

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЗОСОЕДИНЕНИЙ В ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ВОДАХ

Сточные воды текстильной, пищевой, косметической и фармацевтической промышленности содержат синтетические вещества, известные по своему отрицательному воздействию на водную среду и живые микроорганизмы. Негативное воздействие данных соединений основано на повышении показателей окисляемости вод, ухудшении органолептических свойств воды и влиянии на биоценоз водоемов.

Очищенные сточные воды производства красящих веществ содержат водорастворимые соединения (сульфоокислоты, сульфоазо- и азокрасители, диазокомпоненты – сульфаниловая и нафтионовая кислоты), которые трудно улавливаются очистными сооружениями. Наличие близких по свойствам соединений значительно затрудняет анализ вод.

Объекты исследования – азокрасители с различными по характеру и положению заместителями. Молекулы красителей содержат электронодонорные (ОН, NH₂, N(CH₃)₂, OCH₃, NHCOCH₃) и электроноакцепторные заместители (NO₂, CN, SO₂CH₃). По числу азогрупп в молекуле различают моно-, дис- и полиазокрасители.

Предлагаемый способ определения моноазокрасителей методом хроматографии в тонком слое с последующей сканерометрической обработкой хроматограмм позволяет быстро и селективно определить содержание красящих веществ в сточных водах химических, пищевых и текстильных производств, не требует применения токсичных реагентов, дорогостоящего и сложного оборудования.

Способ определения азокрасителей включает две стадии:

- экстракционно-хроматографическое выделение красителей из водной пробы;
- анализ хроматограммы с применением компьютера и офисного сканера.

При разработке способа определения красителей в сточных водах в качестве объектов исследования выбраны наиболее часто применяемые в промышленности красители E102, E110, E122, E124, E129. Установлено, что для данных соединений эффективными экстрагентами являются ацетон, изопропиловый спирт, 1,4-диоксан и смеси на их основе.

Для определения красителей к 50 см³ водной пробы добавляли сульфат аммония до насыщения и эквимольную смесь ацетон – изопропанол (соотношение объемов водной и органической фазы после экстракции 10 : 1), экстрагировали. Микрошприцем отбирали 0,001 см³ концентрата и наносили на линию старта хроматографической пластины.

Определение красителей в концентрате выполняли методом хроматографии в тонком слое с применением пластин «Sorbfil» (Россия). В качестве подвижной фазы применяли смесь ацетона, изобутилового спирта и воды в объемном соотношении 0,2 : 0,5 : 0,3. Время хроматографирования не превышает 30 мин.

Разработана программа «Расшифровка хроматограмм» для качественного (идентификация по коэффициентам подвижности R_f , метод «свидетелей») и количественного (с применением градуировочного графика) анализа смеси веществ, разделенных методами хроматографии на плоскости (в тонком слое, на бумаге). Программа адаптирована для персонального компьютера и офисного сканера, написана на языке высокого уровня Delphi 7.

После сканирования хроматограммы, получают цифровое изображение, которое сохраняют в виде рисунка (формат BMP). Цифровое изображение вводят в программу, выделяют линии старта, финиша и пятно красителя. Программа устанавливает расстояние, пройденное фронтом растворителя и точкой пятна с наибольшей интенсивностью окраски, вычисляет, сравнивает коэффициенты R_f компонентов анализируемой смеси и стандартных веществ («свидетелей»). Коэффициенты R_f «свидетелей» могут быть установлены заранее и внесены в базу данных или определены одновременно с R_f компонентов анализируемой смеси.

Установлены оптимальные условия сканирования (цветовой режим, разрешение, фон). Число точек на хроматограмме в электронном виде (при строго определенном и постоянном разрешении) пропорционально площади пятна и соответственно концентрации определяемого компонента. По полученным данным программа автоматически строит зависимость площади пятна (по методу Монте-Карло) от концентрации аналита и рассчитывает содержание красителя в концентрате.

Минимально определяемые концентрации азокрасителей в анализируемых водных растворах составляют 0,1 – 0,01 мкг/дм³, а относительная погрешность определения по предложенной экстракционно-хроматографической методике не превышает 10 %.