

ВОДНАЯ ГАРМОНИЯ ЕВРАЗИЯ – II

**Избранные лабораторные работы для курсов
по водоснабжению и очистке сточных вод**





Методические указания к лабораторным работам для курсов по водоснабжению и очистке сточных вод / Сост.: А.О. Алиева, О.В. Груздева, Р.М. Маркевич, Т.И. Обушенко, Х. Ратнавир, О.В. Сангинова, Р.В. Смотраев, Н.М. Толстопалова – Project: Water Harmony, 2022. – 32с.

Методические указания
к лабораторным работам для курсов
по водоснабжению и очистке сточных вод



СОДЕРЖАНИЕ

1 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ КОАГУЛЯНТА.....	4
1.1 Теоретические сведения	4
1.2 Методика выполнения лабораторной работы	6
1.2.1 Приготовление растворов коагулянта.....	7
1.2.2 Приготовление модельной суспензии мутности из каолина.....	7
1.2.3 Ход анализа. Определение минимальной дозы коагулянта на модельной суспензии мутности.	8
1.2.4 Фотометрический метод определения мутности	9
1.3 Оформление лабораторного отчета.....	9
1.4 Контрольные вопросы	10
1.5 Рекомендуемая литература	10
2 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНОЙ ДОЗЫ КОАГУЛЯНТА В ДИНАМИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ ОСАЖДЕНИЯ.....	11
2.1 Теоретические сведения	11
2.2 Методика выполнения лабораторной работы	14
2.2.1 Ход выполнения работы.....	14
2.2.2 Определение содержания взвешенных веществ в исходной воде.	15
2.3 Оформление лабораторного отчета.....	15
2.4 Контрольные вопросы	15
2.5 Рекомендуемая литература	16
3 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БИОЛОГИЧЕСКОЙ ПОТРЕБНОСТИ В КИСЛОРОДЕ (БПК) СТОЧНЫХ ВОД.....	16
3.1 Теоретические сведения	16
3.2 Методика выполнения лабораторной работы	20

3.2.1. Опыт 1. Определение БПК.....	20
3.2.2 Приготовление разбавляющей воды.....	20
3.2.3 Подготовка культуры микроорганизмов.....	20
3.2.4 Подготовка пробы.....	21
3.2.5 Ход анализа.....	21
3.2.6. Опыт 2. Определение растворенного кислорода.....	21
3.2.7 Приготовление реактивов.....	22
3.2.8 Ход анализа.....	23
3.2.9 Обработка результатов.....	23
3.3 Оформление лабораторного отчета.....	24
3.4 Контрольные вопросы.....	24
3.5 Рекомендуемая литература.....	25
4 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА.....	26
4.1 Теоретические сведения.....	26
4.2 Методика выполнения лабораторной работы.....	29
4.2.1 Опыт 1. Калибровка оксиметра.....	29
4.2.2 Опыт 2. Определение влияния солесодержания на концентрацию кислорода в образцах модельных вод.....	30
4.2.3 Опыт 3. Определение влияния температуры на содержание кислорода в образцах воды.....	30
4.3 Оформление лабораторного отчета.....	31
4.4 Контрольные вопросы.....	31
4.5 Рекомендуемая литература.....	31

1 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ КОАГУЛЯНТА



Он-лайн поддержка

https://drive.google.com/file/d/114LdOHZgxV7c9UP02wzq4M_0LTM_mfT2/view?usp=share_link

1.1 Теоретические сведения

Основной причиной неприятного вкуса, цвета, запаха, а также мутности питьевой воды являются коллоидные частицы. Коллоидные частицы могут быть:

- минеральными (осадочные породы, коллоидные глины, гидроокиси и соли металлов);
- органическими (гуминовые и фульвиновые кислоты, образующиеся при разложении растительных и животных остатков, красители, поверхностно-активные вещества и пр.);
- биологическими (микроорганизмы, включая бактерии, планктон, водоросли и вирусы).

Размер коллоидных частиц - менее 1 микрона в диаметре. Вследствие этого отношение их поверхности к массе становится настолько большим, что суммарный отрицательный электрический заряд на их поверхности вызывает взаимное отталкивание частиц. Электростатические силы отталкивания препятствуют самопроизвольному слиянию коллоидных частиц и образованию больших масс, легко удаляемых в процессе очистки.

Сточные воды многих производств также могут представлять собой низкоконцентрированные суспензии, содержащие мелкодисперсные частицы размером 0,1–10 мкм и более, а также коллоидные частицы размером 0,001–0,1 мкм.

Для того чтобы нарушить агрегативную устойчивость таких систем используют методы коагуляции и флокуляции, для этого в системы вводят специальные вещества - коагулянты.

Коагуляция (от лат. Coagulatio – свертывание, сгущение) – слипание частиц коллоидной системы при их столкновении. В результате коагуляции образуются более крупные (вторичные) частицы, состоящие из скопления более мелких (первичных). Первичные частицы в таких скоплениях соединены силами межмолекулярного взаимодействия непосредственно или через прослойку окружающей (водной) среды. Коагуляция сопровождается прогрессирующим укрупнением частиц (увеличением размера и массы частиц) и уменьшением их числа в объеме дисперсионной среды и протекает

за счет дестабилизации частиц нерастворимых осадков и коллоидных частиц тяжелых металлов (путем нейтрализации их заряда).

Коагуляция ускоряется под воздействием внешних факторов: добавка коагулянтов и флокулянтов; изменение pH, температуры, концентрации растворенных солей, режима перемешивания среды и т.д.

Коагулянты – соли поливалентных металлов (наиболее распространены соли алюминия и железа (III)), которые при гидролизе образуют хлопья, адсорбирующие примеси воды. Минимальная концентрация введенного коагулянта, вызывающая коагуляцию в воде, называется порогом коагуляции.

Флокуляция – (от лат. Floculi – клочья, хлопья), вид коагуляции, при которой мелкие частицы, находящиеся во взвешенном состоянии в жидкой среде, образуют рыхлые хлопьевидные скопления, т. н. флокулы. Флокуляция в жидких дисперсных системах (золях, суспензиях, эмульсиях, латексах) происходит под влиянием специально добавляемых веществ – флокулянтов, а также при тепловых, механических, электрических и пр. воздействиях. Флокулянты – вещества, создающие “молекулярные стяжки”, объединяющие частицы коллоидной системы в агрегаты

Коагулянты дестабилизируют коллоидную взвесь посредством таких основных механизмов:

1) Нейтрализация поверхностного заряда коллоидных частиц. Положительно заряженные коагулянты нейтрализуют отрицательный заряд, окружающий коллоидные частицы. Когда заряд вокруг каждой частицы нейтрализован, они постепенно сближаются, уменьшая свой эффективный радиус, становятся неустойчивыми и могут сталкиваться друг с другом.

2) Химическое связывание – образование химических мостиков. В этом случае образованию хлопьев способствует полимерная природа коагулянтов. Их длинные молекулярные цепочки подхватывают агломерированные частицы, образуют мостики от одной поверхности к другой, связывая отдельные хлопья в крупные, легко удаляемые массы.

3) Сжатие двойного слоя частиц.

Эффективность коагулянтов может быть оценена на модельных растворах мутности и цветности по сравнению с существующими коагулянтами либо на реальных сточных водах. При этом исследования удобно вести с помощью специального оборудования: флокуляторов – программируемый блок управления от шести мешалок с возможностью их индивидуального управления (регулирование скорости и времени перемешивания по стадиям коагуляции).

Коагулянты характеризуются такими основными показателями:

– **минимальная доза коагулянта в модельной суспензии мутности M_m , мг/дм³**: Количество коагулянта в пересчете на оксид основного вещества, достаточное для снижения мутности 1 дм³ модельной суспензии до 1,5 мг/дм³.

– **минимальная доза коагулянта в модельном растворе цветности** M_c , мг/дм³: Количество коагулянта в пересчете на оксид основного вещества, достаточное для снижения цветности 1 дм³ модельного раствора цветности до 20° по стандартной шкале.

– **эффективность коагулянта**: Сравнительная характеристика коагулянта, выраженная значением его минимальных доз, необходимых для достижения требуемых показателей очищенной воды, в модельной суспензии мутности и модельном растворе цветности.

– **оптимальная доза коагулянта**: Наименьшее количество коагулянта в пересчете на оксид основного вещества, мг/дм³, необходимое для достижения нормативов по мутности, цветности, перманганатной окисляемости, алюминию, железу и водородному показателю в 1 дм³ воды источника водоснабжения.

Вопросы для самопроверки:

1. Что такое коагуляция?
2. Какие основные механизмы дестабилизации коллоидных систем?
3. Какие факторы влияют на скорость коагуляции?
4. Что такое флокуляция?
5. Что такое минимальная доза коагулянта в модельной суспензии мутности?
6. Что такое минимальная доза коагулянта в модельном растворе цветности?
7. Что такое эффективность коагулянта?
8. Что такое оптимальная доза коагулянта?

1.2 Методика выполнения лабораторной работы

Цель работы. Освоить метод определения минимальной дозы коагулянта на модельной суспензии мутности.

Задание. Определить эффективность коагулянта по модельной суспензии мутности.

Оборудование, материалы и реактивы:

– Flocculator 2000 (или аналог); термостат, обеспечивающий проведение испытаний при температуре (20±1) °С; термометры с диапазоном измерения температур 0-50 °С и ценой деления 0,5 °С; колбы для фильтрата; рН-метр со стеклянным электродом и погрешностью измерения, не превышающей 0,1 рН; весы лабораторные общего назначения, 2-го класса точности, с пределом взвешивания 200 г; шкаф электрический сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 105-110 °С; меры массы общего назначения, 2-го класса точности; колбы мерные 100, 200, 1000, 2000 мл; пипетки 1, 2, 5, 10, 25 мл; стаканы 50, 1000 мл; воронки стеклянные для фильтрования; бумага фильтровальная ФОБ-1; фильтры мембранные нитроцеллюлозные №4; фотоэлектроколориметр любой марки с зеленым светофильтром $\lambda=530$ нм;

кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 и 100 мм; центрифуга; прибор для фильтрации через мембранные фильтры с водоструйным насосом;
– каолин; дистиллированная вода; калия пиррофосфат или натрия пиррофосфат; ртуть хлорная; формалин; хлороформ.

Порядок выполнения работы.

1.2.1 Приготовление растворов коагулянта.

Определяют массовую концентрацию основного вещества коагулянта в пересчете на оксид металла. Определение массовой концентрации основного вещества в коагулянте и приготовленном растворе - по нормативному документу на коагулянт конкретного типа. Для приготовления рабочего раствора пробу коагулянта, содержащую 1,0 г оксида металла, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

1.2.2 Приготовление модельной суспензии мутности из каолина.

Для точного определения эффективности коагулянта используют стандартные рабочие суспензии, приготовленные, например, в соответствии с ГОСТ Р 51642-2000 Коагулянты для хозяйственно-питьевого водоснабжения. Общие требования и метод определения их эффективности.

Взвешивают 25-30 г каолина, добавляют в него 3-4 л дистиллированной воды и тщательно взбалтывают. Полученную суспензию выдерживают 24 часа при комнатной температуре. Через 24 часа осторожно отбирают верхнюю часть не осветлившейся жидкости. К оставшейся части (с осадком) вновь приливают воду до прежнего объема, взбалтывают и снова выдерживают 24 часа. После, вновь отбирают верхнюю часть не осветлившейся жидкости, и снова доводят оставшуюся жидкость (с осадком) до прежнего объема. Эту операцию проводят три раза, каждый раз присоединяя не осветлившуюся в течении суток суспензию (верхнюю часть раствора) к ранее собранной.

Полученную суспензию взбалтывают, выдерживают трое суток и отбирают жидкость над осадком.

К полученному осадку добавляют 100 мл дистиллированной воды, взбалтывают и получают *основную стандартную суспензию*.

Концентрацию полученной суспензии определяют гравиметрическим методом. Для чего из хорошо перемешанной суспензии отбирают 5 мл и помещают в высушенный до постоянной массы тигель (m_T). Высушивают при температуре 105 °С до постоянной массы ($m_{T,oc}$) и взвешивают с точностью до 0,001 г и рассчитывают содержание каолина в 1 дм³ суспензии:

$$C_{o.c.c.} = (m_{T,oc} - m_T)/0,005.$$

Основная стандартная суспензия должна содержать около 4 г/дм³.

Основную стандартную суспензию стабилизируют пиррофосфатом калия или натрия (200 мг на 1 дм³) и консервируют насыщенным раствором хлорной

ртути (1 см^3 на 1 дм^3), формалином (10 см^3 на 1 дм^3) или хлороформом (1 см^3 на 1 дм^3).

Основная стандартная суспензия хранится в течение 6 мес.

Для приготовления *промежуточной суспензии мутности* основную стандартную суспензию взбалтывают и готовят из неё суспензию, содержащую 100 мг/дм^3 каолина. Для этого отбирают объем основной суспензии, содержащий 100 мг каолина, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 , доводят объем колбы дистиллированной водой до метки. После этого промежуточную суспензию взбалтывают, отбирают мерной пипеткой 50 мл , переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 , доводят объем колбы дистиллированной водой до метки и получают *рабочую модельную суспензию мутности*, содержащую 5 мг/дм^3 каолина. Рабочую модельную суспензию хранят не более 24 часов.

1.2.3 Ход анализа. Определение минимальной дозы коагулянта на модельной суспензии мутности.

1. Стаканы для проведения коагуляции перед заполнением их модельными растворами не менее двух раз ополаскивают дистиллированной водой.

2. В стаканы, помещенные в термостат, наливают по $1,0 \text{ дм}^3$ модельной суспензии мутности, опускают мешалки в стаканы и включают подачу теплоносителя и мешалки. Скорость перемешивания - 140 об/мин . Время термостатирования - до достижения суспензией температуры испытания (4 ± 1) °C или (20 ± 1) °C. Теплоносителем может служить водопроводная вода.

3. В первый, второй, третий, ... n-ый стаканы для коагуляции модельной суспензии добавляют соответственно по $0,1; 0,2; 0,3; \dots, n \text{ см}^3$ рабочего раствора коагулянта, и перемешивают. Массовая концентрация коагулянтов в пересчете на оксид основного вещества в первом, втором, третьем, ... , n-ом стакане для коагуляции составит соответственно $0,1; 0,2; 0,3; \dots, n \text{ мг/дм}^3$. Время перемешивания - 3 мин . После этого скорость перемешивания в течение 10 с плавно снижают или автоматически переключают на скорость 40 об/мин и перемешивают 15 мин .

4. Измеряют рН в начале медленного перемешивания.

5. Мешалки выключают и вынимают из стаканов. Время отстаивания растворов - 30 мин .

6. Из каждого стакана отбирают пробы, погружая пипетку на $3\text{-}5 \text{ см}$ ниже уровня раствора, и проводят определение мутности и водородного показателя.

7. Строят график в координатах «доза коагулянта, мг/дм^3 - мутность, мг/дм^3 » и определяют минимальную дозу коагулянта M_m при значении мутности, равном $1,5 \text{ мг/дм}^3$ (пример на рис.1).

1.2.4 Фотометрический метод определения мутности

1. Мутность воды определяют фотометрически - путем сравнения проб исследуемой воды со стандартными суспензиями. Результаты измерений выражают в мг/дм³ (при использовании основной стандартной суспензии каолина).

2. Построение градуировочного графика.

Градуировочный график строят по стандартным рабочим суспензиям, готовящимися из рабочей модельной суспензии мутности (раствор №1). Для этого рабочую модельную суспензию мутности разбавляют до концентрации каолина 5,0; 4,0; 3,0; 2,0; 1,5; 1,0; 0,5 мг/дм³. Полученные значения оптической плотности и соответствующие им концентрации стандартных рабочих суспензий – мутность в мг/дм³ наносят на график.

Таблица 1 – Построение градуировочного графика

Раствор №1, мл	50	40	30	20	15	10	5
Вода, мл	0	10	20	30	35	40	45
Мутность, мг/дм ³	5,0	4,0	3,0	2,0	1,5	1,0	0,5
Оптическая плотность							

3. Проведение испытания.

Перед проведением испытания во избежание ошибок проводят калибровку фотоколориметров по жидким стандартным суспензиям мутности с известной оптической плотностью.

В кювету с толщиной поглощающего свет слоя 100 мм вносят хорошо взболтанную испытуемую пробу и измеряют оптическую плотность в зеленой части спектра ($\lambda = 530$ нм). Содержание мутности в мг/дм³ определяют по соответствующему градуировочному графику.

Результаты измерений заносят в лабораторный отчет.

1.3 Оформление лабораторного отчета

Полученные данные сводят в таблицу 2 и строят график зависимости в координатах «доза коагулянта, мг/дм³ - мутность, мг/дм³» (рис.1).

В отчет по лабораторной работе вносят следующие сведения: номер и тему работы; цель работы; оборудование, материалы и реактивы, которые использованы в работе; краткое описание опытов и порядок их выполнения; таблицу 1; градуировочный график; таблицу 2; график зависимости в координатах «доза коагулянта, мг/дм³ - мутность, мг/дм³», построенный по данным таблицы 2; вывод о минимальной дозе коагулянта в модельной суспензии мутности.

Таблица 2 – Результаты измерений.

Наименование показателей	Номер стакана						
	0*	1	2	3	4	5	6
Количество коагулянта, мл	-						

Доза коагулянта, мг/дм ³	-						
Время начала образования хлопьев, с	-						
Время начала осаждения хлопьев, с	-						
Время полного осаждения хлопьев, мин	-						
Вид хлопьев	-						
Мутность, мг/дм ³	5						
рН							

* Исходный раствор (модельная суспензия мутности)

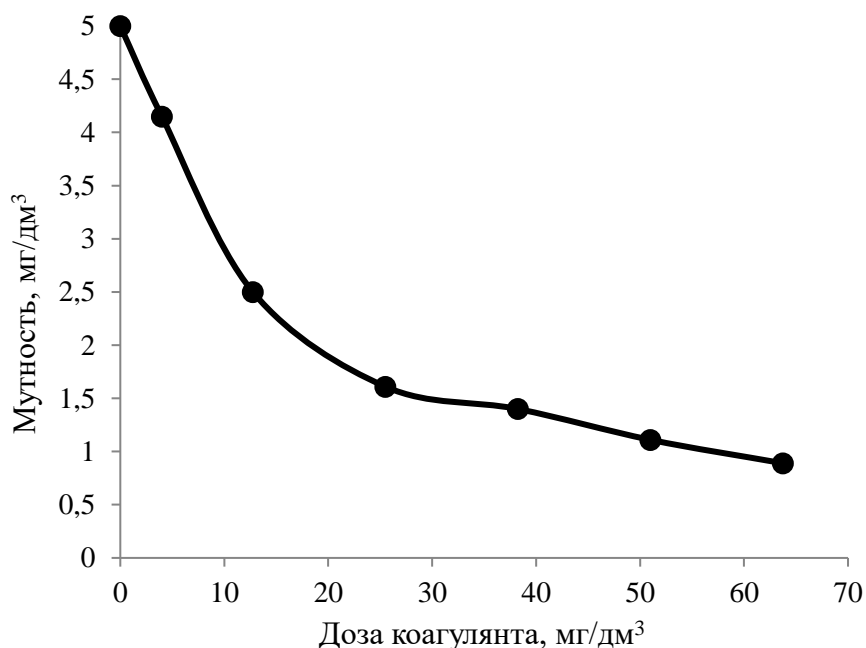


Рисунок 1 - Пример графика зависимости в координатах «доза коагулянта, мг/дм³ - мутность, мг/дм³»

1.4 Контрольные вопросы

1. Какую концентрацию имеет рабочая модельная суспензия мутности?
2. Каким методом определяют мутность суспензий?
3. При какой длине волны проводят измерение мутности на фотоколориметре?
4. Сколько времени можно хранить рабочую модельную суспензию мутности?
5. Какие реагенты используют для стабилизации основной стандартной суспензии?
6. Зачем строить калибровочную кривую?

1.5 Рекомендуемая литература

1. Физико-химические методы очистки воды. Управление водными ресурсами / Под редакцией И. М. Астрелина и Х. Ратнавиры. Проект "Водная гармония", 2015. – 615 с.

2. ГОСТ Р 51642-2000 Коагулянты для хозяйственно-питьевого водоснабжения. Общие требования и метод определения их эффективности. Дата введения 2001-07-01.

2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНОЙ ДОЗЫ КОАГУЛЯНТА В ДИНАМИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ ОСАЖДЕНИЯ



Он-лайн поддержка

https://drive.google.com/file/d/1wMMU9IEXy_dbthe_6WircZLXx9x3xtJ/view?usp=share_link

2.1 Теоретические сведения

Оптимальную дозу коагулянта, которая обеспечивает необходимый эффект осветления воды, устанавливают экспериментально пробным коагулированием, которое является одним из элементов технологического анализа.

Укрупнение коллоидных частиц, образующихся в процессе гидролиза коагулянтов, происходит постепенно в течение длительного времени, что требует использования крупногабаритного громоздкого оборудования. В начальный период времени после внесения коагулянтов в воду образуются агрегаты, масса которых ещё недостаточна для выпадения из раствора (это так называемая стадия скрытой коагуляции). Затем в результате укрупнения образуются хлопья, легко видимые невооружённым глазом, которые оседают под действием гравитационных сил (стадия седиментации или осаждения).

Следует отметить, что в течение коагуляции в растворе проходят сложные процессы: сжатие двойного слоя, нейтрализация зарядов, образование мостиков (в случае использования органических коагулянтов или органических полимеров), химическое связывание.

В процессе гидролиза неорганических коагулянтов, например, сульфата алюминия образуются положительно заряженные частицы золя гидроксида алюминия относительно небольших размеров, которые взаимодействуют, как с отрицательно заряженными частицами сточной воды, так и между собой. То есть, в коагуляции принимают участие разные частицы, таким образом происходит *гетерокоагуляция*. Положительно заряженные поляидерные аквагидроксикомплексы алюминия (мицеллы) и более крупные агрегаты золя, которые образуются в результате гидролиза коагулянта, а также менее поляризованные аквагидроксикомплексы собираются на поверхности глинистых

или других минеральных или органических частиц. При этом происходит их взаимодействие с гидратной оболочкой глинистой частицы с образованием водородных связей и одновременно нейтрализуется заряд. Осуществляется *нейтрализационная коагуляция*. В результате этого взвешенные частицы и другие коллоидные примеси покрываются плотным слоем частиц гидроксида алюминия (рис.2).

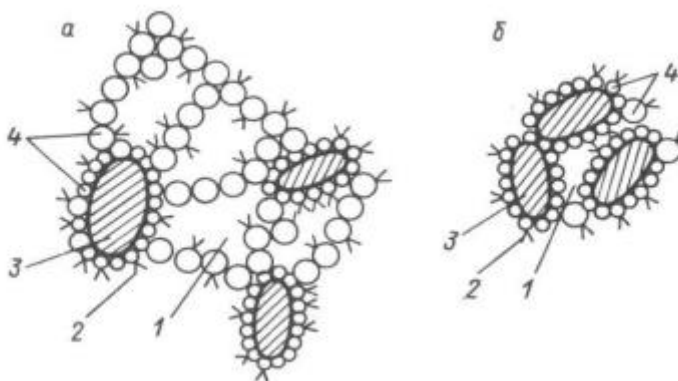


Рисунок 2 – Структура хлопьев при малой (а) и большой (б) концентрации коллоидных примесей в очищаемой воде (1 – захваченная вода; 2 – гуминовые вещества; 3 – глинистые частицы; 4 – коллоидные частицы гидроксида алюминия)

Глинистые частицы, покрытые "шубой" более мелких шаровидных хлопьев гидроксида алюминия, соединяются цепочными структурами, образуя мозаичную структуру (рис.2). Образование цепей-мостиков происходит при малой концентрации глинистых частиц в очищаемой воде (рис.2, а). При повышении содержания последних (покрытых "гидроксидной шубой") они могут соединяться, образуя более плотные хлопья (рис.2, б). В случае крупных глинистых частиц процесс требует меньших расходов коагулянта.

Коагуляция цепочек гидроксида алюминия с глинистыми частицами, покрытыми "гидроксидной шубой", происходит в результате перемещения частиц с разными скоростями под действием силы гравитации (*гравитационная коагуляция*) или благодаря интенсивному перемешиванию (*градиентная коагуляция*).

Гравитационная коагуляция происходит в результате инерционных явлений осаждения и притягивания частиц. Инерционные силы действуют в случае прямого столкновения относительно больших (свыше 100 нм) полидисперсных частиц.

Градиентная коагуляция имеет место в поли- и монодисперсных системах, если размер частиц составляет свыше 2000-3000 нм. Скорость градиентной коагуляции растёт с увеличением интенсивности



перемешивания. В результате движения микро- и макропотоков с разной скоростью при увеличении сверхмицеллярных агрегатов (хлопьев) растут неравномерные напряжения на отдельных участках структуры хлопьев, которые вызывают их разрушение.

В процессе образования шаровидных агрегатов и цепочных структур, соединённых в кольца (мозаику), образуются пространства, заполненные водой. Вследствие этого коагулянт содержит значительное количество воды, которая трудно удаляется во время обезвоживания. Особенно трудно удалить воду из пространств между шаровидными частицами золя. В конце концов образуются большие хлопья порядка нескольких микрометров, а иногда нескольких миллиметров. Под действием сил гравитации они оседают на дно отстойника вследствие чего вода осветляется.

Следовательно, весь процесс очистки воды, начиная с образования мицелл (первых "кирпичиков" структуры хлопьев) и заканчивая их осаждением, условно можно разделить на несколько этапов.

На первом этапе, после введения коагулянта в очищаемую воду, происходит его гидролиз с образованием мицелл и последующим их агрегирование в большие шаровидные частицы золя (10-100 нм). Появляется опалесценция, это так называемая стадия скрытой коагуляции. Потом наступает период построения цепочных структур и образования огромного количества мельчайших хлопьев, которые агрегируются и, достигнув определенных размеров, под действием силы гравитации оседают – стадия седиментации. В действительности эти этапы не следуют четко друг за другом, а перекрываются, осложняя процесс очистки.

Коагуляция с перемешиванием позволяет увеличить время контакта и поверхность контакта частиц с примесями воды, что позволяет большему их количеству адсорбироваться на поверхности коллоидных центров и соответственно улучшает процесс очистки.

Необходимым условием наиболее полного протекания процесса гидролиза коагулянтов является связывание образующихся ионов H^+ (во избежание возможности протекания обратной реакции гидролизу), что достигается подщелачиванием воды. Из щелочных реагентов наиболее часто используют известь, известковое молоко, карбонат кальция, кальцинированную соду, едкий натр, гидрокарбонат натрия. Известковое молоко, содержащее большое количество твердой фазы, особенно эффективно при очистке маломутных вод: добавление дисперсных материалов способствует ускорению коагулирования. Если необходимо создать в воде дополнительный щелочной резерв и улучшить коагулирование за счёт механических добавок, подщелачивающие реагенты вводят перед подачей коагулянта.

Следует отметить, что осадок гидроксида алюминия более рыхлый, чем гидроксида железа, осаждается с меньшей скоростью, имеет больший объем

за счёт удержания большего объема воды. К тому же растворимость гидроксида железа значительно ниже, чем у гидроксида алюминия. Также, коагулянты на основе солей алюминия не эффективно работают при низких температурах воды или при резких перепадах температуры, однако они лучше "справляются" с цветностью воды.

2.2 Методика выполнения лабораторной работы

Цель работы. Определение оптимальной дозы коагулянта и освоение методики очистки воды от взвешенных веществ.

Задание. Определить эффективность очистки сточной воды используемыми коагулянтами по содержанию взвешенных веществ.

Оборудование и реактивы:

– Floculator 2000 (или аналог); термостат, обеспечивающий проведение испытаний при температуре (20 ± 1) °С; термометры с диапазоном измерения температур 0-50 °С и ценой деления 0,5°С; колбы для фильтрата; весы лабораторные общего назначения, 2-го класса точности, с пределом взвешивания 200 г; весы аналитические; шкаф электрический сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 105-110 °С; меры массы общего назначения, 2-го класса точности; колбы конические 500 мл; пипетки 1, 2, 5, 10, 25 мл; стаканы 1000 мл; воронки стеклянные для фильтрования; бумага фильтровальная; эксикатор;

– каолин; дистиллированная вода; модельная вода 20 дм³ с мутностью 300 мг/дм³; дистиллированная вода; растворы коагулянтов FeCl₃ и AlCl₃ концентрацией 25 мг/дм³.

Порядок выполнения работы.

Проведение коагуляции в динамическом режиме осуществляют на установке с использованием Floculator 2000. Проводят два опыта с разными коагулянтами:

Опыт 1. Коагуляция в динамическом режиме с использованием коагулянта FeCl₃.

Опыт 2. Коагуляция в динамическом режиме с использованием AlCl₃.

2.2.1 Ход выполнения работы.

1. Подключить установку к источнику тока.
2. Наполнить стаканы анализируемой водой.
3. Внести в каждый стакан раствор коагулянта, при этом доза коагулянта может изменяться от 10 до 400 мг/ дм³.
4. Включить мешалку на максимальные обороты в течение 2-х минут.
5. Переключить мешалку на среднюю скорость на 20-30 минут.
6. Установить мешалку на минимальные обороты и оставить ещё на 10 минут.
7. Выключить мешалки, осторожно слить из каждого стакана слой осветленной воды (не взмучивая осадок) в отдельные колбы и провести анализ

очищенной воды из каждой колбы на содержание грубодисперсных частиц, по методике приведенной ниже.

8. Сравнить полученные данные и сделать вывод относительно оптимальной дозы коагулянта.

2.2.2 Определение содержания взвешенных веществ в исходной воде. Беззольные фильтры "Белая лента" помещают в бюксы и высушивают при открытых крышках при 105°C в течение 2 часов, охлаждают закрытые бюксы с фильтром в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

Сквозь фильтр пропускают 100-1000 см³ природной или сточной воды (в зависимости от содержания грубодисперсных частиц), осадок со стенок колбы смывают небольшой порцией фильтрата в воронку с фильтром.

После фильтрования фильтр с осадком переносят в тот же бюкс (бюксы и фильтры пронумеровать!), высушивают при 105°C, охлаждают в эксикаторе и взвешивают, закрыв крышкой. Высушивание, охлаждение и взвешивание повторяют до постоянства массы.

Массовую концентрацию грубодисперсных примесей вычисляют по формуле:

$$W = (a - b) \cdot 1000/V,$$

где W – массовая концентрация грубодисперсных примесей, мг/дм³; a – масса бюкса с осадком на фильтре, мг; b – масса бюкса с высушенным фильтром, мг; V – объём воды, см³.

По результатам экспериментов обосновывают выбор оптимальной дозы коагулянта и типа коагулянта.

2.3 Оформление лабораторного отчета

В отчет по лабораторной работе вносят следующие сведения: номер и тему работы; цель работы; оборудование, материалы, и реактивы, которые использованы в работе; краткое описание опытов и порядок их выполнения; результаты измерений и расчетов; значения массовой концентрации грубодисперсных примесей, полученных в ходе анализа очищенной воды; вывод с обоснованием выбора оптимальной дозы коагулянта.

2.4 Контрольные вопросы

1. Перечислите параметры, которые влияют на эффективное проведение процесса коагуляции.
2. Охарактеризуйте влияние гидродинамического режима на формирование осадка водоочистки.
3. Назовите источники образования загрязнений коллоидной степени дисперсности в природных и промышленных сточных водах.
4. Виды механизмов коагуляции, стадии образования и строение мицеллы.

5. Охарактеризуйте коагулянты, которые используются в процессах водоподготовки.
6. От каких параметров зависит выбор дозы коагулянта?
7. Обоснуйте химизм процесса коагуляции.

2.5 Рекомендуемая литература

1. Физико-химические методы очистки воды. Управление водными ресурсами / Под редакцией И. М. Астрелина и Х. Ратнавиры. Проект "Водная гармония", 2015. – 615 с.

3 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ БИОЛОГИЧЕСКОЙ ПОТРЕБНОСТИ В КИСЛОРОДЕ (БПК) СТОЧНЫХ ВОД



Он-лайн поддержка

https://drive.google.com/file/d/1zwakeDsPRk2izLTxS_BRyF2SmPQ3j33g/view?usp=share_link

3.1 Теоретические сведения

Санитарно-химические показатели загрязнения сточных вод.

Сточные воды – воды, отводимые после использования в бытовой и производственной деятельности человека. Объем промышленных и бытовых стоков, образующихся в мире ежегодно, достигает 700 млрд м³.

Сложность состава сточных вод и невозможность определения каждого из загрязняющих веществ приводит к необходимости применения групповых (интегральных) показателей свойств воды, без идентификации отдельных веществ.

Полный санитарно-химический анализ сточных вод предполагает определение следующих показателей: температуры, окраски, запаха, прозрачности, величины рН, сухого остатка, плотного остатка и потерь при прокаливании, взвешенных веществ, оседающих веществ по объему и по массе, перманганатной окисляемости, химической потребности в кислороде (ХПК), биохимической потребности в кислороде (БПК), азота (общего, аммонийного, нитритного, нитратного), фосфатов, хлоридов, сульфатов, тяжелых металлов и других токсичных элементов, поверхностно-активных веществ, нефтепродуктов, растворенного кислорода, микробного числа, бактерий группы кишечной палочки (БГКП), яиц гельминтов.

Кроме перечисленных, в число обязательных показателей на городских очистных станциях может быть включено определение специфических примесей, поступающих в водоотводящую сеть от конкретных промышленных предприятий.

Температура – важный показатель, от которого зависит вязкость жидкости, а значит, скорость седиментации частиц, растворимость кислорода и скорость биохимических реакций при биологической очистке.

Окраска – один из органолептических показателей качества сточных вод. Как правило, наличие интенсивной окраски различных оттенков характерно для производственных сточных вод. Интенсивность окраски оценивают по разведению до бесцветной, например 1 : 400, 1 : 250 и т. д.

Запах – органолептический показатель, характеризующий наличие пахнущих веществ. Определяют качественно при температуре пробы 20°C, при неясно выраженном запахе пробу подогревают до 65°C.

Значение pH – показатель, чрезвычайно важный для биохимических процессов, скорость которых может значительно изменяться при изменении величины pH. Кислые или щелочные производственные сточные воды должны быть нейтрализованы перед сбросом в водоотводящую сеть, чтобы предотвратить ее разрушение.

Прозрачность – показатель, который определяет общую загрязненность сточной воды нерастворенными и коллоидными примесями, не идентифицируя вид загрязнений.

Сухой остаток – характеризует общую загрязненность сточной воды органическими и минеральными примесями в различных агрегатных состояниях (мг/дм³). Этот показатель устанавливают после выпаривания и дальнейшего высушивания при температуре 105°C пробы сточной воды. После прокаливания при 600°C определяют зольность сухого остатка, находят соотношение органической и минеральной частей загрязнений в сухом остатке.

Плотный остаток – это суммарное количество органических и минеральных веществ в профильтрованной пробе сточных вод (мг/дм³). Определяют при таких же условиях, как и сухой остаток. После прокаливания плотного остатка при 600°C оценивают соотношение органической и минеральной частей растворимых загрязнений сточных вод.

Взвешенные вещества – один из важнейших технологических показателей качества воды, позволяющий оценить количество осадков, образующихся при очистке сточных вод. Потери при прокаливании взвешенных веществ определяют так же, как для сухого и плотного остатков, и выражают в виде процентного отношения минеральной части взвешенных веществ к их общему количеству по сухому веществу.

Оседающие вещества – часть взвешенных веществ, оседающих на дно отстойного цилиндра за 2 ч отстаивания в покое. Этот показатель

характеризует способность взвешенных веществ к оседанию и позволяет оценить максимальный эффект отстаивания.

Окисляемость – групповой показатель. В зависимости от природы используемого окислителя различают химическую окисляемость (химическая потребность в кислороде – ХПК), если используют химический окислитель, и биохимическую (биохимическая потребность в кислороде – БПК), когда роль окислительного агента выполняют аэробные бактерии. Результаты определения окисляемости независимо от вида окислителя выражают в мг $O_2/дм^3$.

В свою очередь, химическая окисляемость может быть перманганатной (окислитель $KMnO_4$), бихроматной (окислитель $K_2Cr_2O_7$) и иодатной (окислитель KIO_3). Бихроматную и иодатную окисляемость называют химической потребностью в кислороде. Перманганатную окисляемость используют для установления содержания легкоокисляемых примесей, часто – с целью получения сравнительных данных.

Показатель БПК определяет количество кислорода, необходимое для жизнедеятельности микроорганизмов, участвующих в окислении органических соединений. Этот показатель характеризует биохимически окисляемую часть органических соединений сточной воды, находящихся в первую очередь в растворенном и коллоидном состояниях, а также в виде взвеси. Показатели БПК₅, БПК₂₀, БПК_{полн} обозначают количество кислорода, потребляемое микроорганизмами при окислении загрязнений сточной воды на протяжении 5, 20 и 25 сут соответственно.

Отношение БПК_{полн}/ХПК характеризует способность загрязнений сточных вод к биохимическому окислению. Для бытовых сточных вод это соотношение составляет 0,86, для производственных – изменяется в широких пределах, но, как правило, ниже, чем для бытовых.

Азот находится в сточных водах в виде органических (в основном вещества белковой природы) и неорганических соединений. Последние могут быть представлены восстановленными и окисленными формами. В городских сточных водах, как правило, окисленные соединения азота появляются после биологической очистки.

Соединения *фосфора* поступают в городские сточные воды с физиологическими выделениями людей, моющими средствами, содержатся в некоторых видах производственных вод.

Содержание азота и фосфора как биогенных элементов имеет значение для биологической очистки сточных вод.

Концентрация *хлоридов* и *сульфатов* влияет на общее солесодержание.

Тяжелые металлы (железо, никель, медь, свинец, цинк, кобальт, кадмий, хром, ртуть) и *другие токсичные элементы* (мышьяк, сурьма, бор, алюминий и др.) содержатся в сточных водах машиностроительных заводов, предприятий электронной, приборостроительной и других отраслей

промышленности. Металлы находятся в виде ионов и комплексов с неорганическими и органическими веществами.

Синтетические поверхностно-активные вещества (СПАВ), присутствующие в городских сточных водах, чаще являются анионоактивными или неионогенными соединениями. Эти два типа СПАВ определяют в городских сточных водах.

Концентрация *нефтепродуктов* в водоемах строго нормируется. Поскольку на городских очистных сооружениях степень их задержания не превышает 85%, в сточных водах, поступающих на очистку, содержание нефтепродуктов ограничивается.

Растворенный кислород в поступающих на очистные сооружения сточных водах отсутствует. Для протекания процесса аэробной очистки концентрация кислорода должна быть не менее 2 мг/дм³.

Микробное число оценивает общую обсемененность сточных вод микроорганизмами и косвенно характеризует степень загрязненности воды органическими веществами.

Содержание *бактерий группы кишечной палочки и яиц гельминтов* являются важными санитарно-бактериологическими показателями.

Вопросы для самопроверки:

1. Как влияет температура сточных вод на их биологическую очистку?
2. Почему значение рН сточных вод влияет на их биологическую очистку?
3. В чем различие показателей «сухой» и «плотный» остаток сточных вод?
4. В чем заключается технологическое значение показателей «взвешенные» и «оседающие» вещества?
5. В чем отличие перманганатной, бихроматной и иодатной окисляемости? Для чего используют эти показатели?
6. Что такое показатель БПК? В чем отличие БПК₅, БПК₂₀, БПК_{полн}?
7. Что характеризует отношение БПК_{полн}/ХПК?
8. В каком случае показатели БПК_{полн} и ХПК имеют близкие значения? Приведите примеры сточных вод.
9. Какие соединения азота и фосфора могут присутствовать в сточных водах? Какое значение имеют они для биологической очистки?
10. Почему в сточных водах, поступающих на биологическую очистку, контролируют содержание тяжелых металлов, синтетических поверхностно-активных веществ, нефтепродуктов?
11. Почему в сточных водах, поступающих на очистку, отсутствует растворенный кислород?
12. Почему показатель «микробное число» характеризует загрязненность сточных вод?

3.2 Методика выполнения лабораторной работы

Цель работы. Освоить метод определения БПК сточных вод.

Задание. Определить уровень загрязненности сточных вод по показателю БПК.

Реактивы и оборудование:

– подготовка образцов: KH_2PO_4 ; K_2HPO_4 ; $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; NH_4Cl ; $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; CaCl_2 ; $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 0,1%-ный водный раствор бромтимолового синего; 0,05%-ный раствор метиленового синего; мерная колба емкостью 1 дм^3 ; мерная колба емкостью 500 см^3 ; склянки для инкубации с притертыми пробками и колпачками; хладотермостат;

– анализ растворенного кислорода: H_2SO_4 ; $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; NaOH ; KI ; $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; конические колбы емкостью 500 см^3 ; склянки для инкубации; кристаллизатор; бюретка.

Ход выполнения работы.

3.2.1. ОПЫТ 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БПК.

Для определения БПК сточных вод их разбавляют водой, содержащей 8–9 мг/дм^3 кислорода и практически не содержащей окисляемых органических веществ. Разбавление рассчитывают таким образом, чтобы кислорода, содержащегося в разбавляющей воде, хватило на полное окисление органических веществ, которые находятся в сточных водах. Разбавленные сточные воды анализируют на содержание кислорода (см. п.3.2.6), затем вводят в них ассоциацию почвенных микроорганизмов и инкубируют в термостате при температуре 20°C. Через соответствующее количество суток (5, 20) пробу снова анализируют на содержание кислорода (см. п.3.2.6). По изменению концентрации кислорода рассчитывают БПК анализируемых сточных вод через известное количество суток.

3.2.2 Приготовление разбавляющей воды. Для ее приготовления используют дистиллированную воду, не содержащую едких щелочей, кислот, активного хлора и бактерицидных веществ. Содержание меди и свинца в ней не должно быть более 0,01 мг/дм^3 . Готовят четыре раствора: фосфатный буфер, в 1 дм^3 которого содержится 8,5 г KH_2PO_4 , 21,75 г K_2HPO_4 , 33,4 г $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и 1,7 г NH_4Cl (значение pH буферного раствора должно быть равно 7,2); раствор сернокислого магния, в 1 дм^3 которого содержится 22,5 г $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; раствор хлористого кальция, в 1 дм^3 которого содержится 27,5 г безводного CaCl_2 ; раствор хлористого железа, в 1 дм^3 которого содержится 0,25 г $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Затем в мерную колбу емкостью 1 дм^3 вносят по 1 см^3 каждого приготовленного раствора и дистиллированную воду до метки на колбе. Полученный раствор перемешивают и применяют для разбавления сточных вод при анализе.

3.2.3 Подготовка культуры микроорганизмов. В колбу вносят 2 г сухой почвы, прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, энергично

взбалтывают в течение 5 мин и фильтруют через бумажный фильтр. Фильтрат используют для анализа.

3.2.4 Подготовка пробы. Анализируемые сточные воды нейтрализуют 1 н. раствором щелочи или 1 н. раствором кислоты до pH 7 по pH-метру (или по индикаторной бумаге). Для проведения анализа сточные воды разбавляют водой, содержащей определенное количество кислорода. Ориентировочную величину разбавления получают, разделив величину перманганатной окисляемости на 5.

3.2.5 Ход анализа. В мерную колбу емкостью 500 см³ вносят 5 см³ сточных вод (если выбрано разведение 1:100), 1 см³ воды с микроорганизмами и доводят объем разбавляющей водой до метки на колбе. Раствор перемешивают и разливают осторожно (без пузырьков воздуха) по стенкам в две инкубационные склянки. Склянки закрывают притертыми пробками, после чего разбавленные сточные воды наливают в колпачок и, перевернув склянку с жидкостью вверх дном, плотно вставляют ее в колпачок. Часть воды из колпачка при этом выливается. Склянку с колпачком переворачивают, ставят на дно и проверяют отсутствие пузырьков воздуха в колпачке и склянке. Колпачком закрывают одну из заполненных инкубационных склянок, а вторую используют для определения исходного содержания кислорода (см. п. 3.2.6).

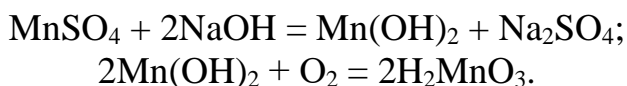
Параллельно готовят контрольную пробу, которой является разбавляющая вода с микроорганизмами. В мерную колбу емкостью 500 см³ вносят 1 см³ воды с микроорганизмами и разбавляющую воду до метки на колбе. Раствор перемешивают и разливают в две инкубационные склянки. Одну закрывают колпачком, как описано выше, а другую используют для определения исходного содержания кислорода (см. п. 3.2.6). Две склянки, закрытые колпачками, помещают в хладотермостат при 20°C. Через 5 сут их достают и анализируют содержание кислорода после инкубации.

Предостережения! В сточных водах после биологической очистки развит процесс нитрификации, который продолжается при их инкубации. Количество кислорода, израсходованного за время инкубации на окисление азотистых соединений, может в несколько раз превышать количество кислорода, израсходованного на окисление органических веществ. Для прекращения процесса нитрификации необходимо на 1 дм³ разбавляющей воды прибавить 6 см³ 0,05%-ного раствора метиленового синего.

2. При выполнении анализа нужно особое внимание уделять чистоте инкубационных склянок. Перед анализом их надлежит вымыть хромовой смесью и высушить при 150–170°C.

3.2.6. Опыт 2. Определение растворенного кислорода.

Метод основан на йодометрическом определении кислорода, израсходованного на окисление двухвалентного марганца в четырехвалентный. Реакции протекают по следующим уравнениям:



Белый осадок гидроксида марганца быстро окисляется растворенным в воде кислородом, при этом образуется марганцеватистая кислота (коричневый осадок). Этот осадок растворяют серной кислотой в присутствии йодистого калия. Четырехвалентный марганец восстанавливается йодом до двухвалентного по уравнению



Количество свободного йода, эквивалентное количеству растворенного кислорода, определяют титрованием раствором гипосульфита натрия.

3.2.7 Приготовление реактивов:

а) серная кислота (разбавленная водой в соотношении 2:3);
б) насыщенный раствор сернокислого марганца (400 г $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ на 1 дм³ дистиллированной воды);

в) щелочной раствор йодистого калия. В фарфоровую чашку наливают 450 см³ дистиллированной воды и растворяют в ней 750 г едкого натра, добавляя его небольшими кусочками при постоянном перемешивании. После растворения едкого натра раствор переливают в прозрачную склянку и оставляют для отстаивания на 2–3 сут. Затем прозрачный раствор едкого натра сливают в сухую чистую склянку.

В мерной колбе на 1 дм³ растворяют 150 г йодистого калия в 250 см³ дистиллированной воды. К полученному раствору прибавляют приготовленный раствор едкого натра в таком количестве, которое содержит 500 г NaOH. Объем доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и проверяют на содержание свободного йода. Для этого 3–5 см³ щелочного раствора нейтрализуют кислотой до кислой реакции и прибавляют 2 капли раствора крахмала. Если в растворе нет свободного йода, то он останется бесцветным. Посинение раствора свидетельствует о наличии йода;

г) 0,01 н. раствор серноватисто-кислого (гипосульфита) натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Раствор готовят из фиксаля или по навеске. Дистиллированную воду для приготовления раствора кипятят в течение 2 ч для удаления CO_2 . Затем колбу закрывают пробкой с хлоркальциевой трубкой, которая заполнена натронной известью (смесь едкого натра и гашеной извести), охлаждают воду до комнатной температуры и используют ее для приготовления раствора. Раствор гипосульфита натрия консервируют, добавляя на 1 дм³ раствора 4 см³ 1 н. раствора едкого натра и 5 см³ хлороформа. Гипосульфит хранят в темной стеклянной посуде. Перед использованием проверяют титр раствора гипосульфита следующим образом.

В коническую колбу емкостью 250 см³ наливают 5 см³ серной кислоты (2 : 3), 3 см³ свежеприготовленного 10%-ного раствора йодистого калия и

20 см³ 0,01 н. раствора K₂Cr₂O₇. Колбу с раствором ставят в темное место на 10 мин, после чего добавляют в нее 50 см³ дистиллированной воды и титруют раствором гипосульфита в присутствии крахмала до перехода синей окраски раствора в светло-зеленую. Концентрацию раствора гипосульфита N , н. рассчитывают по следующей формуле:

$$N = \frac{0,01 \cdot 20}{V},$$

где V – объем раствора гипосульфита, пошедший на титрование, см³.

д) 0,5%-ный раствор крахмала. В фарфоровой чашке тщательно перемешивают 0,5 г растворимого крахмала с 5 см³ дистиллированной воды и быстро выливают в склянку с 95 см³ кипящей воды, хорошо перемешивают, доводят до кипения. После охлаждения раствор фильтруют и переливают в капельницу, добавив 0,125 г салициловой кислоты.

3.2.8 Ход анализа. Для анализа берут всю воду из склянки для инкубации. Склянку ставят в кристаллизатор и достают из нее пробку. Пипетку объемом 1 см³ заполняют раствором сернокислого марганца и, опустив ее в склянку на 4–5 см, выливают раствор в анализируемую пробу. Таким же образом в содержимое склянки вводят 1 см³ щелочного раствора йодистого калия. Затем склянку закрывают пробкой, ее содержимое тщательно перемешивают и оставляют для отстаивания. Во время этой операции из склянки удаляется 2 см³ анализируемой жидкости, которую учитывают при расчетах.

После осаждения всего осадка в склянку вносят 3 см³ серной кислоты (2:3), закрывают ее пробкой и жидкость в склянке перемешивают до полного растворения осадка (3 см³ прозрачной жидкости, которая выливается из склянки в результате добавления кислоты, в расчетах не учитывают, поскольку содержащийся в ней кислород уже прореагировал с марганцем). После растворения осадка, когда жидкость приобретает цвет выделившегося йода, ее количественно переносят в коническую колбу емкостью 500 см³ и титруют раствором гипосульфита в присутствии крахмала до исчезновения синей окраски раствора.

3.2.9 Обработка результатов. Концентрацию кислорода C , мг/дм³, в анализируемой жидкости рассчитывают по формуле

$$C = \frac{a \cdot 0,08 \cdot 1000}{V - 2},$$

где a – объем 0,01 н. раствора гипосульфита, израсходованный на титрование, см³; 0,08 – количество кислорода, эквивалентное 1 см³ 0,01 н.

раствора гипосульфита, мг; V – объем склянки с анализируемой жидкостью, см³; $(V - 2)$ – объем жидкости, взятой на анализ, см³.

Количество кислорода, использованное микроорганизмами для окисления органических веществ, содержащихся в 1 дм³ анализируемых сточных вод за 5 сут BPK_5 , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$BPK_5 = [(C_0 - C) - (C_{0к} - C_k)] \cdot n,$$

где C_0 – концентрация кислорода в разбавленной анализируемой пробе до инкубации, мг/дм³; C – концентрация кислорода в разбавленной анализируемой пробе после инкубации, мг/дм³; $C_{0к}$ – концентрация кислорода в контрольной пробе до инкубации, мг/дм³; C_k – концентрация кислорода в контрольной пробе после инкубации, мг/дм³; n – разбавление пробы перед инкубацией.

3.3 Оформление лабораторного отчета

Полученные данные сводят в таблицу 3.

Таблица 3 – Обработка экспериментальных результатов

Концентрация кислорода в разбавленной анализируемой пробе, мг/дм ³		Концентрация кислорода в контрольной пробе, мг/дм ³		БПК, мг/дм ³
до инкубации	после инкубации	до инкубации	после инкубации	

В отчет по лабораторной работе вносят следующие сведения: номер и тему работы; цель работы; аппаратуру, реактивы и материалы, которые использованы в работе; краткое описание опытов и порядок их выполнения; результаты измерений и расчетов; таблицу 3.

3.4 Контрольные вопросы

1. Для чего и как разбавляют сточные воды перед определением БПК?
2. Какие требования предъявляют к разбавляющей воде?
3. До какого значения доводят рН сточных вод для определения БПК? Почему?
4. Для чего колпачок инкубационной склянки заполняют разбавленными сточными водами?
5. Для чего и как готовят контрольную пробу?
6. Для чего проводят инкубирование опытных и контрольных проб?

7. Что нужно предпринять, если после инкубирования содержание растворенного кислорода в опытной пробе равно 0?
8. Почему при определении БПК сточных вод, прошедших биологическую очистку, в разбавляющую воду добавляют 0,05%-ный раствор метиленового синего?
9. Если не добавить метиленовый синий при определении БПК сточных вод, прошедших биологическую очистку, показатель БПК будет занижен или завышен?
10. На каких реакциях основано йодометрическое определение кислорода?
11. На титрование пробы до или после инкубации пойдет больше раствора гипосульфита?

3.5 Рекомендуемая литература

1. Физико-химические методы очистки воды. Управление водными ресурсами / Под редакцией И. М. Астрелина и Х. Ратнавиры. Проект "Водная гармония", 2015. – 615 с.
2. Технический справочник по обработке воды: в 2 т. / Компания «Дегремон»; редкол.: М.И. Алексеев [и др.]. – Санкт-Петербург: «Новый Журнал», 2007. – 2 т.
3. Хенце, М. Очистка сточных вод / М. Хенце, П. Армоэс, Й. Ля-Кур-Янсен, Э. Арван. – Москва: Мир, 2004. – 480 с.
4. Жмур, Н.С. Технологические и биохимические процессы очистки сточных вод на сооружениях с аэротенками / Н.С. Жмур. – Москва: Акварос, 2003. – 512 с.
5. Ручай, Н.С. Экологическая биотехнология: учеб. пособие для студентов специальности «Биоэкология» / Н.С. Ручай, Р.М. Маркевич. – Мн.: БГТУ, 2006. – 312 с.
6. Маркевич, Р.М. Экологическая биотехнология. Лабораторный практикум: учеб.-метод. пособие для студентов специальности «Биоэкология» / Р.М. Маркевич, И.А. Гребенчикова, М.В. Рымовская. – Мн.: БГТУ, 2015. – 204 с.
7. Маркевич, Р. М. Методическое руководство по контролю процесса биологической очистки сточных вод: учебно-методическое пособие для студентов специальности 1-57 01 03 «Биоэкология» (гриф УМО по образованию в области природопользования и лесного хозяйства) / Р.М. Маркевич [и др.]. – Минск: БГТУ, 2009. – 161 с.

4 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА



Он-лайн поддержка

https://drive.google.com/file/d/1pJh81VbxbnoEpWNqcc1e_IHd12basQxc/view?usp=share_link

4.1 Теоретические сведения

Для характеристики состояния воды в природных водоемах, а также в сточных водах различного происхождения, используют показатели качества воды – физические, химические, бактериологические или биологические. Растворенные в воде газы относятся к химическим показателям. Из наиболее важных газов при оценке качества воды являются кислород, углекислый газ, сероводород, азот, метан.

Содержание кислорода в природных водах определяется интенсивностью ряда противоположно направленных процессов. Обогащение воды кислородом происходит при растворении его из воздуха в соответствии с парциальным давлением и температурой воды, а также в результате выделения кислорода водной растительностью в процессе фотосинтеза, который имеет место в водоемах, особенно в теплые и солнечные дни.

К факторам, понижающим содержание кислорода в воде относятся процессы окисления, гниения органических остатков, дыхание организмов. В зависимости от интенсивности процессов, обогащающих или обедняющих воду кислородом, содержание растворённого кислорода в природных водах колеблется в пределах 0-14 мг/дм³. По санитарным и рыбохозяйственным нормам содержание растворённого кислорода не должно быть менее 4 мг/дм³ в любой период года. Резкое уменьшение концентрации кислорода свидетельствует о загрязнении воды. Только в подземных водах и глубинных слоях водоемов содержание кислорода обычно практически равно нулю.

Определение концентрации растворенного кислорода имеет большое значение при изучении процессов самоочищения и биологической жизни водоемов. Если содержание кислорода падает ниже 50% от его максимальной растворимости при данной температуре, то самоочищение водоемов значительно замедляется. При содержании O₂ менее 1-1,5 мг/дм³ гибнут рыбы, населяющие водоем. Резкое снижение содержания кислорода в воде негативно влияет на весь комплекс биохимических и экологических процессов в водном объекте.

Также содержанием кислорода в воде характеризуют такие показатели как: химическое потребление кислорода (ХПК) и биологическое

(биохимическое) потребление кислорода (БПК). Резкое увеличение этих показателей может рассматриваться как угроза антропогенной эвтрофикации водоёмов.

Растворимость кислорода в воде зависит от температуры, давления, присутствия в воде растворённых солей и различных соединений. Так, при температуре 0°C и нормальном давлении растворимость кислорода составляет 14,6 мг/дм³, а при 20 градусах уже только 9,1 мг/ дм³.

Растворимость кислорода в воде описывается законами Генри-Дальтона. При повышении температуры концентрация кислорода в воде уменьшается, при повышении давления - увеличивается.

Количество растворенного кислорода уменьшается при увеличении концентрации растворённых в воде солей. Ионы образуют более сильные связи с водой, уменьшая количество "свободных" молекул воды для связи с газами.

Для определения растворенного кислорода в воде существуют три основных метода:

- титрование по Винклеру;
- оптический метод;
- электрохимический или полярографический метод.

Титрование по Винклеру основано на реакции растворенного кислорода с гидроксидом марганца(II) с дальнейшим йодометрическим определением образовавшихся высших по степени окисления соединений марганца. Точность определения достигает для чистых вод 0,05 мг/дм³. При анализе загрязнённых или сточных вод погрешность анализа иногда превышает 0,1 мг/дм³. Этим методом можно определять кислород при концентрациях 0,2-0,3 мг/дм³. Для определения более низких концентраций необходимо использовать другие методы.

Принцип **оптического** метода основан на явлении люминесценции. Прибор содержит синий/зеленый светодиод, который излучает свет. Этот свет попадает на сенсорную плёнку, где поглощается люминофором. Электроны люминофора возбуждаются и при их переходе с высшего электронного уровня на низший, излучается красный свет. Также в приборе имеется дополнительный красный сравнительный светодиод, который включается по очереди с синим/зеленым.

Сенсорная пленка состоит из чувствительного к кислороду люминесцентного вещества (люминофор), погруженного в полимерный слой, который в свою очередь тонким слоем покрывает полиэфировую подложку.

Растворенный кислород проникает сквозь мембрану и реагирует с люминофором. Молекулы газа поглощают энергию возбуждённого электрона, что способствует его переходу на нижний уровень без излучения света. Также, кислород вызывает вибрации в люминофоре, которые ускоряют процесс люминесценции. Эти два процесса уменьшают время излучения в зависимости

от количества растворенного газа в воде. По времени излучения и определяется концентрация кислорода.

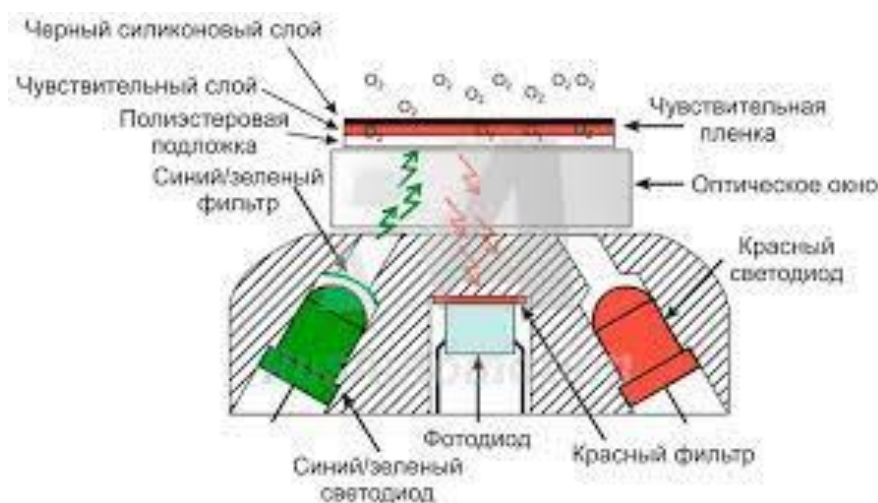


Рисунок 3 – Датчик растворенного кислорода

Принцип электрохимического метода основан на реакции восстановления кислорода на платиновом электроде:



При наличии в растворе кислорода его молекулы диффундируют сквозь мембрану и через раствор. Когда они достигают индикаторного электрода происходит указанная реакция, вследствие чего ток на электрохимическом элементе значительно возрастает.

Несмотря на обилие аналитических методов в электрохимии, наилучшие возможности анализа концентрации растворенного кислорода имеет **полярографический** метод с использованием электрода Кларка. Это устройство представляет собой пластиковую цилиндрическую ёмкость, в которой находятся серебряный и платиновый электроды. Оба этих электрода находятся в растворе хлорида кальция. Нижний срез ёмкости имеет отверстия, которые закрыты газопроницаемой мембраной из полимерного материала (тефлон, полипропилен). Одна сторона этой мембраны контактирует с внутренним раствором, а вторая – с анализируемой пробой. Если в анализируемой пробе отсутствует кислород, то при подаче напряжения устанавливается крайне слабый электрический ток в контуре. В случае же наличия кислорода, величина силы тока многократно возрастает, поскольку диффундирующие сквозь мембрану молекулы кислорода вступают в реакцию с платиновым электродом. Величина силы тока при установившемся процессе (то есть стационарный ток) линейно зависит от концентрации кислорода в пробе.

Данный метод весьма точен, однако, подвержен влиянию полимерных и маслянистых примесей, которые влияют на способность мембраны пропускать кислород. Следует упомянуть, что нормальную диффузию на электродах можно обеспечить только интенсивным потоком анализируемой воды, не забывая вовремя менять электроды. Обычно приборы, которые используют принцип действия электрода Кларка, компактны, но не очень надёжны. При использовании их в воде, загрязнённой нефтепродуктами, мембрана очень быстро выходит из строя. Также, раствор хлорида кальция имеет определенное количество циклов работы (использования), после чего его необходимо заменять на свежий раствор.

4.2 Методика выполнения лабораторной работы

Цель работы. Освоить полярографический метод определения растворенного кислорода в воде.

Задание. Определить содержание растворенного кислорода в различных образцах воды.

Оборудование, материалы и реактивы:

- оксиметр Ulab MP 516 (или аналогичный); магнитная мешалка; кондуктометр; 5 стеклянных стаканов; 8 конических колб;
- 12 моделей воды с различным солесодержанием.

Порядок выполнения работы.

4.2.1 Опыт 1. Калибровка оксиметра. Перед началом измерения необходимо проверить электрод, а именно проверить целостность мембраны (под мембранной не должно быть пузырьков) и проверить наличие электролита в электроде.

Следующий этап – калибровка прибора в условиях проведения измерений. Так как растворимость кислорода в воде зависит от температуры и давления, калибровка осуществляется перед началом каждого измерения. В качестве калибровочной жидкости используют дистиллированную воду, которая находится в контакте с воздухом в тех же самых условиях, в которых производится измерение.

Порядок калибровки:

1. В калибровочный цилиндр заливают небольшое количество дистиллированной воды, таким образом, чтобы губка была смочена водой (избыток воды убирается).
2. Электрод помещается вертикально на 3-5 минут.
3. Для начала калибровки необходимо нажать кнопку "CAL". На дисплее будут изменяться значения концентрации кислорода.
4. Когда значения перестанут изменяться в течение 10 секунд необходимо снова нажать кнопку "CAL".
5. На дисплее высветился надпись "100%".
6. Калибровка завершена.

4.2.2 Опыт 2. Определение влияния содержания на концентрацию кислорода в образцах модельных вод. Для выполнения измерения необходимо поместить электрод в исследуемый образец воды. Обязательным условием является создание постоянной скорости потока воды (больше 5 см/с). В лабораторных условиях используют магнитную мешалку (рис.3). В условиях стоячей воды необходимо создавать быстрое перемешивание с помощью электрода. На дисплее высветится концентрация кислорода в воде (сначала значения будут изменяться). Для смены единиц измерения необходимо нажать кнопку "UNIT" (mg O₂/L, ppm, %).

Образец исследуемой воды заливают в стакан, сюда помещают якорь магнитной мешалки и электрод оксиметра. стакан устанавливают на магнитную мешалку. С дисплея считываются результаты измерения концентрации растворенного кислорода.



Рисунок 4 – Оксиметр Ulab MP 516 с магнитной мешалкой

Содержание в исследуемой воде определяют с помощью кондуктометра. Электроды кондуктометра промывают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой. После этого помещают в стакан с пробой воды. Ожидают завершения измерения и считывают показания.

В случае использования портативного кондуктометра, образец воды наливают в колпачок, куда затем вставляется кондуктометр.

4.2.3 Опыт 3. Определение влияния температуры на содержание кислорода в образцах воды. По 200 см³ исследуемой воды помещают в 2 термостойкие конические колбы и нагревают до 40°C и 60°C. Измеряют концентрацию кислорода в холодной пробе и в пробах после нагревания.

Концентрацию кислорода измеряют аналогично предыдущим опытам.



4.3 Оформление лабораторного отчета

В отчет по лабораторной работе вносят следующие сведения: номер и тему работ; цель работы; оборудование, материалы и реактивы, которые использованы в работе; краткое описание опытов и порядок их выполнения; концентрацию кислорода и солесодержания для каждой модели воды (в холодной пробе и после нагревания до 40 °С и 60 °С); вывод о влиянии солесодержания и температуры на концентрацию кислорода в воде.

4.4 Контрольные вопросы

1. Какие существуют методы определения содержания растворенного кислорода?
2. На каком принципе базируется оптический метод?
3. Как связано солесодержание с концентрацией растворенного кислорода?
4. Как влияет температура (нагрев) на содержание растворенного кислорода в воде?
5. Какую роль играет растворенный кислород в природных водоемах?
6. Какие негативные явления вызывает повышенное содержание кислорода в воде, которая предназначена для производства водяного пара?

4.5 Рекомендуемая литература

1. Физико-химические методы очистки воды. Управление водными ресурсами / Под редакцией И. М. Астрелина и Х. Ратнавиры. Проект "Водная гармония", 2015. – 615 с.

Water Harmony- who are we?

Water Harmony is a concept initiated by Harsha Ratnaweera, a professor in Water Technology at the Norwegian University of Life Sciences (NMBU), and his colleagues. The vision of Water Harmony is to harmonise water related graduate education across the globe; to continuously and collectively improve the global quality of water-related education through sharing of best practices. In this process, emerging challenges in the water industry and the resulting research, developments and innovations are also addressed.

Network

Discover projects of our research organizations



Education

High-quality, evidence-based strategies for teaching and learning



International Water Summer School

Summer School consisted of studying two courses: THT 311 Water Resources Management and Treatment Technologies (10 ECTS) and THT 312 Water Management in



Our courses

Clean Norwegian drinking water should not be taken for granted. Climate change will make access to and use of water increasingly more important. Students must face this future with the required expertise.



Facilities

Student research labs (SRL) is a new initiative at the Faculty of Science and Technology (REALTEK) at NMBU to allow students to participate in research at an early stage.



Collaborative projects

Collaborative projects allow groups of people to work together to create online content. Two types of collaborative projects can be particularly useful for undergraduate research: Wikis and Social