).

5.3 Подготовка к выполнению измерений

5.3.1 Приготовление основного раствора А

Навеску хлорида аммония массой 0,3147 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают содержимое колбы.

Получают основной раствор А с массовой концентрацией хлорида аммония (в пересчете на аммиак) 0,1 мг/см³.

5.3.2 Приготовление основного раствора Б

Пипеткой отбирают 10 см³ раствора А, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают содержимое колбы.

Получают основной раствор Б с массовой концентрацией аммиака 0,01 мг/см³.

Раствор Б используют свежеприготовленным.

5.4 Построение градуировочного графика

В десять мерных колб вместимостью 50 см³ вносят бюреткой 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50; 1,75; 2,00; 2,25; 2,50 см³ основного раствора Б, что соответствует массам аммиака 0,0025; 0,0050; 0,0075; 0,010; 0,0125; 0,0150; 0,0175; 0,020; 0,0225; 0,0250 мг. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают растворы в течение 10-15 с, затем добавляют в колбы по 1 см³ реактива Несслера и снова тщательно перемешивают содержимое колб.

Одновременно в одиннадцатой мерной колбе готовят раствор сравнения, прибавляя к 50 см^3 дистиллированной воды 1 см^3 реактива Несслера.

Через 10 минут измеряют оптические плотности градуировочных растворов по отношению к раствору сравнения на фотоколориметре со светофильтром с максимумом пропускания при длине волны $4000 \pm 5 \text{ нм}$ в кюветах с толщиной поглощающего света 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения масс аммиака в миллиграммах, а по оси ординат – соответствующие им значения оптических плотностей.

5.5 Отбор проб

В колбу для отбора пробы наливают цилиндром 45 см^3 раствора серной кислоты, колбу плотно закрывают пробкой со вставленной в нее капиллярной трубкой, помещают в защитный чехол и эвакуируют из нее воздух до остаточного давления 20-30 мм рт. ст. Затем проверяют герметичность колбы, переворачивая ее пробкой вниз. Если колба герметична, пузырьки воздуха через раствор не барботируются.

После проверки герметичности колбы фиксируют в ней остаточное давление (P1) по манометру.

Продувают пробоотборную линию и вставляют в тройник пробоотборной точки свободный конец капиллярной трубки так, чтобы он находился за отростком, через который сбрасывают давление.

Колбу присоединяют краном вниз, открывают кран (или зажим) и отбирают газ (до прекращения прохождения пузырьков через поглотительный раствор), после чего колбу доставляют в лабораторию и выдерживают ее при температуре окружающего воздуха (периодически встряхивая для лучшего растворения аммиака) в течение 20-30 минут, затем регистрируют по моновакуумметру давление (P2) в колбе и температуру окружающего воздуха.

Для удаления оксидов азота в колбу открывают в вытяжном шкафу и оставляют открытой в течение 5-10 минут.

5.6 Выполнение измерений

Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, промывают пробку и пробоотборную колбу 5 см³ дистиллированной воды, сливая смывную воду в мерную колбу, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают раствор в колбе, затем добавляют 1 см³ реактива Несслера и снова тщательно перемешивают содержимое колбы.

Через 10 минут измеряют оптическую плотность раствора по отношению к раствору сравнения на фотоколориметре. Раствор сравнения готовят так же, как и при построении градуировочного графика.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят массу аммиака в колориметрируемом растворе.

5.7 Вычисление результата измерений

Объемную долю аммиака в хвостовых газах (C_v) вычисляют по формуле:

$$C_v = \frac{m \cdot 1,3 \cdot 100}{V_0}$$

Массовую концентрацию аммиака в хвостовых газах (C_1 , мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C_1 = \frac{m \cdot 1000 \cdot 1000}{V_0},$$

где: m – масса аммиака, найденная по градуировочному графику, мг;

1,3 – удельный объем газообразного аммиака, см³/мг;

V_0 – объем пробы газа, приведенный к нормальным условиям, см³, вычисленный по формуле:

$$V_0 = \frac{(V - 45) \cdot 273 \cdot (P_2 - P_1)}{(273 + t) \cdot 760},$$

где V – вместимость пробоотборной колбы, см³;

P_1 – остаточное давление в колбе до отбора пробы газа, мм рт. ст.;

P_2 – давление в колбе после отбора пробы газа, мм рт. ст.;

t – температура окружающего воздуха, °С.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА В ВОЗДУХЕ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ, ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ХЛОРА В КИСЛОЙ СРЕДЕ С МЕТИЛОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ

Цель работы: Определить содержание хлора в воздухе.

Время выполнения 3 часа.

При взаимодействии хлора в кислой среде с метиловым оранжевым ослабляется розовая окраска раствора. Уменьшение интенсивности окраски пропорционально количеству хлора.

Минимальная определяемая концентрация 0,2 мкг в анализируемом объеме раствора.

Диоксид серы, оксиды азота (до 10 мг/м³) и озон (до 5 мг/м³) не мешают определению.

6.1 Реактивы

- 1) Метиловый оранжевый, х. ч.
- 2) Бромид калия, х. ч.
- 3) Этиловый спирт, ректификат.
- 4) Серная кислота с концентрацией $C(1/2H_2SO_4) = 0,05$ моль/дм³.
- 5) Хлорамин Б.
- 6) Йод возогнанный, растертый и высушенный.
- 7) Тиосульфат с концентрацией $C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,1$ моль/дм³.

6.2 Приготовление растворов

Поглотительный раствор. В мерной колбе на 1 дм³ растворяют 0,1 г метилового оранжевого в 100 см³ горячей воды, по охлаждению прибавляют 0,5 г бромида калия, 20 см³ этилового спирта, содержимое колбы перемешивают и доводят объем водой до метки. Раствор устойчив.

Рабочий поглотительный раствор. В мерную колбу на 100 см³ вливают 4 см³ раствора серной кислоты с концентрацией $C(1/2H_2SO_4) = 0,05$ моль/дм³ и 5 см³ исходного поглотительного раствора, доводят

объем до метки водой; 25 см³ этого раствора помещают в коническую колбу и титруют рабочим стандартным раствором хлора до лимонно-желтой окраски. На 25 см³ рабочего поглотительного раствора должно расходоваться 2,5-3 см³ рабочего стандартного раствора хлора.

Если на титрование расходуется больше или меньше стандартного раствора хлора, то необходимо поглотительный раствор соответствующим образом разбавить или приготовить более концентрированный раствор. Хранить его следует в темном месте.

Стандартный раствор хлора. Растворяют 5 г хлорной извести в 250 см³ воды и оставляют раствор в покое на несколько часов. Затем прозрачный раствор фильтруют в мерную колбу на 1 дм³, доводят объем до метки бидистиллятом, переливают в темную склянку и определяют титр раствора титрованием его раствором тиосульфата с концентрацией $C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,02$ моль/дм³.

Перед применением раствора каждый раз определяют содержание хлора йодометрически. Для титрования берут 10 см³ исходного раствора хлора в коническую колбу с притертой пробкой на 250 см³, вливают 5 см³ 10%-ной серной кислоты, 60 см³ воды, всыпают 1 г йодида калия, раствор взбалтывают и оставляют в темном месте на 5-10 минут. Затем титруют свежеприготовленным раствором тиосульфата с концентрацией $C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,02$ моль/дм³ до образования бледно-желтой окраски, вливают в раствор 1 см³ 0,5%-го крахмала и титруют до обесцвечивания. Содержание хлора определяют из расчета: 1 см³ раствора тиосульфата с концентрацией $C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,02$ моль/дм³ соответствует 0,709 мг хлора.

Рабочий стандартный раствор с содержанием хлора 10 мг/см³. В мерную колбу на 100 см³ вливают столько исходного раствора, чтобы в нем содержалось 1000 мкг хлора, и доводят объем до метки бидистиллятом. Перед применением раствора проверяют содержание хлора йодометрически: раствор титруют раствором тиосульфата с концентрацией $C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,002$ моль/дм³, который готовят

перед титрованием. 1 см³ этого раствора соответствует 0,0709 мг хлора.

6.3 Отбор пробы

Для определения разовой концентрации воздуха со скоростью 0,5 дм³/мин протягивают через поглотительный прибор с пористым фильтром № 1, содержащий 2,5 см³ поглотительного раствора. Продолжительность отбора 20-30 минут. При изменении окраски поглотительного раствора отбор прекращают.

Для определения среднесуточной концентрации воздуха со скоростью 5 дм³/мин протягивают в течение суток через поглотительный прибор с пористым фильтром № 1, содержащий 5 см³ поглотительного раствора. При наполнении прибора отмечают уровень жидкости, который периодически доводят водой до первоначального.

Допустимо проводить отбор с перерывами в 2-4 ч в один и тот же поглотительный прибор.

6.4 Ход определения

Из поглотительного прибора жидкость выливают в колориметрическую пробирку. Затем строят шкалу стандартов:

Номер стандарта	0	1	2	3	4	5	6
Рабочий стандартный раствор, см ³	0	0,02	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25
Рабочий поглотительный раствор, см ³	не более 2 см ³ во все пробирки						
Содержание хлора, мкг	0	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5

Пробу колориметрируют на белом фоне. Шкала сохраняется в течение месяца в темном месте.

Можно концентрацию хлора установить фотометрически. Для этого готовят серию стандартных растворов с содержанием 1, 2, 3 и 4 мкг хлора в 5 см³. Измеряют оптические плотности полученных

растворов и строят калибровочный график. В качестве контрольного раствора используют поглотительный раствор, предварительно измерив его оптическую плотность по отношению к дистиллированной воде. Перед отбором проб проверяют оптическую плотность поглотительного раствора. Если значение оптической плотности изменилось, то раствор разбавляют водой или добавляют в него исходный поглотительный раствор до получения первоначальных данных.

Концентрацию C (в мг/м³) вещества в воздухе вычисляют по формулам:

$$C = \frac{V \cdot a}{V_1 \cdot V_0},$$

$$C = \frac{b}{V_0},$$

где a – количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора, мкг; V – общий объем исследуемого раствора, см³; V_0 – объем исследуемого воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм³; V_1 – объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см³; b – количество вещества, найденное во всем объеме исследуемого раствора, мкг.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ В СТОЧНЫХ ВОДАХ

Цель работы: Определить массовую концентрацию алюминия в сточной воде.

Время выполнения 3 часа.

7.1 Теоретические основы

Наиболее распространенным реактивом для определения алюминия является алюминон.

Колориметрическое определение алюминия с алюминоном основано на образовании комплексного соединения красного цвета, которое при небольших концентрациях образует коллоидные псевдорастворы.

Коллоидный окрашенный раствор стабилизируют добавлением желатины или гуммиарабика.

Определению мешает присутствие некоторых металлов (железа, хрома, меди, титана), а также фторидов, полифосфатов, сероводорода, хлора, окрашенных веществ и мути. Мешающее действие железа устраняют восстановлением его до двухвалентного железа тиогликолевой или аскорбиновой кислотой. Мешающее действие меди и окислителей можно устранить добавлением тиосульфата натрия. Сильно окрашенные и мутные пробы перед анализом минерализуют. Интенсивность окрашенного комплекса значительно зависит от рН раствора, температуры и продолжительности реакции, а также от избытка алюминона. Рекомендуют в реакционную смесь вводить лимонную кислоту, исследуемая вода не должна содержать цитраты, тартраты, фториды, оксалаты и комплексон III, которые дают с алюминием прочные комплексы.

Для стабилизации коллоидного раствора в колориметрируемую пробу вводят раствор желатины; рН раствора поддерживают ацетатным буферным раствором рН = 5,0-5,3.

7.2 Реактивы

1) Основной стандартный раствор алюминия с концентрацией 1 г/дм³.

Растворяют 17,6 г алюмокалиевых квасцов в дистиллированной воде, подкисленной 0,5 см³ концентрированной соляной кислотой, и доводят до 1 дм³.

2) Рабочий стандартный раствор с концентрацией 5 мг/дм³.

Готовят разбавлением основного стандартного раствора в 200 раз (например, 5 см³ до 1 дм³) дистиллированной водой или готовят разбавлением 5 см³ ГСО 5215 – 90 до 100 см³ дистиллированной водой.

3) Водный раствор аскорбиновой кислоты, 1%-й.

Раствор устойчив в течение нескольких часов. Растворяют 0,5 г реактива в 50 см³ воды.

4) Водный раствор алюминона, 0,1%-й.

При хранении в склянке темного стекла устойчив 7-10 суток.

5) Водный раствор желатины, 1%-й.

Навеску желатины заливают всей порцией дистиллированной воды и оставляют для набухания. После этого ее растворяют на кипящей водяной бане, при необходимости фильтруют. Срок хранения – 2 дня в холодильнике.

После холодильника перед употреблением разогревают на водяной бане.

1.2 Анализ растворов стандартной серии. Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб на 50 см³ помещают 0, 1, 2; . . . 8 см³ рабочего стандартного раствора и разбавляют дистиллированной водой приблизительно до 30-40 см³.

К полученному раствору добавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и ставят в водяную баню с температурой 70-80°С на 1 минуту. (Температуру удобно поддерживать с помощью контактного термометра.)

Затем растворы вынимают и выстаивают еще 4 минуты. После этого прибавляют 2,5 см³ ацетатного буфера, 5 см³ желатины и точно 5,0 см³ алюминона. Пробу разбавляют до метки дистиллированной водой, перемешивают и помещают в ту же водяную баню на 10 минут. Затем пробы вынимают и охлаждают в водяной бане с холодной водой или под струей воды и колориметрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны около 540 нм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

Результаты колориметрирования записывают в таблицу 2.1.

Формула для расчета C_k^P :

$$C_k^P = C_{pc}^P : V_k = 5 \cdot V_p : 50 = 0,1 \cdot V_{pc}.$$

Градуировочный график строят по данным таблицы в координатах: концентрация алюминия в колориметрируемой пробе, мг/дм³ – оптическая плотность, Бер.

7.3 Анализ сточной воды

Пробу сточной воды подкисляют соляной кислотой до pH 2,3-3,0. При наличии в пробе хрома в концентрациях равных или превышающих концентрацию алюминия поддерживают строго pH 3,0.

Пробу фильтруют, отбирают такой объем сточной воды, чтобы содержание алюминия в пробе было от 0,005 до 0,04 мг, помещают в мерную колбу на 50 см³, разбавляют, если требуется, до 30-40 см³ дистиллированной водой и далее продолжают анализ аналогично изложенному в п. 7.2.

Холостая проба готовится, как и рабочая, но вместо сточной воды используют дистиллированную.

Расчет выполняют по формуле:

$$C_{ст} = П\Delta D : V_{ст}, \text{ мг/дм}^3.$$

8 ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

1. К работе допускаются лица, прошедшие инструктаж по безопасной работе в химической лаборатории.
2. Работу выполнять с применением средств индивидуальной защиты.
3. Работать только на исправных электроприборах и оборудовании.
4. Стеклянная посуда должна быть целой, без трещин и изломов.
5. Перед работой вентиляция в лаборатории должна быть включена.
6. При работе с УГ-2 необходимо соблюдать меры безопасности, предусмотренные при работе с определяемым газом (паром).
7. По окончании работы и перед принятием пищи необходимо тщательно вымыть руки с мылом.
8. При эвакуации воздуха из колбы, при отборе в нее газа колба должна быть помещена в защитный чехол.
9. После работы все электроприборы должны быть обесточены, посуда вымыта, рабочее место убрано.

9 Список литературы

Основная литература:

1. Безопасность труда в химической промышленности: учеб. пособие: / Под ред. Л.К.Марининой.- М.: Академия, 2012. ISBN 978-5-7695-4291-6

Дополнительная литература:

1. А.С.Бобков, А.А. Блинов, И.А. Роздин. Охрана труда и экологическая безопасность в химической промышленности. Учебник. - М.: Химия, 1997.- 400с.
- 2.Федеральный закон "Об охране окружающей среды" 10 января 2002
- 3.Тищенко Н.Ф. Охрана атмосферного воздуха. М.: "Химия", 1991.
4. Перечень и коды веществ, загрязняющих атмосферный воздух. С.-Пб., НИИ Охраны атмосферного воздуха. Министерство охраны окружающей среды и природных ресурсов РФ, Фирма "Интеграл", 1997
5. П.П. Кукин, В.Л. Лапин, Н.Л. Понаморов. Безопасность технологических процессов и производств (охрана труда); Уч. Пособие.- М.: Высшая школа, 2001.-318с.

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины:

1. <http://window.edu.ru/> – Единое окно доступа к образовательным ресурсам.
2. www.biblioclub.ru – Электронно-библиотечная система «Университетская библиотека онлайн».
3. catalog.ncstu.ru – Электронный каталог фолиант СКФУ
4. www.library.stavsu.ru – Электронная библиотека и электронный каталог научной библиотеки СКФУ