

федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования
Первый Московский государственный медицинский университет им. И.М.
Сеченова Министерства здравоохранения Российской Федерации
(Сеченовский Университет)

Институт Фармации им. А.П. Нелюбина
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии им. А.П. Арзамасцева

Методические рекомендации по дисциплине:

Основы фармацевтической экологии

основная профессиональная Среднее профессиональное образование - программа
подготовки специалистов среднего звена

33.00.00 Фармация

33.02.01 Фармация



СЕЧЕНОВСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

ХИМИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО- ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА СТОЧНЫХ ВОД

Доцент кафедры фармацевтической и
токсикологической химии им.
Арзамасцева А.П. Горпинченко Н.В.

Общее содержание примесей. Сухой остаток. Взвешенные

- **Общее содержание примесей** – это сумма всех растворенных и взвешенных веществ, которые определяются выпариванием пробы воды, высушиванием полученного остатка при 105°C до постоянной массы и взвешиванием.
- Полученный остаток прокаливают в электрической печи при 600°C до постоянной массы и взвешивают. Таким образом получают **остаток после прокаливания**.

Общее содержание примесей. Сухой остаток. Взвешенные вещества

- Растворенные вещества или **сухой остаток** – это высушенные при 105°C остаток, получающийся выпариванием досуха профильтрованной исслед. воды или фильтрата после определения взвешенных веществ.
- **Взвешенные вещества** – это вещества, которые остаются на фильтре при использовании того или иного способа фильтрации
- Во взвешенных веществах могут содержаться нерастворимые в воде производные тяжелых металлов и другие загрязняющие вещества.

Биохимическое потребление кислорода (БПК)

- **БПК** – это показатель загрязнения воды, определяемый количеством кислорода (мг/л), израсходованным на аэробное биохимическое окисление органических и некоторых неорганических соединений за определенный промежуток времени (3,5, 10 суток)
- За **полное БПК** принимается окончательная минерализация биохимически окисляющихся органических веществ до начала процессов нитрификации (появление нитритов в исследуемой пробе в концентрации 0,1 мг/л)

Биохимическое потребление кислорода (БПК)

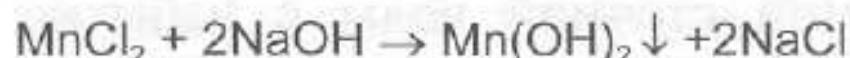
Определение содержания кислорода в анализируемой воде рекомендуется проводить одним из трех методов:

Йодометрическим (0,1 до 10 мг/л),

Амперометрическим (0,1 до 10 мг/л)

БПК₅ – тестером или оксиметром (0 до 10 мг/л)

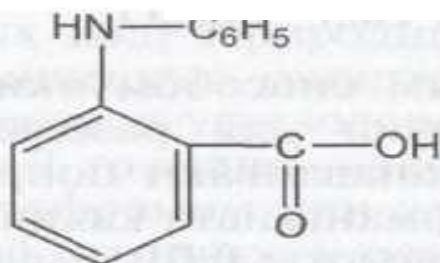
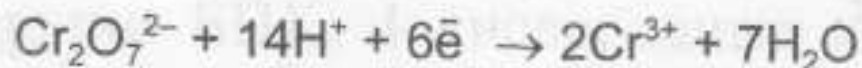
Йодометрическое определение БПК



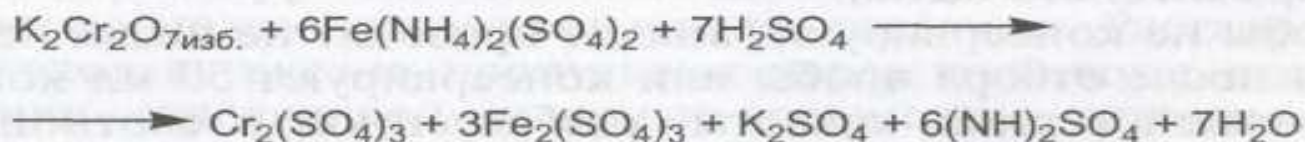
Дихроматная окисляемость (ХПК)

- **ХПК** – это показатель загрязнения воды органическими и неорганическими соединениями, определяемый как количество кислорода мг/л , необходимое для полного окисления загрязняющих веществ дихроматом калия.
- Для определения **ХПК** применяется метод дихроматометрии, способ обратного титрования.
- При кипячении сточной воды с избытком ст. раствора дихромата калия в сернокислой среде происходит окисление большинства органических и некоторых неорганических веществ

Дихроматная окисляемость (ХПК)



Ind – N – фенилантраниловая кислота



Перманганатная окисляемость

- Величина перманганатной окисляемости воды характеризует содержание в ней легко окисляющихся органических и неорганических веществ. Количество кислорода мг/л, эквивалентное расходу перманганата калия, характеризует величину окисляемости.
- Метод основан на окислении веществ, присутствующих в пробе воды, 0,01 н. раствором перманганата калия в сернокислой среде при кипячении

Перманганатная окисляемость



Перманганатная окисляемость

- Одновременно определяют указанным способом окисляемость бидистиллята, который используют для разбавления пробы (контрольный опыт), а также устанавливают поправочный коэффициент к 0,01 н. раствору перманганата калия, титруя 10 мл 0,01 н. раствора щавелевой кислоты 0,01 н. раствором перманганата калия.

Нефтепродукты

- Нефтепродуктами условно считают содержащиеся в воде неполярные и малополярные соединения, экстрагируемые н-гексаном
- Нефтепродукты включают только углеводороды (алифатические, алициклические, ароматические), являющиеся основной составной частью нефти.

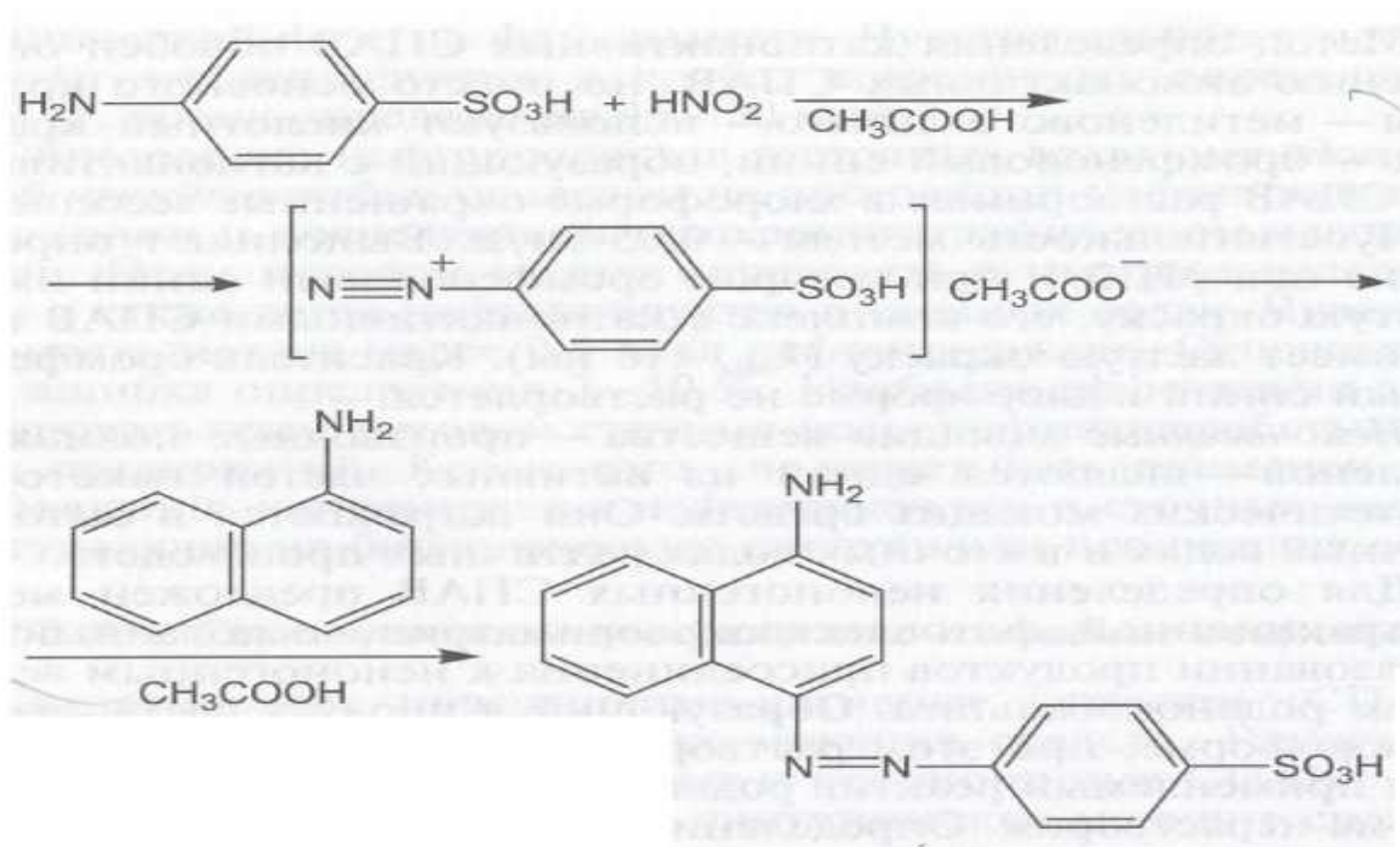
Нефтепродукты

- Для определение содержания нефтепродуктов используются следующие методы:
- Гравиметрический
- ИК-спектрометрический
- Ускоренный адсорбционно-люминесцентный
- Газохроматографический

Нитриты

- Для определения нитритов в сточных водах и поверхностных водах применяется фотометрический метод, основанный на реакции образования азокрасителя с реактивом Грисса. (520 нм)

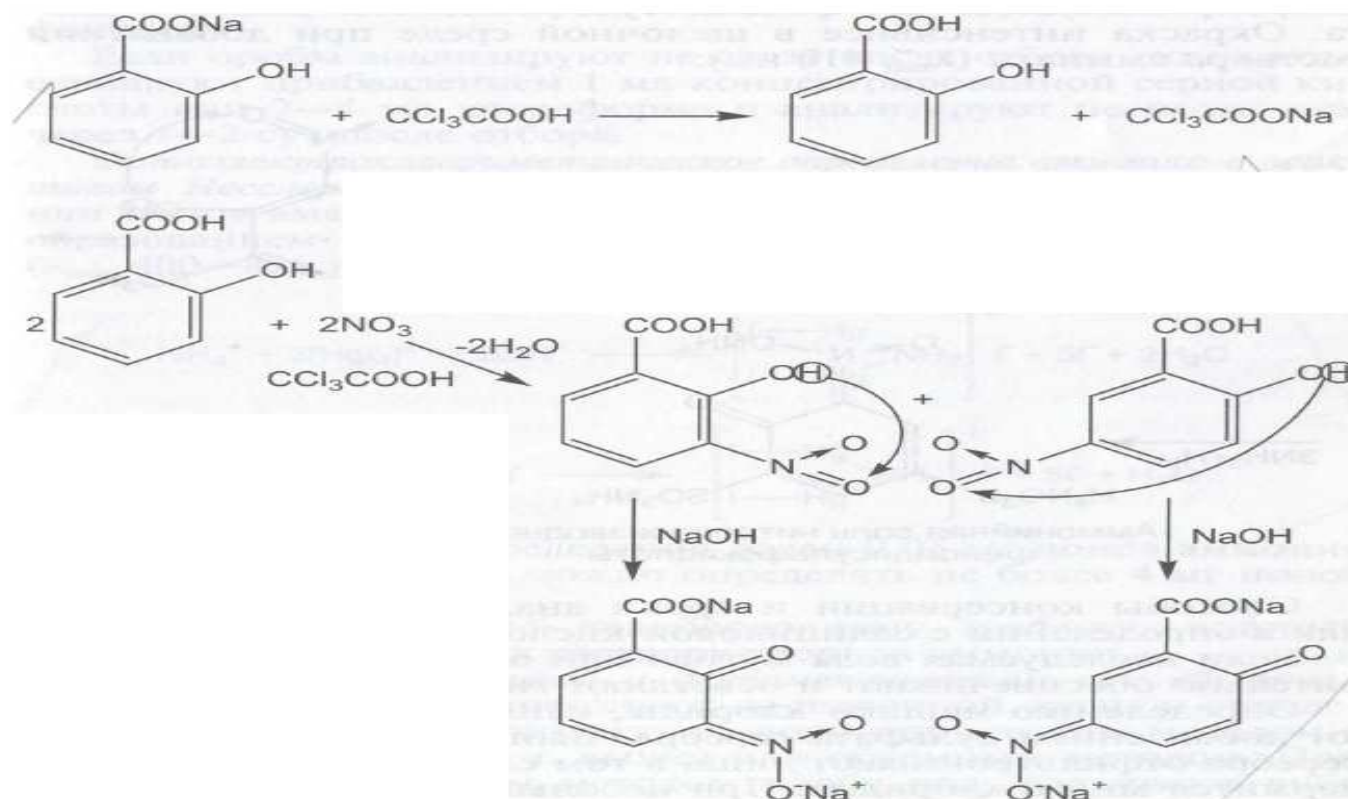
Нитриты



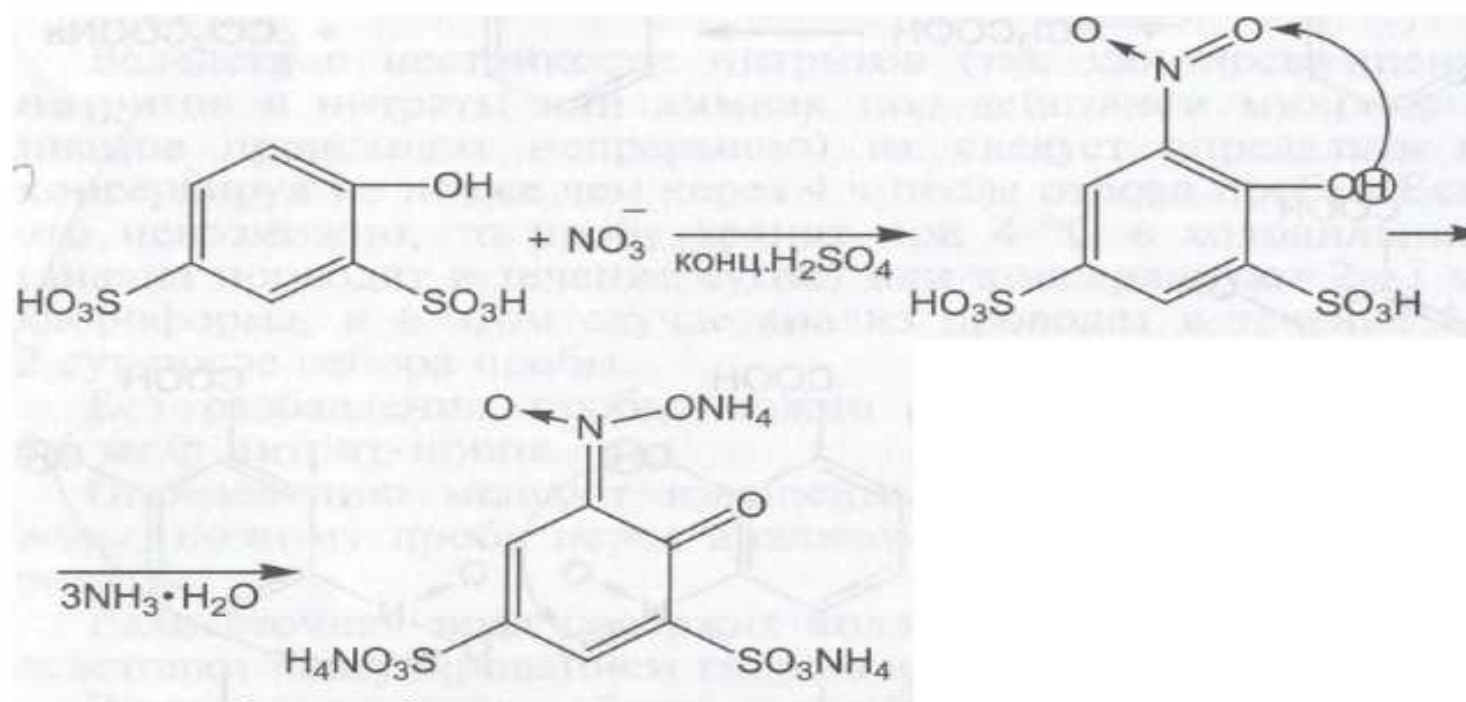
Нитраты

- Для определения нитратов в сточных водах чаще всего применяют фотометрический метод, основанный на нитровании салициловой кислоты или 2,4 – фенолдисульфокислоты.

Нитраты



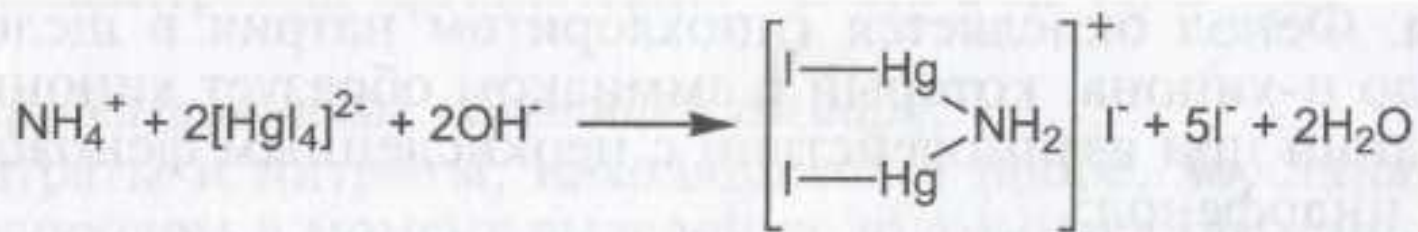
Нитраты



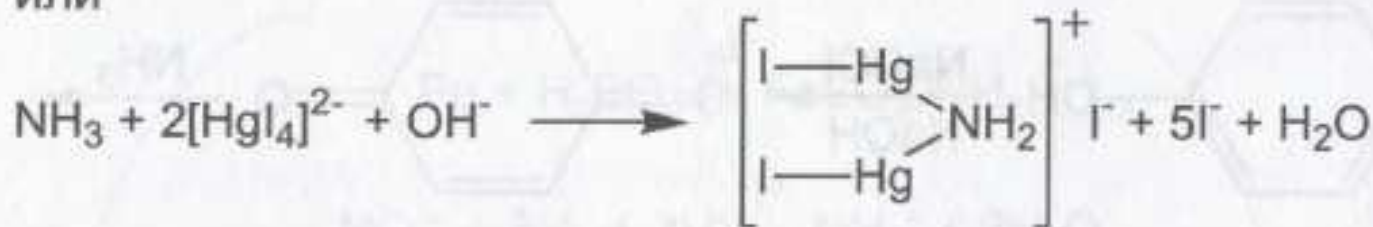
Аммиак и ионы аммония

- Фотоэлектроколориментическое определение с реактивом Несслера. Образуется йодид меркураммония желтого цвета 400-425 нм

Аммиак и ионы аммония



или



Общее содержание азота (общий азот)

Определение содержания общего азота (x) расчетом проводят по формуле:

$$x = a + b + c + d,$$

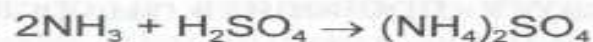
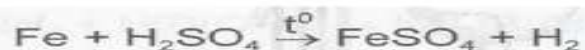
где a — концентрация нитратов в мг N/л;

b — концентрация нитритов в мг N/л;

c — концентрация аммиака в мг N/л;

d — концентрация органического азота в мг N/л.

Общий азот



Избыток

Содержание общего азота (х) в мг/л рассчитывается по формуле:

$$X = C \cdot 0,78,$$

где С — найденная концентрация аммиака в мг NH_4^+ /л;
0,78 — коэффициент для пересчета NH_4^+ на N.

Органический азот

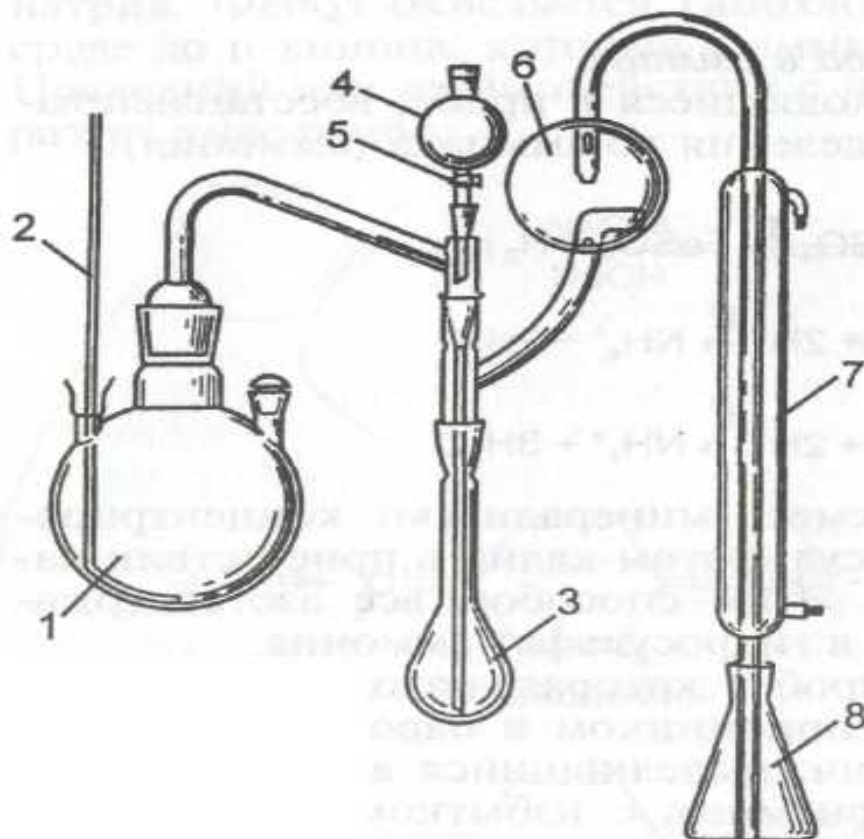
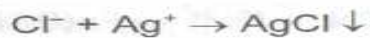


Рис. 2.2. Прибор для определения органического азота. Объяснение в тексте.

Органический азот



Хлориды

- Для определения хлоридов в неокрашенных сточных водах применяют аргентометрический метод по Мору
- Определение хлоридов в окрашенных органическими веществами сильно загрязненных сточных водах проводят после выпаривания таких вод в щелочной среде досуха. Остаток после выпаривания слегка прокаливают до сгорания орг. в-в, охлаждают, растворяют в воде, добавляют азотную кислоту, а затем проводят аргентометрическое определение по Фольгарду

Хлориды



Активный хлор

- Под термином активный хлор понимают суммарное содержание в воде свободного хлора, хлорноватистой кислоты, гипохлорит-ионов и хлораминов
- При подкислении анализируемой воды и прибавлении к ней йодида калия вещества, которые относятся к «активному хлору», выделяют йод
- Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия, инд – крахмал. Содержание активного хлора выражают в мг/л в пересчете на хлор

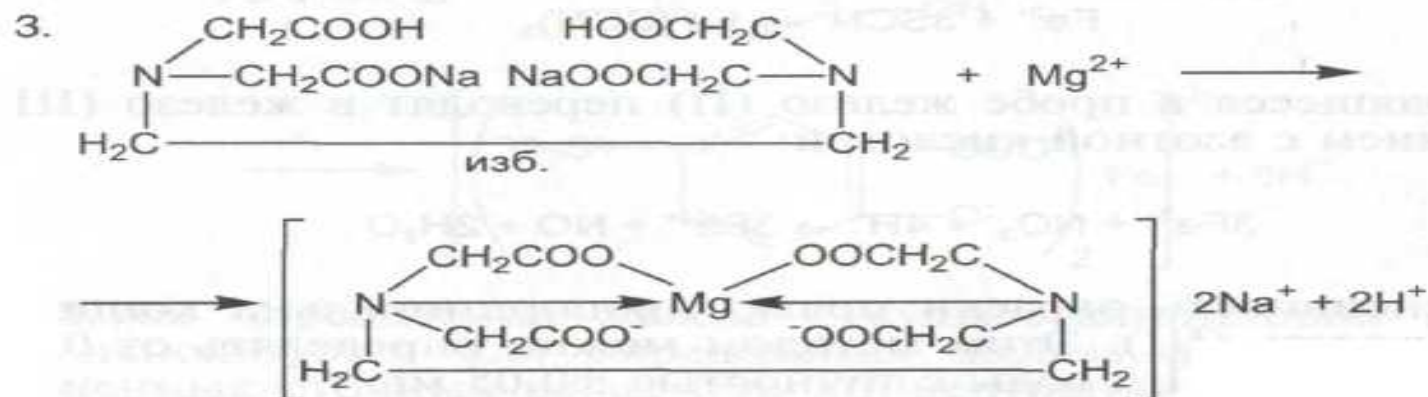
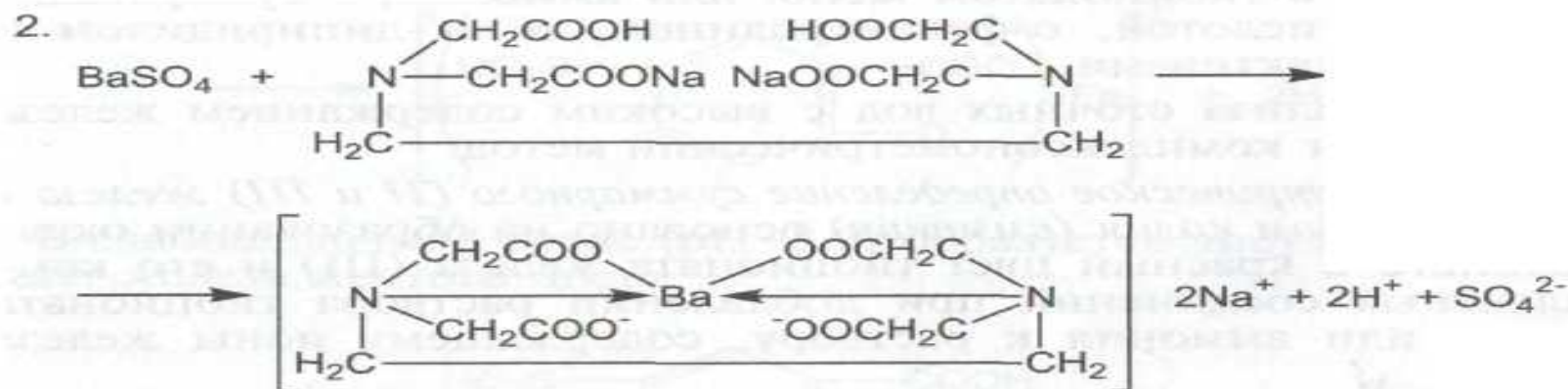
Активный хлор



Сульфаты

- Для определения сульфатов в сточных водах используют чаще всего гравиметрический, нефелометрический или комплексонометрический метод
- Два первых метода основаны на образовании осадка или опалесценции (в зависимости от конц сульфатов) при взаимодействии сульфат ионов с хлоридом бария в присутствии хлороводородной кислоты

Сульфаты. Комплексонометрический метод



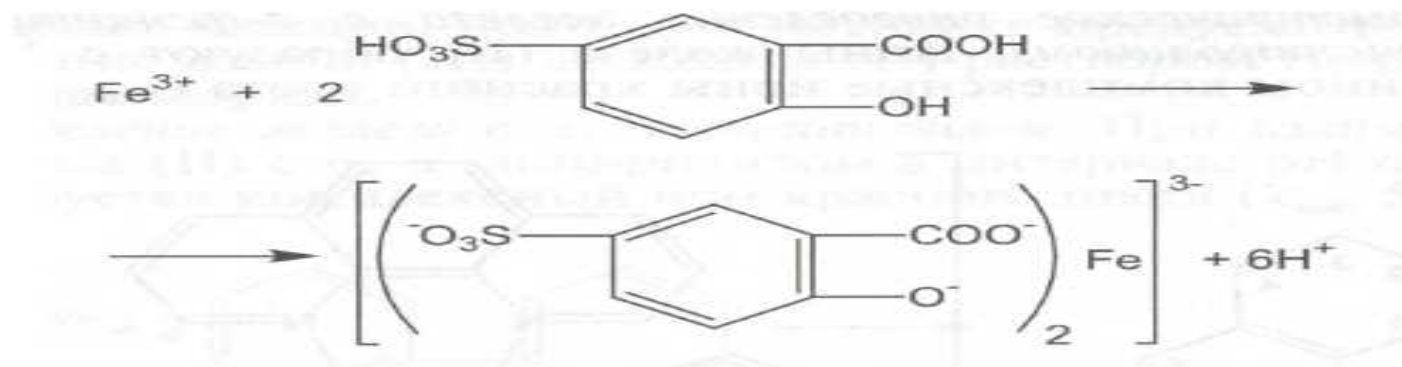
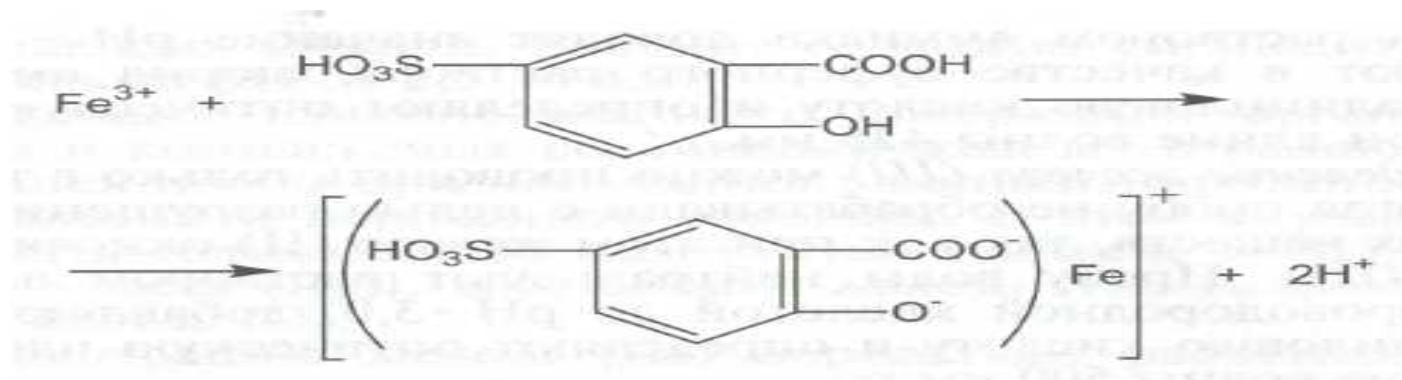
Железо

- Для определения железа в сточных водах применяют фотометрические методы, основанные на получении окрашенных продуктов с тиоционатом калия или аммония, с сульфосалициловой кислотой, о-фенантролином, - α α' -дипиридилем и др.

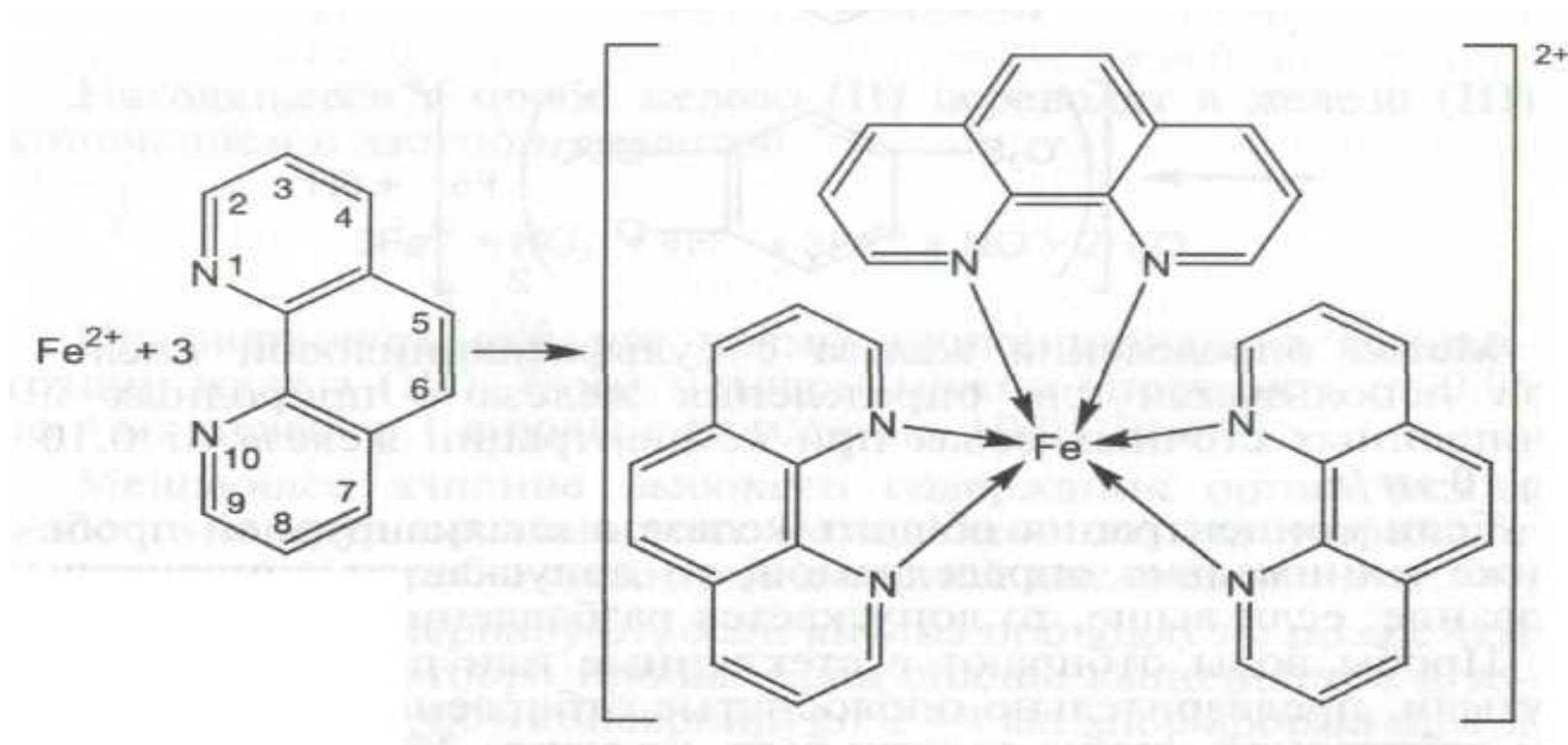
Фотометрическое определение суммарного (II, III) железа с тиоционатом калия (аммония)



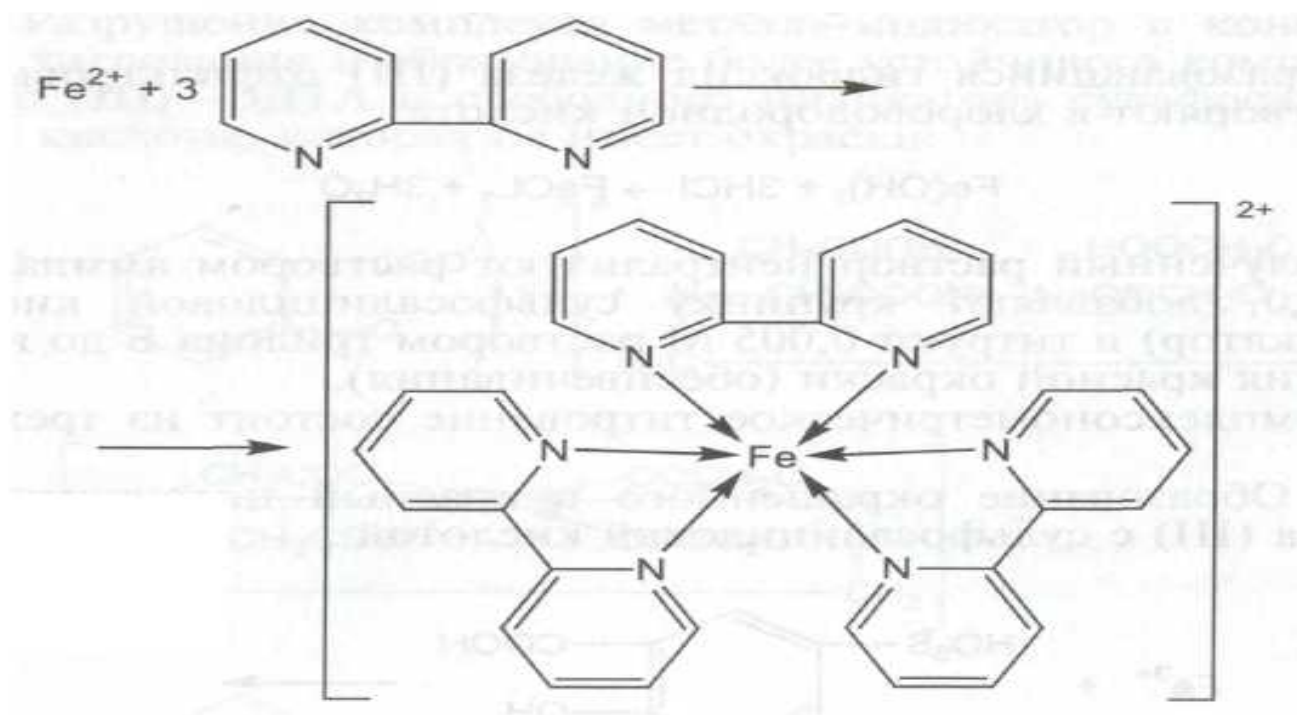
Фотометрическое определение с сульфосалициловой кислотой



Фотометрическое определение железа с 1,10-фенантролином



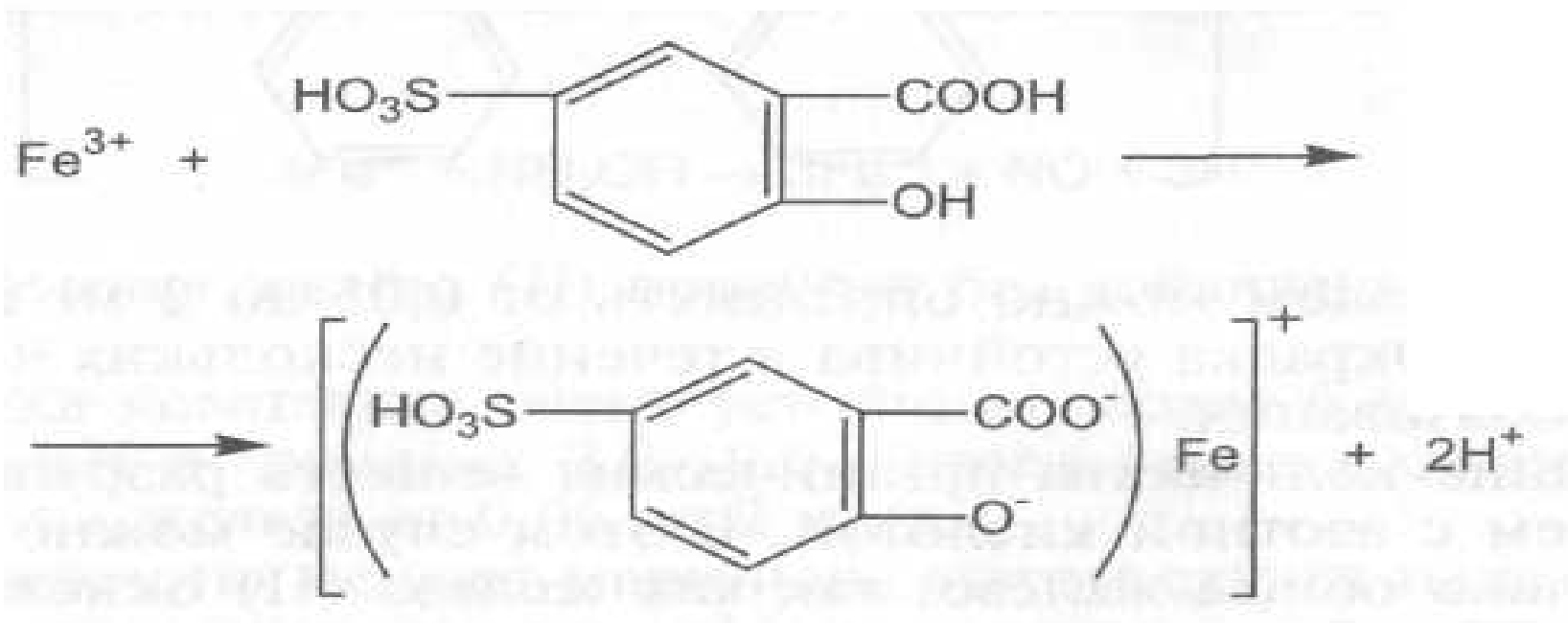
Фотометрическое определение железа с α,α' -дипиридиллом



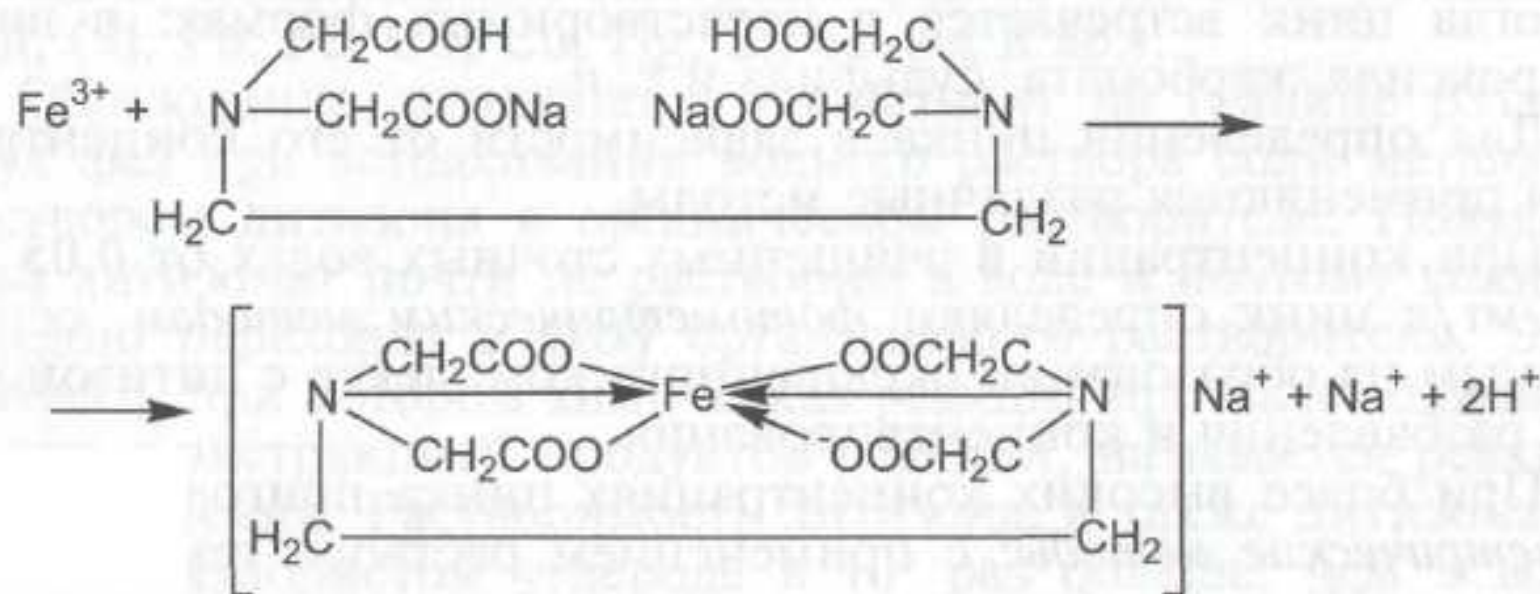
Определение суммарного содержания железа комплексометрическим методом



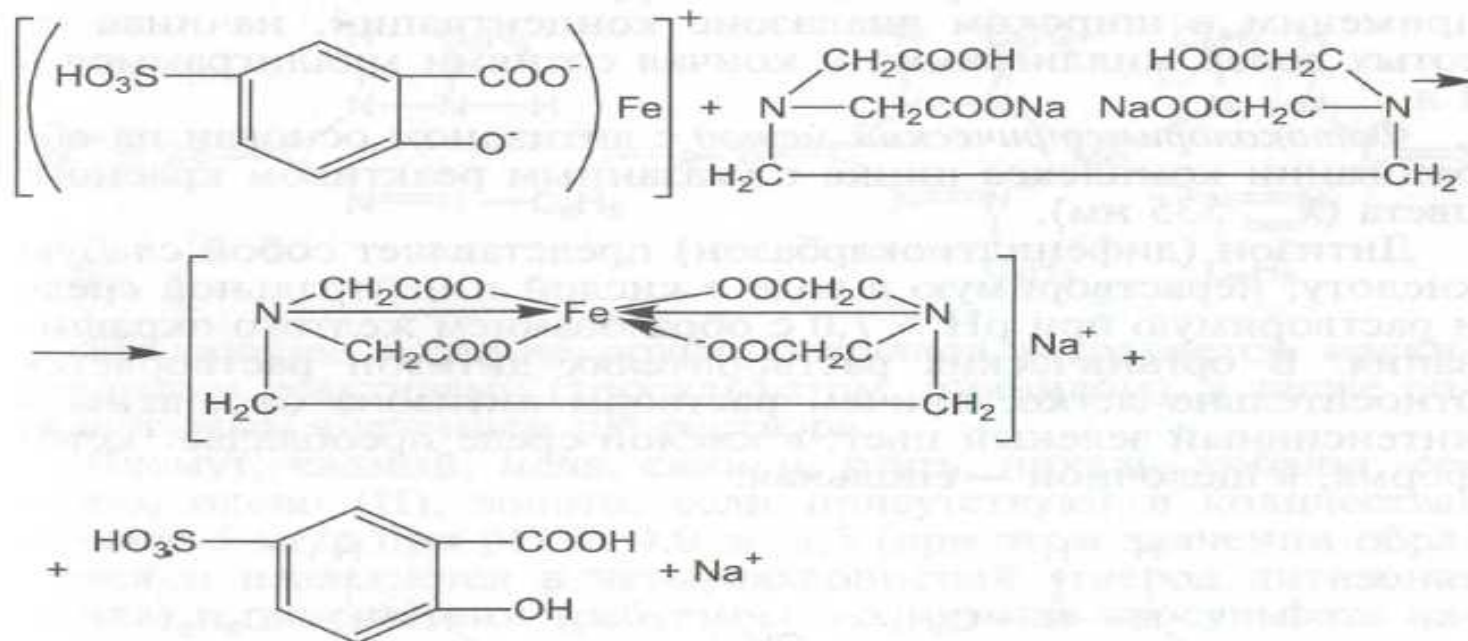
1. Образование окрашенного в красный цвет комплекса железа (III) с сульфосалициловой кислоты



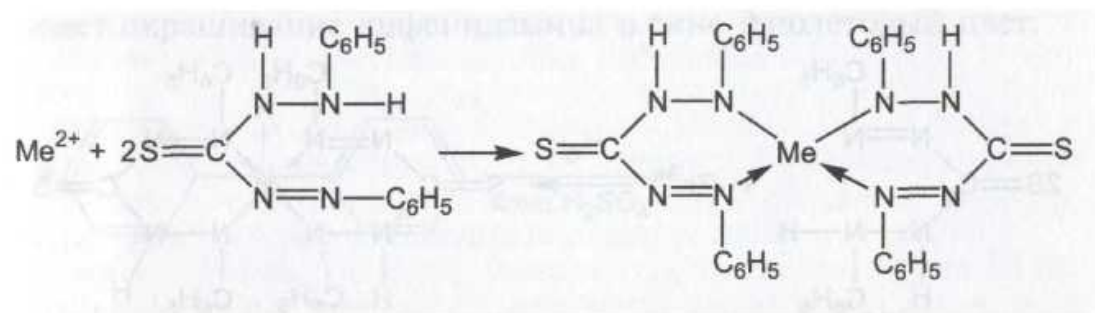
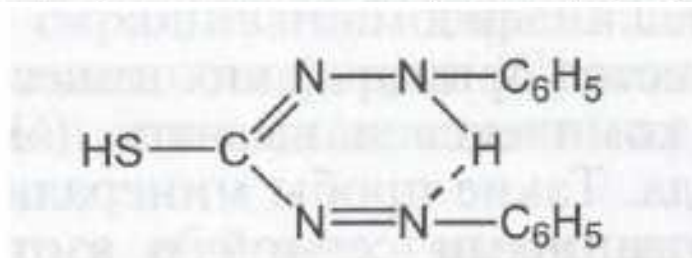
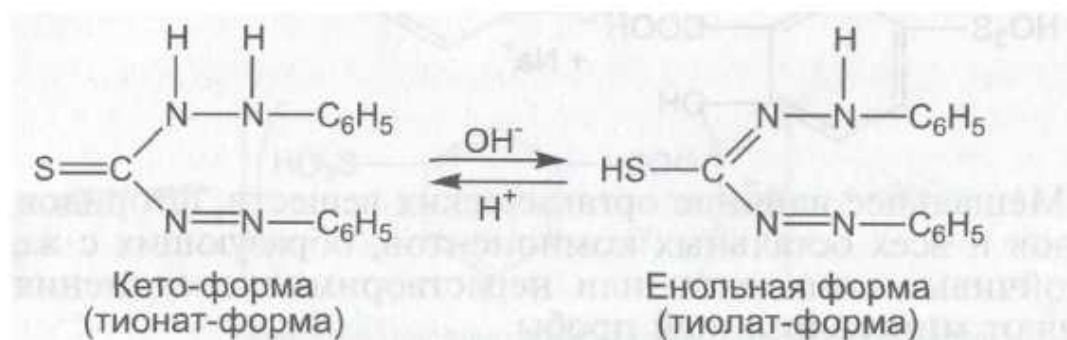
Титрование св. ионов железа (III) раствором трилона Б с образованием прочного б/цв растворимого комплекса



Разрушение комплекса металл-инд в КТТ и образование более уст. комплекса железо-ЭДТА и св. инд.



Комплект дитизона с ме



Цинк . Фотоколориметрический метод

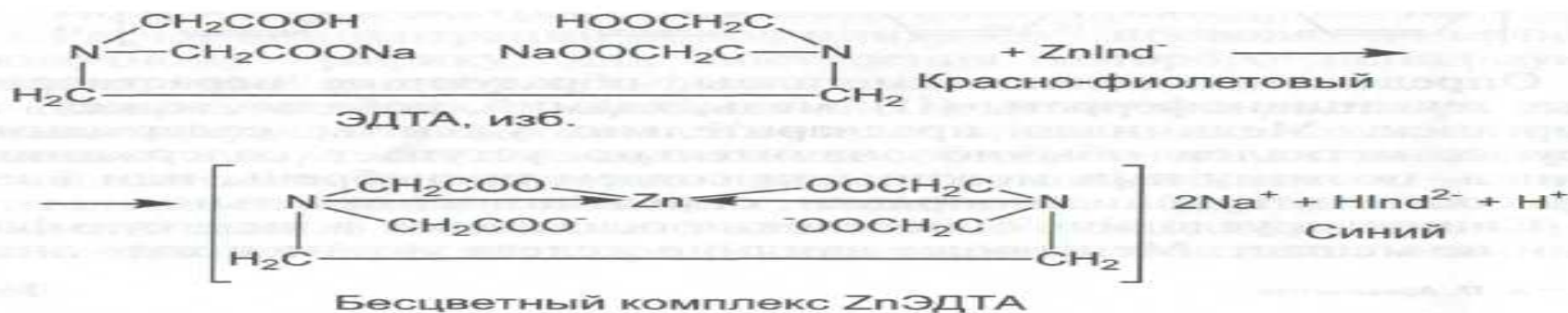
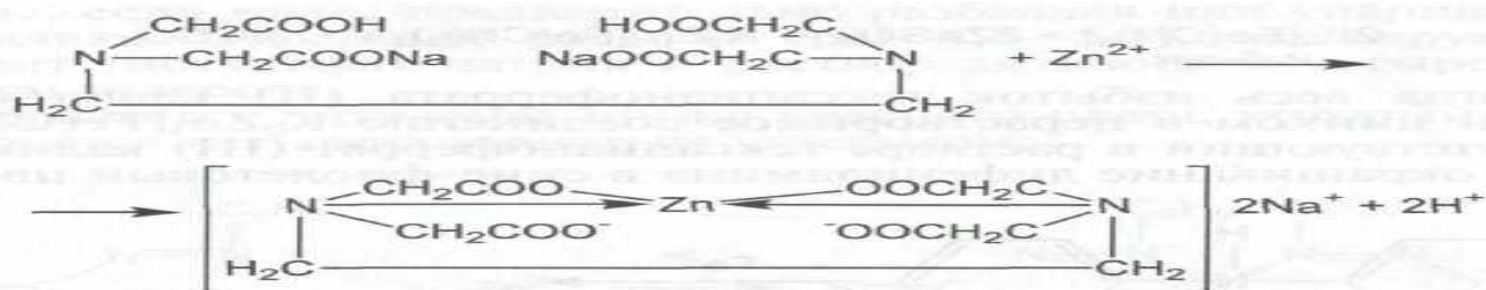
- Добавляют буфер рН 4-5,5
- Образуется дитизонат цинка красного цвета, который экстрагируется в четыреххлористый углерод

Комплексонометрическое определение

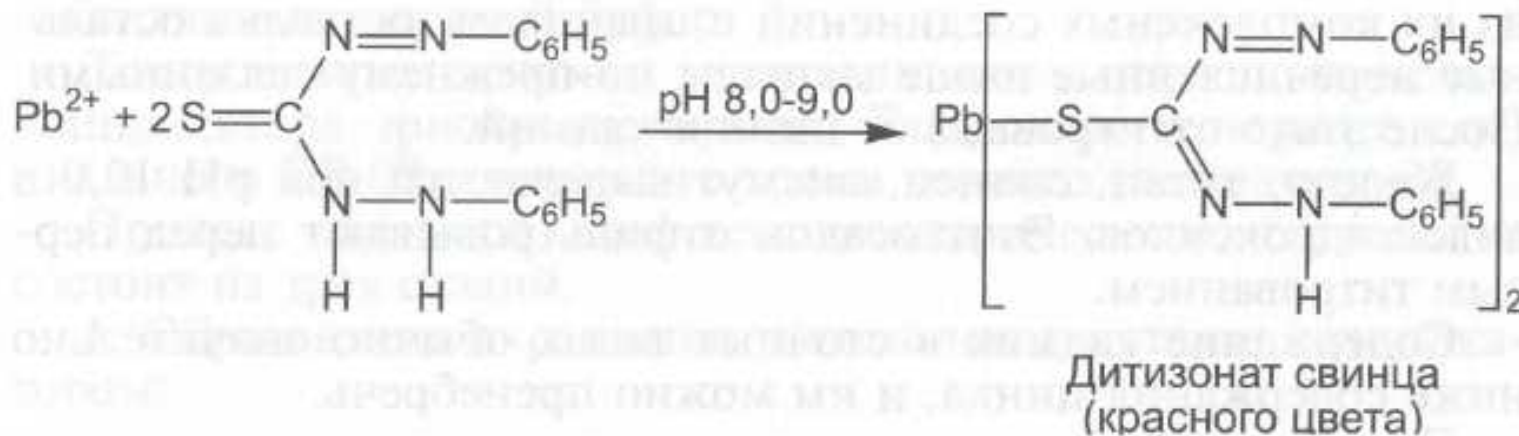


Синий

Красно-фиолетовый

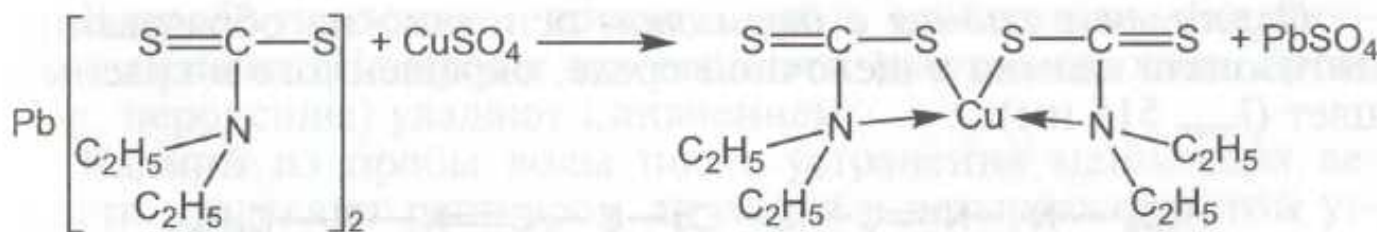
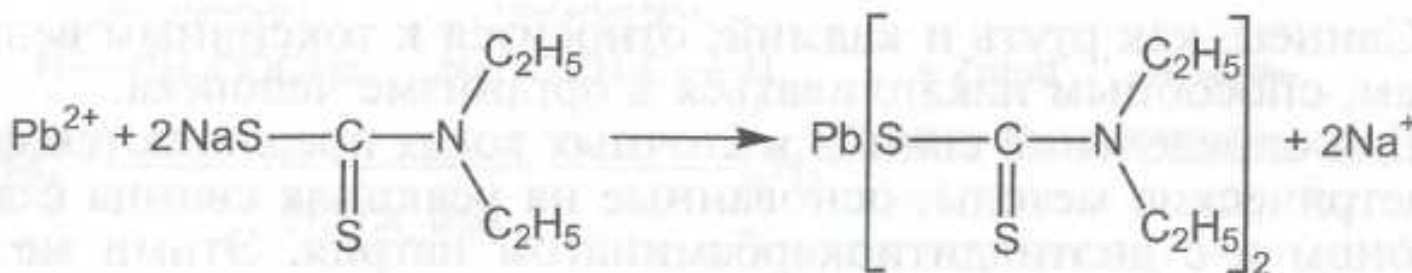


Свинец. Определение с дитизоном





Свинец. Фотометрическое определение с диэтилдитиокарбаминатом натрия



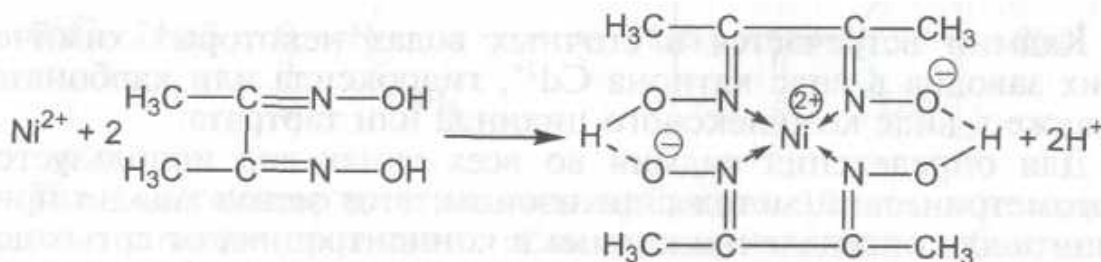
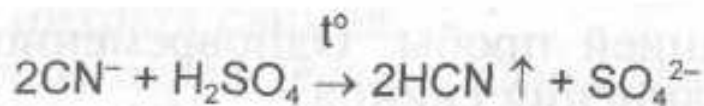
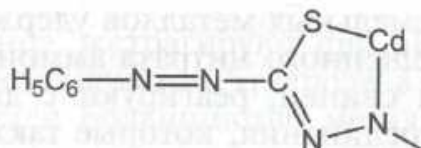
Диэтилдитиокарбаминат
свинца (бесцветный)

Диэтилдитиокарбаминат
меди
(желто-коричневый)

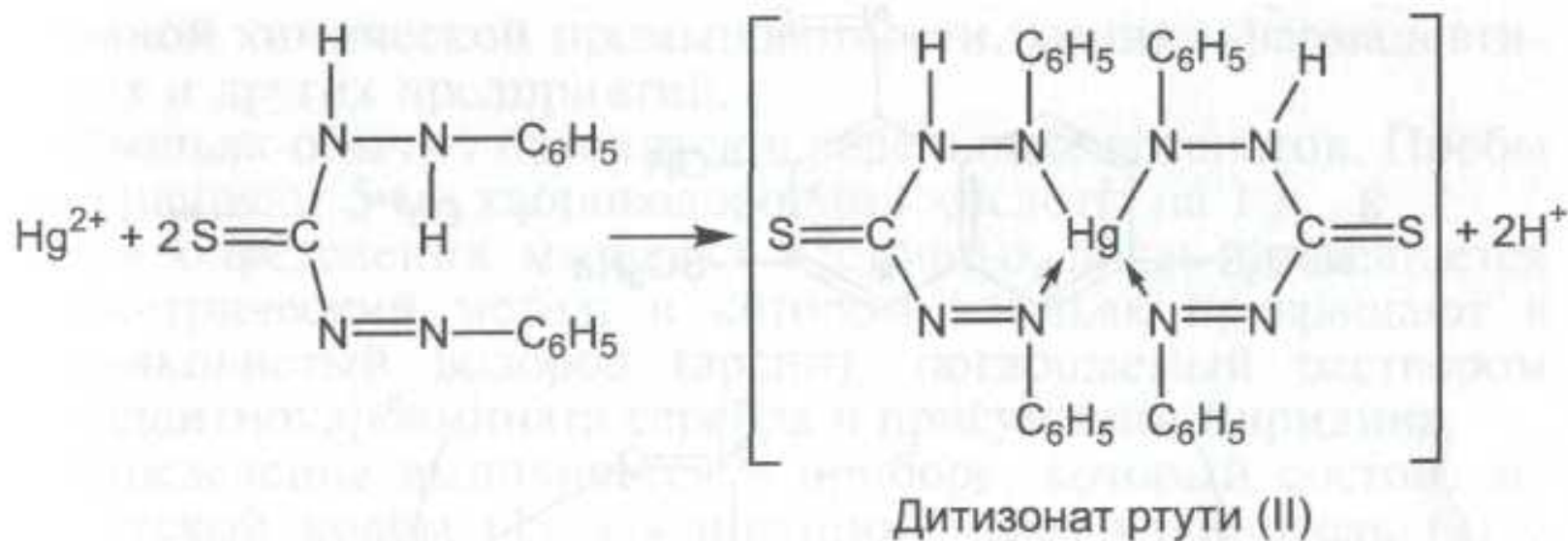
Кадмий. Определение с дитизоном в щелочной среде



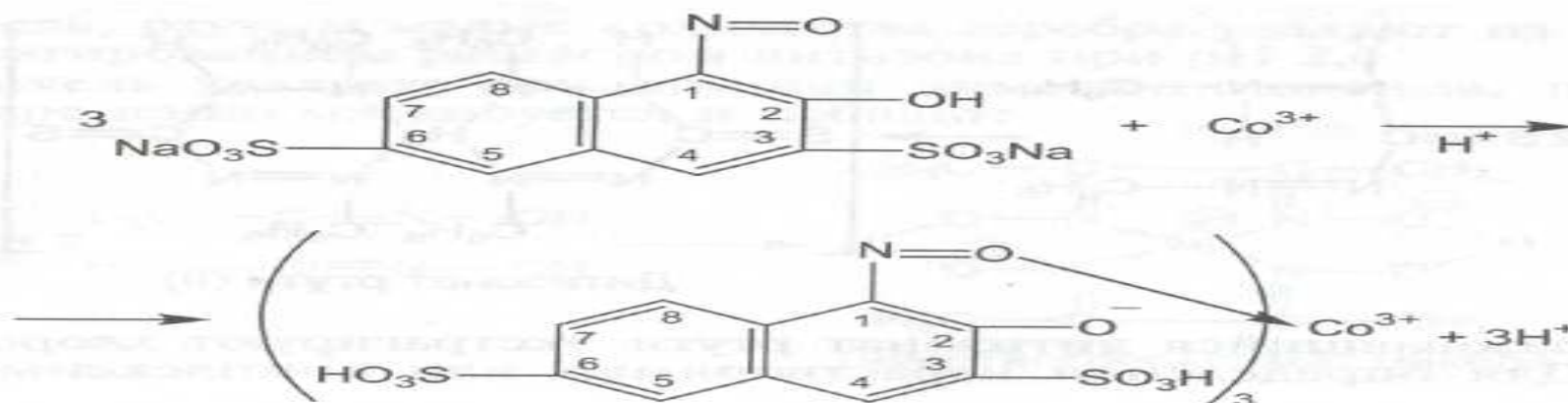
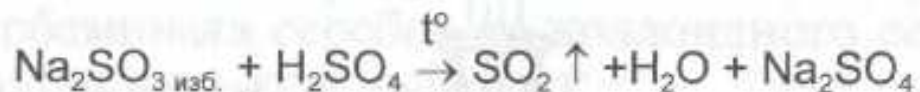
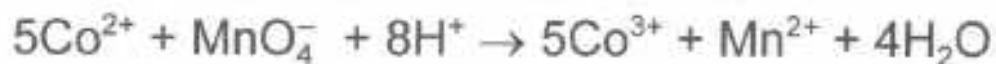
или



Ртуть. Фотометрический метод с дитизоном pH 2-3



Кобальт. Фотометрический метод с нитрозо-Р-солью (1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфонат натрия



Мышьяк

- Используют фотометрический метод, в котором мышьяк превращают в мышьяковистый водород (арсин), поглощаемый раствором диэтилдитиокарбамината серебра в присутствии пиридина
- Определение проводят в спец. приборе

Мышьяк

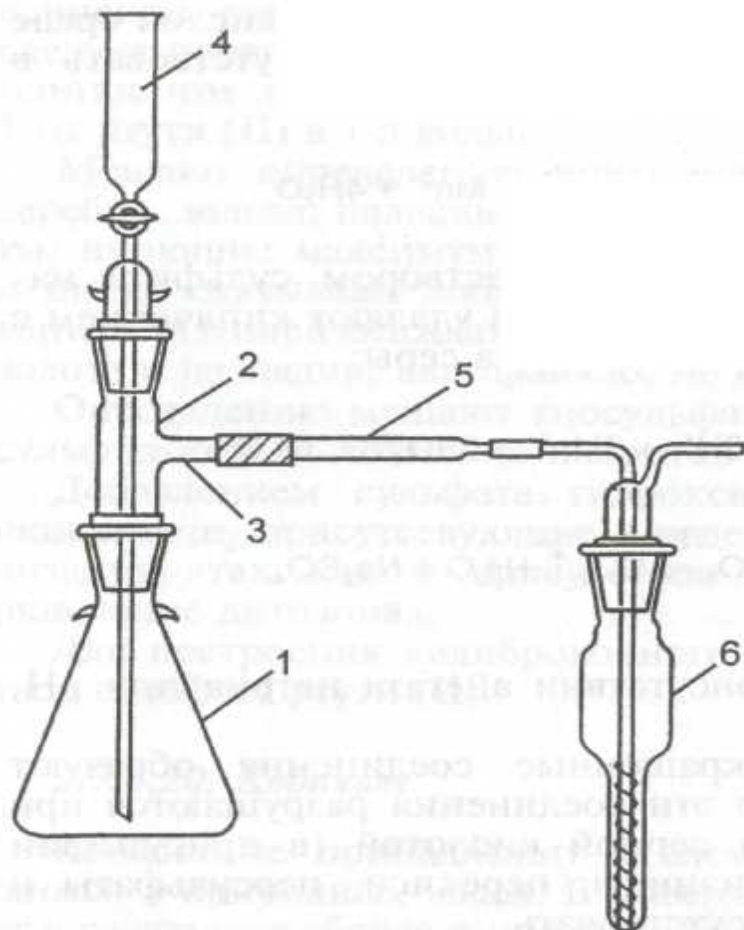


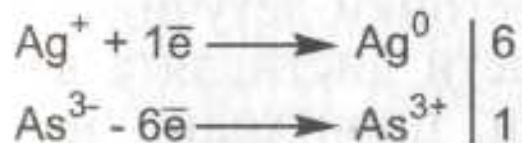
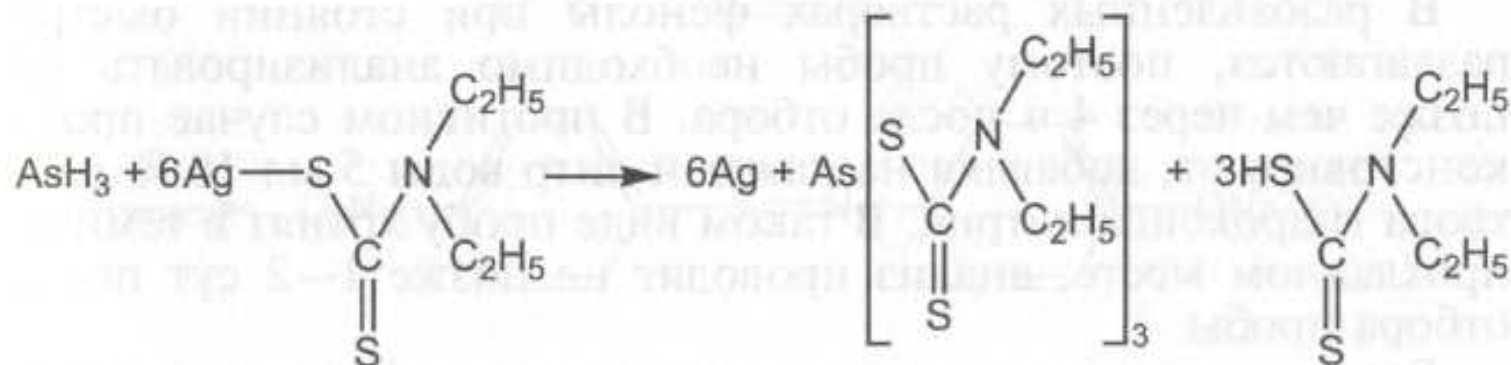
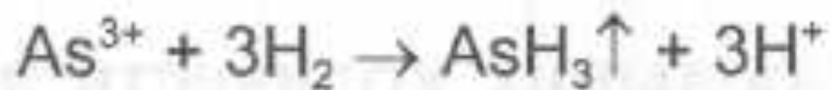
Рис. 2.3. Прибор для определения мышьяка.

1 — коническая колба емкостью 100—150 мл; 2 — удлинитель; 3 — боковой отвод; 4 — воронка; 5 — фильтрационная трубка (длина 5 см); 6 — поглотительный сосуд (внутренний диаметр 1 см, высота 10 см).

Мышьяк



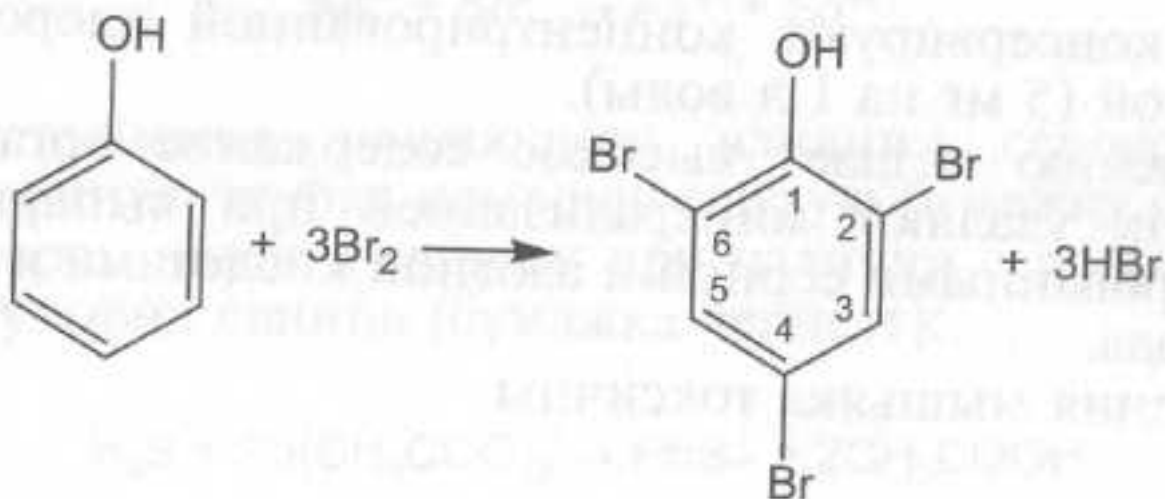
Мышьяк



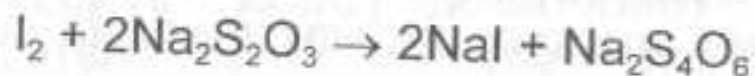
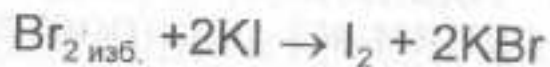
Фенолы

- Летучие фенолы от нелетучих отделяют перегонкой с водяным паром
- Для определения больших количеств лет. фенолов используют броматометрический метод
- Для определения малых конц используют фотометрический метод, основанный на обр. азокрасителя с п-нитроанилином или с 4-аминоантипирином

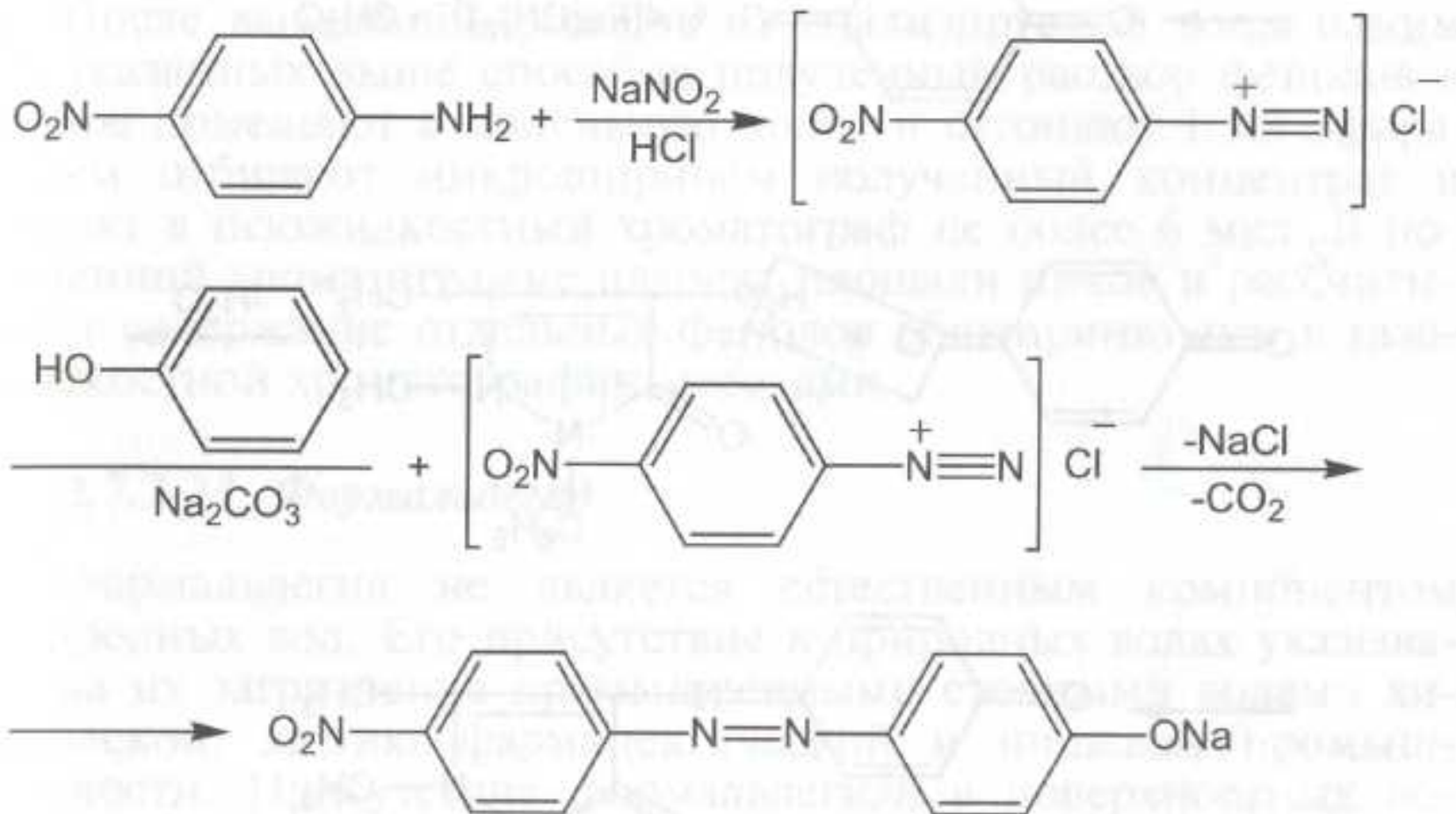
Фенолы



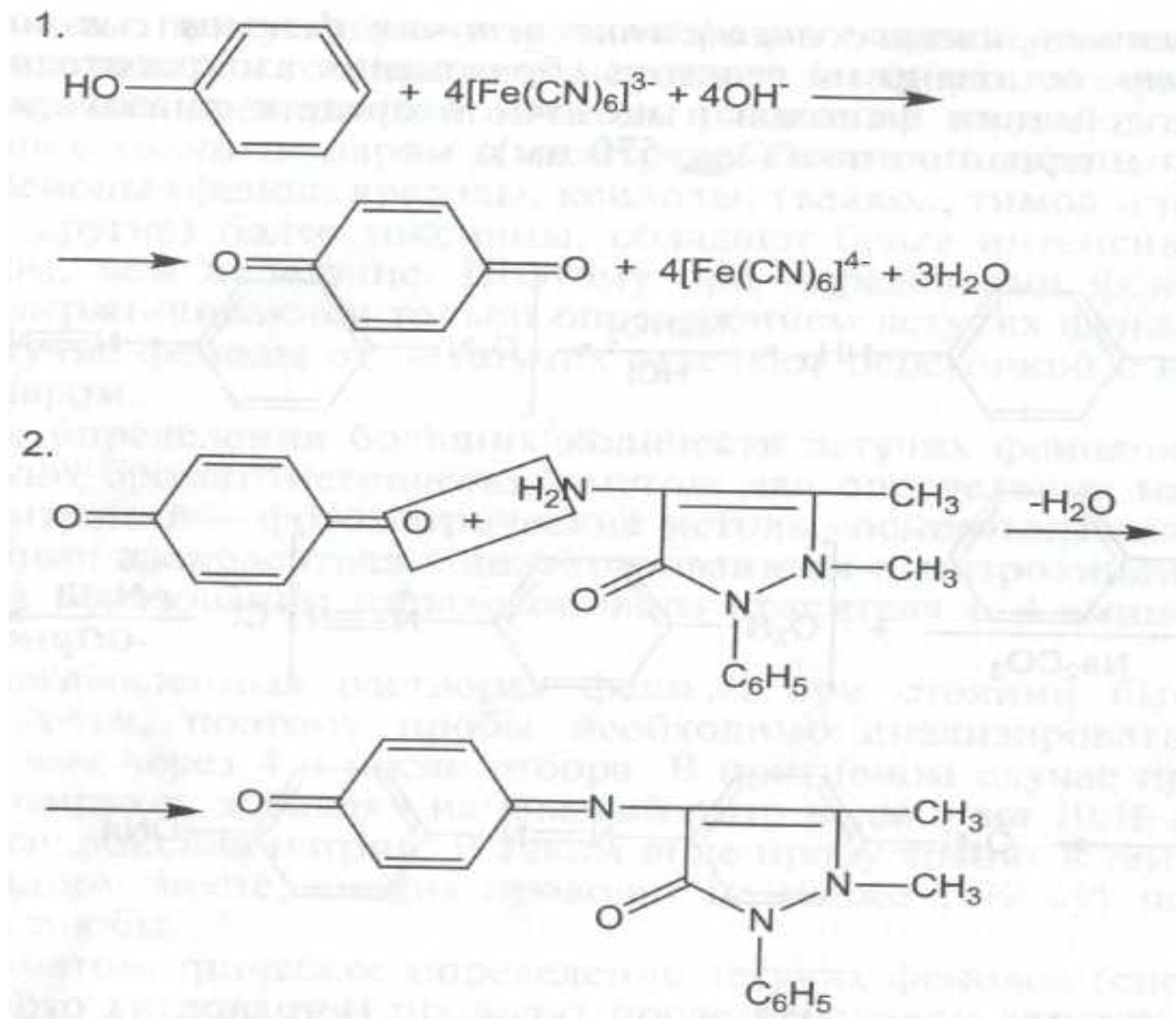
Трибромфенол



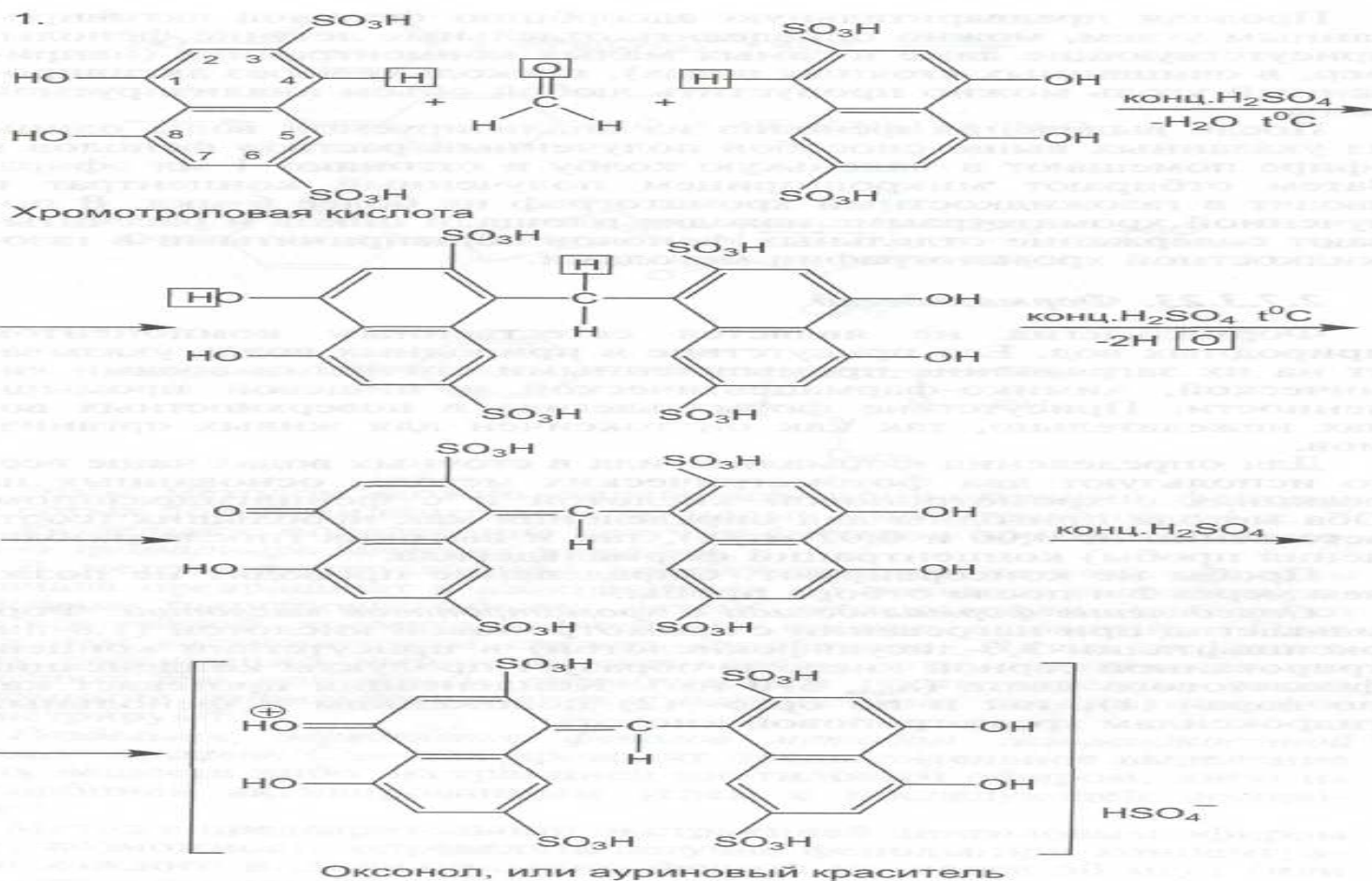
Фенолы



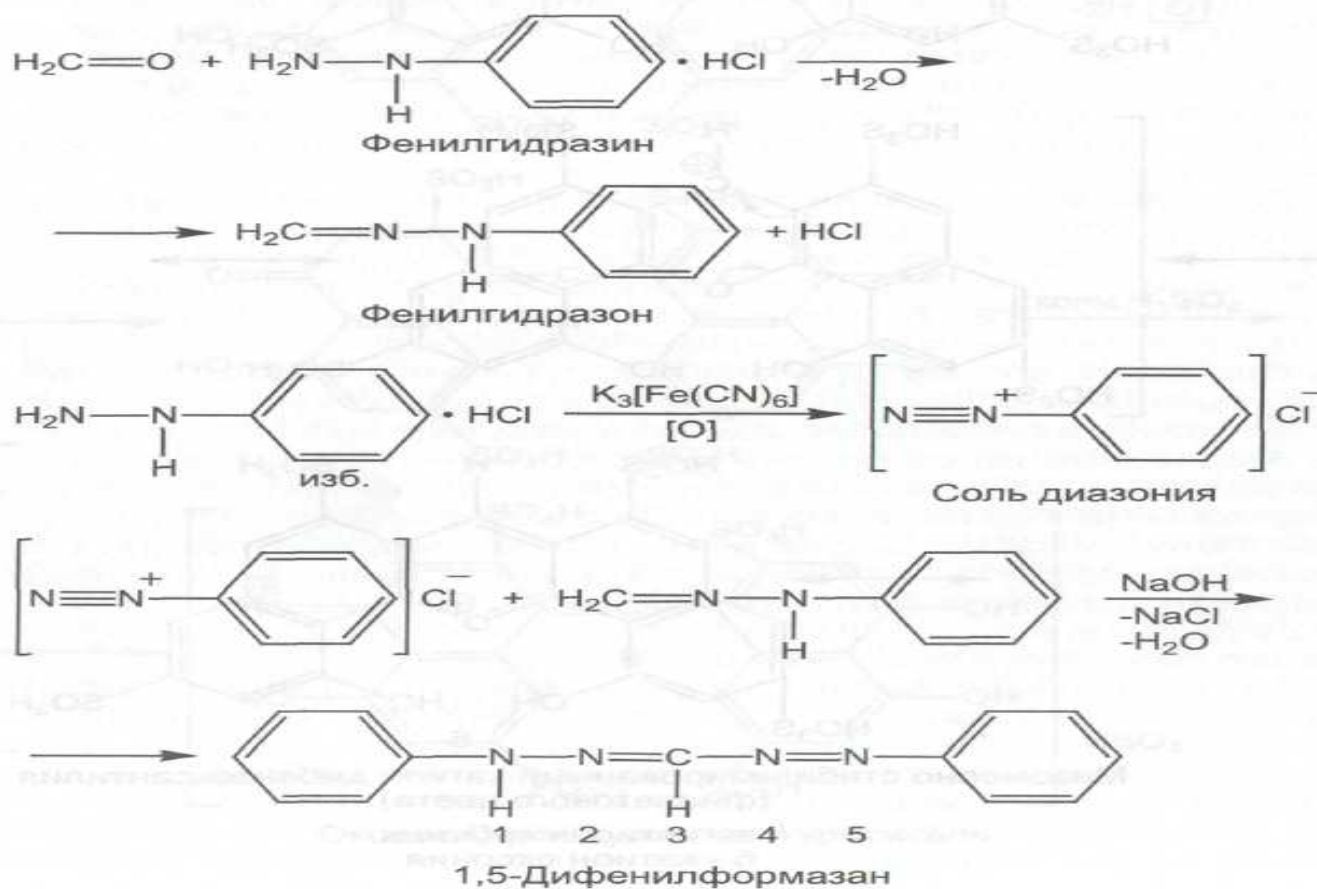
Фенолы



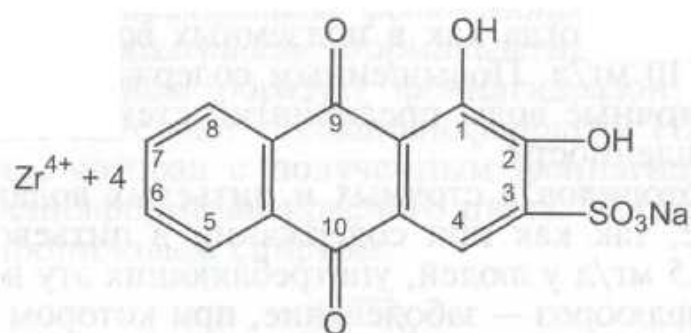
Формальдегид. Фотометрический метод



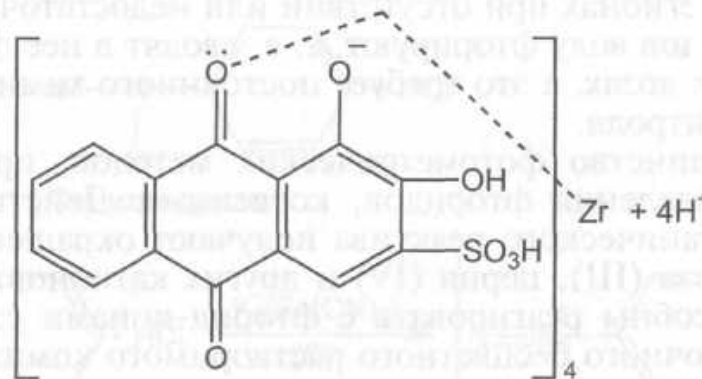
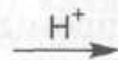
Формальдегид. Метод экстракционной ФЭК с фенилгидразином г/хл



Фтор. Фотометрический метод с цирконий-ализариновым реактивом



Ализариновый красный С
(1,2-диоксиантрахинон-
3-сульфонат натрия)



Цирконий-ализариновый реактив
(красного цвета)
или $\text{Zr}(\text{Alis})_4$

Фтор. ФЭК с моносультфосалицилатом железа (III)

