

# ФАРМАЦЕВТИЧЕСКАЯ ЭКОЛОГИЯ

---

## План лекции:

---

**1. Методы отбора проб и пробоподготовка сточных вод химико-фармацевтических предприятий.**

**2. Органолептические методы анализа.**

**3. Физические и химические методы анализа сточных вод химико-фармацевтических предприятий.**

Основными целями отбора проб сточных вод являются определение их состава и свойств для:

- ❖ контроля соблюдения установленных нормативов/лимитов состава и свойств сточных вод;
- ❖ подтверждения и оценки соответствия нормативам состава и свойств сточных вод, установленных разрешением на сброс, техническим регламентом, стандартом организации и/или включенным в соответствующую декларацию;
- ❖ изучения количественного и качественного состава сточных вод;
- ❖ изучения изменений состава сточных вод во времени (оценка тенденций);
- ❖ расчета массы сброса загрязняющих веществ в единицу времени;
- ❖ оценки эффективности сооружений по очистке сточных вод, иных водоохранных мероприятий;
- ❖ управления процессом очистки сточных вод;
- ❖ расчета платы за негативное воздействие при сбросе сточных вод;
- ❖ учета сброса загрязняющих веществ;
- ❖ иных целей, базирующихся на оценке данных о сбросе загрязняющих веществ.

В соответствии с целями получения информации составляется программа отбора проб воды, зависящая от задач пробоотбора.

Различают программы производственного и государственного контроля, проводимых постоянно, а также программы специальных работ, выполняемых в течение относительно короткого промежутка времени (инвентаризация сбросов, наладка очистных сооружений, изучение состава сточных вод и динамики его изменений и т.п.).

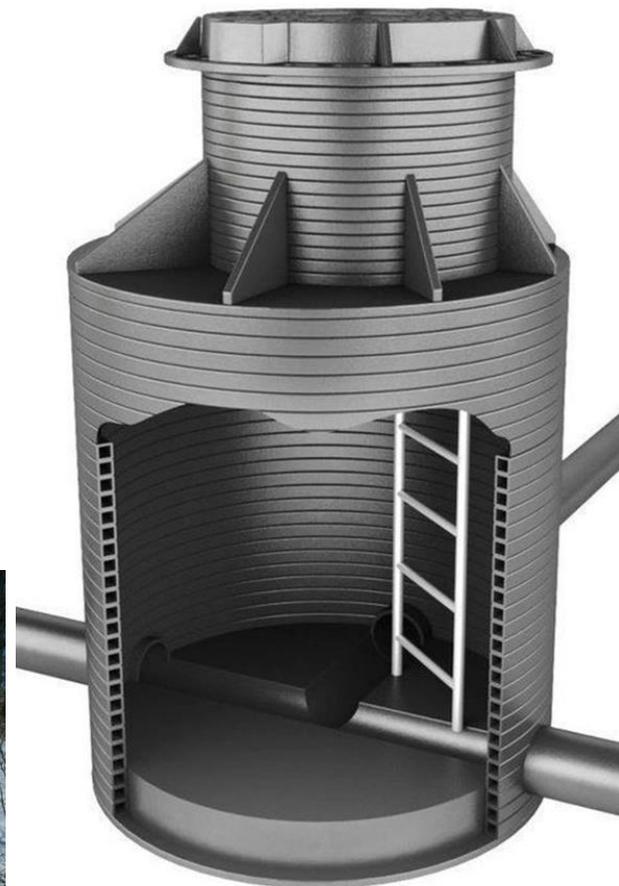
Состав и содержание программы выбираются в соответствии с целями работ, определяются соответствующими планами-графиками и зависят от исследуемого объекта.

План-график производственного контроля за сбросом сточных вод может включать:

- ❖ ситуационную карту-схему субъекта хозяйственной и иной деятельности с указанием точек пробоотбора (проведения измерений);
- ❖ сведения (по каждой точке) о способах и технике пробоотбора, периодичности пробоотбора или регламенте измерений, выполняемых непосредственно в точке контроля;
- ❖ перечень контролируемых загрязняющих веществ, при необходимости - физических и биологических показателей;
- ❖ перечень применяемых методик (выполнения) измерений и тестирования, а также используемых средств измерений;
- ❖ сведения о лабораторной службе, выполняющей отбор, измерение и тестирование.

**Результаты анализа сточной воды будут правильными только в том случае, если проба для анализа отобрана верно.**

Место отбора проб и периодичность отбора устанавливают в соответствии с программой исследований - в зависимости от водного объекта, цели контроля, характера выпуска сточных вод, в соответствии с технологической схемой канализации.



# Требования к месту отбора проб сточных вод

1. К местам отбора проб должен быть свободный доступ.
2. При отборе проб сточных вод с помощью автоматических пробоотборников доступ к ним посторонних лиц должен быть исключен.
3. Пробы сточных вод должны отбираться из хорошо перемешанных потоков, вне зон действия возможного подпора.
4. Места отбора проб должны быть оборудованы для:
  - ❖ обеспечения безопасности работ в любое время суток,
  - ❖ возможности размещения пробоотборных устройств, емкостей для хранения и транспортировки проб,
  - ❖ выполнения действий, связанных с консервацией проб,
  - ❖ выполнения срочных анализов (выполнение которых необходимо проводить в течение первого часа с момента отбора проб) и попутных наблюдений.

**Различаются простые (разовые, точечные) и смешанные (усредненные, составные) пробы.**

**Простая проба характеризует состав воды в данный момент времени и в данном месте.** Ее получают однократным отбором требуемого количества воды. Используют в тех случаях, когда вода неоднородна, значения показателей непостоянны и применение смешанной пробы маскирует различия между отдельными пробами. Простые пробы необходимы для определения содержания нестойких показателей (концентрация растворенных газов, остаточного хлора, растворимых сульфидов и др.).

**Смешанная проба характеризует средний состав воды за определенный промежуток времени в определенном объеме.** Смешанную пробу не следует применять для определения веществ и характеристик воды, легко подвергающихся изменению (растворенные газы, рН и т.д.) и если состав воды значительно изменяется во времени.

- ❖ **Смешанные по времени** пробы получают смешением простых проб равных объемов, отобранных в одном и том же месте через равные промежутки времени.
- ❖ **Смешанные по сечению** пробы получают смешением простых проб, отобранных одновременно с разных глубин поперечного сечения потока на одной или нескольких вертикалях.
- ❖ **Смешанные по объему** пробы получают смешением простых проб, отобранных в различных местах, или смешением различных объемов воды, пропорциональных расходу и отобранных через определенные промежутки времени.

*Смешению не подлежат пробы, предназначенные для определения веществ (показателей), содержание (величины) которых изменяются при контакте с атмосферным воздухом или в короткие промежутки времени (температура, рН, растворенные газы), а также пробы нефтепродуктов, масел, жиров и т.п.*

Для цели контроля соблюдения нормативов/лимитов, установленных в виде концентрации, отбираются простые пробы.

В случае установления норматива/лимита в единицах массы сброса (например, в г/час) отбирается проба, усредненная в течение часа.

Если норматив/лимит установлен в виде средней концентрации или массы за определенный период времени (смена, сутки), отбирается усредненная среднесменная или среднесуточная проба соответственно.

При установлении норматива/лимита, среднего за год, отбираются либо смешанные за приемлемый период, либо разовые пробы с последующим осреднением результатов.

При проведении массовых анализов различают **среднесуточную** (среднесменную) и **среднепропорциональную** пробы.

**Среднесуточная проба** готовится смешением равных по объему проб через равные интервалы 30-60 минут. Объем каждой отдельной пробы, отбираемой за смену, должен составлять 400-500 мл, а за сутки - 1200-1500 мл. Отобранные за определенный промежуток времени пробы сливают в общий сосуд, перемешивают и подвергают анализу.

**Среднепропорциональная проба** готовится смешением объемов воды, пропорциональных объемам спускаемой сточной воды, отобранных через равные промежутки времени.

Пробы, взятые для химического анализа, следует как можно быстрее направлять в лабораторию для исследования, так как нестойкие фракции загрязнения (органические вещества, аммиак, нитраты, цианиды и др.) могут значительно измениться в составе. Цвет, запах и некоторые определения следует оценивать сразу после отбора проб.

До 2-х суток можно хранить только сточные воды, загрязненные стойкими минеральными соединениями (соли, кислоты, щелочи в больших концентрациях).

При плановом (внеплановом) отборе сточных вод абонентов на соответствие нормативам допустимых сбросов загрязняющих веществ, отводимых в централизованную систему водоотведения, могут быть отобраны следующие виды проб: - **контрольная**; - **параллельная**; - **резервная**.

**Проба контрольная** - проба сточных вод абонента (включая сточные воды субабонента), отобранная представителями организации, осуществляющей водоотведение, из контрольной точки отбора с целью определения состава сточных вод, отводимых в системы коммунальной канализации. Анализ контрольной пробы производится лабораторией организации, осуществляющей водоотведение.

**Проба параллельная** - проба сточных вод, отбираемая по инициативе абонента с целью сопоставления и оценки достоверности результатов количественного химического анализа, полученных в лабораториях абонента и организации, осуществляющей водоотведение. При необходимости отбора параллельной пробы организация, осуществляющая водоотведение, также отбирает контрольную пробу.

**Проба резервная** - проба, отобранная организацией водопроводно-канализационного хозяйства на месте отбора проб сточных вод при осуществлении параллельного отбора проб по инициативе абонента. Резервная проба хранится в организации ВКХ для разрешения возможных разногласий на период проведения анализа.

*Анализ резервной пробы производится в случае необходимости сопоставления результатов измерений контрольной и параллельной проб, при получении отрицательного результата оперативного контроля количественного химического анализа. Анализ при наличии такой возможности проводится в независимой аккредитованной (на техническую компетентность в области анализа отобранного типа вод) лаборатории, не участвовавшей в анализе параллельных проб сточных вод.*

Пробы сточных вод должны быть промаркированы и опломбированы одноразовыми пломбами организацией, осуществляющей водоотведение. Анализ резервной пробы проводится при условии, что не истек срок хранения резервной пробы, определенный с учетом нормативной документации для применяемого метода измерений. Хранение параллельной пробы допускается только при условии выполнения консервации пробы и соблюдения правил хранения пробы, предусмотренных методиками для конкретного загрязняющего вещества

Отбор проб может производиться ручными или автоматическими пробоотборными устройствами, внутренние поверхности которых изготовлены из инертных материалов (полиэтилен, фторопласт, поликарбонатные полимеры, стекло, фарфор), что позволяет исключить возможность изменения состава отобранной пробы.

В качестве ручных пробоотборников могут применяться черпаки, ведра, широкогорлые склянки, **ручные батометры (типа батометров Рутнера или Каммерера - трубки объемом 1 - 3 л с крышками с обоих концов)**, специальные пробоотборники для поверхностной пленки.





Avito

Конструктивные особенности полуавтоматических и автоматических устройств для отбора проб сточных вод определяются условиями их эксплуатации при выполнении обязательных требований:

- пробоотборник должен обеспечивать отбор проб при максимальных скоростях потоков на контролируемых объектах, в т.ч. при аварийном сбросе;
- пробоотборник должен обеспечивать отбор разовых и усредненных проб по заданной программе;
- пробоотборник должен обеспечивать необходимую герметизацию пробы, хранение ее в условиях, предотвращающих изменение состава пробы и содержания веществ.

- конструкция пробоотборника должна защищать от избыточной влажности (атмосферной и испарений исследуемой воды) и от обледенения в холодный период года;
- пробоотборник должен быть устойчив к внешним воздействиям, характерным для места его размещения (вибрация, температура, влажность и пр.);
- материалы смазки механических частей пробоотборника или герметизации контейнеров для проб не должны оказывать влияния на состав отбираемой пробы.



**Транспортирование проб сточных вод** в лабораторию осуществляется любым разрешенным видом транспорта, обеспечивающим сохранность и быструю доставку.

Емкости с пробами упаковывают таким образом, чтобы упаковка не влияла на состав пробы и не приводила к потерям определяемых показателей при транспортировании, а также защищала емкости от возможного внешнего загрязнения и поломки.

Не допускается перегрев и переохлаждение проб, т.е. **хранение проб более 0,5 часа при температуре ниже -15 °С и выше +30 °С.**

Рекомендуется применять устройства, обеспечивающие хранение проб **при температуре 2 - 5 °С.**

**Основными требованиями к сосудам для хранения проб является достаточный объем и обеспечение неизменности состава пробы.**

**Хранение проб** без изменения их состава и свойств возможно только для ограниченного числа показателей и только в течение определенного времени.

Причинами изменений могут выступать:

- бактерии, водоросли и другие организмы;
- некоторые соединения, способные окисляться под воздействием растворенного кислорода в пробах, или кислородом воздуха;
- абсорбция двуокиси углерода из воздуха;
- адсорбция и абсорбция соединений металлов и некоторых органических соединений.

Для предупреждения процессов, приводящих к изменению состава проб, или сведения их к минимуму следует применять **консервацию, хранение проб в темноте, охлаждение, замораживание.**

Для консервации проб используются кислоты, щелочи, органические растворители, и др. реактивы в установленных количествах.

Охлаждение пробы до 2 - 5 °С и хранение ее в темноте в большинстве случаев достаточно для сохранения неизменности состава пробы в течение небольшого отрезка времени до начала анализа. Охлаждение целесообразно применять совместно с добавлением консервантов.

Замораживание способно вызвать физико-химические изменения (например, образование осадка или потери растворенных газов) при замораживании и оттаивании, поэтому его следует применять с осторожностью. Для замораживания применяются полиэтиленовые сосуды, которые заполняются не более чем на 80%.

## Требования к протоколам исследований проб сточных вод

В протоколах в обязательном порядке указываются:

- ❖ номера пломб каждой из проб,
- ❖ время начала и окончания исследования (анализа) пробы,
- ❖ дата и номер места отбора пробы,
- ❖ номера пломб каждой пробы,
- ❖ время начала и окончания исследования (анализа) пробы,
- ❖ дата и номер места отбора пробы,
- ❖ номер записи об аккредитации в реестре аккредитованных лиц информацию о погрешности определения

**Консервация.** При длительном стоянии отобранной для анализа пробы могут произойти существенные изменения в составе предназначенной для анализа воды, связанные с протеканием химических, физико-химических и биохимических процессов. Могут изменяться и органолептические свойства воды — запах, цвет, мутность, поэтому, если нельзя начать анализ воды сразу или в крайнем случае через 4 ч после отбора пробы, нужно консервировать пробу для стабилизации ее химического состава.

Универсального консервирующего средства не существует, поэтому пробы для анализа отбирают в несколько бутылей. В каждой из них на месте отбора воду консервируют, добавляя различные консерванты, в зависимости от определяемого компонента.

Для определения некоторых показателей качества воды **консервирование не допускается**, например, при определении органолептических показателей (**запах, цветность**), а также **pH, кислотности, хлоридов, сульфатов, активного хлора**. Для многих показателей рекомендуется консервировать или охлаждать пробу. Охлаждение пробы до 4°C приводит к замедлению биохимических процессов в пробах воды и, следовательно, к замедлению разрушения многих органических веществ.

## Способы консервации и сроки анализа воды

Показатели качества воды	Способ консервации и количество консерванта на 1 л воды	Сроки анализа	Особенности отбора и хранения проб
Аммиак и ионы аммония	Не консервируют 2-4 мл хлороформа 1 мл $H_2SO_4$	Не позже чем через 4 ч В течение 1 сут в течение 1-2 сут	Хранят при 4°C
Биохимическое потребление кислорода (БПК)	Не консервируют Не консервируют	Не позже чем через 3 ч Не позже чем через 24 ч	Отбирают в стеклянные бутылки Хранят при 4°C
Взвешенные вещества	Не консервируют 2-4 мл хлороформа	Не позже чем через 4 ч В течение 1-2 сут	Перед анализом взболтать То же
Водородный показатель (рН)	Не консервируют	При отборе пробы в течение 6 ч	При отборе сосуд заполняют доверху, чтобы не осталось пузырьков воздуха
Железо общее	Не консервируют 2-4 мл хлороформа 3 мл $HNO_3$ или $HCl$ (до рН 2,0)	Не позже чем через 4 ч В течение 1 сут В течение 1-2 сут	

## Способы консервации и сроки анализа воды

Запах	Не консервируют	При отборе пробы или не позже чем через 2 ч	Отбирают только в стеклянные бутылки
Кадмий	Не консервируют 3 мл $\text{HNO}_3$ или $\text{HCl}$ (до pH 2,0)	В день отбора В течение 1 мес	Возможна адсорбция стенками бутылки
Кислород растворенный	Не консервируют	В течение 1 сут	Отбирают в стеклянные кислородные склянки, заполняя их доверху, чтобы не осталось пузырьков воздуха, и фиксируют на месте отбора пробы, прибавляя соответствующие реагенты
Кислотность	Не консервируют	При отборе пробы В течение 1 сут	Отбирают в стеклянную бутылку При отборе сосуд заполняют доверху, чтобы не осталось пузырьков воздуха; при транспортировке предохраняют от нагревания

## Органолептические и физические методы анализа сточных вод

Качество (анализ) сточных вод определяется с помощью органолептических, физических, химических и физико-химических показателей.

Показатели, характеризующие свойства веществ, которые воспринимаются органами чувств (зрение, обоняние) человека, называются органолептическими.

К органолептическим методам относятся определение цветности, запаха, прозрачности и мутности, а к физическим методам — определение pH и температуры.

## Определение температуры

Измерение температуры сточных вод во время отбора проб является неотъемлемой частью анализа, так как температура воды является быстро изменяющимся во времени показателем.

Значения температуры используются при расчетах в некоторых аналитических методиках, при оценке правильности выполнения анализа проб, при анализе теплового загрязнения водоемов, которое обусловлено сбросом промышленными предприятиями нагретых сточных вод.

**Согласно приложению № 3 к Правилам холодного водоснабжения и водоотведения температура сбрасываемой в водоемы сточной воды должна быть не выше 40 °С**, так как более высокая температура приводит к уменьшению количества кислорода в воде, что отрицательно сказывается на жизнедеятельности обитающих в водоеме организмов.

**Температуру воды определяют в момент взятия пробы с помощью термометра.**

Стенки бутылки должны быть защищены от нагревания (лучей солнца, других источников тепла, обертыванием в белую бумагу, ткань или фольгу) и от охлаждения.

Если температура проб и окружающей среды значительно отличается, то не ожидают установления столбика ртути на постоянной уровне. Записывают наивысшее показание термометра, когда температура измеряемой воды выше температуры окружающей среды, или самое низкое показание термометра, когда температура воды ниже температуры окружающей среды. Проводимые измерения относятся к прямым измерениям с однократным наблюдением.

## Определение запаха сточных вод

Проведение работы по определению запаха требует соблюдения следующих условий:

- ❖ воздух в помещении, где проводится определение, должен быть без запаха, помещение для проведения исследований должно находиться отдельно от помещения для приготовления образцов;
- ❖ должно быть обеспечено отсутствие какого-либо постороннего запаха от рук, одежды аналитика, интерьера помещения.
- ❖ нельзя перед проведением испытания курить, принимать пищу с острыми приправами;
- ❖ одному и тому же лицу нельзя производить определение запаха больше 1 часа из-за наступления утомляемости и привычки к запаху.

Запах воды обусловлен наличием в ней летучих пахнущих веществ, образующихся в результате :

- ❖ процессов жизнедеятельности водных организмов,
- ❖ при биохимическом разложении органических веществ в аэробных и анаэробных условиях,
- ❖ при химическом взаимодействии компонентов, содержащихся в воде.

Определение основано на органолептическом исследовании характера и интенсивности запаха воды **при 20 °С и 60 °С.**

Во всех случаях сначала устанавливают **характер запаха** (ароматный, рыбный и т.п.), затем определяют его **интенсивность**, выражая интенсивность запаха по пятибалльной шкале, или же проводя пороговое испытание — разбавляя анализируемую пробу водой, лишенной запаха, до тех пор, пока запах не исчезнет. Разведение, при котором запах еще обнаруживается, считается пороговым. Кратность разведения служит мерой интенсивности запаха. Запах воды, подвергаемый хлорированию, определяют спустя 30 минут после введения хлора.

Характер запаха исследуют при температурах  $(20\pm 2)^\circ\text{C}$  и  $(60\pm 2)^\circ\text{C}$ . Для этого 100 мл исследуемой воды при  $20^\circ\text{C}$  наливают в колбу с широким горлом вместимостью 250 мл, накрывают часовым стеклом или притертой пробкой, встряхивают вращательным движением, открывают пробку или сдвигают в сторону часовое стекло и быстро определяют органолептически характер и интенсивность запаха или его отсутствие. Затем колбу нагревают до  $60^\circ\text{C}$  на водяной бане и также оценивают запах.

**Таблица 1 – Определение характера запаха**

<i>Характер запаха</i>	<i>Пример описания рода запаха</i>
Ароматный или пряный	Огуречный, цветочный
Хлорный	Свободный хлор
Болотный	Илистый, тинистый
Химический	Промышленные сточные воды
Углеводородный	Стоки нефтеочистительных заводов
Лекарственный	Фенол и йодоформ
Плесневый	Сырой подвал
Гнилостный	Фекальный, сточный
Древесный	Запах мокроты щепы, древесины
Землистый	Прелый, свежеспаханной земли
Рыбный	Рыбьего жира, рыбы
Сернистый	Тухлых яиц, сероводородный
Травянистый	Сена, скошенной травы
Неопределенный	Запах не подходящий под предыдущие определения

Интенсивность запаха в баллах или словесно определяют в соответствии с нижеприведенной таблицей.

<i>Баллы</i>	<i>Характеристика интенсивности запаха</i>
0	Запах не ощущается
1	Очень слабый
2	Слабый
3	Заметный
4	Отчетливый
5	Очень сильный

**Для определения прозрачности воды** в лаборатории пользуются специальным цилиндром с краном в нижней части. На стенке цилиндра должны быть нанесены деления в сантиметрах, начиная со дна. Высота градуированной части составляет не менее 30 см. Исследуемую воду перед определением взбалтывают и наливают в цилиндр до отметки, предположительно соответствующей прозрачности воды. Под дно цилиндра подкладывают **лист белой бумаги с печатным шрифтом с высотой букв 3,5 мм**. Лист со шрифтом должен находиться **на расстоянии 4 см от дна цилиндра**. Далее, добавляя или отливая воду из цилиндра, устанавливают высоту столба воды, при котором чтение шрифта через столб воды сверху еще возможно. Определение прозрачности необходимо проводить в хорошо освещенной комнате, но не при прямом солнечном освещении. Высоту столба жидкости отсчитывают по шкале. Доливают еще раз взболтанную жидкость и повторяют определение с точностью до 0,5 см. Результат выражают в сантиметрах как среднее арифметическое двух измерений высоты слоя воды в цилиндре при двух определениях прозрачности. Прозрачность выражают в сантиметрах высоты столба с точностью 0,5 см.

## Определение мутности

Контроль мутности сточной воды имеет токсикологическое значение, так как во взвешенном состоянии могут находиться алюминий, свинец, мышьяк, кадмий, ртуть. Степень мутности воды зависит от наличия в ней взвешенных веществ. Контроль мутности сточных вод требует применения стандартной шкалы на основе каолина или формазина. Мутность воды выражают в миллиграммах взвешенного вещества на 1 л воды (при использовании стандартной шкалы на основе каолина) или в единицах мутности формазина (ЕМФ).

Определение мутности проводят визуально, фотоэлектроколориметрическим или нефелометрическим методом для неокрашенных растворов в сравнении с эталонным раствором формазина. Стандартные растворы сравнения готовят разбавлением исходного раствора дистиллированной водой для получения эталонных растворов, имеющих необходимую степень мутности, используя для этого пипетки и мерные колбы. Эти растворы остаются стабильными в течение недели.

***Мутность воды должна быть не более 1,5 мг/л по каолину и не более 2 ЕМФ по формазину.***

## **Определение цветности**

Контроль цветности сточных вод позволяет контролировать содержание окрашенных загрязняющих веществ без проведения дорогостоящих инструментальных методов анализа. При определении цветности пробы не консервируют. **Определение проводят через 2 ч после отбора пробы.** Окраску (цвет) сточной воды определяют качественно (после отстаивания 100 мл пробы в стакане в течение не менее 2 часов) путем описания цвета и оттенков окраски пробы относительно белого цвета: светло-желтый, бурый, темно-коричневый, желто-зеленый, желтый, оранжевый, красный, пурпурный, фиолетовый, синий, сине-зеленый и т.п.

**Определение характера цвета.** Одним из методов определения цветности является спектрофотометрический метод. Измеряют оптическую плотность сточной воды при различных длинах волн поглощенного света. Исследуемую воду предварительно фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата. Оптическую плотность фильтрата измеряют в кюветах с толщиной слоя 10 мм, применяя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду. Длина волны света, максимально поглощаемого водой, является характеристикой ее цвета.

**Химическая потребность в кислороде (ХПК).** ХПК дает представление о содержании в воде химических веществ, способных к окислению сильными окислителями, и определяется титрометрически с использованием в качестве окислителя дихромата калия.

**Биохимическая потребность в кислороде (БПК).** БПК используется для характеристики степени загрязнения сточных вод органическими примесями, способными разлагаться микроорганизмами с потреблением кислорода. БПК показывает, какое количество кислорода расходуется аэробными микроорганизмами на окисление органических примесей. В лабораторных условиях обычно определяют БПК за 5 суток или БПК<sub>5</sub> (стандартная БПК). Сущность метода сводится к тому, что в воде определяют содержание растворенного кислорода до и после термостатирования. Определение проводят йодометрическим методом. Разность между ХПК и БПК характеризует наличие примесей, не окисляющихся биохимическим путем.

**Определение содержания кислорода** в анализируемой воде рекомендуется проводить одним из трех методов: йодометрическим (в диапазоне от 0,1 до 15 мг/л), амперометрическим (в диапазоне от 0,1 до 10 мг/л) или с помощью БПК<sub>5</sub> — тестера или оксиметра (в диапазоне от 0 до 10 мг/л).

**Азот.** При анализе сточных вод определяют содержание **азота аммонийного ( $\text{NH}_4^+$ )** и **азота нитритов и нитратов ( $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ )**. Обычно концентрацию **азота аммонийного** определяют **колориметрически с реактивом Несслера** на фотоколориметре при 425 нм. Колориметрический метод определения **азота нитритов** основан на образовании азосоединения красного цвета при взаимодействии нитритов с **реактивом Грисса**. Эта реакция отличается высокой чувствительностью и позволяет обнаруживать тысячные доли миллиграмма нитритов в 1 л воды. Анализ выполняют на фотоколориметре с зеленым фильтром.

Сущность метода определения **азота нитратов** сводится к колориметрированию продуктов его взаимодействия с салициловой кислотой, которые представляют собой нитросоединения желтого цвета. Анализ выполняют на фотоколориметре с синим фильтром.

**Хлориды.** К сточной воде прибавляют в избытке титрованный раствор азотнокислого серебра, в результате чего весь хлор оседает в виде хлористого серебра, а не вошедший в реакцию избыток азотнокислого серебра оттитровывается раствором роданида аммония в присутствии индикатора - железо-аммиачных квасцов; выпадает нерастворимый осадок. Определив избыток, находят, сколько пошло азотнокислого серебра на осаждение хлоридов и на основании этого вычисляют содержание хлоридов во взятом объеме воды.

**Сульфаты.** Титриметрический метод основан на способности сульфатов образовывать с ионами бария слабо растворимый осадок. В точке эквивалентности избыток ионов бария регистрирует с индикатором ортаниловым К с образованием комплексного соединения. При этом окраска раствора изменяется из сине-фиолетовой в зеленовато-голубую.

**Фосфаты.** Метод основан на взаимодействии фосфат-ионов в кислой среде с молибдатом аммония и образовании фосфорно-молибденовой кислоты, которая восстанавливается аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяно-виннокислого калия до фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в голубой цвет. Максимум светопоглощения при 690 нм.

**Нефтепродукты.** Флуориметрический метод измерения массовой концентрации нефтепродуктов основан на экстракции их гексаном и измерении интенсивности флуоресценции экстракта на приборе «ФЛЮОРАТ-02».

Другой метод измерения массовой концентрации нефтепродуктов основан на извлечении их из анализируемых вод органическим растворителем, отделении от полярных соединений других классов колоночной хроматографией на оксиде алюминия с последующим количественным определением гравиметрическим методом.

**Летучие фенолы.** Метод основан на экстракции фенолов из воды бутилацетатом, реэкстракции их щелочью, образовании в реэкстракте окрашенного соединения фенолов с 4-аминоантипирином в присутствии гексацианоферрата (III) калия. Полученные соединения вновь экстрагируют бутилацетатом и измеряют оптическую плотность экстракта на спектрофотометре при 470 нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в диапазоне 460-490 нм. Массовую концентрацию летучих фенолов находят по градуировочному графику.

## **Классификация физических и физико-химических методов анализа.**

Эта классификация основана на учете измеряемых физических и физико-химических свойств вещества или изучаемой системы.

*Оптические методы* основаны на измерении оптических свойств веществ.

*Хроматографические методы* основаны на использовании способности различных веществ к избирательной сорбции.

*Электрохимические методы* основаны на измерении электрохимических свойств систем.

*Радиометрические методы* основаны на измерении радиоактивных свойств веществ.

*Термические методы* основаны, на измерении тепловых эффектов соответствующих процессов.

*Масс-спектрометрические методы* основаны на изучении ионизированных фрагментов ("осколков") веществ.

К достоинствам физических и физико-химических методов анализа можно отнести следующее:

- низкий предел обнаружения (1-10<sup>-9</sup> мкг) и малая предельная концентрация (до ~ 10-12 г/см<sup>3</sup>) определяемого вещества;
- высокая чувствительность;
- высокая селективность (избирательность) методов;
- малая продолжительность проведения анализов, возможность их автоматизации и компьютеризации.

К недостаткам физических и физико-химических методов анализа можно отнести следующее:

- в некоторых случаях воспроизводимость результатов оказывается хуже, чем при использовании классических химических методов количественного анализа таких, как гравиметрия и титриметрия;
- большая погрешности определений с использованием физических и физико-химических методов относительно классического химического анализа (гравиметрия, титриметрия);
- сложность применяемой аппаратуры, ее высокая стоимость, в связи с чем, перед её эксплуатацией химику-аналитику необходимо проходить дополнительное обучение для работы с прибором.

## **Классификация оптических методов анализа.**

По характеру взаимодействия электромагнитного излучения с веществом различают нижепредставленные оптические методы анализа.

**Атомно-абсорбционный анализ** основан на измерении поглощения монохроматического излучения атомами определяемого вещества в газовой фазе после атомизации вещества.

**Эмиссионный спектральный анализ** основан на измерении интенсивности света, излучаемого веществом (чаще всего атомами или ионами) при его энергетическом возбуждении, например, в плазме электрического разряда.

**Пламенная фотометрия** основана на использовании газового пламени в качестве источника энергетического возбуждения излучения.

**Молекулярный абсорбционный анализ** основан на измерении светопоглощения молекулами или ионами изучаемого вещества.

**Люминесцентный анализ** основан на измерении интенсивности излучения люминесценции, т.е. испускания излучения веществом под воздействием различных видов возбуждения.

**Спектральный анализ с использованием эффекта комбинационного рассеяния света (раман-эффекта)** основан на измерении интенсивности излучения при явлении комбинационного рассеяния света.

**Нефелометрический анализ** основан на измерении рассеивания света частицами света дисперсной системы (среды).

**Турбидиметрический анализ** основан на измерении ослабления интенсивности излучения при его прохождении через дисперсную среду.

**Рефрактометрический анализ** основан на измерении показателей светопреломления веществ.

**Интерферометрический анализ** основан на изучении явления интерференции света.

**Поляриметрический анализ** основан на измерении величины оптического вращения - угла вращения плоскости поляризации света оптически активными веществами.

## Определение жесткости воды

Жесткостью воды называется совокупность свойств, обусловленных содержанием в ней щелочноземельных элементов, преимущественно ионов кальция и магния.

В зависимости от pH и щелочности воды жесткость выше 10 °Ж может вызывать образование шлаков в распределительной системе водоснабжения и накипи при нагревании. Вода жесткостью менее 5 °Ж может оказывать коррозионное воздействие на водопроводные трубы. Жесткость воды может влиять и на применяемость для потребления человеком с точки зрения ее вкусовых свойств.

При комплексонометрическом (титриметрическом) определении жесткости ионы алюминия, кадмия, свинца, железа, кобальта, меди, марганца, олова и цинка влияют на установление точки эквивалентности и мешают определению. Если мешающее влияние невозможно устранить, определение жесткости рекомендуется проводить методами атомной спектроскопии.

В соответствии с ГОСТ 31954—2012 применяют следующие методы определения жесткости воды:

- комплексонометрический метод (метод А);
- методы атомной спектроскопии (методы Б и В). Метод Б применяют для определения массовой концентрации ионов кальция и магния. Метод В является арбитражным по отношению к другим методам определения жесткости.

**Метод А** основан на образовании комплексных соединений трилона Б с ионами щелочноземельных элементов. Определение проводят титрованием пробы раствором трилона Б при  $\text{pH} = 10$  в присутствии индикатора. Наименьшая определяемая жесткость воды —  $0,1$  °Ж.

**Метод Б** основан на измерении резонансного поглощения света свободными атомами химических элементов магния и кальция при прохождении света через атомный пар исследуемого образца, образующийся в пламени атомно-абсорбционного спектрометра.

Для определения жесткости воды **методом В** измеряют концентрацию ионов щелочноземельных элементов атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой.