

ПРИМЕНА НА ПОДГОТВЕНА ТИОЦИЈАНАТНА ЈОН-СЕЛЕКТИВНА ЕЛЕКТРОДА ЗА ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ТИОЦИЈАНАТНИ ЈОНИ ВО ИНДУСТРИСКА ОТПАДНА ВОДА

Вера Трајковска и Круме Калаџиџевски

Институт за хемија, Природно-математички факултет, Универзитет „Св. Кирил и Методиј“,
91000 Скопје, Македонија

Определена е содржината на тиоцијанатни јони во индустриска отпадна вода со примена на неколку методи од директна потенциометрија. Како индикаторска електрода е употребена тиоцијанатна јон-селективна електрода подготвена во Институтот за хемија. Како споредбен метод на определување е применет спектрофотометрискиот метод со јонот на железо(III) како реагенси. Добиените резултати се статистички обработени, при што е најдено дека релативната стандардна девијација при овие определувања (концентрациско подрачје $c \leq 80 \text{ mg/dm}^3 \text{ SCN}^-$) изнесува 1,26 – 4,35 %.

Клучни зборови: тиоцијанати, тиоцијанатна јон-селективна електрода, директна потенциометрија, индустриска отпадна вода

ВОВЕД

Карактеристиките на приготвените тиоцијанатни јон-селективни електроди со цврста хомогена мембрана [1] се определени со испитувања во чисти раствори од калиумтиоцијанат, приготвени од р.а. цврста супстанца.

Резултатите од овие мерења покажаа дека, во поглед на електродната функција, приготвените електроди потполно задоволуваат кога станува збор за нивна примена во чисти раствори од тиоцијанат. Меѓутоа, само по себе се наметна прашањето како ќе се однесуваат приготвените електроди во една онечистена природна средина во која покрај тиоцијанатни јони се присутни и некои други супстанции. Дали и во тие услови

електродите ќе ја задржат електродната функција и ќе можат да се применат за определување на содржина на тиоцијанатни јони во таква средина?

За да одговориме на ова прашање си поставивме задача да се обидеме да ја определеме содржината на тиоцијанатни јони во индустриска отпадна вода со примена на директна потенциометрија користејќи приготвена тиоцијанатна јон-селективна електрода како индикаторска електрода.

Резултатите од овие испитувања се дадени во овој труд.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ

Приготвен е раствор од AgNO_3 со концентрација $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ и раствор од KCN со концентрација $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$. Точната концентрација на овие раствори е определена по стандардни постапки [2, 3]. Јонската сила на растворите ($I = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ за време на снимањето на калибрационите криви и при определувањата со примена на директна потенциометрија е одржувана константна со додавање на раствор од калиумнитрат.

Мерењата се направени со дигитален јон-анализатор Orion Research model 801A, користејќи електрохемиска ќелија составена од заситена каломелова електрода Radiometer Model K401 и приготвена тиоцијанатна јон-селективна електрода, со електролитен мост од калиумнитрат.

Температурата на растворите е одржувана константна со ултратермостат MLW Model U-15C. За време на мерењата растворите се мешани со магнетна мешалка.

РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

Определувањата се направени на примероци од индустриска отпадна вода од а.д. „ОХИС“ – Скопје. Присуството на тиоцијанатни јони во оваа вода се должи на натриумтиоцијанатот, кој се користи како растворувач во процесот на производство на синтетички полиакрилонитрилни влакна. Со цел содржината на тиоцијанатните јони во испитуваната вода да биде поголема, односно од ред на величина мерлива со јон-селективна електрода, примероците од индустриска отпадна вода се земени пред нејзиното пречистување.

Како индикаторска електрода при потенциометриските мерења е употребена една од приготвените тиоцијанатни јон-селективни електроди со цврста хомогена мембрана [1]. Пред да се употреби електродата за овие мерења, беше потребно прво да се провери нејзината електродна функција, за да се утврди дали таа може да се примени за конкретните определувања. За таа цел се определени параметрите на електродна функција на споменатата електрода (табела I) кои покажаа дека електродата потполно задоволува и може да се примени за предвидените потенциометриските мерења. Имено, границата на детекција на електродата [4] во однос на тиоцијанатниот јон е многу пониска од содржината на тиоцијанатни јони (ска $80 \text{ mg/dm}^3 \text{ SCN}^-$) во испитуваните примероци на индустриска отпадна вода, што овозможи потенциометриските мерења да се направат со доволна сигурност и точност.

Табела I

Параметри на електродна функција на приготвена тиоцијанатна јон-селективна електрода применета како индикаторска електрода

Θ mV	E° mV	N^* mol dm^{-3}	I^* mol dm^{-3}
61,20	93,55	$6,0 \times 10^{-6}$	$1,5 \times 10^{-6}$

Θ – наклон на калибрациона крива

E° – стандарден потенцијал на електродата

N – граница на детекција по Nernst

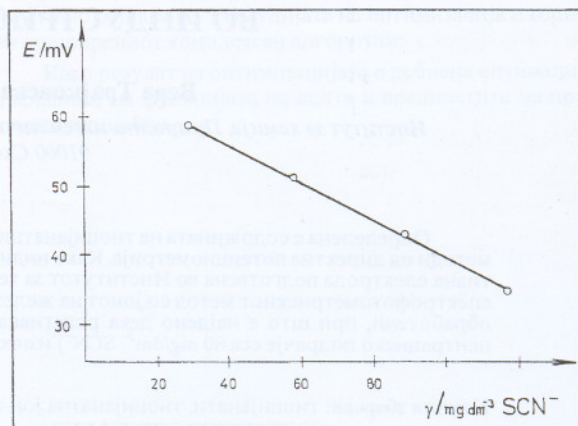
I – граница на детекција по IUPAC

* Termini definirani vo referenca [4]

Содржината на тиоцијанатни јони во испитуваната индустриска отпадна вода е определена со примена на следниве методи од директна потенциометрија: графички метод, метод на калибрирање со два стандардни раствори [5], метод на познато додавање [6] и метод на познато одземање [7].

Калибрационата крива која беше конструирана за определување на содржината на тиоцијанатните јони во индустриска отпадна вода со примена на графички метод е прикажана на сл. 1.

Резултатите од овие потенциометриските определувања се прикажани во табела II.



Сл. 1. Калибрационен дијаграм за определување на содржината на тиоцијанатни јони во индустриска отпадна вода со примена на графички метод

Табела II

Резултати за содржина на тиоцијанатни јони во индустриска отпадна вода

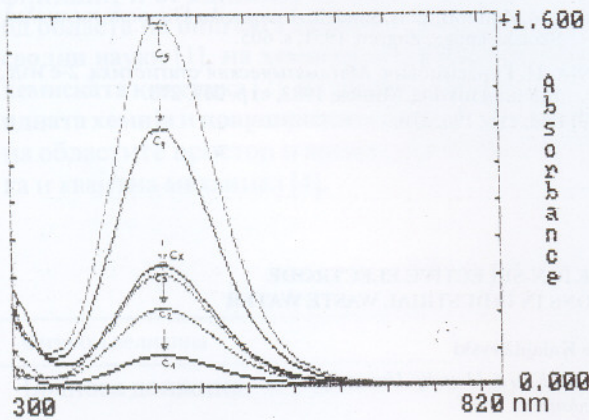
Метод	n	\bar{x} mg dm^{-3}	s mg dm^{-3}	s_r %
I ₁	5	79,78	2,03	2,54
I ₂	5	76,18	1,75	2,30
I ₃	5	77,10	3,35	4,35
I ₄	5	76,93	2,59	3,37
II	5	78,15	1,82	2,33

I – Потенциометриските методи (1 – графички метод, 2 – метод на калибрирање со два стандардни раствори, 3 – метод на познато додавање, 4 – метод на познато одземање)

II – Спектрофотометриските методи

За да се проверат добиените резултати, направени се паралелни определувања со уште еден метод. за таа цел е применет спектрофотометрискиот метод со јонот на железо(III) како реагенс [8]. Со примена на овој метод концентрацијата на тиоцијанатните јони е определена преку мерење на апсорбацијата на нивниот обоен комплекс $FeSCN^{++}$.

Апсорпционите спектри на стандардните раствори од $FeSCN^{++}$ со различна концентрација, како и на определуваната проба, се прикажани на сл. 2. Врз основа на овие спектри е конструирана Вег-ова крива (крива на пропорционалност помеѓу апсорбацијата и концентрацијата на мерните раствори) и определена е непознатата концентрација на тиоцијанатни јони.



Сл. 2. Апсорпциони спектри на стандардни раствори од $FeSCN^{++}$

Добиените резултати (табела II) се во согласност со резултатите од потенциометрските определувања.

Откако ги добивме резултатите од сите мерења, се обидовме со нивна статистичка обработка да изведеме соодветни заклучоци. Притоа како референтна вредност за содржина на тиоцијанатни јони во испитуваните примероци индустриска отпадна вода е земена вредноста $\gamma = 77,32 \text{ mg/dm}^3$, добиена со класичен волуметриски метод кој во а.д. „ОХИС“ се користи како стандарден метод за вакви определувања.

Податоците од статистичката обработка на резултатите (табела III) со примена на F-статистички критериум за споредување на средни вредности од K-серии на мерење [9] покажаа дека експериментално добиените податоци од сите четири потенциометриски методи на мерење припаѓаат на иста популација, па може да се користи една заедничка средна вредност од четирите поединечни средни вредности.

Табела III

Податоци од статистичката обработка на резултати со примена на F-статистички критериум за споредување на средни вредности од K-серии на мерење

F (прес.)	F (таб.)	ν_1	ν_2	α	H_0
1,969	3,239	3	16	0,05	се прифаќа

ν – степени на слобода
 α – коефициент на ризик

Податоците од статистичката обработка на резултатите (табела IV) со примена на t-статистички критериум за споредување на средната со стандардната вредност [10], за секој метод поединечно, покажаа дека методот на познато додавање дава резултат кој статистички најмалку се разликува од референтната вредност, што значи овој метод е најточен во однос на другите. Методот на познато одземање и методот на калибрирање со два стандардни раствори даваат резултати кои нешто повеќе се разликуваат од референтната вредност, но сепак од статистичка гледна точка овие разлики се во рамките на дозволеното отстапување, што значи дека и овие два метода можат да се применуваат. Меѓутоа, графичкиот метод дава резултат кој статистички значајно се разликува од референтната вредност, што значи дека овој метод е неприменлив за вакви определувања.

Табела IV

Податоци од статистичката обработка на резултати со примена на t-статистички критериум за споредување на средна со стандардна вредност

Метод	t (прес)	t (таб.)	ν	α	H_0
I_1	2,424	2,132	4	0,05	се отфрла
I_2	-1,303	2,132	4	0,05	се прифаќа
I_3	-0,131	2,132	4	0,05	се прифаќа
I_4	-0,301	2,132	4	0,05	се прифаќа

ЗАКЛУЧОК

Врз основа на експериментално добиените вредности за содржина на тиоцијанатни јони во индустриска отпадна вода со примена на потенциометриски методи на мерење и податоците од нивната статистичката обработка, може да се заклучи дека приготвените тиоцијанатни јон-селективни електроди можат успешно да се применуваат за определување на содржина на тиоцијанатни јони не само во чисти раствори, туку

и во онечистена природна средина, како што се индустриските отпадни води.

Благодарност.

Авторите на трудот изразуваат благодарност на м-р Благоја Андоновски од Институтот за хемија, ПМФ – Скопје, за драгоцената помош при спектрофотометриските определувања.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Krume Kalajdzievski and Vera Trajkovska, *Bull. Chem. Technol. Macedonia*, **11**, 1–2, 33 (1992).
- [2] I. M. Kolthov, E. B. Sandell, E. J. Meehan, S. Bruckenstein, *Quantitative Chemical Analysis*, Fourth ed., New York, 1971.
- [3] A. J. Vogel, *Textbook of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementary Instrumental Analysis*, Fourth ed., Longman, London and New York, 1978.
- [4] P. L. Bailey, *Analysis with Ion-selective Electrodes*, Heyden and Son, London, New York, 1976, p. 5.
- [5] Д. Мидгли, К. Торренс, *Потенциометрический анализ воды*, Мир, Москва, 1980, стр. 162.
- [6] Ibid, стр. 135.
- [7] Ibid, стр. 139.
- [8] I. M. Kolthoff, E. B. Sandell, *Anorganska kvantitativna analiza*, Školska knjiga, Zagreb, 1951, s. 605.
- [9] А. И. Герасимович, *Математическая статистика*, 2-е изд., Высшая школа, Минск, 1983, стр. 209, 273.
- [10] Ibid, стр. 196, 270.

Summary

APPLICATION OF PREPARED THIOCYANATE ION-SELECTIVE ELECTRODE TO THE DETERMINATION OF THIOCYANATE IONS IN INDUSTRIAL WASTE WATER

Vera Trajkovska and Krume Kalajdzievski

Institute of Chemistry, Faculty of Science, The "Sv. Kiril & Metodij" University, 91000 Skopje, Macedonia

Key words: thiocyanate; thiocyanate ion-selective electrode; direct potentiometry; industrial waste water

The thiocyanate content in industrial waste water was determined by different techniques of direct potentiometry. The thiocyanate ion-selective electrode prepared in our Institute was applied in these measurements. The spectrophotometric method with Fe(III) reagent was applied as a comparative method.

The results obtained were statistically treated, and it was found that the relative standard deviation for these determinations (concentration range cca 80 mg/dm³) was 1.26 – 4.35 %.