# Физико-химические и химические методы анализа сточных вод химико-фармацевтических предприятий.

Анализ сточных вод необходим для определения возможности спуска их в водоем, методов очистки и для выяснения содержания в них ценных примесей. Санитарно-химический анализ сточных вод включает следующие определения:

* температуры, цвета, запаха, рН;
* степени прозрачности;
* оседающих веществ по объему и массе;
* взвешенных веществ и потерь при прокаливании;
* общего содержания примесей, остатка их после прокаливания, потерь при прокаливании;
* окисляемости перманганатной, дихроматной (химическое потребление кислорода – ХПК);
* биохимического потребления кислорода (БПК);
* растворенного кислорода;
* азота – общего, аммонийного, нитритов, нитратов;
* хлоридов, фосфатов, сульфатов;
* специфических ингредиентов производственных сточных вод (тяжелые металлы – железо, медь, кобальт, хром, никель, свинец, кадмий, ртуть; фенолы, цианиды, СПАВ, нефтепродукты, эфирорастворимые вещества);
* бактериологическое и гельминтологическое исследование;
* радиологическое исследование.

Сточные воды анализируются с применением органолептических, физических, физико-химических и химических методов. Контроль качества очищенных вод наряду с определением основных показателей, общих для всех видов стоков (см. Методические указания “Отбор проб и определение органолептических, физических и обобщенных показателей сточных вод химико-фармацевтических предприятий”), предусматривает и определение загрязнителей, специфичных для каждого отдельного производства. Для успешного контроля их содержания в сточных водах все чаще находят применение современные физико-химические методы анализа, в том числе хроматография, включая газовую, жидкостную и тонкослойную, полярография, электрохимические методы анализа, ионометрия, колориметрия, люминесцентный анализ.

# Сравнительная характеристика современных физико-химических методов анализа сточных вод.

**Хроматография –** метод разделения соединений, основанный на распределении вещества между двумя фазами – неподвижной с большой поверхностью и подвижной, протекающей через неподвижную фазу. Компоненты смеси селективно задерживаются стационарной фазой, причем площади пиков хроматограммы пропорциональны концентрациям соответствующих компонентов.

Методом газожидкостной хроматографии в сточных водах определяют органические кислоты с длиной углеродных цепей С2-С5, спирты, альдегиды, фенолы и другие органические соединения.

Метод тонкослойной хроматографии позволяет определять в сточных водах нефтепродукты, побочные продукты синтеза изопрена, фенолы.

**Полярография** – электрохимический метод анализа, в основе которого лежит зависимость между потенциалом поляризуемого рабочего электрода и силой тока, протекающего через раствор. Анализ полярограммы позволяет сделать вывод о том, какие ионы и в каком количестве присутствуют в растворе. Этот метод успешно используется для определения содержания в сточных водах тяжелых металлов, в том числе свинца, кадмия, ртути, меди, цинка, кобальта, никеля, титана, хрома, марганца. Кроме того, данным методом определяют ПАВ, ароматические углеводороды, нитраты.

**Ионометрия –** анализ, основанный на использовании ион-селективных электродов, представляющих собой электрохимические полуэлементы, для которых разность потенциалов на границе раздела фаз электродный материал – электролит зависит от активности определяемого иона в исследуемой среде.

**Колориметрия –** метод анализа, основанный на сравнении качественного и количественного изменения световых потоков при их прохождении через исследуемый и стандартный растворы. Определяемый компонент с помощью химической реакции переводят в окрашенное соединение, после чего измеряют интенсивность окраски полученного раствора.

# Физико-химические и химические показатели сточных вод.

**Азот**. При анализе сточных вод определяют содержание азота аммонийного (NH+4) и азота нитритов и нитратов (NO–2, 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.

В сточных водах определяют также содержание сульфатов, хлоридов, фосфатов и т.д. По содержанию **сульфатов** судят о минеральном составе воды: их повышенное количество свидетельствует о попадании в коммунально- бытовые стоки промышленных сточных вод.

Определение концентрации **хлоридов** позволяет контролировать постоянство солевого состава сточных вод. В процессе очистки ее солевой состав практически не меняется, а снижается лишь содержание органических веществ. Поэтому резкое увеличение концентрации хлоридов свидетельствует о сбоях в работе очистных сооружений или попадании в сточные воды посторонних загрязняющих веществ.

Для нормального функционирования биохимической очистки требуется, чтобы содержание **фосфатов** в сточных водах было не ниже 3 мг/л в пересчете на P2O5, т.к. фосфор необходим для микроорганизмов. Определение фосфатов в сточных водах позволяет корректировать содержание Р и при необходимости подавать необходимое количество его соединений на сооружения биологической очистки.

**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 роданистого аммония в присутствии индикатора – железо-аммиачных квасцов; выпадает нерастворимое роданистое серебро. Определив избыток, находят, сколько пошло азотнокислого серебра на осаждение хлоридов и на основании этого вычисляют содержание хлоридов во взятом объеме воды.

**Сульфаты**. Титрометрический метод основан на способности сульфатов образовывать с ионами бария слаборастворимый осадок. В точке эквивалентности избыток ионов бария регирует 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 скетопоглощения 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 и количественном определении 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 дипазоне 460-490 нм. Массовую концентрацию летучих фенолов находят по градуировочному графику.

**Сероводород**. Исследование проводится йодометрическим методом, основанном на окислении сероводорода йодом, выделяющимся из йодида калия при подкислении и воздействии на него марганцевокислым калием. По количеству йода, израсходованного на окисление сероводорода, судят о содержании сероводорода во взятом объеме воды.

**Мышьяк**. Метод основан на превращении мышьяка в мышьяковистый водород, полгощаемый раствором диэтилдитиокарбамината серебра в присутствии пиридина с образованием красно-фиолетового комплекса, с максимумом светопоглощения при 535 нм.

**Хром.** Метод основан на реакции дифенилкарбазида в кислой среде с бихромат-ионами с образованием соединения фиолетового цвета, в котором хром содержится в восстановленной форме, а дифенилкарбазид окислен до дифенилкарбазона. Измерение проводят при 540 нм.

**Марганец.** Метод основан на взаимодействии марганца с формальдоксимом в щелочной среде с образованием комплекса, который быстро приобретает красно-коричневый цвет вследствие окисления кислородом воздуха. Оптическую плотность образующегося комплекса измеряют при длине волны 455 нм.

**Медь.** Метод основан на взаимодействии раствора меди с диэтилдитиокарбаматом свинца в среде четыреххлористого углерода с

образованием желто-коричневого соединения, растворимого в слое органического растворителя.

**Цианиды**. Они встречаются в сточных водах в виде простых соединений и комплексных. Для их определения применяется йодометрический способ (к исследуемой сточной воде прибавляют хлористый натрий и осаждают цианиды азотнокислым серебром). Происходит выпадение осадка, который отфильтровывают и помещают в колбу для отгонки цианидов.

**СПАВ.** Принцип метода основан на том, что анионоактивные ПАВ образуют с метиленовой синей комплексные соединения, растворимые в хлороформе с образованием синих растворов (сама метиленовая синь в хлороформе не растворяется). Определение СПАВ в хлороформенном растворе производится колориметрически.

Метод измерения катионных ПАВ основан на образовании окрашенного соединения при взаимодействии катионоактивных веществ с бромфеноловым синим, экстрагируемого хлороформом. Оптическую плотность измеряют при 416 нм.

**Формальдегид.** Метод основан на образовании в присутствии ионов аммония окрашенного в желтый цвет продукта реакции формальдегида с ацетилацетоном. Интенсивность окраски образующегося соединения пропорциональна содержанию формальдегида в пробе. Измерение оптической плотности проводят при 412 нм.