

ДОДАТОК 4.В

(довідковий)

Метод обробки фільтрів (перший випадок)

4.В.1 Обробка фільтрів карбонатом натрію

У склянку з політетрафторетилену (ПТФЕ), що містить фільтри, додають 20 мл розчину карбонату натрію з концентрацією 200 г/л. Вміст склянки перемішують механічно протягом приблизно 30 хвилин, або обробляють ультразвуком протягом 5–10 хвилин, забезпечуючи повне вилучення фторидів із фільтрувального матеріалу.

4.В.2 Порядок дій у разі наявності елементів, що зв'язують фториди

За наявності речовин, що зв'язують фториди, екстракт фільтрують через мембранний фільтр із полівінілхлориду ПВХ.

Для видів діяльності, таких як спалювання відходів, плавлення металів та виробництво скла, характерна наявність комплексоутворювачів зокрема, Al^{3+} , Fe^{3+} , Si^{4+} і B^{3+} . У таких випадках потрібно провести кислотну та лужну обробку.

Потім обробляють фільтрат відповідно до обраного методу аналізу (див. додаток 4.С).

4.В.3 Лужна обробка

Мембранний фільтр із ПВХ поміщають у платиновий тигель і додають 7 г безводного Na_2CO_3 (а також невелику кількість SiO_2 , якщо є підозра на наявність Al_2O_3). Ретельно перемішують.

Піч програмають на нагрівання до 900°C протягом 2 годин. Після прогрівання тигель ставлять у піч і витримують за цієї температури протягом 1 години. Перед подальшою обробкою дають тиглю охолонути на відкритому повітрі.

У тигель додають 10–15 мл води, потім нагрівають протягом 10–15 хвилин на нагрівальній плиті або піщаній бані щоб полегшити відокремлення залишку.

Воду й нерозчинену частину залишку переносять у пляшку з поліетилену високої щільності (залишки з тигля знімають металеву лопаткою).

Ретельно промивають і збирають всю промивну воду.

Отриманий розчин доводять до необхідного об'єму за допомогою магнітного перемішування. Після цього додають 10 мл розчину нітрату цинку.

Дають осад відстоятися та для швидкої фільтрації фільтрують весь об'єм за допомогою паперового фільтра. Осад промивають теплим 2 % розчином Na_2CO_3 .

pH розчину коригують до значення 5–5,5, додаючи 6М HCl . Розчин охолоджують і доводять об'єм у пляшці з ПТФЕ до 100 мл.

Приготування розчину нітрату цинку: розчиняють 25 г оксиду цинку у 50 мл концентрованої азотної кислоти (14 М). Потім додають 450 мл деіонізованої води і знову перемішують до однорідності.

Примітка. Можна об'єднати два способи екстракції (з використанням карбонату натрію та лужне плавлення) для виконання одного аналізу.

4.В.4 Пірогідроліз

4.В.4.1 Суть методу

Вміст фторидів у пилі та на фільтрах визначають вилученням водяною парою за високої температури.

4.В.4.2 Реактиви та розчини

Під час аналізу слід використовувати лише реактиви визнаного аналітичного ступеня чистоти. Вода, що використовується для приготування розчинів, має бути дистильованою або деіонізованою.

4.В.4.2.1 Розчин гідроксиду натрію (NaOH)

4.В.4.2.2 Оксид ванадію (V_2O_5)

4.В.4.2.3 Розчин гідроксиду натрію (4 г/л), приготований із розчину (4.В.4.2.1)

4.В.4.3 Обладнання

Потрібне таке обладнання (див. приклад установки на рисунку 4.В.1):

- трубчаста піч із нагріванням до 1050°C ;
- кварцова трубка діаметром 25-30 мм, з'єднана з охолоджувачем із подаванням кисню та пари;
- система для введення пробовідбірника (наприклад, магнітний штовхач);
- парогенератор;
- пробовідбірники з вогнетривкого матеріалу.

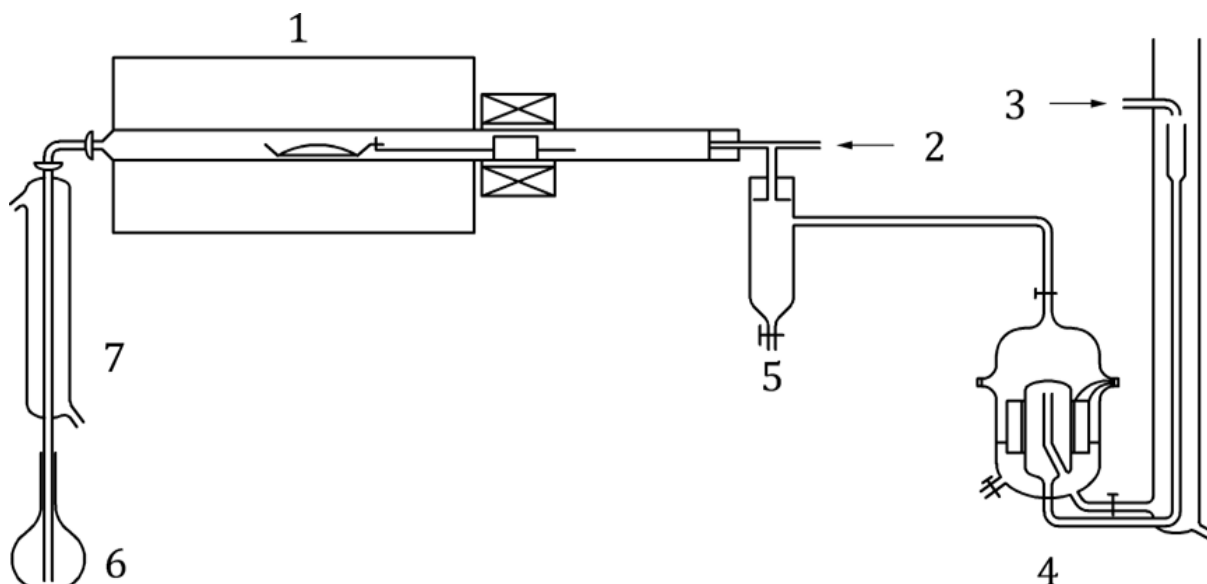


Рисунок 4.В.1. — Апарат для пірогідролізу

4.В.4.4 Порядок виконання

У пробовідбірнику зважують фільтр або частину фільтра, або 50-500 мг пилу залежно від типу та кількості наявної проби, а також від очікуваної кількості фторидів. На пробу рівномірно наносять 100 мг V_2O_5 .

Колбу об'ємом 250 мл, що містить 10 мл 4 г/л^{-1} NaOH, встановлюють на виході з охолоджувача таким чином, щоб вихідний патрубок охолоджувача був занурений у рідину.

Пробовідбірник вставляють у трубку поза гарячою зоною та подають кисень зі швидкістю потоку 500 мл/хв. Після цього пробовідбірник повільно переміщують у середину печі підтримуючи температуру $1000-1050^{\circ}\text{C}$, і подають водяну пару.

Збирають 200 мл дистилату та аналізують його. Процедуру повторюють доти, доки вилучення фторидів не можна буде вважати завершеним.