

# СБОРНИК МЕТОДИЧЕСКИХ РЕКОМЕНДАЦИЙ

для химико-аналитических  
лабораторий



ИнформАналитика

Санкт-Петербург / 2010

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>К столетию лабораторного дела в составе Водоканалов России</b>	<b>3</b>
<b>Анализ воды. С чего начать?</b>	<b>9</b>
Рекомендации по подготовке посуды для отбора проб воды	11
<b>Определение общего азота и углерода в пробах воды</b>	<b>23</b>
Контроль содержания соединений азота при очистке сточных вод	25
Современные методы определения содержания общего азота и углерода в пробах природных вод	33
Рекомендации по использованию анализаторов ТОПАЗ-N, ТОПАЗ-С и ТОПАЗ-НС в лабораторной практике	43
<b>Контроль обеззараживания воды хлором и хлорсодержащими реагентами</b>	<b>57</b>
Мониторинг остаточного активного хлора в питьевой воде	59
<b>Нужны стандартные образцы и чистые вещества?</b>	<b>73</b>
Современные требования в области разработки, утверждения, изготовления и применения ГСО	75

В сборник включены авторские работы, опубликованные в разные годы и в разных изданиях. Собранные под одной обложкой, они позволяют продемонстрировать многоплановые возможности новых аналитических методов и разработанных приборов.

Ваши замечания и пожелания по совершенствованию направляйте по адресу: [yagov@yandex.ru](mailto:yagov@yandex.ru).

Составитель и редактор: к.ф.-м.н. Ягов Геннадий Васильевич

Компьютерная вёрстка: Попова Мария Витальевна

Оформление обложки: Коновалов Дмитрий Викторович

## **К столетию лабораторного дела в составе Водоканалов России**

*Несколько лет назад мне довелось познакомиться с замечательными людьми, создававшими экспозицию музея «Мир воды Санкт-Петербурга» В.Я. Крестьяниновым и Р.А. Кутуевой. Это были энтузиасты своего дела, знающие вопросы водоснабжения не понаслышке, поскольку пришли они из производственных отделов ГУП «Водоканал Санкт-Петербурга». Однако сейчас, по разным причинам, никто из них уже не работает в этом музее. Кое-что из услышанного и увиденного мною в тот период времени положено в основу ряда исторических заметок, вошедших в этот сборник. Хочется сразу предупредить, что не для всех изложенных фактов у меня имеются документальные подтверждения, многое записано со слов моих коллег. Там, где я располагаю документальными материалами - привожу их изложение и даю ссылку на источник. Надеюсь, эти заметки будут кому-нибудь полезны, а более пытливым исследователям пусть они послужат импульсом к дальнейшим поискам.*

В наши дни стало общим местом высказывать недовольство качеством водопроводной питьевой воды. Наверное, в чем-то эта критика справедлива, но всё же необходимо отдать должное тем людям, которые из года в год наращивают усилия по совершенствованию технологии получения чистой и безопасной питьевой воды. Естественно, что достижение высокого качества питьевой воды было бы невозможно без постоянного контроля её состава, химических и бактериологических параметров. Сейчас такое положение дел представляется естественным, а возникло всё благодаря тому, что 100 лет назад произошли события, положившие начало регулярным лабораторным исследованиям качества воды Санкт-Петербургского водопровода, а затем и водопроводов других городов.

Замечательный экскурс в историю вопроса приведён в докладе инженера Л.К. Багинского, опубликованном в 1894 году [1]. В докладе проанализированы три периода развития отношения человечества к качеству питьевой воды.

- **Первый период**, от древнейших времен до 1850 г. (приблизительно), когда при оценке пригодности воды для питья, обращалось внимание преимущественно на её физические свойства (прозрачность, бесцветность, отсутствие запаха, приятный вкус).
- **Второй период** с 1850 по 1880 г., когда при оценке воды в гигиеническом отношении наряду с физическими свойствами, решающим фактором были химические свойства, а именно: «присутствие в воде посторонних веществ, не принадлежащих к её естественным составным частям».
- **Третий период**, начавшийся в 1880 году, характеризуется тем, что в связи с развитием бактериологии при оценке воды в гигиеническом отношении наряду с физическими и химическими свойствами значительную роль стали играть бактериологические свойства воды.
- Продолжая эту классификацию, с середины XX века можно отсчитывать **четвёртый период** оценки факторов, влияющих на потребительские качества питьевой воды - возникла необходимость постоянного контроля радиационных загрязнений. Это связано, прежде всего, с техническим прогрессом, добычей и промышленным использованием делящихся материалов, освоением других ядерных технологий.

Таким образом, оценка качества питьевой воды была присуща человечеству во все времена. С развитием науки и понимания окружающей среды совершенствовались используемые методы оценки качества. Можно утверждать, что в конце XIX - начале XX века были сформированы основные представления о контроле качества воды лабораторными методами, охватывающими оценку физических, химических и органолептических свойств, и, самое главное - возникло осознание необходимости выполнения подобных исследований. Однако до 1909 года эти исследования проводились нерегулярно, со значительными интервалами и в лабораториях, пусть даже очень авторитетных, но не входящих в систему водоснабжения. Поскольку воды, пригодные для питья, содержали такие количества химических соединений, которые не оказывали влияния на здоровье человека, химическому анализу в то

время не придавали слишком большого значения, а контролировали, главным образом, бактериальные загрязнения, как представляющие наибольшую опасность при употреблении воды. Известно, что исследования качества воды проводились в нескольких лабораториях Санкт-Петербурга, среди них Городская санитарная лаборатория на Сенной площади (профессор С.А. Пржибытек), лаборатория больницы С.П. Боткина (химия - В.И. Соколов и бактериология - Е. Баженов), а также лаборатория ученого-гигиениста, профессора Г.В. Хлопина.

Нерегулярность наблюдений, а главным образом отсутствие у населения знаний о гигиене, привели к тому, что в августе 1908 года в Санкт-Петербурге вспыхнула эпидемия «водной» холеры, которая продолжалась почти два года [2]. В результате, в 1908 году заболело более 20 тысяч человек, из них умерло 4 тысячи. Большое количество возбудителей болезни было обнаружено не только в водах Невы, но даже в водопроводной воде. Городскими властями оперативно были предприняты значительные усилия по совершенствованию системы водоснабжения: отремонтированы фильтры, увеличена длина водоприёмных труб, проведены опыты обеззараживания воды хлором и озоном. Одновременно с этими мерами был ужесточён контроль за качеством воды, в связи с чем возникла необходимость в ежедневном исследовании её проб.

Теперь хотелось бы обратить внимание на один из экспонатов музея «Мир воды Санкт-Петербурга». В витрине находится копия документа, который называется «Отношение городской исполнительной комиссии об организации систематического и постоянного наблюдения на водопроводных станциях за качеством воды реки Невы и эффекта фильтрации», документ датирован 27 ноября 1909 года. В тексте документа сообщается: *«Комиссия по водоснабжению рассмотрела представление Н.А. Эльмановича об организации систематического и постоянного наблюдения за качеством воды р. Невы и эффекта фильтрации в заседании 17 ноября с.г. постановила: признать необходимым ныне же организовать на [водопроводных] станциях намеченные наблюдения. Заведование ими поручить г. Эльмановичу за вознаграждение в 100 руб. в месяц. С обязательством еженедельных рапортов о бактериоскопических наблюдениях и окисляемости, и, по возможности, с указанием причин уклонения того или другого фильтра от нормальной работы»*. Здесь

необходимо дать пояснения. Дело в том, что незадолго до описываемых событий, в Петербурге были введены в строй первые фильтры питьевой воды, устроенные по «английскому образцу». Населением города новшество было воспринято насторожённо, в газетных публикациях высказывались сомнения в их эффективности. Этим и объясняется пристальное внимание Комиссии по водоснабжению именно к исследованию характеристик работы фильтров.

Во исполнение решения Исполнительной комиссии от 27 ноября «Дело о лаборатории главной станции» было начато на следующий же день - 28 ноября 1909 года, а всего через две недели - 14 декабря 1909 года на стол Управляющего водопроводами лёг первый рапорт с данными анализов за прошедшую неделю. Таким образом, именно декабрь 1909 года (с корректировкой дат по новому стилю) можно считать датой организации регулярного лабораторного контроля качества воды на водопроводных станциях Петербурга.

В 1911 году начала действовать лаборатория на Заречной (позже называвшейся Петроградской) водопроводной станции. Эта лаборатория примечательна тем обстоятельством, что она размещалась в помещении, специально спроектированном для лабораторных нужд, в отличие от лабораторий других водопроводных станций, размещавшихся в приспособленных помещениях.

В 1939 - 1990 г.г. ведущим подразделением, занимающимся исследованием воды, являлась Центральная лаборатория, созданная на базе Главной водопроводной станции. В 1990 г. в ТПО «Ленводоканал» в ходе реорганизации были созданы контрольно-аналитический отдел, химико-бактериологическая лаборатория анализа природной и питьевой воды, химико-бактериологическая лаборатория анализа сточных вод и лаборатория приборных методов анализа вод [3]. В 1991 году эти подразделения, а также отдел метрологии выведены из структуры ТПО «Ленводоканал», в результате было создано новое предприятие - «Центр исследования и контроля воды», здесь начинается история другой организации.

В настоящее время контроль технологических процессов очистки воды в ГУП «Водоканал Санкт-Петербурга» осуществляют аналитические лаборатории, организованные на всех водопроводных станциях и на очистных

сооружениях. Современный контроль качества питьевой воды организован в три этапа: контроль собственно источника водоснабжения, контроль процессов очистки при водоподготовке и контроль на выходе с водопроводных станций и при транспортировке до потребителей [4], это позволяет оперативно выявлять причины, ухудшающие состояние воды и способствует своевременному их устранению. Аналогичные системы контроля качества питьевой воды организованы и в других Водоканалах России, существуют аналитические лаборатории, оснащённые самым современным оборудованием для контроля биологических, химических и радиохимических параметров.

А начиналось всё 100 лет назад с решения «...об организации систематического и постоянного наблюдения на водопроводных станциях за качеством воды реки Невы и эффекта фильтрации». В данной брошюре мы рассмотрим некоторые аспекты организации лабораторного контроля качества питьевой водопроводной воды и аналитические приборы, используемые для этих целей.

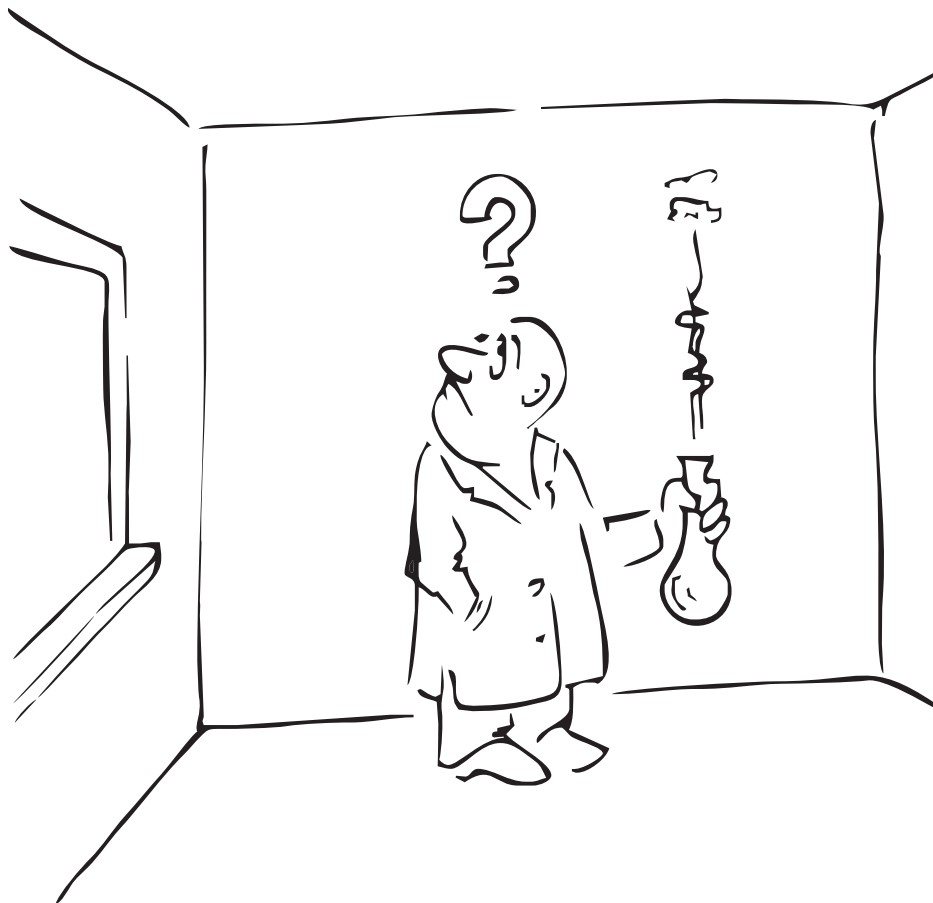
## ЛИТЕРАТУРА

1. О гигиене воды: Доклад, представленный на Втором русском водопроводном съезде в Варшаве в 1895 г./Сост. Л.К. Багинский, инж. Варш. гор. водопровода.- Варшава: Тип. С. Оргельбранда и сыновей, 1895, - 42 с.
2. А.А. Иностранцев Вода и почва Петербурга. СПб., 1910
3. В.Д. Дмитриев История развития водоснабжения и водоотведения Санкт-Петербурга. СПб., 2002
4. Водоснабжение Санкт-Петербурга/ГУП «Водоканал С.-Петербурга»; Под общ. ред. Ф.В. Кармазинова. СПб., 2003





# Анализ воды. С чего начать?





## Рекомендации по подготовке посуды для отбора проб воды

■ Любой лабораторный анализ начинается с правильно организованного отбора пробы. Если же речь идёт о пробах воды: питьевой, природной или сточной, то возникает проблема сосуда, в который будет отобрана проба. Чтобы максимально сохранить неизменным состав пробы, не привнести лишних загрязнений и не «потерять» ничего из богатого состава пробы необходимо правильно выбрать материал пробоотборной посуды и тщательно удалить со стенок посуды все возможные загрязнения.

■ Несмотря на появившуюся в последнее время тенденцию к использованию одноразовых комплектов посуды для отбора проб воды и других жидкостей, существующая практика работы большинства химико-аналитических лабораторий предполагает всё же многоразовое использование одних и тех же сосудов для отбора проб воды. Это связано не только с дополнительными расходами на приобретение одноразовых комплектов, необходимо учитывать, что в этом случае возникает проблема утилизации использованных комплектов. Поэтому мы рассмотрим порядок работы с посудой для отбора проб, которая используется многократно.

■ В соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб» для отбора, хранения и доставки проб воды используются сосуды, изготовленные из толстостенного стекла или полимерных материалов (полиэтилена, полипропилена, поливинилхлорида, фторопласта и т. д.) с притертыми пробками или плотно завинчивающимися крышками. Объём сосуда может быть выбран произвольно, но не должен быть меньше минимального объёма, необходимого для проведения анализа проб на требуемые показатели состава и свойств по применяемым методикам выполнения измерений и анализа.

■ Перечень посуды для отбора, хранения и доставки проб, а также минимально необходимый объём пробы для анализа готовится лабораторией самостоятельно, исходя из требований, предъявляемых используемыми методами и конкретными методиками выполнения измерений. Этими же требованиями определяются способы консервации пробы, сроки хранения и т.п. Несмотря

на многообразие требований, предъявляемых к посуде для отбора проб, попробуем всё же сформулировать некоторые общие требования к обработке ёмкостей для отбора проб питьевой воды, а также природных и сточных вод.



### Посуда для отбора проб

■ Материал посуды для отбора проб должен обеспечивать сохранение состава и свойств отобранной пробы при её транспортировании и хранении вплоть до момента начала выполнения анализа (начала пробоподготовки). Исходя из этого, пробы воды, предназначенные для определения в них органических соединений, БПК, запаха, ртути, нефтепродуктов, жиров, а также радона отбирают, хранят и доставляют в лабораторию только в стеклянной посуде. Для определения содержания металлов (за исключением ртути) наиболее подходит посуда, изготовленная из полимерных материалов. Пробы воды, предназначенные для санитарно-бактериологических анализов, отбирают и доставляют в лабораторию в специально обработанной стеклянной посуде, подвергнутой стерилизации.

■ Вся неоднократно используемая посуда (ёмкости для хранения), в которой пробы доставляют в лабораторию, должна быть тщательно промаркирована, т.е. иметь четкий оригинальный номер (шифр), нанесенный на наружной стороне сосуда (ёмкости для хранения) способом, максимально предотвращающим его от быстрого разрушения.

■ Следует обратить внимание, что необходимо маркировать именно сосуд для отбора пробы. Описание собственно пробы с указанием времени и места отбора – это отдельный документ. Шифры ёмкостей, в которые отобрана проба, вносятся в описание пробы.

■ Нелишне, полагаю, будет напомнить, что в правильно организованной лаборатории необходимо иметь отдельные комплекты посуды для отбора проб питьевой воды, природных вод и сточных вод. Маркировка сосуда должна однозначно идентифицировать его принадлежность к определённому комплекту, чтоб не допускать ошибочного использования посуды.



## Мытьё посуды

■ Мытьё посуды выполняют следующими способами:

- механическая обработка с помощью щёток, ершей, пропаривания;
- мытьё при помощи воды, моющих средств, органических растворителей (спирт, гексан и т.п.);
- мытьё окислителями - кислоты, растворы солей (серная кислота, азотная кислота, бихромат калия и др.).

■ Мытьё посуды для отбора проб выполняется одним из этих способов (или несколькими сразу) в зависимости от типа и степени загрязнения.

■ При мытьё посуды необходимо руководствоваться следующими правилами:

- посуду, в которой были доставлены пробы, необходимо мыть сразу, по окончании анализа проб, оставлять посуду грязной недопустимо;
- посуду, в которую будут отбирать пробы для анализа на АПАВ, фосфаты, кремний и бор, не допускается мыть с применением детергентов (моющих средств);
- посуду, в которую будут отбирать пробы для анализов на металлы и сульфаты а также для анализов, выполняемых флуориметрическим методом не допускается мыть хромовой смесью.

■ В общем случае мытьё посуды необходимо начинать с удаления загрязнения со стенок. Для этого посуду сначала ополаскивают водопроводной водой, затем загрязнения удаляют ершами различных размеров и диаметров при помощи горячей воды с применением моющих растворов (как правило, применяют 20% раствор синтетического моющего средства (СМС) или хозяйственного мыла, в некоторых случаях используют 5...10% раствор соды).

■ Для удаления нерастворимых в воде органических веществ необходимо использовать органические растворители. Посуду моют путем трехкратного ополаскивания её небольшими порциями растворителя, причем для первого раза допускается брать ранее использованный растворитель. Эта процедура должна выполняться в вытяжном шкафу вдали от нагревательных приборов.

■ После моющих средств посуду несколько (4...5) раз ополаскивают горячей водопроводной водой, набирая полную ёмкость.

■ Дальнейшую подготовку посуды для отбора проб осуществляют в зависимости от того, какие показатели в этих пробах предполагается определять.



### **Подготовка посуды для отбора проб сточных вод**

#### Анализ на обобщенные и органические показатели

■ Стеклопосуду подготавливают с применением хромовой или окисляющей смеси. Для этого в предварительно вымытую посуду вливают небольшими порциями смесь в таком количестве, чтобы она занимала примерно одну четвертую часть ее объема, и осторожно обмывают смесью стенки сосуда, наклоняя и поворачивая его во все стороны. Затем смеси дают стечь на дно и сливают обратно в склянку для хранения. Обработанную смесь посуду тщательно, не менее пяти раз, обмывают водопроводной водой, набирая полные ёмкости. После этого посуду необходимо трижды ополоснуть дистиллированной водой и поставить сушиться.

■ Мытьё стеклянной посуды хромовой смесью производится только в случае сильного загрязнения или при необходимости её обезжиривания. В остальных случаях рекомендуется производить периодическое мытьё посуды хромовой смесью - с интервалом 7...10 рабочих дней использования этой посуды.

■ Стеклопосуда, в которую отбирается проба воды для определения в ней полиароматических углеводородов и нефтепродуктов, должна быть дополнительно промыта чистым гексаном, после чего высушена.

#### Посуда для проб сточной воды для анализа на металлы

■ В этом случае используют стеклянные и пластиковые ёмкости, которые подготавливают следующим образом:

■ В предварительно вымытую посуду вливают небольшими порциями разбавленную 1:1 или 1:2 азотную кислоту квалификации О.С.Ч. или Х.Ч. в таком количестве, чтобы она занимала примерно половину её объема, и осторожно обмывают стенки сосуда, наклоняя и поворачивая его во все стороны. Затем кислоту сливают обратно в склянку для хранения. Обработанную посуду не менее пяти раз обмывают водопроводной водой, набирая полные ёмкости. После этого в ёмкость вливают небольшими порциями разбавленную 1:1 соляную кислоту квалификации О.С.Ч. в таком количестве, чтобы она занимала примерно половину её объема,

и осторожно обмывают стенки сосуда. Затем кислоту сливают обратно в склянку для хранения. Обработанную кислотами посуду не менее пяти раз промывают водопроводной водой, набирая полные ёмкости. После этого посуду необходимо трижды ополоснуть дистиллированной водой, набирая полные ёмкости и поставить сушиться.

■ Мытьё посуды разбавленной азотной и соляной кислотой проводить только при наличии вытяжной вентиляции.

### Посуда для отбора проб питьевых и природных вод

■ Стекланные бутылки, используемые для отбора проб питьевой воды и природных вод, в день использования моют горячей водой централизованного водоснабжения или в посудомоечной машине. Режим мойки – горячая вода без применения СМС (вручную или в машине при температуре 90 °С), с последующим ополаскиванием холодной водопроводной водой и с окончательным ополаскиванием дистиллированной водой.

■ Пробки с бутылей снимают и моют вручную сначала горячей водой, затем ополаскивают 2...3 раза холодной водопроводной водой, и окончательно ополаскивают 2 раза дистиллированной водой.

■ По окончании процедуры мойки бутылки проходят визуальный осмотр. Если вода со стенок бутылей стекает равномерно, не оставляя водяных полос или капель – посуда считается чистой.

■ Регулярно, один раз в месяц, стекланные бутылки моют вручную хромовой смесью в таком количестве, чтобы она занимала примерно  $\frac{1}{4}$  часть объёма бутылки, и осторожно обмывают смесью стенки бутылки, наклоняя и поворачивая её во все стороны. Далее смеси дают стечь на дно бутылки и сливают её обратно в склянку для хранения. Обработанную хромовой смесью посуду тщательно, не менее пяти раз, промывают водопроводной водой, набирая полные ёмкости, после этого посуду трижды ополаскивают дистиллированной водой и ставят сушиться.

■ Если в доставленной пробе по результатам проведённых измерений было обнаружено превышение норматива анализируемого показателя, а также при визуально определяемой некачественной мойке стекланные бутылки дополнительно моют хромовой смесью.



■ Стекланные бутылки, используемые для отбора проб на нефтепродукты, ежедневно, после окончания анализа проб, моют хромовой смесью. Если лаборатория использует флуориметрический метод определения нефтепродуктов, то использование хромовой смеси недопустимо. В этом случае посуду для отбора проб ополаскивают гексаном и высушивают.

■ Пластиковые флаконы, используемые для отбора проб, моют в день использования. Для этого в ёмкость заливают приблизительно 80 мл 2N раствора соляной кислоты (О.С.С. или Х.С.) и производят её ополаскивание. Эту операцию следует проводить в вытяжном шкафу. Указанный объём кислоты предназначен для мытья 35...40 штук ёмкостей. Остатки использованной кислоты утилизируют в установленном порядке.

■ Далее, каждую ёмкость ополаскивают пять раз холодной водопроводной водой, набирая полный флакон. После этого не менее двух раз ёмкость ополаскивают дистиллированной водой и высушивают.

■ Пробки от флаконов для отбора проб питьевых и природных вод моют отдельно от всех других пробок и используют только для данных ёмкостей.

Посуду для радиохимических анализов (стекланные и пластиковые ёмкости) подготавливают следующим образом:

■ Предварительно вымытую посуду заливают водопроводной водой, добавляют концентрированную азотную кислоту (любой квалификации) из расчёта 10 см<sup>3</sup> кислоты на 1 литр воды и оставляют приблизительно на 12 часов. Затем, обработанную посуду не менее пяти раз обмывают водопроводной водой, набирая полные ёмкости. После этого посуду трижды ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

#### Предварительный контроль чистоты посуды

■ Закончив мытьё, стеклнную посуду проверяют на чистоту по стеканию воды. Если вода стекает пленкой, равномерно смачивая изнутри стенки сосуда, значит посуда вымыта достаточно хорошо. Если на стенках остаются висащие капли или образуются потёки, то следует повторить обработку посуды ещё раз.



#### **Сушка посуды**

■ После мытья посуду подвергают сушке. Сушить посуду можно на колыш-

ках, на специальном столе, в сушильном шкафу (термостате), теплым воздухом, спиртом. Наиболее простым, но довольно медленным способом сушки посуды является сушка на колышках и на сушильном столе. В тех случаях, когда требуется абсолютно сухая посуда, сушку проводят в сушильном шкафу. Для этого посуду помещают при комнатной температуре в сушильный шкаф на полки, покрытые чистой фильтровальной бумагой и, закрыв дверцу, постепенно повышают температуру до 105...110 °С. При этой температуре посуду выдерживают 1...1,5 ч, после чего шкаф постепенно охлаждают до комнатной температуры. Сушку посуды из полимерных материалов допускается производить в сушильном шкафу при температуре около 50 °С.

- Сушка мерной посуды в сушильном шкафу недопустима, так как нагревание ведет к изменению объёма. Мерную посуду быстро сушат струёй чистого сухого нагретого воздуха. Для этого нагнетаемый воздух пропускают через стеклянную трубку со слоем гигроскопической ваты. Трубку, подающую нагретый воздух, вводят в высушиваемую посуду до дна и сушат её 5...7 минут.

- Стеклопосуда, в которую отбирают пробы воды для определения в ней содержания летучих органических соединений, должна быть продута чистым воздухом или инертным газом.

- Когда необходимо быстро высушить посуду, её можно ополоснуть 2...3 раза небольшим количеством этилового спирта-ректификата (96%). Применение для сушки посуды спирта-сырца или денатурата не допускается.



### **Контроль чистоты посуды**

Визуальный контроль чистоты посуды проводится ранее описанным способом – по стеканию воды по стенкам сосуда. Визуальному контролю подвергается 100% вымытой посуды.

Инструментальный контроль чистоты посуды проводится выборочно, ему подвергается от 5 до 10% от количества вымытой посуды, в зависимости от степени загрязнённости доставленных проб.

- Для подготовки инструментального контроля чистоты посуды выполняют следующие действия: в контролируемый экземпляр флакона или бутылки на 2/3

объёма наливают дистиллированную воду, если методикой выполнения измерений предусмотрено добавление в пробу консерванта (кислоты, щёлочи, органического растворителя), то добавляется соответствующий консервант. Затем контролируемый экземпляр посуды несколько раз подвергают интенсивному встряхиванию (например, через каждые 5 минут), а через 20 минут проводят анализ приготовленного таким образом смыва с поверхности сосуда одним из способов:

- для контроля чистоты посуды, предназначенной для анализа питьевой, природной и сточной воды на содержание металлов (в первую очередь ртути, кадмия, меди), малолетучих и нелетучих органических соединений, в том числе фенолов, СПАВ, нефтепродуктов - путем измерения этих показателей в смыве;
- для контроля чистоты посуды, предназначенной для анализа сточной воды на содержание жиров - путём определения ХПК;
- для контроля чистоты посуды, предназначенной для анализа питьевой, природной и сточной воды на содержание катионов/анионов – путем измерения рН и удельной электропроводности;
- для контроля чистоты посуды, предназначенной для анализа питьевой воды на содержание органолептических показателей – путём проверки запаха и визуальной проверки возможного образования плёнок, пены, мутности.

■ Факт такого контроля лаборатория фиксирует в «Журнале контроля чистоты посуды» с указанием даты контроля, номера (шифра) ёмкости, результата контроля, подписи исполнителя.

■ Если в ёмкости находилась проба с высоким содержанием определяемого показателя состава и свойств, для которого известно из литературных источников или установлено экспериментально, что он хорошо сорбируется на стенки сосуда (т.е. плохо отмывается) и (или) визуально видно, что посуда плохо отмывается, то такую посуду рекомендуется в дальнейшем не использовать для отбора и хранения проб, в которых будет анализироваться данный показатель, а в необходимых случаях такую посуду изымают из обращения и утилизируют. Данный факт также фиксируется в «Журнале контроля чистоты посуды».

- Партию посуды считают чистой:
  - если после мытья установлено для всех сосудов равномерное стекание воды со стенок;
  - если при инструментальном контроле смыва со стенок сосуда величина анализируемого показателя в нём не превышает более чем на 20% величину соответствующего показателя в чистой дистиллированной воде (по ГОСТ 6709).



### Подготовка лабораторной посуды

■ Подготовка лабораторной посуды выполняется теми же методами, что и посуды для отбора проб. Причём рекомендуется эту функцию выполнять, не централизованно, а непосредственно в аналитической лаборатории, чтобы иметь возможность при обработке посуды полнее учесть все особенности используемого аналитического метода.

■ Рекомендуется для каждого вида определений выделить свой комплект мерной и лабораторной посуды, которая не должна использоваться для других целей. Это позволит получать стабильные результаты измерений при упрощении процесса мытья и контроля посуды.

■ При мытье лабораторной посуды, предназначенной для работы с использованием флуориметрического метода измерений, не допускается применять хромовую смесь. Это объясняется тем, что даже следовые примеси хрома являются эффективным тушителем флуоресценции, а стало быть, неконтролируемое количество ионов хрома на стенках сосудов может приводить к получению искаженных результатов. В этом случае для мытья посуды рекомендуется использовать концентрированную серную кислоту, которую в небольшом количестве (1...5 мл) помещают в сосуд и, аккуратно поворачивая его, равномерно обмывают все стенки сосуда (возможно использование концентрированной азотной кислоты, при условии выполнения всех операций в вытяжном шкафу). После этого стенки сосуда ополаскивают вначале водопроводной водой, а затем дистиллированной водой. При анализе металлов последние ополоски рекомендуется делать с использованием бидистиллированной или деионизованной воды.

## ПРИЛОЖЕНИЯ

### Приложение 1.

Примерная форма Журнала контроля чистоты посуды

Дата	Номер емкости (шифр)	Контролируемые показатели	Результаты контроля	Подпись исполнителя	Принятые меры

### Приложение 2.

- Приготовление хромовой и окисляющей смеси

■ Хромовую смесь приготавливают смешением 300 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, находящейся в фарфоровом стакане с 15 г измельченного в фарфоровой чашке бихромата калия. После тщательного перемешивания и отстаивания темно-бурую жидкость сливают с осадка и хранят в толстостенной стеклянной посуде или в фарфоровом стакане с крышкой. Сосуды с хромовой смесью следует устанавливать (для хранения и работы) на эмалированные или керамические поддоны.

■ Окисляющую смесь приготавливают смешением равных количеств разбавленной 1:1 азотной кислоты и 3% раствора перекиси водорода.

■ **Внимание!** Хромовая смесь - очень едкое вещество, оставляющее ожоги на теле и разъедающее ткань. Поэтому при работе с ней необходимо соблюдать чрезвычайную осторожность. Рекомендуется работать в резиновых перчатках. При попадании хромовой смеси на тело или одежду нужно быстро смыть её сильной струей пресной воды, потом промыть обожжённое место 10%-ным раствором нашатырного спирта или 5%-ным раствором соды, а потом снова водой.

■ Хромовую смесь можно применять многократно, пока сохраняется оранжево-красный цвет. Если цвет смеси станет зелёным, её следует заменить.

---

***Исходный вариант текста «Рекомендаций...» использовался в качестве учебного пособия для слушателей семинаров, проводившихся НОУДО «Межотраслевой центр повышения квалификации» (СПб), совместно с «Центром исследования и контроля воды».***





## **Определение общего азота и углерода в пробах воды**







## Контроль содержания соединений азота при очистке сточных вод

■ Биогенные вещества (соединения углерода, азота, фосфора), содержащиеся в сточных водах, при избыточном поступлении в поверхностные водоёмы наносят значительный ущерб экологической системе любого региона. Поэтому проблема очистки сточных вод от этих соединений, в частности от азота, с использованием химико-аналитических методов контроля этого процесса особенно актуальна.

■ Соединения азота поступают на очистные сооружения преимущественно в виде аммонийного азота, азота нитратов, азота нитритов и азота, связанного в органических соединениях. В хозяйственно-бытовых сточных водах концентрация общего азота составляет от 50 до 60 мг/дм<sup>3</sup> и может изменяться в зависимости от происхождения сточных вод. Соотношение массовых концентраций различных форм азота не является постоянным и зависит от стадии переработки сточных вод. Изменение состава начинается уже в процессе транспортировки сточных вод на городские очистные сооружения. В частности, органическое соединение карбамид (мочевина), содержащийся в хозяйственно-бытовых сточных водах, в результате взаимодействия с бактериями распадается с образованием аммоний-иона (процесс аммонификации). Соответственно, чем протяжённее канализационная сеть, тем глубже протекает данный процесс. Содержание аммоний-иона на входе в городские очистные сооружения может составлять от 20 до 50 мг/дм<sup>3</sup>.

■ Содержание нитрат-ионов на входе в очистные сооружения невелико, большое количество нитратов (до 50 мг/дм<sup>3</sup> и выше) образуется за счет преобразования аммонийного азота в процессе нитрификации. В городских сточных водах содержание нитрит-ионов незначительно (в большинстве случаев менее 1 мг/дм<sup>3</sup>), так как нитрит-ион обычно не образует стабильных азотных связей и появляется на канализационных очистных сооружениях в качестве «промежуточной фазы» при переходе к нитрат-иону.

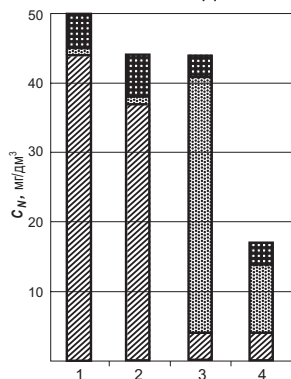
■ Под «органическим» понимают азот, входящий в состав органических веществ, таких, как протеины и протеиды, полипептиды (высокомолекулярные соединения), аминокислоты, амины, амиды, карбамид (низкомолекулярные

соединения). В сточные воды органические соединения (в том числе и азотсодержащие) попадают в составе либо хозяйственно-бытовых сточных вод, либо сточных вод предприятий пищевой промышленности. Содержание органического азота в сточных водах не является постоянной величиной. При поступлении сточных вод в канализационную сеть содержание органического азота может достигать 50...70% суммарного количества соединений азота, а в результате процессов аммонизации, протекающих при транспортировании, на входе в очистные сооружения доля органического азота снижается до 10...15%.



### Процессы биологической очистки сточных вод

■ Одним из этапов биологической очистки сточных вод является нитрификация, т. е. преобразование соединений азота определенными видами микроорганизмов, окисляющими азот аммония в нитрит-ион и нитрат-ион. Нитрифицирующие бактерии весьма восприимчивы к внешним условиям, отличаются незначительным приростом и легко вытесняются другими бактериями. Нитраты, образованные в процессе нитрификации, при попадании в водоём становятся питательной средой для микрофлоры, что может привести к эвтрофикации (гибели) водоема. Поэтому необходимо по возможности полное выведение нитратов из экосистемы. Это реализуется при взаимодействии углеродистых соединений, содержащихся в сырой сточной воде, с нитратсодержащим активным илом или нитратсодержащей водой. Разлагающие углерод бактерии, попадая в анаэробные (бескислородные) условия, начинают использовать кислородную составляющую нитратов и разлагают это соединение – процесс денитрификации. Азотистая составляющая при этом восстанавливается до газообразного соединения и удаляется в атмосферу.



**Рис. 1. Преобразование форм азота в сточных водах на биологических очистных сооружениях**

- 1 – после механической очистки;  
 2 – простая биологическая очистка;  
 3 – очистка с нитрификацией;  
 4 – очистка с денитрификацией.

■ органический азот  
 ■ азот нитратов  
 ■ аммонийный азот

■ Возможные соотношения различных форм азота в процессах преобразования, происходящих в канализационной сети и на очистных сооружениях, показаны на рис. 1 (для наглядности отдельные ступени баланса упрощены). При эксплуатации канализационных очистных станций необходимо предотвращать возникновение неконтролируемых процессов, для чего следует знать содержание общего азота и соотношение различных его форм в очищаемой сточной воде.



### **Методы выполнения аналитических определений различных форм азота**

■ Для определения содержания аммонийного азота, как правило, применяется относительно недорогой, простой и доступный фотометрический метод с использованием реактива Несслера. С аналитической точки зрения метод не отличается селективностью, на результат анализа оказывает влияние состав пробы. В частности, присутствие органических соединений в некоторых случаях может дать вклад до 30...35% измеренной величины, что превышает допустимую погрешность измерения. Более совершенный, но и более затратный метод определения аммоний-иона предполагает использование капиллярного электрофореза. Этот метод обладает высокой селективностью и дает более достоверную информацию о содержании аммонийного азота в пробе.

■ В качестве метода технологического контроля содержания нитратов часто применяется фотометрическое определение (например, с салицилатом натрия). Для грубого определения обычно используется колориметрический метод с тестовым комплектом. В обоих случаях определению мешает присутствие в анализируемой пробе окрашенных веществ, а также нитрит-иона.

■ Измерение нитрит-иона при технологическом контроле, как правило, не является обязательным, так как содержание его в городских сточных водах незначительно. При необходимости определение массовых концентраций нитрит-иона производят по методике с реактивом Грисса.

■ **Общий азот (неорганический)** определяется как сумма соединений азота в форме аммоний-, нитрат- и нитрит-иона. Химические методы определения общего неорганического азота отсутствуют, значение этого показателя рассчитывается математически как сумма азота аммонийного, азота нитратов и азота нитритов.

■ При определении содержания общего азота по методу Къельдаля (сумма органически связанного азота и аммонийного азота) требуется длительное кипячение пробы в концентрированной серной кислоте, отгонка аммиака, а также титриметрическое и фотометрическое определение. Весь процесс достаточно длительный (3...4 часа) и трудоёмкий. Использование этого показателя ограничено, так как он не даёт полной характеристики нагрузки очистных сооружений по азоту (исключаются из рассмотрения азот нитратов и азот нитритов).

■ Для определения нагрузки на входе в очистные сооружения, а также на экосистему водоёма, в который сбрасываются очищенные сточные воды, используется показатель «общий азот» – сумма содержания всех растворимых форм органического и неорганического азота. Общий азот аналитически определяется методом каталитического окисления различных форм азота до окислов. Методика измерений изложена в ISO/TR 11905 «Качество воды. Определение содержания азота».

■ Ввиду разнообразия форм существования органического азота единого аналитического метода определения этого показателя не существует. Как правило, он рассчитывается математически как разность между величиной общего азота и неорганического азота. Эта же величина может быть определена как разность между величинами общего азота по Къельдалю и аммонийного азота.

■ Из рис. 1 видно, что для получения правильного представления о процессах удаления азота из сточных вод недостаточно определения какого-либо одного показателя, необходимо найти несколько независимых величин. Прежде всего следует определить валовое содержание всех форм азота, т. е. показатель «общий азот». Эта величина характеризует нагрузку по азоту на входе в очистные сооружения и нагрузку на окружающую природную среду на выходе из очистных сооружений.

■ Для контроля процессов нитри- и денитрификации необходимо дополнительно определять содержание аммонийного азота, которое совместно с показателем «общий азот» даёт достаточно полное представление о характере протекающих процессов. Привлечение дополнительной информации (например, о содержании азота нитратов) будет уже не столь информативно.



### Современные методы химического анализа

■ В основу работы автоматизированного анализатора общего азота, позволяющего определять в пробе валовое содержание всех форм азота, положен процесс термического окисления органических и неорганических форм азота на катализаторе и перевод их в форму монооксида азота (NO). На схеме, представленной на рис. 2, этот процесс протекает в реакционной трубке с катализатором. Реакционная трубка помещена в печь, которая обеспечивает нагрев до 800 °С. Продукты окисления соединений азота током воздуха переносятся в патрон-осушитель и далее в реактор блока детектирования. В реакторе монооксид азота вступает во взаимодействие с озоном, в результате чего образуется молекула диоксида азота в нестабильном возбужденном состоянии. Возбуждение молекулы снимается с испусканием кванта света. Данное явление носит общее название хемилюминесценции, так как свет возникает в результате протекания химической реакции. Процессы, протекающие в хемилюминесцентном реакторе, можно представить схематично:



■ Световой сигнал хемилюминесценции регистрируется детектором и, после преобразования, поступает в компьютер. Компьютерная программа позволяет визуализировать процесс протекания хемилюминесцентной реакции и обрабатывать результаты измерений для расчёта массовой концентрации общего азота.

■ Ввод пробы осуществляется хроматографическим шприцем через септу, продукты разложения пробы переносятся потоком воздуха (газа-носителя), посту

пающим из внешнего баллона. Газораспределительная система прибора рассчитана на независимое регулирование потоков воздуха через реакционную трубку и озонатор. Основные узлы анализатора общего азота и дополнительные внешние устройства показаны на рис. 2. Необходимо отметить рациональное использование патрона с осушительной смесью: материал патрона поглощает пары влаги перед вводом продуктов каталитического окисления соединений азота в хемилюминесцентный реактор, а в скруббере аналогичный патрон помещен в печь, где за счет выделяющегося тепла удаляется влага, накопившаяся на сорбенте. Одновременно, в этом патроне происходит нейтрализация остаточного озона перед выбросом продуктов реакции в атмосферу.

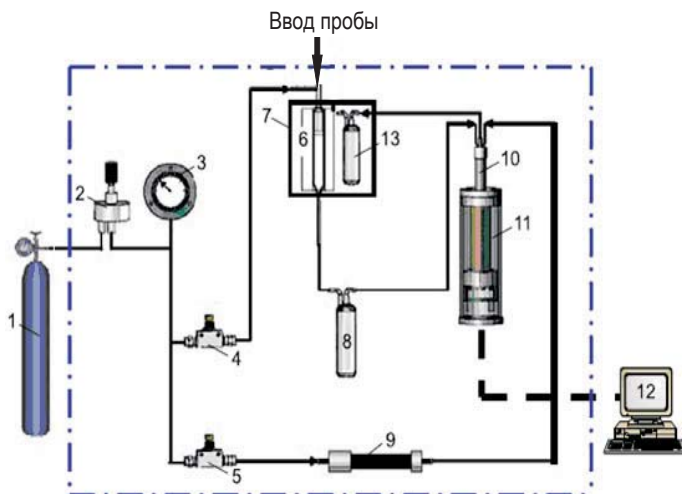


Рис. 2. Схема автоматизированного анализатора общего азота

1 – баллон с воздухом; 2 – регулятор давления; 3 – манометр; 4, 5 – регулятор расхода воздуха; 6 – реакционная трубка с катализатором; 7 – печь; 8 – патрон с осушителем; 9 – озонатор; 10 – реактор; 11 – хемилюминесцентный детектор; 12 – компьютер; 13 – поглотитель озона (скруббер)

■ Интенсивность хемилюминесценции, возникающей в результате реакции окислов азота с озоном, изменяется по мере прохождения продуктов разложения пробы через реактор. Зависимость интенсивности люминесценции от времени представляет собой колоколообразную кривую. Площадь под кривой является мерой содержания общего азота в исследуемой пробе воды.

■ Если провести предварительную калибровку прибора, получив соответствующие сигналы от растворов стандартных образцов с заранее известной концентрацией общего азота, то можно определить содержание азота в неизвестной пробе.

■ Первый отечественный анализатор «ТОПАЗ-N» для измерения массовых концентраций общего азота в соответствии с ISO/TR 11905-2 «Качество воды. Определение содержания азота» был освоен в серийном производстве в 2009 году. Этот прибор выполнен в виде одного блока, имеющего в верхней части устройство для ввода пробы. Структурная схема прибора соответствует схеме, приведенная на рис. 2. Управление процессом измерения и обработка полученной информации осуществляются персональным компьютером при помощи специально разработанной программы «NORMA-N».

■ Ввод пробы осуществляется вручную при помощи шприца типа HAMILTON для жидкостной хроматографии. После введения пробы автоматически начинается процесс измерения и регистрации результатов. По окончании процесса измерения на экране компьютера отображается значение массовой концентрации общего азота. Для серии из нескольких измерений (повторностей) рассчитывается среднее значение и среднеквадратичное отклонение. Результаты архивируются и сохраняются в памяти компьютера.

■ Для обеспечения работоспособности анализатора «ТОПАЗ-N» необходим баллон со сжатым воздухом, снабжённый редуктором. На входе прибора устанавливается давление не менее 200 кПа. Поток воздуха используется в качестве газоокислителя, обеспечивает перенос по измерительному тракту прибора продуктов каталитического окисления пробы, а также озона, образующегося в озонаторе. Сжатый воздух, используемый в приборе, не должен содержать значительного количества окислов азота или аммиака. Степень чистоты воздуха влияет на нижний предел определения содержания общего азота. Рекомендуется использовать сжатый воздух марки «П» с содержанием: кислорода не менее 20,9 об.% и диоксида азота не более 0,0005 об.%. Диапазон измерений массовой концентрации



общего азота при объеме вводимой пробы от 10 до 100 мкл составляет от 0,2 до 100 мг/дм<sup>3</sup> (без разбавления пробы).

■ Применение автоматизированного анализатора общего азота позволяет получить достоверный результат, свободный от субъективных ошибок при выполнении измерений. Использование компьютерных технологий позволяет осуществлять архивирование и хранение информации в электронном виде. Сокращение трудозатрат на проведение анализа позволяет повысить частоту отбора контрольных проб, что делает более совершенным контроль за технологическим процессом очистки сточных вод.

---

*Исходный вариант статьи опубликован в журнале «Водоснабжение и санитарная техника» № 7, 2008 г., с. 45-49*

## Современные методы определения содержания общего азота и углерода в пробах природных вод

■ В последние годы предпринято много усилий по развитию аналитических методов для определения в окружающей среде микроколичеств токсичных веществ различной природы, как органических соединений, так и неорганических, в том числе тяжёлых металлов. Однако, говоря об экологическом благополучии водных объектов необходимо иметь ввиду, что избыточное или недостаточное количество тех или иных широкораспространённых веществ также будет оказывать своё влияние. К этим элементам относятся, те вещества, которые составляют основу биологической формы жизни, прежде всего азотсодержащие соединения и соединения углерода. Такие вещества получили общее название «биогенные элементы». К биогенным элементам относят также водород, фосфор и серу. Избыточное поступление биогенных элементов в воды поверхностных водоёмов, как правило, связано с антропогенными факторами, например, со сбросом в поверхностные водоёмы недостаточно очищенных сточных вод. Такого рода сбросы могут нанести значительный ущерб экологической системе любого региона, поэтому проблема контроля качества очистки сточных вод от этих соединений так же актуальна, как и контроль содержания биогенных соединений в воде поверхностных водоёмов.



### Методы определения форм азота

- Для определения различных форм содержания азота традиционно используют так называемые методы «мокрой химии», рассмотрим некоторые из них.
- Для определения содержания аммонийного азота, как правило, применяют относительно недорогой, простой и доступный фотометрический метод с использованием реактива Несслера. С аналитической точки зрения метод не отличается высокой селективностью, на результат анализа оказывает влияние состав пробы. В частности, присутствие органических соединений, в некоторых случаях, может дать вклад до 30...35% от измеренной величины, что превышает допустимую погрешность измерения. Более совершенный метод - капиллярный электрофорез.

Этот метод обладает высокой селективностью и даёт достоверную информацию о содержании аммонийного азота в пробе.

■ Для контроля содержания нитратов также может использоваться фотометрический метод (основанный на реакции нитратов с салицилатом натрия). Определению мешает присутствие в анализируемой пробе окрашенных веществ, а также нитрит-иона. Определение массовых концентраций нитрит-иона может быть выполнено по методике с реактивом Грисса.

■ Нередко используется показатель «содержание азота по Кьельдалю» (сумма органического и аммонийного азота), для определения этого показателя требуется длительное кипячение пробы в концентрированной серной кислоте, отгонка аммиака, а затем титриметрическое и фотометрическое измерение. Весь процесс достаточно длительный (3...4 часа), трудоёмкий и связан с использованием опасных веществ. Этот показатель не даёт полной характеристики исследуемой пробы по содержанию азота, поскольку азот нитратов и азот нитритов исключаются из рассмотрения.

■ Для определения нагрузки на очистные сооружения, а также для характеристики экосистемы водоёмов, в которые сбрасываются очищенные сточные воды, используют показатель «общий азот», определяемый как сумма содержания всех растворимых форм органического и неорганического азота.

■ Химические методы определения общего неорганического азота отсутствуют, значение этого показателя рассчитывается как сумма азота аммонийного, азота нитратов и азота нитритов. Также не существует единого аналитического метода для определения общего органического азота. Этот показатель рассчитывается математически как разность между величиной общего азота и неорганического азота. Та же величина может быть определена как разность между величинами «азот по Кьельдалю» и аммонийный азот.

■ Видно, что это всё весьма трудоёмкие процедуры, плохо поддающиеся автоматизации и требующие для своей реализации значительные площади лабораторных помещений. Поэтому сейчас происходит переориентация методов химической аналитики на использование автоматизированных приборов, позволяющих получать достоверную информацию об объекте исследования быстрее, с меньшими трудозатратами и с возможностью исключения субъективных ошибок.

Одно из перспективных направлений инструментального контроля содержания азота связано с использованием метода, описанного в ISO/TR 11905 «Качество воды. Определение содержания азота».



### **Инструментальный метод определения общего азота**

■ В основу работы автоматизированного анализатора общего азота, позволяющего определять в пробе валовое содержание всех форм азота, положен процесс термического окисления органических и неорганических форм азота на катализаторе и перевод их в форму монооксида азота (NO). На схеме, представленной на рис. 3, этот процесс протекает в реакционной трубке с катализатором, помещённой в печь, нагретую до 800 °С. Поток воздуха продукты окисления соединений азота переносятся в патрон-осушитель и далее в реактор блока детектирования. В реакторе монооксид азота вступает во взаимодействие с озоном, в результате чего возникает хемилюминесценция.

■ Зависимость интенсивности хемилюминесценции от времени представляет собой колоколообразную кривую, а площадь под кривой является мерой содержания общего азота в исследуемой пробе воды. Таким образом, если провести предварительную калибровку прибора, получив соответствующие сигналы от растворов стандартных образцов с заранее известной концентрацией общего азота, то затем можно определить содержание азота в неизвестной пробе.

■ Анализатор жидкости «ТОПАЗ-N» [1] - первый отечественный прибор для инструментального определения общего азота, освоенный в серийном производстве. Анализатор выполнен в виде одного блока, имеющего в верхней части устройство для ввода пробы. Структурная схема прибора соответствует схеме на рис. 3. Управление процессом измерения и обработка полученной информации осуществляются персональным компьютером при помощи специально разработанной программы «NORMA-N».

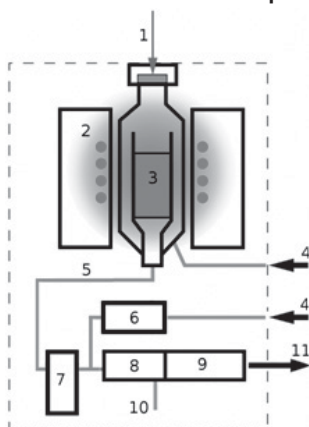
■ Ввод пробы осуществляется вручную при помощи хроматографического шприца. После введения пробы автоматически начинается процесс измерения и регистрации результатов. По окончании процесса измерения на экране компьютера отображается значение массовой концентрации общего азота. Для серии из нескольких измерений (повторностей) рассчитывается среднее значение и сред-

неквадратичное отклонение. Результаты измерений и данные градуировки архивируются и сохраняются в памяти компьютера.

■ Для обеспечения работоспособности анализатора «ТОПАЗ-N» необходим баллон со сжатым воздухом, снабжённый редуктором. Поток воздуха используется в качестве газа-окислителя, а также обеспечивает перенос продуктов каталитического окисления пробы и озона, получаемого в озонаторе по измерительному тракту прибора.

■ Применение автоматизированного анализатора общего азота «ТОПАЗ-N» позволяет получить достоверный результат, свободный от субъективных ошибок при выполнении измерений. Процесс однократного измерения занимает не более 4 минут, что важно как для контроля за процессом очистки сточных вод, так и при выполнении экологических обследований водоёмов.

**Рис. 3. Устройство анализатора общего азота**



*Условные обозначения:*

- 1 - ввод пробы для анализа общего азота,
- 2 - нагревательная печь,
- 3 - реакционная трубка с катализатором,
- 4 - вход газа-носителя,
- 5 - газовая магистраль,
- 6 - озонатор,
- 7 - влагопоглотитель,
- 8 - хемилюминесцентный реактор,
- 9 - детектор хемилюминесценции,
- 10 - выброс газа-носителя в атмосферу,
- 11 - вывод информации на компьютер.



### **Определение содержания соединений углерода в пробах воды**

■ Согласно существующим нормативам в природоохранной деятельности содержание органического углерода в водах характеризуется показателем «химическое потребление кислорода» (ХПК). Определение этого показателя проводится с помощью «мокрого» окисления пробы различными реагентами, наиболее распространены способы окисления перманганатом, бихроматом или персульфатом калия. К сожалению, ни один из этих методов не дает гарантии 100%-ного извлечения определяемого элемента, и, тем более, не даёт представления о форме нахождения углерода в объекте анализа.

■ Введенный в действие с 01.01.2010 г. новый ГОСТ Р 52991-2008 «Вода. Методы определения содержания общего и растворенного органического углерода» устанавливает методику выполнения измерений, позволяющую заменить устаревший показатель ХПК на метод прямого определения массовой концентрации органического углерода. К позитивным отличиям можно отнести значительную экономию трудозатрат на выполнение анализов, и отсутствие необходимости в использовании токсичных и опасных веществ. Эта методика распространяется на все типы природных и сточных вод, а также на воду питьевую, в том числе и на расфасованную в ёмкости.

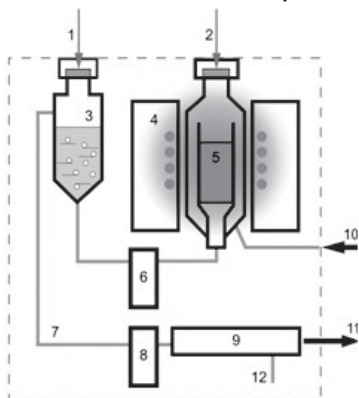
■ Сущность метода, описанного в ГОСТ Р 52991-2008, заключается в каталитическом окислении соединений углерода, находящихся в пробе воды, при температуре от 550 °С до 1000 °С в присутствии кислорода или кислородсодержащего газа до диоксида углерода (IV) и последующем определении общего и неорганического углерода с использованием детектора инфракрасного излучения.



### Устройство анализатора углерода

■ Схема устройства для анализа различных форм углерода представлена на рис. 4. В состав устройства входят: высокотемпературная печь с реакционной трубкой, заполненной катализатором (5), реактор с кислотой (3), детектор инфракрасного излучения (9). Газовая магистраль последовательно связывает все эти устройства в единую цепь и обеспечивает транспортировку продуктов разложения пробы, вплоть до выброса в атмосферу.

**Рис. 4. Устройство анализатора общего углерода**



Условные обозначения:

- 1 - ввод пробы для анализа неорганического углерода,
- 2 - ввод пробы для анализа общего углерода,
- 3 - реактор с кислотой,
- 4 - нагревательная печь,
- 5 - реакционная трубка с катализатором,
- 6 - газовая магистраль,
- 7 - влагопоглотитель,
- 8 - охлаждаемый влагопоглотитель,
- 9 - ИК-детектор,
- 10 - вход газа-носителя,
- 11 - вывод информации на компьютер,
- 12 - выброс газа-носителя в атмосферу.

### Определение содержания общего углерода

■ При определении содержания общего углерода, проба (от 20 до 100 мкл) вводится внутрь реакционной трубки (5), попадает на катализатор, где под действием кислорода происходит разложение всех форм углеродсодержащих соединений с образованием углекислого газа. Потоком газа-носителя эти продукты разложения переносятся по газовой магистрали к детектору (9). Детектор настроен на регистрацию поглощения инфракрасного излучения молекулами углекислого газа. Сигнал поглощения преобразуется в электрический, регистрируется внешним компьютером, в котором происходит расчёт содержания всех форм углерода, находившихся в пробе. Расчёт производится по специально разработанной программе с заранее установленными характеристиками, измеренными в процессе градуировки анализатора по тестовым образцам с известной концентрацией общего углерода.

### Определение содержания неорганического углерода

■ Определение неорганического углерода производится устройством, включающим реактор (барботёр) в который заливается раствор ортофосфорной кислоты и вводится определенный объём пробы (от 20 до 100 мкл). В результате реакции кислоты с карбонатами образуется углекислый газ  $\text{CO}_2$ , который регистрируется неселективным детектором инфракрасного излучения.

### Варианты определения содержания органического углерода

■ В ГОСТ Р 52991-2008 описаны два способа определения содержания органического углерода, растворенного в воде: первый метод предполагает раздельное определение содержания общего углерода и общего неорганического углерода с последующим вычислением содержания общего органического углерода по разности между содержанием общего углерода и содержанием неорганического углерода; во втором методе вначале производится удаление из пробы неорганического углерода, а затем определяется лишь та часть общего углерода, которая обусловлена наличием органических соединений.

■ Для реализации метода, изложенного в ГОСТ Р 52991-2008, могут быть использованы анализаторы общего органического углерода импортного производства, а также отечественные анализаторы того же класса - «ТОПАЗ» [2]. Этот анализатор производится в трёх модификациях: «ТОПАЗ-С» «ТОПАЗ-N» и

«ТОПАЗ-НС», первая из них предназначена для определения массовой концентрации только углеродсодержащих соединений, модификация «ТОПАЗ-НС» позволяет определять содержание в пробе воды как различные формы углерода, так и общий азот, а модификация «ТОПАЗ-N» - служит для анализа общего азота и рассматривался несколько ранее, в связи с реализацией ISO/TR 11905 «Качество воды. Определение содержания азота».



### Практические примеры измерений загрязнённости водных объектов

■ Для исследования возможностей анализатора в области экологических и природоохранных исследований были выполнены измерения содержания различных форм углерода в природных водах. Для исследования были выбраны река Нева с притоками и другие природные водоёмы и водотоки, расположенные в различных районах Ленинградской области, а также образцы подземных вод различного происхождения. Все измерения выполнены с использованием анализатора жидкости «ТОПАЗ-НС», работающем в демонстрационном режиме в лаборатории ООО «Информаналитика».

#### Результаты практических измерений общего азота

■ Исследования содержания общего азота проведены по всему течению реки Невы от Петрокрепости до устья в районе Адмиралтейского канала (схема отбора проб представлена на рис. 5). Пробы отбирались на стрежне реки, на трёх горизонтах: подповерхностном, на глубине 0,5 м; приблизительно на половине глубины реки и в придонном слое, на расстоянии 0,5 м от дна. Пробы отбирались батометром Молчанова и разливались в стеклянную посуду, консервация проб не производилась.

■ Результаты измерений содержания общего азота в отобранных пробах представлены в таблице 1. Видно, что все полученные результаты укладываются в диапазон погрешности измерения и, по видимому, не носят характер распределения содержания общего азота по течению Невы. Вследствие этого среднее значение измеренной концентрации общего азота в водах реки Невы составляет:  $(0,5 \pm 0,1) \text{ мг/дм}^3$ .



Таблица 1. Содержание общего азота в р. Нева, (мг/дм<sup>3</sup>)

Номер точки отбора пробы	Верхний слой	Половина глубины	Придонный слой
1	0,48	0,47	0,47
2	0,60	0,50	0,48
3	0,52	0,50	0,49
4	0,51	0,48	0,47
5	0,49	0,47	0,47
6	0,48	0,47	0,46
7	0,46	0,45	0,45
8	0,49	0,50	0,58
9	0,47	0,45	0,46
10	0,54	0,51	0,50
Среднее	0,50	0,48	0,48



Рис. 5. Схема расположения точек отбора проб на определение общего азота

■ В таблице 2 представлены результаты измерений содержания общего азота в притоках Невы. Видно, что содержание общего азота в реках, впадающих в Неву, значительно выше, чем среднее значение этого показателя в Неве. Иногда точки отбора пробы в Неве совпадали с положением створов полного перемешивания притоков (Тосна, Ижора, Славянка, Охта), однако видно, что притоки не оказывают существенного влияния на общий уровень содержания общего азота в водах реки Невы. Это связано, прежде всего, с огромной разницей в величине стока Невы и любого из её притоков.

Таблица 2. Содержание общего азота в притоках реки Невы

	Точка отбора пробы	Подповерхн. слой, мг/дм <sup>3</sup>
1.	р. Мга	0,63
2.	р. Тосна	0,60
3.	р. Ижора	2,78
4.	р. Славянка	6,46
5.	р. Мурзинка	2,19
6.	р. Охта	4,05
7.	р. Нева (среднее)	0,50

#### Результаты практических измерений форм углерода

■ Пробы воды крупных водоисточников отбирались на нескольких вертикалях и двух-трёх горизонтах для каждого водоёма. Пробы воды из скважины и колодца отбирались после тщательной прокачки этих водоисточников. Отобранные пробы доставлялись в лабораторию без какой-либо консервации, измерения производились в день доставки проб.

■ Математический анализ полученных данных показал, что различие результатов измерений, полученных в точках пробоотбора обследованных в пределах каждого водоёма, статистически незначимо, что дало основания для усреднения результатов по водоёмам (водотокам), полученные результаты представлены в таблице 3.

Таблица 3. Средние значения содержания различных форм углерода в водоисточниках

Водоём (водоток)	Органический углерод, мг/дм <sup>3</sup>	Общий углерод, мг/дм <sup>3</sup>	Неорганический углерод, мг/дм <sup>3</sup>
1. р. Нева	8,9	15,6	6,7
2. оз. Разлив	18,0	21,6	3,6
3. пруд-накопитель (Петергоф)	5,2	31,5	26,3
4. колодец	9,4	39,6	30,2
5. скважина	2,3	60,6	58,3

■ Определение массовой концентрации органического углерода выполнялось по методу 1, описанному в ГОСТ Р 52991-2008, т.е. концентрация органического углерода рассчитывалась как разность между результатами измерения массовой концентрации общего углерода и неорганического углерода.

### Выводы

■ Разработанные химико-аналитические методы (и освоенные к серийному выпуску приборы, реализующие эти методы) позволяют решить задачи оперативного получения информации и повышения её достоверности. Автоматизированное управление процессом измерения и расчет получаемых данных снижают вероятность ошибок, связанных с субъективными факторами. Возможно архивирование и хранение полученной информации в электронном виде.

■ Результаты тестовых испытаний показали, что анализаторы «ТОПАЗ» могут использоваться для измерений содержания биогенных элементов (азота и углерода) в пробах воды природных водоёмов. Чувствительность и точность измерений соответствуют требованиям, предъявляемым к измерениям, выполняемым для природоохранных целей.

### *Подготовлено по материалам публикаций:*

*Ягов Г.В. Современные методы определения содержания общего азота и углерода в пробах природных вод: // Вода: Химия и экология, № 10, 2009, С. 28-33*

*Ягов Г.В., Татарёва А.М. Приборно-методическое обеспечение для измерения концентрации общего углерода в различных типах вод: // Водоснабжение и санитарная техника, № 11, 2009, С. 46-49.*

# Рекомендации по использованию анализаторов ТОПАЗ-N, ТОПАЗ-С и ТОПАЗ-НС в лабораторной практике



## Определение общего азота

■ Модификации анализаторов ТОПАЗ-N и ТОПАЗ-НС позволяют выполнять измерение массовых концентраций общего азота, содержащихся в пробе воды в виде различных соединений.

■ Определение проводится по методике, изложенной в ISO/TR 11905-2. Эта методика применима к анализу природной пресной воды, морской воды, питьевой воды, поверхностных вод, сточных вод и очищенных сточных вод. Измеряется суммарное содержание форм азота, содержащихся в воде в виде свободного аммиака, аммоний-иона, нитритов, нитратов и органических соединений, способных к окислению до диоксида азота. Растворённый газообразный азот этим методом не определяется.

■ В связи с тем, что текст ISO/TR 11905-2 на русском языке не публиковался, в данной брошюре приводятся основные положения этой методики, адаптированные применительно к использованию анализаторов ТОПАЗ (N, NC) в комплекте с программным обеспечением NORMA (N, NC).

■ Образцы, содержащие азот, окисляются кислородом при температурах до 1000 °С в присутствии катализатора, в результате образуется окись азота. При взаимодействии окиси азота с озоном образуется электронно-возбужденная молекула диоксида азота ( $\text{NO}_2^*$ ). Количественное определение концентрации азота производится с использованием хемилюминесцентного детектирования.

■ Диапазон измеряемых концентраций будет зависеть от объёма вводимой пробы и технических характеристик анализатора. Для анализаторов ТОПАЗ-N и ТОПАЗ-НС нижний предел измерения составляет 0,2 мг/дм<sup>3</sup>, в случае необходимости достижения более высокой чувствительности необходимо увеличить объём вводимой пробы. Верхняя граница измеряемой концентрации общего азота 100 мг/дм<sup>3</sup>.

При необходимости измерять более высокие концентрации рекомендуется использовать разбавление образца с последующим расчётом истинного значения (коэффициент разбавления автоматически учитывается при использовании ПО NORMA (N, NC), входящего в комплект поставки) анализаторов.

### Отбор и подготовка проб

■ При отборе проб необходимо обеспечить репрезентативность выборки (особенно это важно для образцов, содержащих любые нерастворимые вещества) и предотвратить привнесение загрязнений в образец. Отобранные пробы помещаются в контейнеры из стекла или подходящего пластика и маркируются. Анализировать пробы следует как можно скорее.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Промедление может привести к получению заниженных значений концентрации азота (особенно в случае биологически активных образцов).

■ Образцы могут быть стабилизированы путем добавления соляной кислоты ( $\rho = 1,12 \text{ г/см}^3$ ) до достижения значения pH менее 2 и хранением в холодильнике при  $(4 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$  на срок не более 8 дней.

■ Если необходимо, производится гомогенизация образцов с использованием гомогенизатора, с тем, чтобы получить для определения репрезентативную аликвоту. Если нет необходимости в гомогенизации, производится фильтрация через фильтр с номинальным диаметром пор  $0,45 \text{ мкм}$ , материал которого свободен от соединений, содержащих азот.

### Мешающие факторы

■ При выполнении анализа проб неизвестного состава могут возникать искажения результатов из-за «эффекта памяти». Это может происходить при вводе градуировочных растворов или анализируемых растворов с высоким содержанием связанного азота. Поэтому при последующих измерениях первое значение необходимо отбросить.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Потенциальные проблемы могут возникнуть с образцами, содержащими значительные концентрации общего органического углерода (ТОС). Анализ образцов, содержащих большое количество ТОС, приведёт к получению

заниженных результатов для азота. Предполагаемые проблемы могут быть оценены путем определения азота до и после соответствующего разбавления или с использованием иных приёмов выполнения измерений.

■ Не все органические соединения азота количественно, преобразуются в оксид азота в результате описанной процедуры окисления и образуют двуокись азота в результате реакции с озоном. Плохо поддаются преобразованию соединения, содержащие двойную или тройную связь атомов азота.

■ Если гомогенизированный образец, содержащий суспензию материала, даёт результаты (полученные при повторных измерениях), которые отличаются более чем на 10%, то образец должен быть профильтрован через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм, свободный от соединений, содержащих азот. В этом случае будет определена только растворённая часть связанного азота.

#### Процедура измерений

1. При выполнении измерений необходимо соблюдать инструкцию предприятия - изготовителя приборов (Руководство по эксплуатации).
2. Для подготовки анализатора к выполнению измерений необходимо произвести градуировку анализатора по процедуре, описанной в Руководстве по эксплуатации. В дальнейшем градуировочная зависимость сохраняется в памяти управляющего компьютера. Необходимость в повторной градуировке анализатора возникает в случае изменения внешних условий выполнения измерений или в случае получения неудовлетворительных результатов при проверке по стандартным растворам.
3. Перед выполнением измерений концентрации общего азота, необходимо выполнить проверку работоспособности анализатора путём измерения «холостой» пробы и стандартного раствора, результат измерений должен находиться в интервалах, указанных в Руководстве по эксплуатации.
4. Идентичными объёмами, в соответствии с Руководством по эксплуатации, в анализатор вводятся «холостая» проба и стандартный раствор и измеряются в каждом случае, по меньшей мере, три раза.

5. Принимая во внимание любые эффекты памяти, которые могут произойти для измерения необходимо сделать, по крайней мере, три ввода пробы.
6. Для предварительно градуированного анализатора расчёт концентрации общего азота, содержащегося в пробе, выполняется автоматически.

### Градуировка анализатора

1. Для построения градуировочной зависимости желательно использовать растворы, подготовленные из ГСО общего азота (ГСО 7193-95 (0,5 г/дм<sup>3</sup>) или ГСО 7194-95 (0,1 г/дм<sup>3</sup>), фоновый растворитель - вода) в соответствии с диапазоном концентраций связанного азота которые предполагается определять в анализируемых образцах. В качестве примера может быть выбран ряд массовой концентрации общего азота: 0 мг/дм<sup>3</sup>; 10,0 мг/дм<sup>3</sup>; 20,0 мг/дм<sup>3</sup>; 40,0 мг/дм<sup>3</sup>; 60,0 мг/дм<sup>3</sup>; 80,0 мг/дм<sup>3</sup> и 100,0 мг/дм<sup>3</sup>.

2. Градуировочные растворы должны использоваться только в день приготовления.

3. Объем инъекции, используемый для измерения каждого из этих стандартов должен быть одинаковым с объемом инъекции для «холостого» опыта и измерений образцов.

■ Необходимо периодически проверять градуировочный график, в частности, при использовании новых партий реагентов (или замене баллона со сжатым воздухом). Контроль качества определения выполняется с помощью разбавленных растворов стандартного образца в соответствующем диапазоне.

### Оценка результата измерений

■ В предположении, что градуировочный график является линейным, массовую концентрацию азота в пробе воды можно вычислить с помощью следующего

уравнения:

$$p_N = (N_1 - N_0) * f / b$$

где:  $p_N$  - массовая концентрация, в миллиграммах на литр, связанного азота в образце;  
 $N_1$  - величина реакции пробы, в соответствующих приборных единицах;  
 $N_0$  - значение отклика «холостого» опыта, в соответствующих приборных единицах;  
 $b$  - наклон градуировочного графика, в соответствующих приборных единицах/миллиграмм на литр;  
 $f$  - коэффициент разбавления, если таковое применялось.

■ Эта формула может быть использована только в случае, когда идентичны вводимые объёмы пробы и градуировочного раствора.

■ В реальном случае градуировочный график выражается более сложной зависимостью. Программное обеспечение NORMA учитывает нелинейный характер кривой и обеспечивает получение более точного результата.

#### Представление результатов измерений

■ Результаты измерений массовой концентрации связанного азота в пробе, в соответствии с ISO/TR 11905-2, рекомендуется записывать следующим образом:

- меньше или равна 10 мг/дм<sup>3</sup> до ближайшей 0,1 мг/дм<sup>3</sup>;
- 10 мг/дм<sup>3</sup> до 100 мг/дм<sup>3</sup> до ближайшей 1 мг/дм<sup>3</sup>,
- больше или равна 100 мг/дм<sup>3</sup> до двух значащих цифр.

■ Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- a. ссылки на используемый метод измерения;
- b. данные, необходимые для идентификации пробы воды;
- c. измеренное значение массовой концентрации общего азота;
- d. данные о предварительной обработке проб (если она применялась);
- e. данные о применении разбавления (если оно применялось);
- f. любое отклонение от этого метода и информация обо всех обстоятельствах, которые могут повлиять на результаты.





## Выполнение измерений содержания форм углерода

■ Введение с 1 января 2010 года в действие ГОСТ Р 52991-2008 «Вода. Методы определения содержания общего и растворенного органического углерода» заменяет устаревший показатель ХПК, который позволял лишь косвенно оценить валовое содержание углерода в пробе, на метод прямого определения его концентрации. К позитивным отличиям можно также отнести значительную экономию трудозатрат на выполнение анализов, а также отсутствие необходимости в использовании токсичных и опасных веществ.

■ Этот ГОСТ Р распространяется на все типы воды, в том числе питьевую, расфасованную в ёмкости, и устанавливает методы определения содержания общего и растворённого углерода в диапазоне от 1 до 1000 мг/дм<sup>3</sup> с использованием анализаторов углерода, принцип действия которых основан на высокотемпературном каталитическом окислении соединений углерода, находящихся в пробе.

■ Для реализации аналитического метода, изложенного в ГОСТ Р 52991-2008, могут быть использованы анализаторы ТОПАЗ, отвечающие всем необходимым требованиям по используемому методу, определяемым показателям и диапазону измерений. Примеры использования данного типа анализаторов для решения различных практических задач приведены в предыдущих статьях, процедура отбора пробы и подготовки к проведению анализа описаны в ГОСТ Р 52991-2008, а сейчас мы остановимся на некоторых особенностях выполнения измерений, а также на аспектах технического обслуживания и обеспечения эксплуатации данного типа анализаторов.

### Определение содержания общего углерода

■ Сущность метода состоит в том, что соединения углерода, находящиеся в пробе воды, при температуре от 550 °С до 1000 °С в присутствии катализатора окисляются кислородом воздуха. Окисление происходит до диоксида углерода (IV), количество образовавшегося углекислого газа CO<sub>2</sub> определяется по интенсивности поглощения инфракрасного излучения.

■ Сигнал поглощения преобразуется в электрический и регистрируется внешним компьютером, в котором происходит расчёт суммарного содержания

всех форм углерода, находившихся в пробе. Расчёт производится по специально разработанной программе с учётом характеристик, измеренных в процессе градуировки анализатора по тестовым образцам с известной концентрацией общего углерода.

■ В анализаторах ТОПАЗ ввод пробы осуществляется при помощи специального шприца (типа HAMILTON), предназначенного для жидкостной хроматографии. Объём шприца может быть, например, 100 мкл. При выборе шприца необходимо обратить внимание на срез иглы (он должен быть выполнен под прямым углом, не иметь заусенцев и деформаций) и на то место, где игла монтируется с телом шприца - как правило, там имеется металлический наконечник. Если наконечник отсутствует, то необходимо самостоятельно сделать этот участок непрозрачным (например, при помощи изолянта тёмного цвета). Это необходимо иметь ввиду, так как конструкцией анализатора предусмотрен автоматический запуск системы регистрации оптическим датчиком, смонтированным в головку ввода пробы.

#### Определение содержания неорганического углерода

■ Определение неорганического углерода производится устройством включающим реактор (барботёр), систему транспортирования пробы и детектор инфракрасного излучения. В барботёре находится раствор ортофосфорной кислоты, которая взаимодействует с введённой пробой. В результате реакции кислоты с карбонатами, входящими в состав пробы, образуется углекислый газ  $\text{CO}_2$ , количество которого измеряется по интенсивности поглощения инфракрасного излучения.

■ Перед началом измерений неорганического углерода в барботёр заливают 4...5 мл 25 % ортофосфорной кислоты. Этого количества кислоты достаточно для выполнения 40...50 определений, после чего раствор истощается и его необходимо заменить.

#### Варианты определения содержания органического углерода

■ В ГОСТ Р 52991-2008 описаны два способа определения содержания органического углерода, растворенного в воде: первый метод предполагает раздельное определение содержания общего углерода и общего неорганического

углерода с последующим вычислением содержания общего органического углерода по разности между содержанием общего углерода и содержанием неорганического углерода; во втором методе вначале производится удаление из пробы неорганического углерода, а затем определяется лишь та часть общего углерода, которая обусловлена наличием органических соединений.

■ Метод 1 заключается в том, что доля органического углерода определяется как разность между содержанием общего углерода и неорганического углерода.

■ Метод 2 предполагает предварительное удаление неорганического углерода путём обработки пробы соляной кислотой и продувкой воздухом для удаления продуктов реакции. Последующее определение содержания органического углерода производится анализатором «ТОПАЗ-С» при введении пробы в реакционную трубку заполненную катализатором.



## **Обслуживание анализаторов ТОПАЗ**

### Проверка газовых коммуникаций и замена септы в устройстве для ввода пробы

■ Нарушение герметичности газовых коммуникаций анализатора может быть одной из причин понижения чувствительности прибора и ухудшения повторяемости результатов измерений. В этом случае необходимо проверить герметичность коммуникаций, прежде всего, в местах соединений. Проверка производится при помощи мыльной пены при включенном потоке газа-носителя. Выявленные течи необходимо устранить.

■ К нарушению герметичности может привести изношенная резиновая септа в устройстве для ввода пробы. В целях профилактики, раз в месяц, септу следует менять на новую.

### Периодическая регенерация катализатора

■ В процессе эксплуатации анализатора на поверхности катализатора постепенно накапливаются соли и окислы, образующиеся в результате термического разложения вводимых проб. В результате катализатор снижает свою активность, наступает так называемое «отравление катализатора». Для

устранения этого явления необходимо периодически проводить регенерацию загрязнённого катализатора.

■ Перед проведением процедуры регенерации следует отсоединить силиконовый шланг, соединяющий выход реакционной трубки с патроном осушителя и опустить конец шланга в стаканчик с водой. Для регенерации катализатора в нагретую реакционную трубку последовательно, 2...3 раза, впрыскивают раствор разбавленной (2 моль/дм<sup>3</sup>) соляной кислоты.

■ Если после регенерации катализатора чувствительность и повторяемость не улучшаются, то следует промыть катализатор.

■ Перед промывкой катализатора необходимо выключить печь и охладить её до комнатной температуры. Затем отсоединяется устройство для ввода пробы и силиконовый шланг от выхода реакционной трубки опускается в приёмную ёмкость. Катализатор промывают путём пропуска через реакционную трубку раствора соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5 дистиллированной водой. Раствор соляной кислоты заливается через верхнюю часть реакционной трубки и собирается в приёмной ёмкости. По окончании промывки раствором кислоты катализатор промывается несколько раз дистиллированной водой.

■ После окончания промывки необходимо присоединить устройство для ввода пробы к реакционной трубке, а силиконовый шланг от выхода реакционной трубки опустить в стаканчик с водой. Затем включить печь и просушить катализатор.

■ Если промывка катализатора не привела к улучшению чувствительности и повторяемости, то следует заменить катализатор в реакционной трубке на новый. Для выполнения этой операции необходимо извлечь реакционную трубку из печи, снять устройство для ввода проб и удалить отработанный катализатор. Внутреннюю поверхность реакционной трубки необходимо промыть разбавленной соляной кислотой и ополоснуть дистиллированной водой. Просушенная реакционная трубка заполняется свежим катализатором и производится её монтаж в печи анализатора в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

#### Ежедневная замена раствора ортофосфорной кислоты

■ Перед началом работы, ежедневно, необходимо производить замену

раствора в реакторе. Для этого вначале необходимо удалить из реактора отработанный раствор ортофосфорной кислоты. Эта процедура может быть выполнена при помощи одноразового медицинского шприца, объёмом 10 мл с надетой вместо иглы силиконовой трубкой подходящего диаметра. Затем аналогично, при помощи шприца, заливается свежий 25 % раствор ортофосфорной кислоты, в количестве 4...5 мл.

■ В том случае, если не предполагается выполнять определение неорганического углерода, наливать кислоту в реактор нет необходимости.

#### Методы повышения повторяемости результатов измерений

■ Из общих соображений следует отметить, что повторяемость (сходимость) измерений определяется ритмичностью и единообразием действий оператора. При ручном вводе пробы важно научиться вводить строго одинаковое количество пробы с одинаковой скоростью подачи штока шприца. По окончании ввода рекомендуется удалять иглу шприца не сразу, а спустя 1...2 секунды. Все операции необходимо делать ритмично, с одинаковой скоростью, как при построении градуировочной кривой, так и при вводе пробы. Именно поэтому лучших результатов можно достичь, когда все операции выполняет один оператор. Если возникает необходимость в работе нескольких операторов на одном приборе, то каждому желательно создать собственный файл градуировки прибора и пользоваться для расчёта только своими результатами. Программное обеспечение анализаторов ТОПАЗ позволяет создать, хранить и использовать столько файлов градуировки, сколько будет необходимо.

■ При разработке более совершенных модификаций анализаторов предполагается оснащать их системой автоматизированного дозирования и ввода пробы, а в перспективе и оснащение их устройством автоматической смены образцов.

#### Метрология измерений азота и углерода

■ Для обеспечения прослеживаемости результатов измерений фирма ЦСОВВ (СПб, Россия) производит стандартные образцы растворов общего азота: ГСО 7193-95 (0,5 г/дм<sup>3</sup>) и ГСО 7194-95 (0,1 г/дм<sup>3</sup>), фоновый растворитель - вода. Оба

типа стандартных образцов признаны как Межгосударственные (МСО 0091:1999) для стран СНГ.

■ В методике, изложенной в ГОСТ Р 52991-2008 рекомендуется для градуировки анализаторов углерода использовать растворы, приготовленные в условиях лаборатории. Это не самый удачный выход, более элегантно представляется использовать свойства вещества, из которого приготавливается раствор ГСО общего азота. Экспериментально установлено, что численное значение концентрации общего азота достаточно умножить на коэффициент «4,29», чтобы получить соответствующую концентрацию общего углерода. Несмотря на несовершенство этого способа, он всё же более защищён от ошибок, нежели приготовление растворов из навесок реагентов.

■ Для градуировки канала измерения неорганического углерода используются растворы карбонатов. Содержание неорганического углерода в приготовленном растворе можно определить в результате измерений, произведённых в предварительно отградуированном канале измерения общего углерода.

#### Газ-носитель (окислитель) для анализаторов ТОПАЗ

■ Для обеспечения безопасности эксплуатации анализаторов ТОПАЗ, они разрабатывались таким образом, чтоб в качестве газа-носителя (и окислителя) можно было использовать атмосферный воздух.

■ При выполнении анализов только на содержание азота – каких-либо особых требований по составу воздуха не установлено. Несколько иная ситуация возникает в том случае, когда необходимо анализировать содержание общего или неорганического углерода. Это связано с тем, что при выполнении измерений содержания различных форм углерода, все они переводятся в диоксид углерода, который газом-носителем переносится к инфракрасному датчику, регистрирующему его содержание. Поэтому очевидно, что для достижения высокой чувствительности исходное содержание диоксида углерода в газе-носителе должно быть возможно меньшим. Атмосферный воздух содержит до 0,03 %об. (300 ppm) углекислого газа и, вследствие этого, непригоден для непосредственного использования в качестве газа-носителя.

- Возможно несколько вариантов решения проблемы:
  - применение баллонов с «нулевым» синтетическим воздухом;
  - использование специальных генераторов чистого воздуха, предназначенных для анализаторов углерода;
  - адаптация генераторов чистого воздуха для газовой хроматографии путём их оснащения дополнительной системой очистки от  $\text{CO}_2$ .

Первый вариант - наиболее экономичный, это применение в качестве газа-носителя сжатого синтетического воздуха в баллонах. Высокая чистота (содержание  $\text{CO}_2$  на уровне 0,0005 %об.) и отсутствие паров воды позволяют обеспечить высокие метрологические характеристики анализатора углерода. Этот вариант удобен тем, что не требует времени для выхода на рабочий режим, к тому же состав газа-носителя остаётся неизменным в течение всего времени работы. Именно использование синтетического сжатого воздуха в баллонах рекомендовано «Руководством по эксплуатации...», поскольку при этом обеспечивается высокая стабильность и повторяемость получаемых результатов.

■ Рекомендуется использовать синтетический воздух марки «П» с содержанием:

$\text{O}_2$  - не менее 20,9 %об.

$\text{NO}_2$  - не более 0,0005 %об.

$\text{CH}_4$  - не более 0,0005 %об.

$\text{CO}$  - не более 0,0005 %об.

$\text{CO}_2$  - не более 0,0005 %об.

Присутствие паров воды не допускается.

Второй вариант - применение специальных генераторов чистого воздуха, предназначенных для анализаторов углерода. Эти генераторы обеспечивают высокое качество газа-носителя, с минимальным содержанием диоксида углерода (на уровне 1,0...10 ppm  $\text{CO}_2$ ). Генераторы чистого воздуха для анализа углерода требуют определённого времени, как правило, около 30 минут для выхода на рабочий режим. Кроме того, генераторам необходимо техническое обслуживание

и периодическая замена отработавших катализаторов и поглотителей. К неоспоримым преимуществам генераторов чистого воздуха можно отнести повышение безопасности работ за счёт отказа от использования баллонов высокого давления и обеспечение бесперебойной подачи воздуха, не зависящей от замены баллонов. Существенный недостаток этого варианта состоит в том, что специальные генераторы для анализаторов углерода не производятся отечественной промышленностью, а стоимость генераторов импортного производства сопоставима, или даже выше стоимости самого анализатора углерода.

Третий вариант - адаптация генераторов чистого воздуха, предназначенных для нужд газовой хроматографии. Такие генераторы недороги, экономичны в эксплуатации, производятся отечественными предприятиями. Как правило, генераторы для хроматографии представляют собой комбинированное устройство, включающее компрессор, ресивер, систему первичной очистки воздуха и систему каталитического окисления углеводородов, которая приводит к тому, что газ-носитель дополнительно обогащается углекислым газом, а потому обязательно необходимо принятие мер для его удаления. В простейшем случае для очистки газа-носителя от  $\text{CO}_2$  можно использовать поглотительную трубку, заполненную цеолитом с гидроксидом натрия, натронной известью или же аскаритом. Преимущества этого варианта - его экономичность в плане затрат на приобретение оборудования, к недостаткам следует отнести необходимость самостоятельного дооснащения генератора в условиях лаборатории и обязательно строгий контроль качества вырабатываемого воздуха. В отсутствие должного контроля существует опасность повреждения измерительных цепей анализатора ТОПАЗ.

■ Анализ общего и органического углерода инструментальным методом ещё не получил широкого распространения в лабораториях России. Надеемся, что данные рекомендации будут полезны не только пользователям анализаторов ТОПАЗ, но и тем, кто ещё только выбирает анализатор для оснащения своей лаборатории. Таким образом, хотелось бы способствовать расширению применения этого метода в лабораторной практике природоохранных, сертификационных и санитарно-гигиенических измерений.



# Анализаторы качества воды

## ТОПАЗ (Н, С, NS)

Свидетельство RU.C.31.001.A №35229,  
Госреестр №40599-09



### Объекты анализа:

- питьевая вода (в т.ч. расфасованная в ёмкости);
- природные воды (поверхностные, грунтовые);
- сточные воды (очищенные и неочищенные);
- технологические воды.

**Модификация «ТОПАЗ С»** позволяет по методике ГОСТ Р 52991-2008 (ISO 8245:1999) определять содержание общего углерода (ТС), общего неорганического углерода (ТНС) и общего органического углерода (ТОС).

**Модификация «ТОПАЗ Н»** предназначена для измерения массовой концентрации общего азота (ТН), измерения производятся в соответствии с методом ISO 11905-2.

**Модификация «ТОПАЗ NS»** реализует оба вышеуказанных метода: ISO 11905-2 и ГОСТ Р 52991-2008 (ISO 8245:1999), таким образом, модификация анализатора «ТОПАЗ NS» позволяет выполнять измерения содержания в пробе воды общего органического и неорганического углерода, а также общего азота (ТОС, ТС, ТНС, ТН).

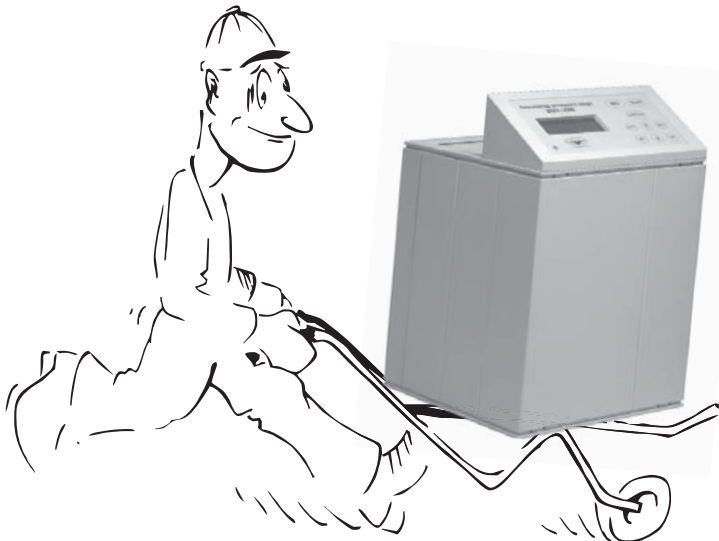
### Технические характеристики

Диапазон измерений общего азота	от 0,2 до 100 мг/дм <sup>3</sup>
Диапазон измерений общего, органического и неорганического углерода	от 1,0 до 100 мг/дм <sup>3</sup>
Продолжительность однократного измерения	3...5 мин.
Электрическое питание	(220±22) В/(50±1) Гц
Потребляемая мощность, не более	800 ВА
Габаритные размеры, не более	420×320×340 мм
Масса, не более	20 кг

194223, Санкт-Петербург, а/я 4  
(812) 552-9831, 552-2942, 591-6705  
mail@infogas.ru <http://www.infogas.ru>

◆◆◆ ИНФОРМАНАЛИТИКА

# **Контроль обеззараживания воды хлором и хлорсодержащими реагентами**





## Мониторинг остаточного активного хлора в питьевой воде

■ Планомерные поиски наиболее эффективного способа обеззараживания воды были начаты после того, как на Международном гигиеническом конгрессе, прошедшем в Вене в 1888 году было признано, что заразные болезни, в том числе холера, могут распространяться с питьевой водой. К тому времени было установлено, что хлорная вода (образующаяся при взаимодействии газообразного хлора с водой) обладает дезинфицирующим действием. Это и определило, то обстоятельство, что когда в больших городах появился водопровод, газообразный хлор нашёл применение для обеззараживания питьевой воды. Впервые хлорирование стали использовать в 1895 году на водопроводе Нью-Йорка [1].

■ В России начало работ по обеззараживанию питьевой воды городского водопровода связано с именем талантливого ученого-гигиениста Симона-Леонарда Конрадовича Дзержговского (1866-1928). В своей научной деятельности С.К. Дзержговский уделял много сил разработке методов обеззараживания, в том числе и методам обеззараживания питьевой водопроводной воды. Проводились опыты по использованию для этих целей хлора, озона и ультрафиолетового облучения. В 1905 г. на VII Водопроводном съезде в Москве С.К. Дзержговский доложил о способе обеззараживания воды, которая поступала в императорские дворцы Царского села [2].

■ В августе 1908 года в Петербурге вспыхнула эпидемия «водной» холеры, продолжавшаяся почти 2 года. При этом большое количество возбудителей болезни было обнаружено не только в водах Невы, но даже в водопроводной воде. Это стимулировало поиск вариантов решения проблемы и, в 1909 году, впервые в России были проведены опыты по хлорированию водопроводной сети целого города. Работы выполнялись в Кронштадте, под руководством С.К. Дзержговского. Несмотря на то, что сам процесс был кратковременным, он показал, что в результате хлорирования возможно существенное улучшение качественных показателей воды, подаваемой в город. В результате, с 1910 года использование хлора для обеззараживания воды в Санкт-Петербурге стало постоянным, а затем технология обеззараживания воды хлором была распространена и на

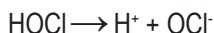
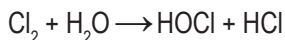
другие крупные города страны. Таким образом, вослед за столетним юбилеем лабораторного дела на водоканалах [3], есть основания в 2010 году отметить и столетие начала регулярного хлорирования водопроводной воды в России.

■ И по сей день для обеззараживания питьевой воды весьма часто используется хлорирование (имея в виду различные варианты) как наиболее экономичный и эффективный метод в сравнении с любыми другими известными методами. В России, как и в других странах, хлорированию подвергается до 99 % потребляемой питьевой воды [4]. Такая популярность хлорирования связана с тем, что это единственный способ, который, благодаря эффекту последействия, обеспечивает микробиологическую безопасность воды в любой точке распределительной сети в любой момент времени. Этим обстоятельством и обусловлен тот факт, что за годы, прошедшие с начала использования его в водоснабжении, хлор стал практически универсальным средством для обеззараживания питьевой воды.

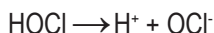
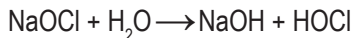
■ Все остальные методы обработки воды, включая промышленно применяемые в настоящее время озонирование и УФ-облучение, не обеспечивают обеззараживающего последействия и поэтому на заключительных стадиях водоподготовки всё равно требуется введение некоторого количества хлора или хлоробразующих реагентов. Таким образом, мировой опыт подтверждает, что хлорирование воды является наиболее надёжным санитарно-гигиеническим методом, предотвращающим распространение эпидемий и гарантирующим безопасность питьевой воды. Внедрение новых технологий с использованием хлорсодержащих реагентов (гипохлорита, диоксида хлора и т.п.) позволило снизить риски, связанные с транспортировкой и хранением на городских территориях значительных количеств газообразного или сжиженного хлора и сделало процесс обеззараживания воды хлором более безопасным для обслуживающего персонала.

■ Если рассмотреть процессы, происходящие в результате взаимодействия с водой газообразного хлора или его заменителя - гипохлорита натрия, можно увидеть, что продукты реакции во многом совпадают.

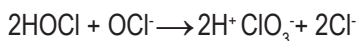
- В случае обработки газообразным хлором:



- В случае обработки гипохлоритом натрия:



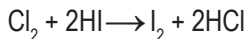
- В слабощелочной среде:



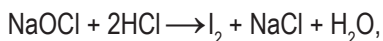
■ Таким образом, при любых исходных компонентах, в условиях установившегося равновесия в воде будут находиться такие продукты реакции как хлор молекулярный, радикалы хлора, хлорноватистая кислота и гипохлорит-ион. Совокупность этих соединений характеризуется обобщённым показателем, называемым «активный хлор».

■ Активный хлор определяется как количество хлора, выделяющееся в свободном виде при взаимодействии данного вещества с соляной кислотой. Однако, поскольку окислить HCl до Cl<sub>2</sub> без потерь и проанализировать количество выделившегося хлора трудно, на практике определяют активный хлор иначе – как массу хлора, которая способна выделить из раствора HI такое же количество йода, что и 100 г анализируемого вещества.

- Например, из сравнения двух реакций:



и

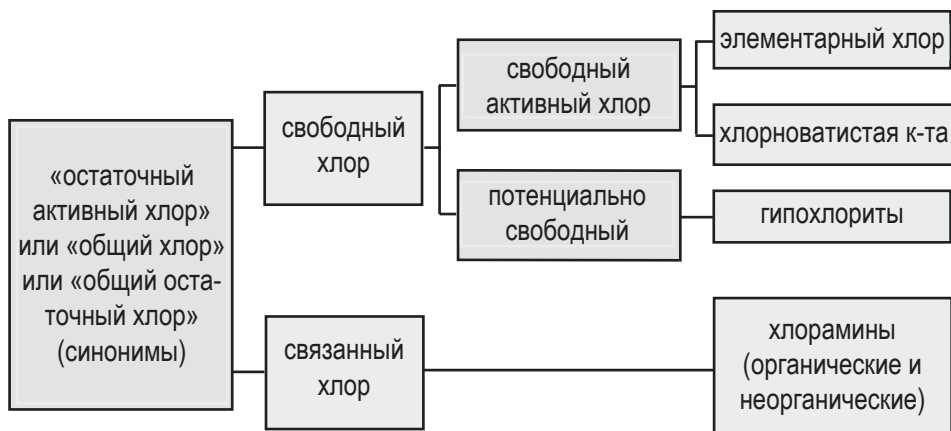


видно, что 1 моль йода выделяется под действием либо 70,9 г Cl<sub>2</sub>, либо 74,5 г NaOCl, поэтому (если принять условие, что в Cl<sub>2</sub> «содержится» 100% активного хлора) содержание активного хлора в NaOCl равно (70,9/74,5)\*100=95,2% [1].

■ Йодоводородная кислота окисляется легко и полностью, а образующийся йод очень просто определить количественно. На практике поступают так: навеску анализируемого вещества растворяют в воде и добавляют избыток подкисленного раствора KI; затем выделившийся йод (который прекрасно растворяется в избытке раствора KI) титруют раствором тиосульфата известной концентрации. Этот метод определения активного хлора положен в основу лабораторных методик выполнения измерений.

■ В химической аналитике измерение активного хлора, содержащегося в том или ином реагенте, представляет скорее академический интерес, гораздо чаще выполняется определение так называемого «остаточного активного хлора», этот показатель характеризует долю активного хлора, которая остаётся в обеззараженной воде по окончании процесса обработки. Иногда этот показатель даже именуют «остаточный хлор», подразумевая, что речь идёт всё же об активном хлоре, а не о хлоре, как элементе, входящем в состав химических соединений.

Таблица 4



■ В отечественной аналитике используется термин «остаточный активный хлор», за рубежом этот же показатель именуется «общий хлор», или «общий остаточный хлор», в свою очередь, этот показатель может подразделяться на «свободный», «потенциально свободный» и «связанный»



хлор. Для сопоставления результатов измерений, выполненных приборами, градуированными по различным стандартам, необходимо понимание взаимосвязи этих понятий, что иллюстрируется следующей схемой (Табл. 4):

■ Контроль содержания остаточного активного хлора имеет важное значение для управления процессом обеззараживания питьевой воды, кроме того, события последнего времени показывают, что существует также проблема оперативного автоматического контроля содержания остаточных количеств хлора и его соединений в воде плавательных бассейнов и аквапарков, поскольку реагенты, используемые для дезинфекции воды в бассейнах, содержат хлор в качестве активного действующего вещества.

■ Рассмотрим характеристики некоторых автоматических анализаторов, предназначенных для непрерывного контроля содержания остаточного хлора в потоке воды и методы измерения, положенные в основу их работы, табл. 5.

■ Видно, что в автоматических анализаторах используются главным образом четыре метода измерения: оптические (фотометрия и колориметрия), йодометрия, хемилюминесценция и электрохимический метод в различных вариантах (амперометрия, кондуктометрия и т.п.).

■ В анализаторе гипохлорита «АГХ-3», как можно судить по описанию этого прибора, производится прямое фотометрирование технологических растворов гипохлорита, при этом по результатам измерения оптической плотности судят о концентрации гипохлорита, растворённого в воде. Метод прост в реализации, позволяет определять содержание в воде высоких концентраций гипохлорита (от 20 г/дм<sup>3</sup> до 200 г/дм<sup>3</sup>), к некоторым неудобствам данного метода следует отнести его неселективность; в результате, при переходе от одной партии гипохлорита к другой для настройки анализатора требуется проведение дополнительных исследований в аналитической лаборатории.



Таблица 5. Автоматические анализаторы остаточного хлора в воде [5]

Наименование анализатора хлора	Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Метод измерения	Аналог методики выполнения измерений
АГХ-3	20...200 г/дм <sup>3</sup>	фотометрия	–
ВАКХ-2000 С	0,1...3,0	йодометрия	ГОСТ 18190-72, ISO 7393-3
Флюорат-АС-2	0,1...5,0	хемилюминесценция	МУК 4.1.965-99
CL-17	0,05...5,0	колориметрия с DPD	ISO 7393-2
PCA 300AC/D	0...5,0	колориметрия с DPD	ISO 7393-2
PCA 301AC/D	0...5,0	колориметрия с DPD	ISO 7393-2
АСХВ/М1031	0...1,0 0...2,0	электрохимия	–
АХВ-М3	0...2,5 0...5,0	электрохимия	–
КХВ-2	0...5,0	электрохимия	–
Chloromat 9184	0...5,0	электрохимия	–
Depolox 3 plus	0...0,2 0...20	электрохимия	–
MICRO/2000	0,01...5,0	электрохимия	–

■ Колориметрия с использованием реакции образования окраски в результате взаимодействия общего хлора с N`N-диэтил-1,4-фенилендиамином (N`N-diethyl-1,4-phenylenediamine, DPD), описанная в ISO 7393-2, использована в ряде зарубежных анализаторов (см. табл. 1), однако этот метод не получил широкого распространения ни в отечественной лабораторной аналитической практике, ни в отечественных разработках автоматических приборов. Причина этого может заключаться в сложности получения аттестованных растворов для калибровки, т.к. в

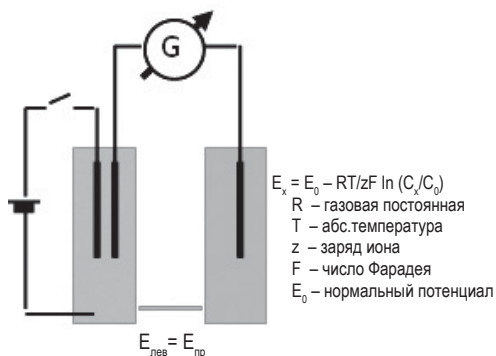
настоящее время отсутствует воспроизводимый эталон (стандартный образец) массовой концентрации остаточного активного хлора в воде, а использование имитатора (в виде ГСО йодистого калия) в данном случае невозможно.

■ Метод, основанный на хемилюминесценции люминола при воздействии на него активного хлора в щелочной среде, описанный в МУК 4.1.965-99, теоретически может обладать наибольшей чувствительностью среди всех рассматриваемых методов. На практике же чувствительность метода ограничивается качеством используемых химреактивов, а также присутствием в пробе воды других примесей, помимо активного хлора. Эти примеси оказывают влияние на интенсивность хемилюминесценции, а стало быть, и на результат измерения. Автоматический анализатор «Флюорат-АС-2» использует хемилюминесцентное излучение, возникающее в результате прямого окисления люминола свободным хлором для определения содержания свободного хлора в потоке воды. Градуировку анализаторов «Флюорат-АС-2» рекомендуется выполнять с использованием свежеприготовленных растворов гипохлорита натрия, концентрация активного хлора в которых предварительно устанавливается при помощи лабораторной йодометрической методики по ГОСТ 18190-72. Таким образом, для обеспечения работоспособности автоматических анализаторов типа «Флюорат-АС-2» предприятие должно иметь в своём составе химико-аналитическую лабораторию, поскольку приготовленные растворы гипохлорита неустойчивы и не могут сохранять аттестованное значение концентрации остаточного активного хлора в течение длительного времени.

■ Несмотря на то, что варианты электрохимических методов (см. табл. 5), используемые для индикации различных форм содержания хлора в воде, могут быть различны (кондуктометрия, амперометрия и т.п.), все они удобны для автоматизации, поскольку электрический сигнал формируется непосредственно в измерительной ячейке. Приборы, реализующие электрохимические методы, достаточно простые, отличаются невысокой стоимостью, не требуют для своей работы каких-либо химических реагентов. Однако этот метод весьма неселективен, пригоден для измерения вариации содержания активного хлора только в растворах с постоянным химическим составом и требует

периодической валидации, выполняемой традиционными лабораторными методиками, основанными на йодометрическом методе. В связи с этими особенностями приборы, использующие электрохимические методы, могут служить индикаторами содержания активного хлора преимущественно в технологических растворах, состав которых поддерживается постоянным. Использование электрохимических методов для контроля потоков питьевой воды или очищенных сточных вод, химический состав которых может варьироваться, вероятнее всего приведёт к получению ошибочного результата.

■ Рассмотрим подробнее принцип действия анализатора «ВАКХ-2000С», в котором реализован йодометрический метод измерения концентрации активного хлора. Метод измерения аналогичен тому, что положен в основу широкоизвестных лабораторных методик выполнения измерений, утверждённых в качестве ГОСТ 18190-72, а также ISO 7393-3.



**Рис. 6. Цепи измерений анализатора ВАКХ-2000С**

■ Измерительная ячейка анализатора «ВАКХ-2000С» состоит из двух сообщающихся между собой сосудов (рис. 6). В каждый из них помещён электрод, соединённый с гальванометром. Таким образом, создаётся замкнутая измерительная цепь, состоящая из правого электрода, электролита в правой части ячейки, электролитического мостика, электролита

в левой части ячейки, левого электрода и гальванометра. Разумеется, в качестве гальванометра используется современное электронное устройство, обеспечивающее получение электрического сигнала.

■ Если обе части измерительной ячейки заполнить раствором фонового электролита и ввести равные количества анализируемой пробы, то, в соответствии с формулой Нернста на электродах правой и левой части измерительной ячейки установится некоторый потенциал.

■ При этом если материал электродов и состав жидкости в правой и левой части одинаковый, то и потенциалы электродов будут равны:

$$E_{1\text{лев.}} = E_{1\text{пр.}}$$

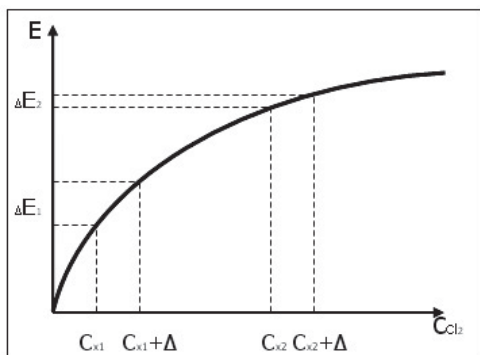
■ Если ввести пробу с другим содержанием активного хлора, то и в этом случае также установятся одинаковые потенциалы правого и левого электродов:

$$E_{2\text{лев.}} = E_{2\text{пр.}}$$

но они будут отличаться от первого случая:

$$E_{1\text{лев.}} \neq E_{2\text{лев.}}$$

■ При этом, поскольку потенциалы правой и левой части равны, ток в цепи не течёт. Каким же образом можно было бы определить значение потенциалов и, соответственно, концентрацию активного хлора? – Здесь используются свойства нелинейной (логарифмической) зависимости установившегося потенциала от концентрации анализируемого вещества, вид которой изображён на рисунке 7.



**Рис. 7. Иллюстрация метода расчёта концентрации остаточного активного хлора**

$C_{x1}$  – концентрация раствора № 1  
 $C_{x2}$  – концентрация раствора № 2  
 $\Delta$  – добавка активного хлора  
 $\Delta E_1$  – отклик на добавку в р-р № 1  
 $\Delta E_2$  – отклик на добавку в р-р № 2

■ Нелинейный характер зависимости позволяет, используя метод добавки одинаковых количеств йода, вносимых в левую часть измерительной ячейки, определить местонахождение точки установившегося потенциала и рассчитать по градуировочной кривой исходную концентрацию остаточного активного хлора в исследуемой пробе воды. Из рассмотрения рис. 7 видно, что вследствие нелинейного характера зависимости, одинаковые добавки йода вызывают различный отклик, в зависимости от местоположения исходной точки на оси концентраций. Таким

образом, предварительно отградуировав систему с использованием ГСО имитатора остаточного активного хлора, в дальнейшем можно производить измерения содержания активного хлора в реальных пробах воды.

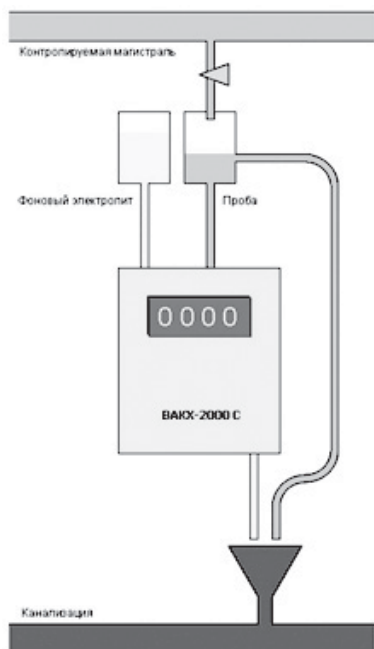
- Генерирование добавки йода происходит путём пропускания строго определённого и одинакового во всех случаях количества электричества по вспомогательной цепи, изображенной в левой части измерительной ячейки.

- Анализатор «ВАКХ-2000С» выпускается в двух модификациях: полуавтоматической, с ручным вводом пробы и автоматической - подсоединяемой к контролируемому потоку воды. Процесс измерения и в том и в другом случае производится автоматически: промывка, ввод фонового раствора, дозирование пробы и расчёт измеренной концентрации остаточного активного хлора. Этим анализатор «ВАКХ-2000С» существенно отличается от предшествующей модификации «ВАКХ-2000», при работе с которой оператору (химику-аналитику) приходилось выполнять ряд манипуляций вручную и постоянно следить за правильным ходом определения.

- Обе модификации анализатора «ВАКХ-2000С», производятся в пылебрызгонепроницаемом корпусе, имеют разъёмы для подключения внешних коммуникаций и интерфейс RS-232 для подключения компьютера. Автоматический анализатор «ВАКХ-2000С» оснащён устройством, которое обеспечивает поддержание концентрации активного хлора в заданном диапазоне.

- В качестве метрологического обеспечения эксплуатации этого типа анализаторов возможно использование ГСО 7104-94 - 7106-94 (йодат калия, имитатор остаточного активного хлора). При выполнении процедур калибровки прибора в его измерительный тракт вводятся растворы с известными концентрациями йодата калия, приготовленные на основе ГСО 7104-94 - 7106-94 путём разбавления водой по процедуре приготовления калибровочных растворов; процедура измерения в этом случае выполняется аналогично измерениям массовых концентраций остаточного активного хлора в пробах воды.

- Схема подключения автоматического анализатора «ВАКХ-2000С» к контролируемой магистрали представлена на рисунке 8.



**Рис. 8. Схема подключения ВАКХ-2000С к контролируемой магистрали**

- В верхней части прибора размещены два штуцера к которым подключается ёмкость с раствором фоновго электролита и устройство непрерывной подачи пробы. Контролируемая вода поступает из магистрали через вентиль, которым устанавливается такой поток жидкости, чтоб обеспечить сброс части пробы через байпас и не допустить перелива воды через край стакана.

- Слив отработанных растворов и слив байпаса осуществляется в канализацию с обязательным обеспечением разрыва струи.

- Цикл работы задаётся программно, оператору остаётся лишь контролировать уровень фоновго электролита и своевременно пополнять его.

- В случае необходимости, автоматический анализатор может быть подключён к компьютеру для архивирования результатов измерений, а пороговые реле верхнего и нижнего значения концентрации остаточного хлора позволяют организовать управление устройствами, дозирующими подачу газообразного хлора или хлорсодержащих реагентов.

- Полуавтоматический лабораторный анализатор «ВАКХ-2000С» отличается тем, что в этом случае нет необходимости в защите от перелива пробы. Заранее отобранная проба заливается в приёмную воронку анализатора, оператору остаётся вручную нажать кнопку «Пуск» и через 4 минуты считать на дисплее результат измерений, а в случае необходимости результаты можно архивировать при помощи внешнего компьютера.

## Заключение

■ Применение хлора для обеззараживания питьевой воды позволило предотвратить распространение опасных инфекций и спасти множество жизней. Можно вспомнить, что потребность в обеззараживании воды возникла на том этапе развития цивилизации, когда стали возникать крупные города и потребовалась защита их жителей от распространения инфекций с питьевой водой. Таким образом, если признать, что цивилизация наша главным образом урбанистическая, то можно утверждать, что хлорирование воды обусловило путь развития нашей цивилизации на определённом этапе.

■ За прошедшие сто лет технология обеззараживания питьевой воды стала совершеннее, появились новые виды реагентов, которые безопаснее в использовании, а по эффективности действия в некоторых случаях даже превосходят газообразный хлор. Изготовление хлорсодержащих обеззараживающих реагентов нового поколения безусловно обходится дороже, чем газообразного хлора (энергозатраты, производственные площади и т.п.).

■ Более высокая стоимость реагентов, а также строгие требования санитарных норм к питьевой воде диктуют необходимость обеспечения оптимального дозирования реагентов с обязательным **on-line** мониторингом остаточных количеств активного хлора. Измерительные приборы, пригодные для решения этой задачи, рассмотрены в данной статье. При выборе метода контроля и соответствующего анализатора необходимо обращать внимание на то, чтобы выполнялись требования ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [6], особенно в части прослеживаемости результатов измерений.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Леенсон Илья Хлор активный//Онлайн энциклопедия «Кругосвет». Электронный ресурс: [http://www.krugosvet.ru/enc/nauka\\_i\\_tehnika/himiya/HLOR\\_AKTIVNI.html](http://www.krugosvet.ru/enc/nauka_i_tehnika/himiya/HLOR_AKTIVNI.html)
2. Дзержговский С.К. О результатах опытной биологической очистки сточных вод в Царском Селе//Доклад VII Русскому водопроводному съезду в Москве 1905. М., 1907

3. Ягов Г.В. К 100-летию организации первой лаборатории Водоканала. Очерк истории//Вода: химия и экология, 2009. № 11, С. 40-42
4. Ягуд Б.Ю. Хлор как дезинфектант – безопасность при применении и проблемы замены на альтернативные продукты//5-й Международный конгресс ЭКВАТЭК-2002 Вода: экология и технология. 4-7 июня 2002 г.
5. Ягов Г.В. Анализ остаточного активного хлора автоматическими приборами контроля//Вода и экология. Проблемы и решения. 2009. № 1, С. 3-9
6. Федеральный закон Российской Федерации от 26 июня 2008 года №102-ФЗ Об обеспечении единства измерений. Опубликовано 2 июля 2008 г. Принят Государственной Думой 11 июня 2008 г. Одобрен Советом Федерации 18 июня 2008 года

---

***Подготовлено по материалам публикаций:***

***Ягов Г.В. Методы анализа остаточного активного хлора, используемые в автоматических приборах контроля://Материалы XIII научно-практического семинара “Вопросы аналитического контроля качества вод”, Москва, 23-26 сентября 2008, С. 43-47***

***Ягов Г.В. Анализ остаточного активного хлора автоматическими приборами контроля//Вода и экология. Проблемы и решения, 2009, № 1, С. 3-9***

***Ягов Г.В. Мониторинг остаточного активного хлора в питьевой воде// Вода: Химия и экология, 2010, № 5, С. 55-65***



# Анализаторы качества воды

## ВАКХ-2000С

Сертификат RU.C.31.022.A №32152,  
Госреестр №38152-08



Анализаторы ВАКХ-2000С предназначены для измерения массовой концентрации остаточного активного хлора в питьевой воде (например, на водопроводных станциях Водоканалов), а также в воде плавательных бассейнов, аквапарков и т.п. Реализован йодометрический метод измерения, соответствующий ГОСТ 18190-72 (ISO 7393-3).

#### Модификации:

- полуавтоматический (лабораторный) прибор;
- автоматический (щитовой, проточный) прибор.

Анализ остаточного активного хлора обязателен для всех предприятий, использующих для обеззараживания воды газообразный хлор, гипохлорит, хлорамины или другие хлоробразующие реагенты.

#### Технические характеристики

Диапазон измерений остаточного хлора	от 0,2 до 3,0 мг/дм <sup>3</sup>
Продолжительность однократного измерения	5 мин., не более
Температура анализируемой пробы воды	от +0,5 °С до +40 °С
Электрическое питание	= (12±0,5)В
Потребляемая мощность	12 Вт, не более
Габаритные размеры, не более	300×220×200 мм
Масса, не более	4 кг

194223, Санкт-Петербург, а/я 4  
(812) 552-9831, 552-2942, 591-6705  
mail@infogas.ru <http://www.infogas.ru>

# Нужны стандартные образцы и чистые вещества?





## **Современные требования в области разработки, утверждения, изготовления и применения ГСО**

■ С целью интеграции в международное сообщество наше государство предприняло в последние годы серьезные действия по ряду направлений, в том числе и в области обеспечения единства измерений (ОЕИ). В последнем случае это проявилось в двух основных направлениях:

- по гармонизации национальной нормативно-правовой базы с международными рекомендациями;

- по реорганизации национальной системы измерений.

■ Главным итогом этих действий явился новый Федеральный закон (ФЗ) «Об обеспечении единства измерений» (2008 г.) и ряд подзаконных актов, из которых в первую очередь следует отметить «Порядок проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа», утвержденный приказом Минпромторга от 30 ноября 2009 г. №1081, а также ПР 50.2.104-09, утвержденный Ростехрегулированием.

■ Попытка комплексного решения двух обозначенных выше задач, в области стандартных образцов (СО) привела к необходимости пересмотра действующего до настоящего времени порядка их разработки и производства.

■ По новому Закону, с одной стороны, СО выделены отдельно наравне со средствами измерений (СИ), и это от радно, поскольку такое положение соответствует международной метрологической практике.

■ С другой стороны для СО, применяемых в сфере государственного регулирования ОЕИ (ГСО), введено понятие испытаний в целях утверждения типа, которые проводит аккредитованный Испытатель. Ранее подобное практиковалось в нашей стране только для СИ, и не распространялось на СО, которые рассматривались тогда в качестве специфической разновидности СИ (меры).

■ В соответствии с ФЗ под испытаниями понимают работы по определению метрологических и технических характеристик однотипных СО, т.е. установление

значений аттестуемых характеристик СО, которые проводит аккредитованный испытатель по согласованной и оплаченной программе. В соответствии же с руководствами ИСО/РЕМКО предусмотрено экспериментальное установление химического состава (характеризация), которые проводит непосредственно разработчик (изготовитель). В итоге создалась парадоксальная ситуация - вместо гармонизации с международными правилами наблюдается отход от принципов, изложенных в руководствах ИСО/РЕМКО.

■ При этом за последний период утверждены документы, которые наоборот, соответствуют руководствам ИСО/РЕМКО (пусть и в неадекватном виде), например требования к компетентности производителей СО, но при этом противоречат концепции об испытаниях, изложенной в подзаконных актах (соответствующий порядок Минпромторга РФ и ПР 50.2.104-09).

■ Очевидно, что наличие столь существенных противоречий не способствует быстрому внедрению ФЗ (для которого и так был установлен переходный период в два года, до конца 2010 г.) и подзаконных актов в метрологическую практику.

■ В настоящее время появилась информация о том, что осенью 2010 г. все же предполагается внесение изменений в ФЗ.

■ В июне 2010 г. в г. Екатеринбурге, на базе ФГУП «УНИИМ» состоялось совещание специалистов в области разработки, производства, аттестации, утверждения и применения СО, которые представляли Ростехрегулирование, его метрологические институты и территориальные центры, отраслевые метрологические службы, организации разработчиков и производителей ГСО. Совещание специалистов, обсудив положения ФЗ «Об обеспечении единства измерений» № 102-ФЗ от 26 июня 2008 г. и подзаконных актов, касающиеся проведения испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа, подготовило и передало в Ростехрегулирование решение, в котором считает необходимым внесение следующих изменений и дополнений в вышеуказанный ФЗ:

1 Вернуться к практике утверждения типа стандартных образцов по результатам метрологической экспертизы материалов их разработки, при этом исключить понятие «испытания стандартных образцов в целях утверждения типа», поскольку вся имеющаяся отечественная и зарубежная практика свидетельствует о том, что установление метрологических и технических характеристик каждого

типа (партии) СО – это неотъемлемая часть процесса производства СО и должна выполняться компетентными производителями (разработчиками).

2 Исходить из того, что решение об утверждении типа стандартного образца принимается на основании положительных результатов метрологической экспертизы материалов по его разработке, выполненных государственными научными метрологическими институтами

3 Включить понятие обязательной метрологической экспертизы материалов разработки стандартных образцов.

■ Необходимость подобных изменений поддерживается подавляющим числом специалистов в области СО.

■ Очевидно, что внесение вышеупомянутых изменений в ФЗ, предполагает и последующее внесение соответствующих изменений в подзаконные акты, в том числе и в практически готовый новый ГОСТ Р на СО. Причем последний будет нуждаться в существенной переработке.

■ В этом – еще один парадоксальный момент текущего времени. В течение практически двух лет производители выпускают, а потребители используют ГСО, которые не соответствуют в полной мере ни новому ФЗ (испытания в целях утверждения типа СО пока не работают, и в случае пересмотра ФЗ скорее всего не будут уже работать никогда), ни действующему пока ГОСТ 8.315-97, который является межгосударственным стандартом стран СНГ, и распространяется в том числе на ГСО, которые признаны в качестве МСО.

■ По ГОСТ 8.315-97 основным документом, подтверждающим признание СО в качестве ГСО является Сертификат об утверждении типа. При этом уже скоро год, как таким документом в соответствии с ФЗ является соответствующее Свидетельство. Поскольку для ГСО, находящихся в Госреестре РФ замена Сертификатов на Свидетельства будет происходить по мере прекращения сроков действия Сертификатов (срок их действия, как правило – 5 лет), параллельное хождение двух разных по названию документов следует ожидать еще около четырех лет.

■ Сам факт необходимости замены Сертификатов на Свидетельства уже создал крупным разработчикам и изготовителям СО заметные проблемы в рамках СНГ, где действует ГОСТ 8.315-97, но не действует наш национальный ФЗ.

■ На данный момент в РФ широко используются МСО зарубежного производства, однако порядок их признания и применения в ФЗ и подзаконных актах не прописан.

■ ФЗ предусматривает, что ГСО для сферы государственного регулирования ОЕИ может выпускать только тот разработчик, который аккредитован на компетентность. Требования к компетентности производителей СО, соответствующие руководствам ИСО/РЕМКО, уже утверждены, однако отсутствует в утвержденном виде соответствующая система аккредитации. Мы не ожидаем каких-либо сдвигов в этой области до конца 1 квартала 2011 года.

■ ФЗ «Об обеспечении единства измерений» отменил лицензирование деятельности по изготовлению и ремонту СИ (куда собственно отнесено серийное производство ГСО), однако на самом деле лицензирование остается (поскольку не были внесены соответствующие изменения в ФЗ «О лицензировании отдельных видов деятельности») и останется в силе до тех пор, пока ему на смену не придет действующая система аккредитации производителей СО на компетентность. Введение аккредитации на компетентность следует только приветствовать, поскольку она станет эффективной заменой лицензирования и будет давать гарантии достаточных измерительных возможностей производителя.

■ По поводу измерительных возможностей производителя остановимся подробнее.

■ Так, ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 в качестве одного из основных требований подтверждения компетентности калибровочных и испытательных лабораторий устанавливает обеспечение ими прослеживаемости результатов выполняемых измерений к единицам системы СИ. По п. 5.6. калибровочная (испытательная) лаборатория должна устанавливать связь своих исходных эталонов (эталон сравнения) и средств измерений (СИ) с первичными эталонами единиц СИ. Одним из существенных факторов обеспечения прослеживаемости результатов измерений (особенно в области аналитического контроля воды) является использование стандартных образцов (СО), которые по возможности должны быть привязаны к единицам системы СИ или аттестованным СО.

■ И новый ФЗ предусматривает, что ГСО для сферы государственного регулирования ОЕИ должны характеризоваться однозначной прослеживаемостью



к единицам СИ, а это возможно только в том случае, если их производство будет базироваться на измерительной базе соответствующего уровня.

■ К таким ГСО с прослеживаемыми метрологическими характеристиками (МХ) могут быть отнесены только ГСО серийного производства, при этом их производитель должен быть обязательно аккредитован на компетентность. ГСО единичного производства, которые как возможную форму выпуска предполагает действующее законодательство, таким требованиям соответствовать не смогут.

■ Очевидно, что в случае ГСО серийного производства производитель:

- обладает соответствующей эталонной и инструментальной базой, уровень которой контролируется государством через уполномоченные организации посредством процедуры поверок и калибровок, а при необходимости и сличений;

- аккредитован на компетентность в области изготовления ГСО, и в этом случае контроль со стороны государства проявляется в виде проведения уполномоченными на это организациями регулярного инспекционного контроля, который может иметь в том числе и форму экспериментальной проверки измерительных процедур.

■ При этом случае следует только приветствовать, если производитель привлекает для целей установления аттестованных значений ГСО иные аккредитованные организации, имеющие достаточные измерительные возможности. Такой позитивный пример существует уже много лет в нашем случае, когда для каждой выпускаемой партии ГСО (а это порядка 150 типов) функции производителя и контролера разделены между нашим Центром и ЗАО «Центр исследования и контроля воды», а взаимоотношения организаций основаны на добровольном коммерческом договоре. Более того такой порядок разделения функций действует даже в том случае, когда измерительные возможности двух организаций совпадают, обеспечивая дополнительные независимые гарантии качества продукции.

■ Иная ситуация в случае ГСО единичного производства. Для этих ГСО ранее было достаточно проведения метрологической экспертизы (МЭ) технического задания и отчета, содержащего данные разработчика.

■ При единичном производстве у производителя, как правило, отсутствуют достаточные измерительные возможности, а МХ приписывались СО на основе



процедур приготовления без подтверждения результата. Для таких ГСО сложно что-либо гарантировать без дополнительного независимого экспериментального подтверждения сегодня, не будет полной уверенности, что последующий единичный выпуск когда-либо состоится, а если и состоится, то будет ли вообще сопоставимы его МХ с МХ предыдущих единичных партий.

■ Сегодня для калибровочной (испытательной) или аналитической лаборатории подтвердить прослеживаемость своих результатов к эталонам единиц СИ не так просто. Главная причина – отсутствие в сопроводительной документации (паспорт и инструкция по применению) необходимой информации, касающейся методов и средств аттестации используемых ими ГСО.

■ Так, действующий на сегодняшний день ГОСТ 8.315-97, определяющий основные положения в области разработки, утверждения и применения СО, не содержит требований о необходимости подтверждения прослеживаемости аттестованных значений СО. ГОСТ 8.315-97 также не требует от производителя указывать в сопроводительных документах на СО используемый им метод аттестации.

■ С другой стороны, стандарт устанавливает, что для метрологической аттестации (МА) СО допускается использовать методики аттестации, основанные на:

- применении эталонов (образцовых СИ - ОСИ), а также других СО, утвержденных в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315-97;
- использовании аттестованных методик выполнения измерений (МВИ);
- межлабораторной аттестации в соответствии с требованиями ГОСТ 8.532;
- расчетно-экспериментальной процедуре приготовления СО.

■ Очевидно, что уровень объективности и достоверности МА СО в этом перечне сверху вниз явно падает.

■ Для случая результатов МА СО свойств, как правило, проблем с прослеживаемостью нет, поскольку для этих целей используются соответствующие эталоны и образцовые СИ. Значительно больше проблем в случае подтверждения прослеживаемости результатов МА СО состава.

■ Руководство ИСО 35:2006 для обеспечения прослеживаемости аттестованных характеристик (АХ) СО состава к единицам системы СИ устанавливает несколько референтных («первичных») измерительных методов (кулонометрия,

гравиметрия, криометрия, масспектрометрия с изотопным разбавлением), которые являются абсолютными и не требуют для своей реализации каких-либо ГСО. СО, аттестованные «первичными» методами – «первичные» СО, имеющие наивысшие метрологические характеристики (МХ). Все остальные методы относятся к «методам сравнения», и их использование возможно только с применением СО. Прослеживаемость СО, аттестованных с применением «методов сравнения» («вторичные» СО, может быть реализована только при условии использования «первичных» СО, либо аттестованных смесей на их основе.

■ В действующем пока ГОСТ 8.315-97 не установлена классификация (разрядность) СО и методов их МА.

■ Предполагается, что в ближайшей перспективе паспорт ГСО будет более информативным, и будет содержать информацию об использующихся для аттестации методах и методиках, о прослеживаемости ГСО к единицам СИ, однако говорить о том, когда конкретно эта информация все же будет доступна потребителям пока проблематично. А подтверждать прослеживаемость результатов измерений лабораториям нужно уже сегодня.

■ Итак, какие рекомендации можно сформулировать для потребителей ГСО сегодня:

1 Отдавать предпочтение ГСО серийного производства (форма выпуска ГСО – единичное или серийное производство указывается в свидетельствах или сертификатах об утверждении типа. Поскольку эти документы для потребителей ГСО не тиражируются, установить форму выпуска можно по паспорту ГСО. Для ГСО серийного производства в паспорте указывается номер соответствующей партии).

2 Отдавать предпочтение тем ГСО серийного производства, для которых разработчик (производитель) готов предоставить подробную информацию о методике аттестации СО и об используемых для этих целей первичных (образцовых, эталонных) СИ и СО, а также о прослеживаемости этих ГСО. Особенно это важно знать в том случае, если СО аттестован по МВИ, процедуре межлабораторной аттестации или по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления (очевидно, подтвердить прослеживаемость результатов измерений к эталонам единиц системы СИ в последних случаях затруднительно, а может быть и вообще невозможно).

Такая информация может быть размещена разработчиком (производителем), например на сайте организации, опубликована в открытой печати (например, в специализированных журналах) или непосредственно предоставлена по соответствующему запросу потребителя.

3 Отдавать предпочтение «первичным» ГСО, аттестуемым «первичными методами», либо «вторичным» ГСО, для метрологической аттестации которых используются «первичные» ГСО.

4 Приобретать ГСО у производителей, имеющих действующую на сегодняшний день лицензию Ростехрегулирования на право производства СИ (ГСО).

Информацию о всех текущих изменениях в нормативной базе можно оперативно отслеживать на сайте [www.standmat.sp.ru](http://www.standmat.sp.ru).

---

**Статью подготовил к.х.н. А.Н. Атанов, генеральный директор ООО «ЦСОВВ»**



## ЦЕНТР СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ И ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

### ПЕРЕЧЕНЬ ПРОДУКЦИИ:

- ГСО состава водных растворов катионов и анионов, неорганических и органических веществ, в том числе многокомпонентные для спектрального анализа;
- ГСО свойств водных растворов (мутность, цветность, ХПК, БПК, УЭП, общая жесткость, общая щелочность, общая минерализация и пр.)
- ГСО состава чистых органических веществ и их растворов в органических растворителях;
- ГСО состава показателей качества нефтепродуктов, агро- и пищевой и др. видов продукции;
- Стандарт-титры pH по ГОСТ 8.134-98 и ГОСТ 8.120-99;
- Чистые органические вещества для хроматографии и спектрофотометрии.

198020 САНКТ-ПЕТЕРБУРГ, ул. Бумажная, д. 18, пом. 703

Тел./факс: (812) 363-22-32, 363-22-34, 428-49-54, 423-50-84

E-MAIL: [CSOVV@SOVINTEL.RU](mailto:CSOVV@SOVINTEL.RU); [CSOVV@MAIL.WPLUS.NET](mailto:CSOVV@MAIL.WPLUS.NET); [CSOVVL@MAIL.WPLUS.NET](mailto:CSOVVL@MAIL.WPLUS.NET)

[WWW.STANDMAT.SP.RU](http://WWW.STANDMAT.SP.RU)

## Газоанализаторы фирмы «Информаналитика»

### Контроль воздуха рабочей зоны

Контролируются: кислород, горючие газы (метан, пропан, гексан, водород, оксид углерода), токсичные газы ( $H_2S$ ,  $NH_3$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $NO_2$ ,  $SO_2$ ,  $Cl_2$ ,  $HCl$ ,  $HF$ ,  $O_3$ ) – по выбору заказчика.

### Переносные газоанализаторы (выносной или встроенный датчик)

- ОКА-92М – контроль кислорода и горючих газов;
- ОКА-92МТ – контроль кислорода, горючих и токсичных газов (выносной датчик, до 4-х газов, по выбору заказчика)

### Стационарные газоанализаторы (до 16 каналов на один прибор)

- ХОББИТ-Т-СО – для котельных, автостоянок и гаражей;
- ХОББИТ-Т-СО- $CH_4$  – для газовых котельных;
- ХОББИТ-Т- $O_2$ - $CH_4$ - $CO_2$ - $H_2S$ - $NH_3$  – для КНС;
- ХОББИТ-Т- $Cl_2$  – для хлораторных и хранилищ хлора;
- ХОББИТ-Т- $NH_3$  – для аммиачных холодильников.

Возможно взрывобезопасное исполнение с маркировкой ExibIIBT6.

*Все газоанализаторы сертифицированы как средство измерения, имеется разрешение Ростехнадзора на применение (№ ПРС 00-38055).*

### Контроль промвыбросов и отходящих газов

■ переносные газоанализаторы АНГОР – контроль состава промышленных выбросов, инспекционный (экологический) контроль источников загрязнения воздушной среды, настройка режимов горения контролируются:  $O_2$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $NO_2$ ,  $SO_2$ , давление/разрежение;

*Сертификат утверждения типа RU.C.31.001.A № 35240, Госреестр № 40610-09*

■ стационарные газоанализаторы АНГОР-С – контроль состава промышленных выбросов, управление режимом горения, контролируются:  $O_2$ ,  $CO$ ,  $NO$ .

*Свидетельство об утверждении типа RU.C.31.001.A № 35240, Госреестр № 40610-09*