

SPEKTROFOTOMETRYCZNE OZNACZANIE ŚLADÓW
METALI CIĘŻKICH W ODPADACH Z PRODUKCJI FILCU
KAPELUSZNICZEGO

DANUTA MATYSEK-MAJEWSKA

Politechnika Śląska, Katedra Chemii Analitycznej i Ogólnej, ul. M. Strzody 7, 44-100 Gliwice

KOMUNIKAT

Keywords: chemical wastes, heavy metals, spectrophotometry VIS.

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF HEAVY METAL TRACES
IN WASTES FROM FELT PRODUCTION

The presented paper deals with the investigations on the content of chosen trace impurities in offal taken at various stages of technological process in felt production in hat industry, and its possible. The contents of lead, zinc, cadmium, iron, cobalt, copper, nickel and chromium in Böve hair washer wastes, in wastes from rinsing of washer, and in wastes from felting process were determined by spectrophotometric methods because of their simplicity and relative availability.

Streszczenie

Prezentowana praca obejmuje badanie zawartości wybranych zanieczyszczeń w odpadach pochodzących z różnych punktów linii technologicznej otrzymywania filców kapelusznich. Zawartości zanieczyszczeń takich jak ołów, cynk, kadm, żelazo, kobalt, miedź, nikiel, chrom oznaczano w odpadach z pralni Böve, z mycia pralni oraz w odpadach z procesu filcowania. Zanieczyszczenia oznaczano metodami spektrofotometrycznymi z uwagą na ich prostotę wykonania i dostępność.

WPROWADZENIE

Możliwość oceny poziomu zanieczyszczeń odpadów pochodzących z różnych technologii przemysłu przetwórczego stanowi coraz istotniejsze zagadnienie. Pojawiają się dodatkowe ilości substancji, których składowanie bez wnikliwej kontroli analitycznej może prowadzić do dalszej degradacji środowiska przyrodniczego. Potrzeba dostosowania krajowej gospodarki do wymogów unijnych wymaga prowadzenia klarownej i jednoznacznej polityki w zakresie ochrony środowiska, w tym opracowania metod zagospodarowania odpadów, jako ewentualnych dodatków do surowców w innych tech-

nologiach. W przypadku, gdy nie jest to możliwe należy poszukiwać bezpiecznych metod unieszkodliwiania tego typu materiałów.

Źródła literaturowe dostarczają informacji na temat wykonywanych analiz surowców naturalnych, w tym skór króliczych [1÷5]. Obserwuje się jednak brak opracowań analitycznych, dotyczących poziomu zanieczyszczeń materiałów odpadowych z technologii przetwórstwa skór, które dostarczałyby informacji o zaproponowaniu optymalnych technik instrumentalnych do bieżącej kontroli danego procesu technologicznego.

W ramach pracy prowadzono badania, których celem było wykorzystanie spektrofotometrii VIS do oznaczania śladów wybranych pierwiastków w odpadach pochodzących z linii technologicznej otrzymywania filców w oparciu o skóry królicze. Uzyskane wyniki miały potwierdzić celowość zastosowania metody spektrofotometrycznej, konkurencyjnej wobec innych, znacznie kosztowniejszych technik instrumentalnych. Ponadto uzyskane rezultaty mogłyby być pomocne w ustaleniu optymalnego kierunku utylizacji wytwarzanych w procesie technologicznym odpadów.

Materiał analizowany stanowiły próbki odpadów z mycia włosów w pralniicy Böve, próbki odpadów z mycia pralniicy oraz próbki odpadów z procesu filcowania włosów.

CZEŚĆ DOŚWIADCZALNA

Badaniami objęto oznaczanie śladowych zawartości wybranych metali w próbkach odpadów. Dla oznaczania wymienionych zanieczyszczeń zaadaptowano metody spektrofotometryczne ze względu na ich dużą dostępność w laboratoriach zakładowych oraz prostotę wykonania samych analiz. Materiał analizowany wstępnie suszono w suszarce w temperaturze 105°C do stałej masy (próbki odpadów z mycia włosów w pralniicy Böve, próbki odpadów z mycia pralniicy 2 godz. oraz próbki odpadów z procesu filcowania włosów 3 godz.).

Oznaczenia śladów prowadzono po spopieleniu próbek o masach od 0,2 do 2,0 g. Spopielenie prowadzono w tyglach kwarcowych w temperaturze 500°C w piecu muflowym. Na uzyskane popioły działano mieszaniną stężonego kwasu azotowego i solnego, odparowywano dwukrotnie do sucha, a uzyskaną pozostałość przeprowadzano do roztworu rozcieńczonym kwasem solnym lub siarkowym w zależności od analizowanego w następnej kolejności składnika.

Wszystkie oznaczenia prowadzono metodą dodatków wprowadzając je z roztworów wzorcowych na początku postępowania analitycznego. Oznaczenia końcowe wykonywano z części lub całości uzyskanego roztworu po mineralizacji, uwzględniając wielkość próby „zerowej”, która towarzyszyła całemu tokowi postępowania.

Do oznaczania zawartości ołowiu, cynku oraz kadmu zaadaptowano metody spektrofotometryczne z zastosowaniem ditizonu. Metody z użyciem ditizonu nadal cieszą się sporym uznaniem, szczególnie w odniesieniu do analizy próbek organicznych, w tym także biologicznych [1÷3]. W oznaczaniu ołowiu posłużono się ekstrakcją

w obecności cyjanków, które dają trwałe kompleksy z jonami cynku, kadmu oraz niklu, zapobiegając ich reakcji z ditionem. Przed ekstrakcją wprowadzono roztwór winianu sodowo-potasowego, aby zapobiec ewentualnemu wytrąceniu się łatwo hydrolizujących metali.

Cynk oznaczano w środowisku buforu octanowego (pH 4÷5,5) w obecności tiosiarczianu sodowego, którego obecność daje gwarancję tworzenia się trwałych kompleksów jonów takich jak miedź(II) i kadm(II) ewentualnie zawartych w roztworze.

Kadm oznaczano bez ekstrakcji wstępnej z kwaśnego środowiska, stosując dwukrotną ekstrakcję z alkalicznego środowiska zawierającego cyjanki [3].

W oznaczeniach żelaza zastosowano metodę spektrofotometryczną z użyciem batofenantroliny. W celu redukcji żelaza(III) do żelaza(II) posługiwano się roztworem chlorowodoru hydroksyloaminy. Reakcję barwną prowadzono w środowisku octanowym (pH 5).

Ślady kobaltu oznaczano metodą spektrofotometryczną z użyciem nitrozo-R-soli, prowadząc reakcję barwną w środowisku kwaśnym, zbuforowanym octanem sodu.

Do oznaczania śladowych ilości niklu zaadaptowano metodę z zastosowaniem dimetylogliksymu po wstępnym, ekstrakcyjnym oddzieleniu go ze środowiska 20 % roztworu winianu sodowo-potasowego.

Miedź oznaczano dietyloditiokarbaminianem w środowisku winianowym, z dodatkiem EDTA.

Chrom oznaczano metodą spektrofotometryczną z użyciem difenylokarbazydu. Odczynnik ten reaguje z jonami chromu(VI) w środowisku kwaśnym.

Oznaczenia prowadzono w środowisku kwasu siarkowego. W celu utrzymania chromu w formie jonów Cr(VI) stosowano dodatek 0,1 molowego roztworu KMnO_4 , a nadmiar utleniacza usuwano wprowadzając po kropli wodny 2,5% roztwór azydku sodowego.

OMÓWIENIE WYNIKÓW I WNIOSKI

Uzyskane w badaniach wyniki przedstawiono w tabeli 1 i 2. W tabelach zamieszczono wyniki średnich zawartości ołowiu, cynku, kadmu, żelaza, kobaltu, niklu, miedzi i chromu otrzymanych z trzech do pięciu niezależnych oznaczeń.

Otrzymane rezultaty pozwoliły na stwierdzenie, że wszystkie próbki, będące obiektem badań, były zanieczyszczone analizowanymi pierwiastkami na poziomie śladowym. Jednocześnie przeprowadzone badania pozwoliły na stwierdzenie, że wszystkie wymienione odpady wykazały zanieczyszczenie analizowanymi pierwiastkami w niższym stopniu, niż grunty orne znajdujące się w pobliżu większych aglomeracji miejskich, zatem ich przejściowe składowanie przed dalszą przeróbką nie stanowi zagrożenia dla środowiska. Mogą one znaleźć zastosowanie przykładowo jako dodatki do środków użyźniających glebę lub jako składniki brykietów opałowych. Można ponadto uznać za właściwe zastosowanie spektrofotometrii VIS do bieżącej kontroli analitycznej odpadów tego typu.

Tabela 1. Średnie zawartości wybranych pierwiastków w próbkach odpadów
Mean content of chosen elements in waste samples

Próbka Sample	Pb % $\times 10^{-4}$	Zn % $\times 10^{-3}$	Cd % $\times 10^{-5}$	Fe % $\times 10^{-3}$
Odpad z pralnicy 1 Wastes from the washer 1	7,8	3,70	5	4,69
Odpad z pralnicy 2 Wastes from the washer 2	7,7	3,57	2	5,28
Odpad z pralnicy 3 Wastes from the washer 3	8,4	2,66	5	2,83
Odpad z pralnicy 4 Wastes from the washer 4	8,3	3,86	3	2,93
Odpad z mycia pralnicy 1 Wastes from cleaning the washer 1	1,2	4,37	3	5,40
Odpad z mycia pralnicy 2 Wastes from cleaning the washer 2	1,4	4,82	5	3,96
Odpad z mycia pralnicy 3 Wastes from cleaning the washer 3	1,5	4,48	1	4,48
Odpad z mycia pralnicy 4 Wastes from cleaning the washer 4	8,1	4,93	2	3,45
Odpad z procesu filcowania 1 Wastes from felting 1	7,3	3,91	3	3,24
Odpad z procesu filcowania 2 Wastes from felting 2	7,6	3,56	4	2,00
Odpad z procesu filcowania 3 Wastes from felting 3	9,6	4,82	9	1,38
Odpad z procesu filcowania 4 Wastes from felting 4	9,5	5,04	9	2,20

Tabela 2. Średnie zawartości wybranych pierwiastków w próbkach odpadów
Mean content of chosen elements in waste samples

Próbka Sample	Ni % $\times 10^{-4}$	Co % $\times 10^{-4}$	Cu % $\times 10^{-4}$	Cr % $\times 10^{-5}$
Odpad z pralnicy 1 Wastes from the washer 1	2,8	2,0	5,0	7
Odpad z pralnicy 2 Wastes from the washer 2	3,4	1,3	6,7	3
Odpad z pralnicy 3 Wastes from the washer 3	1,7	1,2	5,7	12
Odpad z pralnicy 4 Wastes from the washer 4	2,8	1,3	4,3	15,
Odpad z mycia pralnicy 1 Wastes from cleaning the washer 1	1,7	0,5	1,0	6
Odpad z mycia pralnicy 2 Wastes from cleaning the washer 2	5,1	0,6	2,6	3
Odpad z mycia pralnicy 3 Wastes from cleaning the washer 3	7,0	0,5	1,9	14
Odpad z mycia pralnicy 4 Wastes from cleaning the washer 4	5,1	0,6	2,1	14
Odpad z procesu filcowania 1 Wastes from felting 1	5,7	0,6	2,6	3
Odpad z procesu filcowania 2 Wastes from felting 2	4,4	1,7	4,5	8
Odpad z procesu filcowania 3 Wastes from felting 3	2,3	1,2	3,6	16
Odpad z procesu filcowania 4 Wastes from felting 4	3,4	0,1	2,6	25

LITERATURA

- [1] All-Yousuf M.H., M.S. El-Shahavi: *Trace metals in liver, skin and muscle of fish*, Science of the Total Environment, **256**, 87–94 (2000).
- [2] Anderson K.D.: *Characterization of Rabbit factor x*, Thrombosis Research, **85**, 513–514 (1997).
- [3] Marczenko Z., M. Balcerzak: *Spektrofotometryczne metody w analizie nieorganicznej*, PWN, Warszawa 1998.
- [4] Robles I.C., A.J. Aller: *Determination of cadmium in biological and environmental samples*, Talanta, **42**, (11), 1731–1744 (1995).
- [5] Topenoglu S., C. Kirbasoglu: *Heavy metals in organisms*, Environment International, **27**, 521–526 (2002).

Wpłynęło: 6 maja 2002, zaakceptowano do druku: 12 grudnia 2002.