

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА В СЕРНОМ ШЛАМЕ

Гаджиева И.Б.

*Гаджиева Ирада Балай гызы – ассистент,
кафедра чрезвычайной ситуации и безопасности жизнедеятельности, строительно-технологический факультет,
Азербайджанский архитектурно-строительный университет, г. Баку, Азербайджанская Республика*

Аннотация: описаны методика определения селена в серном шламе сернокислотных производств. Описано измерение оптической плотности желтого комплекса пиазселенола - экстракта толуолом. Проведенные параллельные определения селена путем введения добавок показывают чувствительность и точность предложенного метода.

Ключевые слова: серный шлак, селен, определение, метод.

УДК 543.064.546.243.23

В сернокислотных производствах, работающих на сере с методом двойного контактирования, сначала серу плавят и фильтруют [1] через инфузорной земли. При этом образуется серный шлак, который содержит ряд соединений и в том числе селена. С целью определения эффективности процесса фильтрации и извлечения ценных элементов как селен, необходимо знать накопленное количество селена в серном шламе.

Метод основан на фотометрические измерения оптической плотности экстракта толуола-пиазселенол желтого комплекса, образованного селена в солянокислым 3-3'-диаминобензидином [2].

В водном растворе пиазселенол имеет главную полосу поглощения при 340 мкм и полосу с низким поглощением 420 мкм, в растворе толуоле полоса поглощения при 340 мкм сохраняется, а после поглощения при 420 мкм значительно усиливается. Диаминобензидин также имеет полосу поглощения при 340 мкм, но полоса поглощения при 420 мкм отсутствующий как в водном, так и толуолом растворах. Более целесообразно измерение оптической плотность растворов пиазселенола в толуола при 420 мкм где реагент поглощает незначительно. Без экстракции пиазселенола можно определять не более 3мкг/мл селена, связи его ограниченной растворимости в воде [3].

Используемые реактивы и растворы: азотная кислота, аммиак водный, разбавленный 1:3 вода дистиллированная, 3-3'-диаминобензидин солянокислый (свежеприготовленный 0,5%-ный раствор); муравьиная кислота, раствор селена, содержащий 0,1мг селена в 1мл, готовят растворением 0,1г селена в 10 мл концентрированной серной кислоты, селен металлический, соляная кислота, толуол и 1,5%-ный раствор трилон «Б».

Для построения калибровочного графика в стакан емкостью 100 мл добавляют раствор селена в количествах соответствующие 0,5; 1; 2; 5; 7; 10; 15; 20; 30; 40 и 50 мл раствора хлористого аммония, потом рН раствора доводят до 2,5 далее обрабатывают как указаны выше. На основании полученных данных строя калибровочных график. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 420мкм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 мм.

Для приготовления раствора анализируемой пробы взвешивают около 10г серного шлама, помещают в коническую колбу с широким горлом емкостью 500мл, добавляют 40мл смеси брома с четыреххлористым углеродом, перемешивают содержимое колбы около 30минут, после чего вводят малыми порциями по 1-2 мл 50 мл азотной кислоты при постоянном перемешивании. После добавления первой порции ждут, пока температура смеси резко повысится, и лишь тогда добавляют азотную кислоту, ожидая более быстрого выделения брома, повышения температуры и слабого кипения смеси. В случае резкое и продолжительное интенсивного выделения брома колбы охлаждают. Все работы проводят под вытяжным шкафом. При этом очень важно соблюдения меры безопасности. В случае неполном разложении серного шлама все указанные работы необходимо повторить, но используя менее количества реактивов.

После окисления серосодержащего в серном шламе избытка брома и четыреххлористого углерода, устраняют нагреванием раствора на водяной бане, затем на песчаной до появления белых осадков. Растворохлаждают, добавляют 25мл воды и выпаривают до появления белых паров и это повторяют три раза, до полного удаления азотной кислоты. Остаток охлаждают, переносят 25 мл мерную колбу, доливают до метки. Одновременно приготавливают контрольные пробы.

Из этого раствора отбирают 15мл наливают 100мл стакан, туда же добавляют 50 мл раствора хлористого аммония, 5 мл раствора ди-Na-ЭТДА. Затем добавляя раствор водного аммиака, доводят рН раствора до значения 2,5. Добавляют 2 мл раствора муравьиной кислоты, 4 мл раствора солянокислого 3,3-диаминобензидина, перемешивают стеклянной палочкой и оставляют на 40 минут. Определение далее проводят по методу построения градуировочного графика.

Содержание селена в миллиграммах определяется по известной формуле [3].

Методика проверено дополнительно введением в серной шламе селена. Результаты шести параллельных определений показывает что, расхождение между которыми не превышает 10%-ного значения вполне возможно использование для определение селена в серном шламе.

Список литературы

1. Технологический регламент 25-75. Производства серной кислоты (СК-25) ССФЗ, 1975 г. Срок действия – постоянно.
2. *Гумбатов М.О.* // Журнал химических проблем. № 4. Баку, 2004. С. 78-80.
3. *Зайцев П.М., Владимирская Т.Н., Кельман Ф.И., Макарова К.И.* Аналитический контроль в производства серной кислоты. М. Химия, 1979. 288 с.