

# **Технологии за пречистване на водите**

## **ЛАБОРАТОРНИ УПРАЖНЕНИЯ**

1. Термини и определения в областта на използването и опазването на водите.
2. Показатели за определяне качеството на водите.
3. Общи изисквания към опазването на повърхностните води от замърсяване.
4. Общи изисквания към физическите и химическите методи за определяне състава и свойствата на водите.
5. Определяне на мирис, цвят и температура на водата.
6. Определяне на общата твърдост и съдържанието на калций и магнезий във води.
7. Определяне на перманганатната окисляемост на води.
8. Определяне съдържанието на разтворен кислород във води.
9. Определяне на биохимическата потребност от кислород за пет денонощия (БПК<sub>5</sub>).
10. Определяне на съдържанието на цветни органични замърсители и метални йони в отпадъчни води (хартиена хроматография).
11. Йонообменно обезсоляване на води.
12. Адсорбционно пречистване на води.
13. Баромембранно пречистване на води
14. Фотометрично определяне съдържанието на мед в отпадъчни води.
15. Определяне съдържанието на нитрити във води.

# **ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 1**

## **Термини и определения в областта на използването и опазването на водите**

### **1. Опазване на водите**

Система от мероприятия, която е насочена към предотвратяване, ограничаване и отстраняване на последствията от замърсяване и изтощаване на водите.

### **2. Норми за опазване на водите**

Установени стойности на показателите, спазването на които осигурява екологично равновесие във водните обекти, необходимите условия за опазване на здравето на населението и използването на водите.

### **3. Правила за опазване на водите**

Установени изисквания, които регламентират човешката дейност с оглед спазване нормите за опазване на водите.

### **4. Качество на водата**

Характеристика на състава и свойствата на водата, определяща пригодността ѝ за конкретните видове водоползване и водопотребление.

### **5. Регулиране качеството на водата**

Въздействие върху факторите, които влияят върху състоянието на водния обект, за да се спазват нормите за качеството на водата.

### **6. Водопотребителна норма**

По БДС 15889-84.

### **7. Автоматизирана система за контрол качеството на водата**

Автоматизирана система за управление събирането и разпределението на данните за качеството на водата и сигнализиране при нарушаване на нормите за нейното качество.

### **8. Водоохранителна зона**

Територия, на която се установява специален режим с цел опазване на водите.

### **9. Санитарно-охранителна зона**

Територия и акватория, на която се установява специален санитарно-епидемиологичен режим с цел опазване на водите, използвани за питейно-битово водоснабдяване, лечебни, курортни и оздравителни нужди на населението.

### **10. Крайбрежна водоохранителна зона**

Територия, която граничи с акваториите на водните обекти и на която е установен специален режим за предотвратяване замърсяването и изтощаването на водите.

### **11. Водозащитен комплекс**

### **12. Водозащитно съоръжение**

### **13. Водоохранително мероприятия**

Система от съоръжения и устройства за поддържане необходимото количество и качество на водата в дадени створове или пунктове на водните обекти.

#### **14. Норма на състава на отпадъчните води**

Списък на веществата, които се съдържат в отпадъчните води и техните концентрации, определени с нормативно-техническа документация.

#### **15. Обработка на отпадъчните води**

Третиране на отпадъчните води с цел осигуряване на необходимите им свойства и състав.

#### **16. Обеззаразяване на отпадъчните води**

По БДС 15671-83.

#### **17. Нормативно пречистени отпадъчни води**

Отпадъчни води, заустването на които във водните обекти след пречистването им не довежда до нарушаване на нормите за качеството на водата в контролирания створ или пункт на водоземане.

#### **18. Повторно използване на водата**

Използване на пречистени или непречистени отпадъчни води за стопански цели.

#### **19. Ограничение за заустване на отпадъчни води във водни обекти**

Количеството на отпадъчните води, които се заустват във воден обект от даден водоползвател, определено въз основа на нормите за заустване на отпадъчни води и състоянието на водния обект.

#### **20. Пределно допустимо количество на изпусканите вещества във воден обект**

Маса на веществата, съдържащи се в отпадъчните води, максимално допустима за заустване при установен режим в даден пункт на водния обект за единица време.

#### **21. Створ на пълно смесване**

Най-близък напречен профил на коритото на водното течение до източника, влияещ на количеството на водата, в който се установява практически равномерно разпределение на температурите и концентрациите на веществата във водата.

#### **22. Замърсяване на водите**

Процес на постъпване във водните обекти на замърсяващи вещества, микроорганизми или топлина.

#### **23. Замърсяващо водата вещество**

#### **24. Топлинно замърсяване на водите**

#### **25. Микробиологично замърсяване на водите**

#### **26. Състояние на водния обект**

Характеристика на водния обект въз основа на данни от неговите количествени и качествени показатели, отнесени към видовете водоползвания.

#### **27. Асимилираща способност на водния обект**

Способност на водния обект да приема определена маса вещества за единица време без нарушаване на нормите за качеството на водата.

#### **28. Евтрофикация на водите**

Повишаване на биологичната продуктивност на водните обекти в резултат на натрупването на биогенни елементи в тях.

#### **29. Натрупване на отпадъци във водните обекти**

### **30. Изтощаване на водите**

Намаляване на минимално допустимия отток на повърхностните води или намаляване на естествените статични запаси на подземните води.

### **31. Естествена защитеност на подземните води**

Съвкупност от геоложки и хидрогеоложки условия, които предотвратяват проникването във водоносните хоризонти на замърсяващи вещества.

### **32. Изкуствено попълване на запасите от подземни води**

## **КРАТКА ФОРМА НА ТЕРМИНА**

### **7. Автоматизирана система за контрол на качеството на водите АСУ КВ**

### **23.Замърсяващо водата вещество Замърсяващо вещество**

## **ПОЯСНЕНИЕ КЪМ СТАНДАРТИЗИРАНИТЕ ТЕРМИНИ**

### **2. Норми за опазване на водите**

Екологично равновесие на водния обект - нормално възпроизводство на основните звена на екологичната система на водния обект.

### **20. Пределно допустимо количество на заустваните вещества във водния обект**

Определя се, като се вземат предвид пределно допустимите концентрации на веществата в местата за водоползване, асимилиращата способност на водния обект и оптималното разпределяне на масата на изхвърляните вещества между водоползвателите, изхвърлящи отпадъчни води.

### **26. Състояние на водния обект**

Към количествените и качествените показатели се отнасят: водно количество, скорост на течението, дълбочина на водния обект, температура на водата, рН, БПК<sub>5</sub> и други.

### **29. Натрупване на отпадъци във водните обекти**

Към твърдите отпадъци се отнасят плаващите и намиращите се във водата на водния обект предмети, боклуци, остатъци от водни растения и други.

### **30. Изтощаване на водите**

Минимално допустим сток е този, при който се осигурява екологичното равновесие на водния обект и заобикалящия го ландшафт и условията за водоползването.

### **31. Естествена защитеност на подземните води**

Към хидрогеоложките условия се отнасят дълбочина на залегането на подземните води, литология на зоната на аерация и други.

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 2

### **Показатели за определяне качеството на водите**

Термините и определенията са на основните понятия в областта на качеството на водите. Не се отнасят за отпадъчни води!

#### **1. Качество на водите**

По БДС 17.1.1.01-84.

#### **2. Контрол на качеството на водите**

Проверка за съответствието на показателите за качеството на водите с установените норми и изисквания.

#### **3. Норми за качеството на водите**

Определени стойности на показателите за качеството на водите за конкретни видове водоползване.

#### **4. Критерий за качеството на водите**

Признак или комплекс от признаци, по които се извършва оценка за качеството на водите.

#### **5. Екологичен критерий за качеството на водите**

Критерий за качеството на водите, отчитащ условията за нормално функциониране на водната екосистема във времето.

#### **6. Икономически критерий за качеството на водите**

Критерий за качеството на водите, отчитащ икономическата ефективност от използването на водния обект.

#### **7. Хигиенен критерий за качеството на водите**

Критерий за качеството на водите, отчитащ токсикологичната, епидемиологичната и радиоактивната безопасност на водите и наличието на благоприятни свойства за здравето на сегашното и бъдещите поколения хора.

#### **8. Рибостопански критерий за качеството на водите**

Критерий за качеството на водите, отчитащ пригодността им за обитаване и развитие на риби и водни организми за промишлено производство.

#### **9. Категория за качеството на водите**

Равнище на качеството на водите в съответствие с определени интервали на числени стойности на показателите за свойства и състав на водите, характеризиращи пригодността им за конкретния вид водоползване.

#### **10. Индекс за качеството на водите**

Обобщена числена оценка за качеството на водите по основните показатели за конкретен вид водоползване.

#### **11. Регулиране на качеството на водите**

По БДС 17.1.1.01-84.

#### **12. Прогнозиране качеството на водите**

Определяне качеството на водите в перспектива с отчитане на действащи и планирани фактори на въздействие върху водния обект.

#### **13. Замърсяване на водите**

По БДС 17.1.1.01-84.

#### **14. Вторично замърсяване на водите**

Замърсяване на водите в резултат на трансформация на внесени по-рано замърсяващи вещества, масово развитие на организми или разлагане на мъртва биологична маса.

#### **15. Замърсеност на водите**

Съдържание на замърсяващи вещества и микроорганизми във водата и повишаване на температурата ѝ, предизвикващи нарушаване на изискванията за качеството на водите.

#### **16. Източник на замърсяване на водите**

Източник, който внася във водните обекти замърсяващи водата вещества, микроорганизми или топлина.

#### **17. Пределно-допустима концентрация на веществата във водата (ПДК)**

Концентрация на вещества във водата, над която водата е непригодна за един или няколко вида водоползване.

#### **18. Евтрофикация на водите**

По БДС 17.1.1.01-84.

#### **19. Самопречистване на водите**

Съвкупност от природни процеси, насочени към възстановяване на екологичното равновесие на водния обект.

#### **20. Химически състав на водата**

Съвкупност от намиращите се във водата вещества с различно химическо и физическо състояние.

#### **21. Хидрохимически режим**

Изменение на химическия състав на водата на водния обект във времето.

#### **22. Минерализация на водата**

Сумарна концентрация на аниони, катиони и недисоциирани неорганични вещества, разтворени във водата, изразена в  $\text{g/dm}^3$ .

#### **23. Пресни води**

Води с минерализация до  $1 \text{ g/dm}^3$ .

#### **24. Засолени води**

Води с минерализация от 1 до  $10 \text{ g/dm}^3$ .

#### **25. Солени води**

Води с минерализация от 10 до  $50 \text{ g/dm}^3$ .

#### **26. Разсоли**

Води с минерализация по-висока от  $50 \text{ g/dm}^3$ .

#### **27. Твърдост на водата**

Свойство на водата, обусловено от присъствието на калциеви и магнезиеви йони в нея.

#### **28. Агресивност на водата**

Способност на водата и разтворените в нея вещества да разрушават чрез химическо въздействие различни материали.

#### **29. Химическа потребност от кислород (ХПК)**

Количеството кислород, изразходвано при химическото окисление на съдържащите се във водата органични и неорганични вещества под действието на различни окислителни агенти.

### **30. Биохимическа потребност от кислород (БПК)**

Количеството разтворен кислород, изразходвано за установено време и в определени условия при биохимическото окисление на съдържащите се във водата органични вещества.

### **31. Наситеност на водата с кислород**

Отношение на фактически установената концентрация на кислород във водата и равновесната му концентрация при дадени условия.

### **32. Прозрачност на водата**

Показател, характеризиращ способността на водата да пропуска светлинни лъчи.

### **33. Мътност на водата**

Показател, характеризиращ намаляването на прозрачността на водата вследствие наличието на финодиспергирани неразтворени частици.

### **34. Цвят на водата**

Показател, характеризиращ наличието на вещества, предизвикващи оцветяване на водата.

### **35. Цветност на водата**

Показател, характеризиращ интензивността на оцветяване на водата.

### **36. Радиоактивност на водата**

Показател, характеризиращ съдържанието на радиоактивни вещества във водата.

### **37. Биогенни вещества във водата**

### **38. Биологична индикация на водата**

Оценка за качеството на водата по наличието на водни организми, които са и индикатори за замърсеността ѝ.

### **39. Биологично тестване на водите**

Оценка за качеството на водата по съответната реакция на водните организми, използвани като тест-обекти.

### **40. Сапробност**

Способност на водните организми да обитават води, съдържащи различно количество органични вещества.

### **41. Токсикобност**

Способност на организмите да обитават води, съдържащи различно количество токсични вещества.

## **ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 3**

### **Общи изисквания към опазването на повърхностните води от замърсяване**

Не се отнася за морските води!

1. Опазването на повърхностните води се осигурява чрез икономически, юридически и технически мероприятия, заложи в планове за развитие на стопанството.

2. При използване на водните обекти за различни стопански цели трябва да се провеждат мероприятия за недопускане и предотвратяване на тяхното замърсяване и изтощаване.

3. Годността на повърхностните води за един или няколко вида водоползване се определя от това, дали съставът и свойствата им отговарят на установените изисквания в нормативните документи. При едновременно използване на водния обект или негови участъци за различни нужди трябва да се изхожда от по-строгите изисквания за качеството на повърхностните води.

4. При проучване, проектиране, строителство и въвеждане в експлоатация на нови и реконструирани предприятия, съоръжения и други обекти, които влошават качеството на повърхностните води, трябва да се предвиждат и осъществяват необходимите мероприятия по опазване на водите. Не се допуска въвеждането в експлоатация на нови и реконструирани предприятия, на които не са пуснати в действие съоръжения за предотвратяване замърсяването на водните обекти.

5. В промишлените предприятия при съответна технико-икономическа обосновка трябва да се създават затворени системи на водоснабдяване.

6. В повърхностните води не се допуска изпускане на отпадъчни води, които замърсяват водните обекти. Степента на пречистване на отпадъчните води се определя от състава и свойствата им, от самопречиствателната способност на водния обект и от изискванията на водоползвателите към качеството на водите.

7. Изпускането на отпадъчни води в повърхностните води, а също така провеждането на различни видове работи в границите на водните обекти и водоохранителните зони се допуска само след получаването на разрешение от компетентните органи по установения ред.

8. При изменение на условията за ползуване на водния обект съгласуваните по-рано изисквания към условията за изпускане на отпадъчни води трябва да се преразгледат от компетентните органи.

9. Не се допуска изхвърлянето на технологични и битови отпадъци в повърхностните води, а също така и замърсяването чрез тях на ледената покривка на водните обекти.

10. Не се допуска изхвърлянето от кораби и други плаващи средства в повърхностните води на замърсени води, отпадъци и транспортируеми товари, а също така изтичане на нефт и нефтопродукти.



11. Ако отпадъчните води, подлежащи на изпускане в канализационната мрежа, съдържат вредни вещества в концентрации над допустимите норми, същите трябва да бъдат предварително пречистени.

12. В проектите за изграждане на населени места и промишлени предприятия трябва да се предвиждат мероприятия за предотвратяване замърсяването на водните обекти чрез повърхностния отток от териториите им.

13. За да се предотврати замърсяването на повърхностните води, използвани за централизирано питейно-битово водоснабдяване, се определят санитарно-охранителни зони. Водоохранителни зони се определят и при други видове водоползване.

14. За да се предотврати еутрофикацията на водите и преди всичко на водоемите, предназначени за питейно-битово водоснабдяване, трябва да се ограничава постъпването на биогенни елементи.

15. Не се допуска замърсяване на повърхностните води при провеждане на строителни и взривни работи, при добив на полезни изкопаеми, прекарване на кабели, тръбопроводи и други комуникации, при селскостопански и други видове дейности във водните обекти и водоохранителните зони.

16. В местата, където се извършва спускане на дървен материал по вода, допустимите концентрации във водата на извличащите се от дървесината смолисти и дъбилни вещества и допустимото количество разтворен във водата кислород трябва да съответствуват на установените норми.

17. При напояването на селскостопанските култури не трябва да се допуска постъпването в повърхностните води на възвратни води, съдържащи минерални и органични торове или пестициди в концентрации над допустимите норми.

18. Качествените и количествените показатели за състоянието на повърхностните и отпадъчните води трябва да се контролира чрез надеждна система за наблюдение, контрол и оценка.

19. За обектите, които представляват потенциална опасност за замърсяване на повърхностните води, трябва да бъдат разработени мероприятия и инструкции за предотвратяване и ликвидиране на последствията от евентуални аварии в тези обекти.

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 4

### **Общи изисквания към физическите и химическите методи за определяне състава и свойствата на водите**

1. Отнася се за атмосферни, повърхностни, подземни, битово-фекални и отпадъчни води (по-нататък води).

2. Методът трябва да съответствува на целта на определянето и вида на анализираната вода.

3. Методът трябва да осигурява определянето на анализирания компонент, като се има предвид неговото състояние във водата.

4. Методът трябва да осигурява определянето на съдържанието на анализирания компонент на ниво, не повече от 0,8 от долната граница и не по-малко от 8 пъти от горната граница на ПДК.

5. Методът трябва да бъде метрологично осигурен.

6. Възпроизводимостта на резултата от определянето не трябва да превишава 50 % от долната и 25 % от горната граница от обхвата на определяните концентрации.

7. В метода трябва да се използват серийно произведени химически реактиви, като се посочи тяхната степен на чистота, уреди и апаратура.

8. При избора на метод е необходимо да се има предвид:

1) формата на съществуване и вероятната концентрация във водата на определяния компонент;

2) влиянията, пречещи на анализа;

3) начинът на провеждане на анализите (теренни, лабораторни, автоматични и т.н.);

4) инструменталната съоръженост на лабораториите, достъпността на химическите реактиви;

5) изискваната точност на получаваните резултати;

6) производителността на метода;

7) изискванията за безопасност на работата.

9. При разработването на метода е необходимо да се установи:

1) обхватът от концентрации на определяния компонент и границата на откриване;

2) концентрациите на пречещите компоненти и други фактори, влияещи на провеждането на анализа;

3) показателите за точността на измерване.

10. Свойствата и метрологичните характеристики на метода трябва да бъдат проверени със стандартни разтвори, моделни и естествени проби вода с използване на метрологично проверени средства за измерване, уреди, оборудване и химически реактиви с определена чистота.

11. Вземането на проби се извършва, като се спазват следните изисквания:

1) пробата, взета за анализ, трябва да отразява физическите свойства и химическия състав на водата на водния обект или на част от него за определения интервал от време;

- 2) вземането на проба, нейното съхраняване и транспортиране трябва да бъдат извършени така, че да не настъпят изменения в състава и свойствата на водата;
- 3) обемът на пробата трябва да бъде достатъчен и да съответствува на използвания метод за определяне.

## ИЗЛОЖЕНИЕ НА МЕТОДА

Изложението на метода може да включва:

- 1) уводна част, в която се посочват предназначението и областта на разпространение на метода за анализ, формата на съществуване и обхватът от концентрации на определяния компонент;
- 2) същност на метода, включваща основния принцип на метода и схемата на анализа, основните химически реакции и техните временни условия, границите на откриване на компонента, описания на пречещите влияния;
- 3) вземане на проби, като се посочват уредите, устройствата, условията на консервиране, транспортиране и съхраняване на пробите;
- 4) при инструментален метод - описание на използваната апаратура, уреди и средства за измерване, като се посочи тяхната чувствителност и грешка;
- 5) списък на използваните химически реактиви и степента на тяхната чистота, а също списък на разтворите, реда на тяхното приготвяне, сроковете и условията за съхраняването им;
- 6) подготовка за анализа, включваща реда за подготовка на апаратурата, построяване на калибровъчната графика и отстраняване на пречещите влияния;
- 7) провеждане на анализа, включващо подготовката на пробите за анализ, описание на аналитичния процес и начина на измерване на търсената величина;
- 8) обработка на резултатите, като се дадат показателите за точността на определянето и като се имат предвид БДС 14810-79 и БДС 3952-79;
- 9) изисквания за безопасност при провеждане на анализа, включително начините за обезвреждане на продуктите от анализа;
- 10) общи сведения за анализирания компонент (химически състав, химически и физико-химически свойства, токсикологични характеристики и други).

## СПИСЪК НА КЛЮЧОВИТЕ ДУМИ (ДЕСКРИПТОРИ)

Ключови думи (дескриптори) \* опазване на природата, вода, качество, свойства, състав, методи за определяне, методи физически, методи химически, изисквания общи.

Подчертаните дескриптори са по Международния тезаурус по стандартизация.

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 5

### **Определяне на мирис, цвят и температура на водата**

Отнася се за методи за качествено (описателно) и количествено определяне на мириса (по интензитет в балове и по индекс на разреждане), количествено определяне на цвета (чрез визуално сравняване със стандартни разтвори и чрез разреждане до обезцветяване) и за определяне на температурата на отпадъчни води.

Не се отнася за отпадъчни води, съдържащи радиоактивни и токсично действащи вещества, отделящи се при изпитването!

#### **1. НАЧИН НА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ**

Определянето на мириса, цвета и температурата се извършва на предоставени в лабораториите проби, като мястото и начинът на вземането им се определя съобразно целта на изследването.

Проби от изпитваната вода се вземат в чисти стъклени банки от 1000 cm<sup>3</sup>.

Преди вземането на пробите банките се промиват с изследваната вода, след което се напълват така, че под запушалката да остане малко празно пространство.

#### **2. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА МИРИСА**

При провеждане на изследването трябва да се спазват следните условия:

а/ помещението и съдовете, в които се извършва определянето, трябва да бъдат чисти и без мирис;

б/ дрехите и ръцете на изследователя не трябва да имат мирис;

в/ едно и също лице не трябва да провежда изследване продължително време, за да не се адаптира;

г/ за избягване на субективни грешки е целесъобразно определянето на мириса да се извършва едновременно от независими един от друг от три до пет изпитватели.

##### **2.1. Качествено определяне**

2.1.1. Апаратура - широкогърлени колби от 300 cm<sup>3</sup>.

2.1.2. Извършване на определянето при температура 20°C. Пробата се темперира при 20°C, разклаща се и банката, в която е взета, се отваря, за да се определи мирисът.

2.1.3. Извършване на определянето при температура 60°C

В широкогърлена колба от 300 cm<sup>3</sup> се наливат около 200 cm<sup>3</sup> от изследваната вода, покрива се с часовниково стъкло и се нагрива до 60°C. След разклащане се отстранява часовниковото стъкло и се определя мирисът на пробата.

Мирисът се характеризира по степен и вид съгласно табл. 1.

Таблица 1

Характеристика по степен на мириса	От естествен произход	
	От естествен произход	От химически вещества
Без мирис	Почвен	Фенол
Слаб "	Торфен	Катран
Силен "	Гнилостен	Хлор
	На урина	Хлорфенол
	На въглища	Сероводород
	На тор	Амоняк
	Фекален	Амини
	Рибномаслен	Ароматни киселини
	Приятно ароматен	Сапун
		Минерални масла
		Смоли
		Алдехиди

Забележка. Когато мирисът не може да се характеризира съгласно табл. 1, прави се допълнително описание.

## 2.2. Количествено определяне

### 2.2.1. Апаратура и реактиви:

- широкогърлени колби от 300 cm<sup>3</sup>;

- дестилирана вода.

### 2.2.2. Извършване на определянето на бална скала - арбитражен метод:

#### а/ при стайна температура

След темперирание на пробата при 20°C банката, в която е взета, се разклаща, отстранява се запушалката и се определя мирисът на водата;

#### б/ при температура 60°C

В широкогърлена колба от 300 cm<sup>3</sup> се наливат около 200 cm<sup>3</sup> от изследваната вода, покрива се с часовниково стъкло и се нагрява до 60°C. След внимателно разклащане на банката часовниковото стъкло се отстранява и се определя мирисът на водата.

Интензитетът на мириса се определя по 5-бална скала съгласно табл. 2,

Таблица 2

Интензитет на мириса в балове	Характеристика на мириса	<i>Описание на мириса</i>
0	Няма	Абсолютно не се усеща мирис
1	Много слаб	Мирис се усеща само в лабораторни условия от опитен специалист
2	Слаб	Много слаб мирис, който едва се усеща
3	Осезаем	Мирис, който лесно се открива
4	Ясноотчетлив	Силен мирис
5	Много силен	Много силен мирис

### 2.2.3. Извършване на определянето чрез прагово разреждане

В широкогърлена колба се наливат за сравнение 200 cm<sup>3</sup> дестилирана вода и се нагрява до 60°C. След разклащане на колбата часовниковото стъкло се отстранява и се определя мирисът на контролната проба.

В девет широкогърлени колби се наливат различни количества от изследваната вода, съгласно табл. 3 и се прибавят съответните количества от дестилирана вода до обем 200 cm<sup>3</sup>.

Покриват се с часовникови стъкла и се нагряват на водна баня до температура 60°C.

Отпадъчни води със силен мирис се разреждат предварително с дестилирана вода съгласно табл. 3.

След контролната проба се определя мирисът в колбата с най-голямо разреждане на изследваната проба, съгласно табл. 3.

Ако не се забележи мирис, изследват се следващите проби с по-малко разреждане (по-малко прагово число), докато се усети едва доловим мирис.

Таблица 3

Изсл едвана вода, cm <sup>3</sup>	Дестил ирана вода, cm <sup>3</sup>	Прагово число на разреждане на водата		
		предварително неразредена	предварително разредена	
			1+10	1+100
200	0	1	10	100
135	65	1.5	15	150
100	100	2	20	200
65	135	3	30	300
50	150	4	40	400
40	160	5	50	500
33	167	6	60	600
25	175	8	80	800
20	180	10	100	1000

### 2.2.4. Изчисляване на резултата

Интензитетът на мириса на изследваната вода ще бъде равен на "праговото число" на пробата, за която едва се усеща мирис след съответното разреждане.

"Прагово число" на мириса се определя по формулата

$$P = \frac{200}{a},$$

където P е праговото число;

a - обемът на пробата в cm<sup>3</sup>, взета за получаване на смес с едва доловим мирис.

Праговото число е без дименсия.

Резултатите се закръгляват на 0,5 при P<10 и на цяло число, при P>10.

### 3. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЦВЕТА

Определянето на цвета се извършва по два метода:

а/ визуално сравняване със стандартни разтвори;

б/ разреждане до обезцветяване.

На мътни води цветът се определя след предварително центрофугиране или филтриране през стъклен филтър G 4;

Определянето трябва да стане не по-късно от 2 h след вземане на пробата.

#### 3.1. Визуално сравняване със стандартни разтвори

##### 3.1.1. Същност на метода

Методът се отнася за определяне на цвета на отпадъчни води, наподобяващ природния цвят на водата, в граници от 0 до 50 цветни градуса.

Количеството на изследваната вода не трябва да е по-малко от 200 cm<sup>3</sup>.

##### 3.1.2. Апаратура, реактиви и разтвори:

- неслерови цилиндри от 200 cm<sup>3</sup>;

- стандартен разтвор: 1,245 g калиев хлорплатинат и 1,010 g кобалтов хлорид се разтварят в 100 cm<sup>3</sup> солна киселина (d=1,19) в мерителна колба от 1000 cm<sup>3</sup> и се доливат с дестилирана вода до марката. Разтворът се съхранява в тъмно стъкло и е годен за употреба в продължение на 1 година.

Цветът на този разтвор се приема за 500°.

Цветната скала в условни цветни градуси се изготвя чрез разреждане на определени количества кобалто-платинен разтвор с дестилирана вода до 100 cm<sup>3</sup> в неслерови цилиндри, съгласно табл. 4.

Таблица 4

Обем на стандартния разтвор, cm <sup>3</sup>	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Градуси	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50

Вместо описания стандартен разтвор за изготвяне на скалата се използват и следните разтвори:

Разтвор А: 0,0875 g калиев бихромат, 2 g кобалтов сулфат и 1 cm<sup>3</sup> сярна киселина (d=1,84) се разтварят в дестилирана вода в мерителна колба от 1000 cm<sup>3</sup> и се доливат до марката.

Разтвор Б: 1 cm<sup>3</sup> сярна киселина (d=1,84) се разреждат с дестилирана вода в мерителна колба от 1000 cm<sup>3</sup> и се долива до марката.

Стандартната скала в условни цветни градуси се изготвя чрез смесване на разтворите А и Б в количества, посочени в табл.5.

Таблица 5

Обем на разтворите, cm <sup>3</sup>	Разтвор А	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Разтвор Б	99	98	97	96	95	94	93	92	91	90
Градуси		5	10	15	20	25	30	35	40	45	50

### 3.1.3. Извършване на определянето

В неслерови цилиндри се наливат  $100 \text{ cm}^3$  от изследваната вода и цветът се сравнява със стандартната скала - неслерови цилиндри от  $100 \text{ cm}^3$ , в които са наляти разтвори съгласно табл. 4, респективно табл. 5. Цветовете се сравняват, като цилиндрите с разтворите се наблюдават отгоре върху бял фон.

Цветът се изразява в градуси, съгласно използваната таблица.

### 3.2. Разреждане до обезцветяване

#### 3.2.1. Същност на метода

Методът се прилага за отпадъчни води с оцветяване, нехарактерно за цветността на природните води, при които не може да се приложи методът, описан в т.3.1.

#### 3.2.2. Апаратура и реактиви:

- неслерови цилиндри от  $200 \text{ cm}^3$ ;
- дестилирана вода.

#### 3.2.3. Извършване на определянето

Към даден обем от изследваната проба ( $1 \dots 100 \text{ cm}^3$ ), в неслеров цилиндър се прибавя дестилирана вода докато разреждащата се проба се обезцвети.

Цветността се отчита чрез "индекс на разреждане", който се определя от отношението на общия обем (проба+дестилирана вода) към обема на изследваната вода.

Стойността на "индекс на разреждане" е без дименсия.

Резултатът се закръглява на цяло число.

## 4. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ТЕМПЕРАТУРА

### 4.1. Апаратура:

- живачен термометър със скала  $0 \dots 100^\circ\text{C}$  и със стойност на едно скално деление  $0,1^\circ\text{C}$  - 2 броя;
- стъклен съд -  $1000 \text{ cm}^3$ .

### 4.2. Извършване на определянето

- температурата на отпадъчната вода се измерва на мястото на вземане на пробата, като термометърът се потапя в течността;

- ако непосредственото измерване на температурата на водата е невъзможно, то тя се измерва веднага след вземане на пробата в съд, не по-малък от  $1000 \text{ cm}^3$ ;

- показанията на термометъра при потопено положение в течността се отчитат, когато живачният стълб се установи на постоянно ниво;

- едновременно с измерване на температурата на отпадъчната вода се измерва и температурата на въздуха на мястото на вземане на пробата - на сянка, на височина един метър от земната повърхност. Температурата се отчита по показанията на отделен термометър след установяване на живачния му стълб на постоянно ниво;

- като резултат се взема средната стойност на три отделни отчитания.

### 4.3. Изразяване на резултатите

Температурата на отпадъчната вода и на въздуха (на мястото на вземане на пробата) се изразява в градуси Целзий ( $^\circ\text{C}$ ) и се закръглява на  $0,5^\circ\text{C}$ .



## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 6

### Определяне на обща твърдост

Отнася се за методи за комплексометрично определяне на общата твърдост и съдържанието на калций и магнезий в повърхностни, подземни и отпадъчни води.

Методите се прилагат за определяне на: обща твърдост от 1,4 до 28°Н (от 0,5 до 10 mgеq/dm<sup>3</sup>), калций от 10 до 200 mg/dm<sup>3</sup> и магнезий от 0,5 до 100 mg/dm<sup>3</sup> в неразредена проба.

#### 1. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОБЩАТА ТВЪРДОСТ

**1.1. Същност на метода.** Основава се на свойството на алкалоземните метални йони да образуват с индикатора ериохромчерно Т при рН 10±0,2 комплекси с вишнево-виолетов цвят. При следващо титриране с двунатриева сол на етилендиаминотетраоцетната киселина (ЕДТА) йоните на калций и магнезий образуват по-устойчиви безцветни комплекси. Свързването на всички калциеви и магнезиеви йони се установява по появата на синьо оцветената форма на свободния индикатор.

Калциевите комплекси с ериохромчерно Т са по-слабо оцветени от магнезиевите. Поради това при води с ниско съдържание на магнезий цветният преход е неясен. В такива случаи към пробата се прибавя определено количество от неутрална магнезиева сол, като магнезиев хлорид или магнезиев сулфат.

Точност на метода - относителна грешка ±1,5 %.

**1.2. Начин за вземане на проби.** Пробата се взема в чист стъклен или пластмасов, добре затварящ се съд в количество, не по-малко от 300 cm<sup>3</sup>. Съдът се изплаква неколkokратно с изпитваната вода и се напълва така, че под запушалката да остане малко празно пространство.

Пробата не се консервира. Определянето трябва да се извършва не по-късно от 4 h след вземането и.

Води, които отделят утайка от калциев карбонат се консервират с 10 cm<sup>3</sup> двунормална солна киселина на 1 dm<sup>3</sup> проба.

#### 1.3. Пречешни вещества

На определянето пречат:

- мътност над 20 mg/dm<sup>3</sup> силициев диоксид. Отстранява се чрез филтриране на пробата през плътен книжен филтър;

- силното оцветяване на изследваната вода. Отстранява се чрез филтрирането и през филтрираш слой от активен въглен, приготвен по следния начин: върху стъклен филтър с порьозно дъно G<sub>1</sub> се поставя пласт каша от филтърна хартия. 100 cm<sup>3</sup> от изследваната вода, към която са прибавени 1 cm<sup>3</sup> солна киселина (d=1,19) и 1 g активен въглен, се филтрират през стъклен филтър с порьозно дъно G<sub>1</sub>- под умерен вакуум.

Филтрирането се извършва така, че цялото количество активен въглен да се пренесе върху филтъра. Филтратът се изхвърля.

През така приготвения филтър се филтрират от 100 до 500 cm<sup>3</sup> от изследваната вода, която предварително е подкиселена със солна киселина (d=1,19) до рН 2,5.

Ако е необходимо, пробата се филтрира неколккратно до пълно отстраняване на цветността. Обезцветената проба се неутрализира с амонячна вода по лакмусова хартия. В случаите, когато ще се определя калций, неутрализацията се извършва с 4 n натриева основа.

Бикарбонати и карбонати в количество над 6 mgеq/dm<sup>3</sup> правят неясен цветния преход. Пречещото им влияние се отстранява, като предварително в отделна равна по обем проба се определя количеството на 0,1 n солна киселина, необходимо за неутрализиране на алкалността, по смесен индикатор, бромкрезолово зелено и метилово червено. Към анализираната проба се прибавя изразходваното при титриране на алкалността количество солна киселина и излишък от 0,5 cm<sup>3</sup>. Пробата се загрява и кипи в продължение на 1 min за отстраняване на въглеродния диоксид и се охлажда до стайна температура.

Органични вещества в разтворено и колоидално състояние правят неясен цветния преход и нетрайно крайното синьо оцветяване на индикатора. Влиянието им се отстранява чрез минерализиране на пробата по следния начин: определен обем вода се изпарява до сухо на водна баня в платиново или порцеланово блюдо. Сухият остатък се налява при температура 600°C в продължение на 1 h и след темпериране се разтваря в 10 cm<sup>3</sup> солна киселина (d=1,19) (1+1), прехвърля се количествено в ерленмайерова колба, разрежда се с дестилирана вода и се неутрализира с амоняк по лакмус. Кипи се за отстраняване на въглеродния диоксид и се охлажда до стайна температура.

Катионите на барий и стронций, които реагират с ЕДТА, завишават крайния резултат от титрирането, а катионите на оловото, кадмия, мангана, цинка и други блокират индикатора и дават неясен цветния преход. Пречещото влияние на последните се отстранява чрез разреждане на пробата или чрез прибавяне на инхибитори.

Допустимите концентрации на пречещите вещества, които не се отразяват върху цветния преход при определянето, са дадени в приложението в табл. 1 .

Максималното количество на йони, чието пречещо влияние може да се отстрани, видът и количеството на инхибитора за 100 cm<sup>3</sup> проба са дадени в приложението, табл. 2.

**1.4. Реактиви и разтвори.** Всички реактиви трябва да бъдат с квалификация "чисти за анализ". За приготвяне на разтворите и за разреждане на пробите се използва дестилирана вода, а за определяне на общата твърдост под 1°Н - двойно дестилирана или дейонизирана вода.

1.4.1. Буферен разтвор с рН 10±0,2. 54,00 g амониев хлорид се разтварят в мерителна колба от 1 dm<sup>3</sup>, прибавят се 350 cm<sup>3</sup> амоняк (d=0,91), сместа се разбърква и се долива до мярката.

1.4.2. Ериохромчерно Т, индикаторна смес. 0,5 g ериохромчерно Т се смесват със 100 g натриев хлорид и се стриват добре в хаван. Сместа се съхранява в тъмно оцветен затворен съд.

1.4.3. Двунатриева сол на етилендиаминотетраоцетната киселина-ЕДТА (комплексон III), 0,02 m разтвор.

7,45 g ЕДТА, изсушени при 80°C, и 0,1 g магнезиев хлорид шестохидрат или магнезиев сулфат седмохидрат се разтварят в мерителна колба от 1 dm<sup>3</sup>. Разтворът се долива до марката и се съхранява в полиетиленов съд.

1.4.4. Калциев двухлорид, 0,02 m разтвор, титроустановител. 2,0018 g калциев карбонат, изсушен при температура 130°C до постоянна маса, се прехвърлят количествено в мерителна колба от 1 dm<sup>3</sup>. Разтварят се със солна киселина (d=1,19), /1+1/ при постоянно разбъркване. Внимателно се следи достигането на пълното разтваряне на карбоната (да се избягва добавяне на излишно количество киселина).

Прибавят се 200 cm<sup>3</sup> двойно дестилирана или дейонизирана вода и разтворът се кипи при слабо нагриване в продължение на 10 min за отделяне на въглеродния диоксид. Охлажда се, прибавят се няколко капки 0,5 %-ен разтвор на метилово червено и се титрира бавно с 3 n амоняк до оранжево оцветяване. Разрежда се до марката с прясно приготвена, свободна от въглероден диоксид двойно дестилирана вода. Съхранява се в бутилка с шлифована запушалка.

Определянето на точната моларност на разтвора от ЕДТА се извършва по следния начин: в ерленмайерова колба от 250 cm<sup>3</sup> се отпипетирват 10 cm<sup>3</sup> 0,05 m разтвор на калциев двухлорид - титроустановител, прибавят се 90 cm<sup>3</sup> двойно дестилирана вода, 5 cm<sup>3</sup> буферен разтвор и 0,2 g индикаторна смес. Така приготвената проба се титрира с разтвора на ЕДТА до промяна на цвета от вишнево-виолетов до чисто син.

Точната моларност /m/ на разтвора на ЕДТА, се изчислява по формулата

$$m = \frac{V_1 \cdot 0,05}{V},$$

където V<sub>1</sub> е обемът на разтвора на калциев хлорид, взет за титриране, в cm<sup>3</sup>; 0,02 - моларността на разтвора на калциев двухлорид;

V - обемът на разтвора на ЕДТА, изразходван при титрирането, в cm<sup>3</sup>.

1.4.5. Солна киселина (d=1,19); /1+1/; 1 n; 0,1 n разтвори.

1.4.6. Натриева основа, 4 n разтвор.

1.4.7. Амоняк, 3 n разтвор.

1.4.8. Смесен индикатор: 0,2 g бромкрезолово зелено, разтворени в 100 cm<sup>3</sup> 96 %-ен етилов спирт и 0,015 g метилово червено, разтворени в 50 cm<sup>3</sup> етилов спирт, се смесват и съхраняват в тъмно стъкло с шлиф.

1.4.9. Активен въглен.

1.4.10. Калиев или натриев цианид - ОТРОВНО! Да се съхранява строго и да се използва изключително внимателно само в неутрална и алкална среда.

1.4.11. Натриев сулфид, 5 %-ен разтвор.

1.4.12. Хидроксиламин хидрохлорид, 5 %-ен разтвор.

1.4.13. Триетаноламин, 30 %-ен разтвор.

1.4.14. Натриев диетилдитиокарбомат, 1 %-ен разтвор

**1.5. Извършване на определянето.** Когато не е известен порядъкът на общата твърдост на изследваната вода, прави се ориентировъчно определяне със 100 cm<sup>3</sup> проба. Ако при титрирането се изразходват повече от 15 cm<sup>3</sup> 0,05 m разтвор на ЕДТА, определянето трябва да се повтори с по-малък обем проба, разредена с дестилирана вода до 100 cm<sup>3</sup>.

В ерленмайерова колба с обем 250 cm<sup>3</sup> се поставят 100 cm<sup>3</sup> от изследваната вода. Към нея се прибавят 5 cm<sup>3</sup> амонячен буферен разтвор за достигане на рН 10±0,2 и суха индикаторна смес в количество, осигуряващо ясно вишнево-лилаво оцветяване. Титрира се с 0,05 m разтвор на ЕДТА при енергично разбъркване до трайно синьо оцветяване. Краят на титрирането се извършва на забавени интервали от 3 до 5 s. Определянето се провежда при стайна температура и не трябва да продължи повече от 5 min от момента на поставяне на буферния разтвор.

Когато изследваната вода съдържа пречещи вещества, чието действие не се отстранява при допустимото разреждане (до 1+5), пробата трябва да се обработи съгласно т. 1.3.

### **1.6. Изчисляване на резултатите.**

Общата твърдост на водата /X/, в немски градуси /°Н/, се изчислява по формулата

$$X = \frac{V_1 \cdot 2 \cdot F \cdot 0,05 \cdot 1000}{V} \cdot 2,8,$$

където V<sub>1</sub> е обемът на разтвора на ЕДТА, изразходван при титрирането, в cm<sup>3</sup>;

F - факторът на разтвора на ЕДТА – 0,997;

0,05 - моларността на разтвора на ЕДТА;

V - обемът на взетата за изследване вода, в cm<sup>3</sup> ;

2,8 - коефициент за превръщане на резултатите от mgeq/dm<sup>3</sup> в °Н (1mgeq=2,8°Н).

В зависимост от количеството на съдържащите се соли водите могат условно да се разделят на: много меки, когато твърдостта им е по-малка от 4 Н°; меки – с твърдост 8...12 Н°; почти твърди – 12...18 Н°; твърди – 18...25 Н°; много твърди – 25...50 Н°; извънредно твърди – над 50 Н°.

В България като единица за твърдост се използва mgeq/dm<sup>3</sup> или немският градус Н°. Според изискванията на БДС питейната вода не трябва да има твърдост по-голяма от 12 mgeq/dm<sup>3</sup> или Н° (1 mgeq/dm<sup>3</sup> = 2,8 Н°).

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 7

### **Определяне на перманганатната окисляемост на води (разтвори) съдържащи органични вещества**

#### *Същност на метода:*

Методът се прилага за определяне на перманганатна окисляемост до 10 mg/l O<sub>2</sub> в не разредени, а в разредени води (разтвори) до 100 mg/l O<sub>2</sub>. пречещо влияние оказват Fe<sup>2+</sup>, Cl<sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>, H<sub>2</sub>S, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>;

#### *Необходими реактиви:*

1:2 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: Един обем конц. сярна киселина се прибавят към два обема дестилирана вода. Към получения разтвор се прибавя 0,01N разтвор на калиев перманганат до слабо розово оцветяване.

0,1N H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: 6,3030g H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O се разтварят в разредена сярна киселина (1:15) до обем 1 литър.

0,01N H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: 100 ml 0,1N H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> се разрежда до 1L с разредена сярна киселина (1:15).

0,1N KMnO<sub>4</sub>: 3,2g KMnO<sub>4</sub> се разтварят с дестилирана вода в колба от 1L.

0,01N KMnO<sub>4</sub>: 110 ml 0,1N KMnO<sub>4</sub> се разрежда с дестилирана вода до обем 1L.

#### *Стандартизиране на разтвора на калиев перманганат*

100 ml дестилирана вода се поставя в ерленмайерова колба от 300 ml. Прибавят се 10 ml 0,01N H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> и 5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:2). Загрява се до 60-70°C и на горещо се титрува с 0,01N KMnO<sub>4</sub>. Концентрацията на разтвора на калиев перманганат се определя по формулата:

$$C(KMnO_4) \cdot V(KMnO_4) = C(H_2C_2O_4) \cdot V(H_2C_2O_4)$$

#### *Начин на работа*

100 ml проба или по-малък обем (доведен до 100 ml с дестилирана вода) се поставят в колба от 300 ml, в която са поставени стъклени перли. Прибавят се 5 ml сярна киселина (1:2) и 20 ml 0,01N разтвор на калиев перманганат. Разтворът се загрява до кипене. Към горещия разтвор се прибавят 20 ml 0,01N разтвор на оксалова киселина.

Обезцветеният горещ разтвор се титрува с 0,01N разтвор на калиев перманганат. Ако при кипенето разтворът се обезцвети или се образува кафява утайка, определянето се повтаря с по-малък обем проба.

При титруването не трябва да се изразходват повече от 12 ml и не по-малко от 4 ml разтвор на калиев перманганат за разредена проба.

По същия начин се приготвя празна проба с дестилирана вода, като при титруването трябва да се изразходва повече от 0,2 ml разтвор на калиев перманганат.

*Изчисляване на резултите:*

$$X = \frac{(A - B) \cdot N(\text{KMnO}_4) \cdot 8 \cdot 1000}{V}$$

където: X – окисляемостта в mg/l O<sub>2</sub>; A – обем калиев перманганат за титруване на анализираната проба, в ml; B – обем калиев перманганат за титруване на празната проба, в ml; N – концентрацията на калиевия перманганат, в mol-eq/l; V – обемът на пробата взет за анализ, в ml.

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 8

### **Определяне съдържанието на разтворен кислород във води**

Отнася се за обемен метод за определяне съдържанието на разтворения кислород в повърхностни, подземни и отпадъчни води.

Методът е приложим за определяне на разтворен кислород в концентрации, по-големи от  $0,2 \text{ mg/dm}^3$ .

#### **1. СЪЩНОСТ НА МЕТОДА**

Методът се основава на взаимодействието между разтворения в изследваната вода кислород и мангановия хидроксид /II/, при което се получават по-високовалентни манганови хидроксида с променлив състав. След подкисляване образуватите манганови катиони /III/ отделят от калиевия йодид еквивалентно на разтворения кислород количество йод, което се титрира с натриев тиосулфат.

#### **2. НАЧИН ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБА**

2.1. Пробата от изследваната вода се взема в чисто реактивно стъкло с обем от 110 до  $130 \text{ cm}^3$  с шлифована запушалка чрез потопяване под нивото на изследваната вода, след което се сменя запушалката и се оставя да се напълни догоре. Веднага след това разтвореният във водата кислород се фиксира в самото реактивно стъкло, както е описано в раздел 6. Реактивното стъкло се затваря с шлифованата запушалка, като се внимава да не се образуват въздушни мехурчета под нея.

В случаите, когато се налага допълнително обработване съгласно раздел 3, проба от изследваната вода се взема в чисто реактивно стъкло от  $1 \text{ dm}^3$  с шлифована запушалка по начина, описан в т.1.

2.2. Пробата от изследваната вода не се консервира.

#### **3. ОТСТРАНЯВАНЕ НА ПРЕЧЕЩИТЕ ВЕЩЕСТВА**

3.1. За отстраняване на пречещите вещества е необходимо допълнително обработване на пробата, което трябва да се извърши преди определянето на разтворения кислород.

3.1.1. Пречещото влияние на високи концентрации от неразтворени вещества се отстранява по следния начин:

3.1.1.1. Към пълното догоре с изследваната вода реактивно стъкло с обем  $1 \text{ dm}^3$  с шлифована запушалка веднага се прибавят  $10 \text{ cm}^3$  10 %-ен разтвор на калиево-алуминиев сулфат и  $2 \text{ cm}^3$  амоняк ( $d=0,91$ ).

3.1.1.2. Реактивното стъкло се затваря така, че да не се образуват въздушни мехурчета и съдържанието се разбърква чрез обръщане в продължение на 1 min. Реактивното стъкло се оставя 10 min на място, защитено от пряка слънчева светлина и източници на топлина.

3.1.1.3. Бистрата течност над утайката се прехвърля със сифон в реактивно стъкло с обем от 110 до  $130 \text{ cm}^3$  с шлифована запушалка. Краят на

сифона се поставя на дъното на реактивното стъкло, което се пълни бавно, докато не прелее около  $40 \text{ cm}^3$  от избистрената вода. Разтвореният кислород се фиксира, както е описано в раздел 6.

3.1.2. Пречещото влияние на трудно утаяващи се неразтворени вещества се отстранява по следния начин: към пълното догоре с изследваната вода реактивно стъкло с обем  $1 \text{ dm}^3$  с шлифована запушалка се прибавят  $10 \text{ cm}^3$  разтвор на сулфаминова киселина и живачен (II) хлорид (32 g сулфаминова киселина се разтварят в  $450 \text{ cm}^3$  дестилирана вода; 54 g живачен /II/ хлорид се разтварят при нагриване в  $450 \text{ cm}^3$  дестилирана вода). Двата разтвора се смесват и обемът се довежда с дестилирана вода до  $1 \text{ dm}^3 / 10 \text{ cm}^3$  10 %-ен разтвор на калиево-алуминиев сулфат и  $5 \text{ cm}^3$  2n разтвор на натриева основа. Обработването продължава, както е описано в т.3.1.1.2 и т.3.1.1.3.

3.1.3. Пречещото влияние на бързо утаяващи се неразтворени вещества от биобасейните на пречиствателните станции, съдържащи активна утайка, се отстранява по следния начин: към пълното догоре с изследваната вода реактивно стъкло с обем  $1 \text{ dm}^3$  с шлифована запушалка веднага се прибавят  $10 \text{ cm}^3$  разтвор на меден /II/ сулфат и сулфаминова киселина ( 32 g сулфаминова киселина се разтварят в  $450 \text{ cm}^3$  дестилирана вода; 50 g меден /II/ сулфат се разтварят също в  $450 \text{ cm}^3$  дестилирана вода). Двата разтвора се смесват, прибавят се  $25 \text{ cm}^3$  оцетна киселина ( $d=1,07$ ) и обемът се довежда с дестилирана вода до  $1 \text{ dm}^3$ . Обработването продължава, както е описано в т.3.1.1.2 и т.3.1.1.3.

3.1.4. Пречещото влияние на редутори като желязо /II/, нитрити, полиитонати, сулфиди, сулфити и тиосулфати се отстранява по следния начин:

3.1.4.1. Към пълното догоре с изследваната вода реактивно стъкло с обем от 110 до  $130 \text{ cm}^3$  веднага се прибавят  $0,5 \text{ cm}^3$  сярна киселина (1+4) и  $0,5 \text{ cm}^3$  разтвор на натриев хипохлорит. Разтворът се съхранява в тъмен стъклен съд с шлифована запушалка на хладно място. Съдържанието на активен хлор в така приготвения разтвор с течение на времето намалява. Разтворът се контролира за съдържанието на активен хлор и в случай на необходимост се прибавя 3 %-ен разтвор на натриев хипохлорит.

3.1.4.2. Реактивното стъкло се затваря с шлифованата запушалка, без да се образуват въздушни мехурчета под нея, разбърква се чрез неколккратно обръщане и се оставя на тъмно.

3.1.4.3. След 30 min се прибавя  $1 \text{ cm}^3$  разтвор на калиев роданид (2 g калиев роданид се разтварят в  $200 \text{ cm}^3$  25 %-ен воден разтвор на натриев сулфат). Съдържанието на реактивното стъкло се разбърква чрез обръщане и след 10 min разтвореният кислород се фиксира, както е описано в т.6.

3.1.5. Пречещото влияние на желязо /III/ до  $200 \text{ mg/dm}^3$  (при концентрации под  $1 \text{ mg/dm}^3$  пречещото влияние се пренебрегва) се отстранява чрез прибавяне на  $1 \text{ cm}^3$  40 %-ен разтвор на калиев флуорид преди подкисляването на пробата. Веднага след прибавяне на разтвор на сярна киселина (1+4) отделеният йод се титрира бързо до първото обезцветяване на индикатора.

3.1.6. На определянето пречат органични вещества, които се отстраняват по следния начин: след фиксирането на кислорода утайката се оставя да падне



(достатъчни са 2 до 3 min) до образуване под запушалката на избистрен слой. Веднага се прибавя разтвор на сярна киселина (1+4), съдържанието бързо се прехвърля в ерленмайерова колба и се титрира с 0,01 n разтвор на натриев тиосулфат.

3.2. Когато еквивалентната концентрация на желязо /III/ е по-ниска от концентрацията на присъстващия в пробата разтворен кислород, прави се корекция, като се изважда еквивалентната концентрация на желязо /III/ - 0,14 mg кислород на 1 mg желязо /III/.

3.3. Пречещото влияние на нитрити в концентрация до 20 mg/dm<sup>3</sup> се отстранява чрез прибавяне на натриев азид към разтвора от калиева основа и калиев йодид.

#### 4. АПАРАТУРА

4.1. Реактивно стъкло с обем от 110 до 130 cm<sup>3</sup> с шлифована запушалка и тарирано с точност до 0,1 cm<sup>3</sup>.

4.2. Реактивно стъкло с обем 1 dm<sup>3</sup> с шлифована запушалка.

4.3. Сифон каучуков (маркуч - гъвкав, с диаметър 4 mm).

#### 5. РЕАКТИВИ И РАЗТВОРИ

5.1. Всички реактиви трябва да са с квалификация чисти за анализ (ч.з.а.).

5.2. Манганов /II/ сулфат, разтвор.

5.2.1. 400g MnSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O или 364g MnSO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O или 480g MnSO<sub>4</sub>·4H<sub>2</sub>O се разтварят в дестилирана вода и обемът се довежда до 1 dm<sup>3</sup>. Разтворът се филтрира през едропорест книжен филтър.

5.2.2. Вместо разтвор от манганов сулфат може да се използва разтвор от манганов хлорид (425 g манганов хлорид се разтварят в дестилирана вода и обемът се довежда до 1 dm<sup>3</sup>). В този случай за подкисляване се използва разтвор на солна киселина (1+1).

5.3. Калиева основа+калиев йодид+натриев азид, разтвор.

5.3.1. 700 g калиева основа (или 500 g натриева основа) и 150 g калиев йодид се разтварят в 700 cm<sup>3</sup> дестилирана вода. 10 g натриев азид се разтварят в 40 cm<sup>3</sup> дестилирана вода. Двата разтвора се смесват и обемът се довежда с дестилирана вода до 1 dm<sup>3</sup>. Ако разтворът не е прозрачен, оставя се да престои и бистрата част се отсифонира. Разтворът не трябва да съдържа свободен йод.

5.3.2. Проверка на разтвора се извършва по следния начин:

В ерленмайерова колба, която съдържа 100 cm<sup>3</sup> дестилирана вода, се прибавят 2 cm<sup>3</sup> от разтвора, приготвен по т.5.3.1, и 10 cm<sup>3</sup> сярна киселина (1+4). След прибавяне на 5 cm<sup>3</sup> 0,5 %-ен разтвор на нишесте разтворът не трябва да се оцвети в синьо.

5.4. Калиев йодид, 15 %-ен разтвор. 15 g калиев йодид се разтварят в дестилирана вода, прибавя се 1 cm<sup>3</sup> 1 n разтвор на натриева основа и обемът се довежда до 100 cm<sup>3</sup>. Разтворът не трябва да съдържа свободен йод. Проверката на разтвора се извършва, както е описано в т. 5.3.2.

5.5. Сярна киселина (d=1,84), разтвор (1+4).

5.6. Калиев бихромат, 0,01 n разтвор. 0,4904 g калиев бихромат, изсушен при температура  $105\pm 2^{\circ}\text{C}$ , се разтваря в дестилирана вода и обемът се довежда до  $1\text{ dm}^3$  при температура  $20^{\circ}\text{C}$ .

5.7. Натриев тиосулфат 0,01 n разтвор.

5.7.1. 2,48 g натриев тиосулфат и 0,2 g натриев карбонат се разтварят в прясно приготвена, свободна от въглероден диоксид дестилирана вода и обемът се довежда до  $1\text{ dm}^3$ . Разтворът се съхранява в тъмен стъклен съд с шлифована запушалка.

5.7.2. Определянето на точната нормалност на разтвора на натриев тиосулфат се извършва по следния начин: в ерленмайерова колба с шлифована запушалка се прибавят  $100\text{ cm}^3$  дестилирана вода,  $10\text{ cm}^3$  15 %-ен разтвор на калиев йодид,  $5\text{ cm}^3$  сярна киселина (1+4) и  $25\text{ cm}^3$  0,01 n разтвор на калиев бихромат. Колбата се затваря със запушалката, съдържанието се разбърква и престоива на тъмно 10 min. След изтичане на определеното време разтворът се титрира с 0,01 n разтвор на натриев тиосулфат до светложълт цвят. След това се прибавя  $1\text{ cm}^3$  0,5 %-ен разтвор на нишесте и разтворът се титрира до пълно обезцветяване.

5.8. Нишесте, 0,5 %-ен разтвор (индикатор). 5 g разтворимо нишесте се смесват с  $50\text{ cm}^3$  дестилирана вода и се прибавят към  $950\text{ cm}^3$  кипяща дестилирана вода. Разтворът се консервира с 0,25 g живачен йодид.

## 6. ИЗВЪРШВАНЕ НА ОПРЕДЕЛЯНЕТО

6.1. В реактивно стъкло с обем от 110 до  $130\text{ cm}^3$  пълно догоре с изследвана вода с пипета се прибавя  $1\text{ cm}^3$  разтвор на манганов сулфат, която се потопява до дъното на реактивното стъкло, открива се горният край и пипетата бавно се вдига до изтичане на разтвора. С друга пипета се прибавя  $1\text{ cm}^3$  разтвор на калиева основа с калиев йодид и натриев азид, като крайт на пипетата се потопява само под нивото на пробата.

6.2. Реактивното стъкло се затваря, без да се образуват въздушни мехурчета под запушалката и съдържанието се разбърква добре чрез неколккратно обръщане. Образованата утайка се разтваря чрез прибавяне с пипета на  $2\text{ cm}^3$  сярна киселина (1+4), потопена под нивото на пробата. Реактивното стъкло се затваря, без да се образуват въздушни мехурчета под запушалката и се разбърква чрез обръщане до пълно разтваряне на утайката. След това цялото съдържание се прехвърля в ерленмайерова колба.

6.3. Реактивното стъкло се изплаква с около  $30\text{ cm}^3$  дестилирана вода, която се излива в колбата. Отделеният йод се титрира с 0,01 n разтвор на натриев тиосулфат до светложълт цвят. Прибавя се  $1\text{ cm}^3$  0,5 %-ен разтвор на нишесте и продължава да се титрира до обезцветяване. Титрирането не трябва да продължава повече от 5 min.

## 7. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ЗАКРЪГЛЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. Разтвореният кислород (X), в  $\text{mg}/\text{dm}^3$ , се изчислява по формулата

$$x = \frac{V.n.8.1000}{V_1 - V_2},$$

където V е обемът на разтвора от 0,01 n натриев тиосулфат, изразходван при титрирането, в  $\text{cm}^3$ ;

$V_1$ - обемът на реактивното стъкло, в  $\text{cm}^3$ ;

$V_2$  - общият обем на разтворите (без разтвора на сярна киселина (1+4)) прибавени в реактивното стъкло при фиксирането на кислорода и в случаите при предварителната подготовка на пробите, в  $\text{cm}^3$ ;

n - точната нормалност на натриевия тиосулфат;

8- еквивалент на кислорода.

7.2. Резултатите се закръгляват до 0,1 mg.

## 8. ДОПУСТИМИ РАЗЛИКИ МЕЖДУ РЕЗУЛТАТИТЕ

Допустимите разлики между резултатите при паралелни определяния не трябва да превишават  $0,2 \text{ mg}/\text{dm}^3$  разтворен кислород.

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 9

### **Определяне биохимическата потребност от кислород за пет денонощия (БПК<sub>5</sub>)**

Отнася се за метод за определяне на биохимическата потребност от кислород за пет денонощия ( БПК<sub>5</sub>) в повърхностни, подземни и отпадъчни води.

#### **1. СЪЩНОСТ НА МЕТОДА**

Същността на метода се състои в определяне на изразходваното количество разтворен кислород в продължение на пет денонощия за аеробно биохимическо окисляване на органичните вещества, съдържащи се в изследваната вода.

#### **2. НАЧИН ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБА**

2.1. Пробата от изследваната вода се взема в чист стъклен съд с шлифована запушалка или в пластмасова бутилка.

2.2. Пробата от изследваната вода не се консервира.

#### **3. ПРЕДВАРИТЕЛНО ОБРАБОТВАНЕ НА ПРОБА**

3.1. В зависимост от вида на изследваната вода БПК<sub>5</sub> се определя на утаена, неутаена или филтрирана проба, като начинът на предварителното обработване се отбелязва при записване на резултата.

3.2. Определяне на БПК<sub>5</sub> на утаена проба

Пробата на мястото на вземането ѝ се налива в цилиндър и се оставя да се утаят неразтворените вещества в продължение на 30 min. Избистреният слой се отделя чрез отсифониране, като краят на сифона трябва да бъде потопен на около 3 cm под нивото на избистрената течност в цилиндъра.

3.3. Определяне на БПК<sub>5</sub>, на неутаена проба

Преди определянето съдът с пробата се разбърква за хомогенизиране на пробата.

3.4. Определяне на БПК<sub>5</sub> на филтрирана проба. Пробата на мястото на вземането и се филтрира през ситнопореста филтърна хартия, като първите порции от филтрат се изхвърлят.

3.5. След обработване пробата се пренася в чист стъклен съд, който се напълва до гърлото и се затваря с шлифована запушалка, без да се образуват въздушни мехурчета под нея. Пробата се съхранява на тъмно при температура от 1 до 3°C. Определянето ѝ трябва да се извършва не по-късно от 24 h след вземането.

#### **4. ОТСТРАНЯВАНЕ НА ПРЕЧЕЩИТЕ ВЕЩЕСТВА**

За отстраняване на пречещите вещества е необходимо допълнително обработване на пробата, което трябва да се извършва преди определянето.

4.1. Ако пробата след разреждане има рН извън границите от 6 до 8, извършва се неутрализиране. Неутрализацията на киселата проба се извършва с 1 n разтвор на натриева основа, а алкалната проба - с 1 n разтвор на сярна киселина. Необходимото количество от киселина или основа се определя чрез титриране на отделна проба, взета в количество, необходимо за неутрализирането до рН 7 в присъствие на индикатор бромтимоловосиньо или потенциометрично.

4.2. Вода, която съдържа свободен хлор, преди определянето се обработва с натриев тиосулфат. Количеството на разтвора от натриев тиосулфат, необходимо за редукцията на свободния хлор, се определя чрез титриране по следния начин:

4.2.1. Към 100 cm<sup>3</sup> проба се прибавят 10 cm<sup>3</sup> разтвор на сярна киселина /1+50/; 10 cm<sup>3</sup> 10 %-ен разтвор на калиев йодид и се титрира с 0,01 n разтвор на натриев тиосулфат в присъствие на 0,5 %-ен разтвор на нишесте.

4.2.2. Към пробата, необходима за определянето, се прибавя еквивалентно количество от разтвора на натриевия тиосулфат, уставено по резултата от титрирането. В случай че пробата след 10 до 20 min все още показва положителна реакция за свободен хлор, обработването се повтаря.

4.3. Пречещото влияние на вещества, които се съдържат в изследваната вода и реагират с разтворения кислород, се отстраняват чрез увеличаване на времето на 1 h между разреждането или аерирането на пробата и фиксирането на разтворения кислород.

4.4. За определяне на БПК<sub>5</sub> на води, които са стерилни или съдържат недостатъчно количество микроорганизми, се използва разреждаща вода с "добавка".

#### **5. ПРИГОТВЯНЕ НА ПРОБА БЕЗ РАЗРЕЖДАНЕ**

5.1. Когато БПК<sub>5</sub> на изследваната вода е под 6 mg/dm<sup>3</sup> кислород, взема се проба с обем от 1 до 1,5 dm<sup>3</sup> в чист стъклен съд.

5.2. Пробата се темперира до температура (20±1)°C и в продължение на 10 min се насища с чист от прах и масла въздух чрез аериране или енергично разклащане.

5.3. За проби без разреждане се допуска изразходването на кислород за биохимическо окисляване през инкубационния период да бъде по-малко от 2 mg/dm<sup>3</sup>.

#### **6. ПРИГОТВЯНЕ НА ПРОБА С РАЗРЕЖДАНЕ**

6.1. Когато БПК<sub>5</sub> на изследваната вода е над 6 mg/dm<sup>3</sup> кислород, пробата се разрежда така, че да бъдат спазени оптималните условия (изразходване на кислород за биохимическо окисляване през инкубационния период повече от 2 mg/dm<sup>3</sup> и остатъчната концентрация на кислород след пет денонощия да бъде над 3 mg/dm<sup>3</sup>).

6.2. Обикновено за дадена проба се правят две или повече разреждания. Най-правилни са резултатите от това определяне, при което се изразходва приблизително 50 % от присъстващия в пробата кислород.

6.3. Препоръчва се разреждането на пробата от изследваната вода да се извършва, както е посочено в приложението.

6.4. При разреждане на пробата с вода трябва да се спазват изискванията на т. 5.2.

## 7. АПАРАТУРА

7.1. Реактивни стъкла с обем от 110 до 130 cm<sup>3</sup> с шлифовани запушалки и тариращи с точност до 0,1 cm<sup>3</sup>.

7.2. Сифон (гъвкав каучуков маркуч с диаметър 4 mm).

7.3. Устройство за аериране

7.4. Термостат с водно охлаждане и загряване, установен при температура (20±1)°C, в който се помещават стъклени вани или чаши напълнени с дестилирана вода.

## 8. РЕАКТИВИ И РАЗТВОРИ

8.1. Всички реактиви трябва да бъдат с квалификация чисти за анализ /ч.з.а./.

Реактивите и разтворите са съгласно БДС 17.1.4.08-78.

8.2. Дестилирана вода

8.2.1. Дестилирана вода, използвана за приготвяне на разтворите. Разреждащата вода не трябва да съдържа мед над 0,01 mg/dm<sup>3</sup>, цинк над 1 mg/dm<sup>3</sup>, органични вещества, свободен хлор и хлорамин.

8.2.2. Дестилираната вода, необходима за приготвяне на разреждаща вода трябва да е прясно дестилирана и наситена с кислород. Съдът за тази вода не трябва да се използва за други цели (дори за приготвяне на разреждащата вода).

8.3. Фосфатен буфер с рН 7,2, разтвор 8,5 g KН<sub>2</sub>РO<sub>4</sub>; 21,75 KН<sub>2</sub>РO<sub>4</sub>; 33,4 Na<sub>2</sub>НРO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O и 1,7 g амониев хлорид се разтварят в дестилирана вода и обемът се довежда до 1 dm<sup>3</sup>.

8.4. Магнезиев /II/, сулфат разтвор. 22,5 g магнезиев сулфат се разтварят в дестилирана вода и обемът се довежда до 1 dm<sup>3</sup>.

8.5. Калиев /II/ хлорид, разтвор. 27,5 безводен калциев хлорид се разтваря в дестилирана вода и обемът се довежда до 1 dm<sup>3</sup>.

8.6. Железен /III/ хлорид, разтвор. 0,25 g железен /III/ хлорид се разтваря в дестилирана вода и обемът се довежда до 1 dm<sup>3</sup>.

8.7. Разреждаща вода

8.7.1. Към 1 dm<sup>3</sup> дестилирана вода с температура (20±1)°C се прибавят до 1 cm<sup>3</sup> разтвор на фосфатен буфер рН 7, 1 cm<sup>3</sup> разтвор на магнезиев /II/ сулфат, 1 cm<sup>3</sup> разтвор на калциев /II/ хлорид и 1 cm<sup>3</sup> разтвор на железен /III/ хлорид.

8.7.2. Разреждащата вода се приготвя непосредствено преди определянето и чистотата ѝ се проверява чрез провеждане на "празен" опит по следния начин: четири реактивни стъкла с обем от 110 до 130 cm<sup>3</sup> с шлифовани запушалки се напълват догоре с разреждаща вода. В две от реактивните стъкла веднага се

определя разтвореният кислород /нулев ден/ по БДС 17.1.4.08-78, а останалите две реактивни стъкла се поместват в термостат по начин, описан в раздел 9, и разтвореният кислород в тях се определя след пет денонощия. Разликата от средната концентрация на разтворения кислород в нулевия и петия ден не трябва да превишава  $0,5 \text{ mg/dm}^3$ . Стойността на "празния" опит не се изважда от резултата за БПК<sub>5</sub>, получен за проба с разреждане.

8.7.3. Разреждаща вода с "добавка" се приготвя по следния начин: към  $1 \text{ dm}^3$  разреждаща вода, приготвена съгласно т.8.7.1, се прибавя  $1 \text{ cm}^3$  прясно утаена битова вода, съхранявана не повече от 24 h или от 10 до  $20 \text{ cm}^3$  речна вода. Разреждащата вода с "добавка" се приготвя непосредствено преди определянето. На "добавката", прибавена към разреждащата вода, се определя БПК<sub>5</sub>. По нейната стойност се прави корекция, която се изважда от резултата за БПК<sub>5</sub> на изследваната вода.

## 9. ИЗВЪРШВАНЕ НА ОПРЕДЕЛЯНЕТО

9.1. Пробата от изследваната вода, приготвена съгласно раздел 5 или 6, се налива със сифон в три реактивни стъкла с обем от 110 до  $130 \text{ cm}^3$  с шлифовани запушалки. Предварително всяко реактивно стъкло се изплаква с около  $30 \text{ cm}^3$  от пробата. Краят на сифона трябва да бъде потопен на дъното на реактивното стъкло, което, след като се напълни догоре, се затваря с шлифованата запушалка, без да се образуват въздушни мехурчета под нея. В едно от трите реактивни стъкла веднага се определя разтвореният кислород по БДС 17.1.4.08-73. Времето между разреждането или аерирането на пробата и фиксирането на разтворения кислород не трябва да продължи повече от 15 min.

9.2. Останалите две реактивни стъкла се поставят със запушалките надолу в стъклените вани или чаши с дестилирана вода в термостат при температура  $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$  на тъмно. Дестилираната вода в стъклените вани или чаши се сменява преди всяко определяне. След пет денонощия в двете реактивни стъкла се определя концентрацията на разтворения кислород.

## 10. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ЗАКРЪГЛЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

10.1. БПК<sub>5</sub>, в  $\text{mg/dm}^3$  кислород на проби без разреждане /x/; на проби с разреждане без "добавка" /y/ или на проби с разреждане с "добавка" /z/ се изчислява по формулите

$$\begin{aligned}x &= a - b; \\y &= \frac{a - b}{R}; \\z &= \frac{(a - b) - c \cdot d}{R},\end{aligned}$$

където а е концентрацията на разтворения кислород в началото на определянето,  $\text{mg/dm}^3$ ;

б - концентрацията на разтворения кислород след пет денонощия,  $\text{mg/dm}^3$ ;

с – БПК<sub>5</sub> на  $1 \text{ cm}^3$  "добавка" (БПК<sub>5</sub> на "добавката",  $\text{mg/dm}^3$ , умножено по 0,001);

d - обемът на "добавката", в  $\text{cm}^3$ , в  $1 \text{ mg/dm}^3$  смес от пробата и разреждащата вода с "добавка";

R - разреждането (съотношението между обема на пробата V,  $\text{cm}^3$ , и  $1000 \text{ dm}^3$  смес от пробата и разреждащата вода -  $\frac{V}{1000}$ ).

Препоръчва се закръгляването на резултатите да се извършва, както е посочено в приложението.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

*Препоръчано разреждане на пробите от изследваната вода при определяне на БПК<sub>5</sub> и закръгляване на резултатите*

Разреждане R	Обем на пробата в $1 \text{ dm}^3$ смес, $\text{cm}^3$	Обхват на БПК <sub>5</sub> $\text{mg/dm}^3$	Закръгляване на резултатите $\text{mg/dm}^3$
1	Неразредена проба	От 0 до 6	0,1
0,5	500	4...12	0,2
0,2	200	10...30	0,5
0,1	100	20...60	1
0,05	50	40...120	2
0,02	20*	100...300	5
0,01	10*	200...600	10
0,005	5**	400...1200	20
0,002	2**	1000...3000	50
0,001	1**	2000...6000	100

\*При отмерване с мерителен цилиндър трябва да се проведе допълнително разреждане.

\*\*При отмерване с пипета трябва да се проведе допълнително разреждане.



## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 10

### **ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ЦВЕТНИ ОРГАНИЧНИ ЗАМЪРСИТЕЛИ И МЕТАЛНИ ЙОНИ В ОТПАДЪЧНИ ВОДИ**

#### **1. Теоретична обосновка**

Към съвременните методи за анализ на природни и промишлени продукти се предявяват високи изисквания. Методите за анализ трябва да бъдат експресни, точни и чувствителни.

Едни от клоновите методи, удовлетворяващи тези изисквания са хроматографските. Интензивното развитие на тези мощни методи за анализ доведе до ефективното им използване в областта на промишлената химия, контрола на околната среда и др., за анализ на сложни смеси от органични вещества.

Същността на хроматографските методи се състои в разделяне на компонентите на една проба, при което те се разпределят между две фази, едната от които е неподвижна, а другата подвижна. Така разпределената смес се детектира през детектор, получавайки данни за веществата от пробата в графичен или писмен вид.

В зависимост от използваните фази, механизъм на хроматографиране и техническо изпълнение, хроматографията се класифицира като:

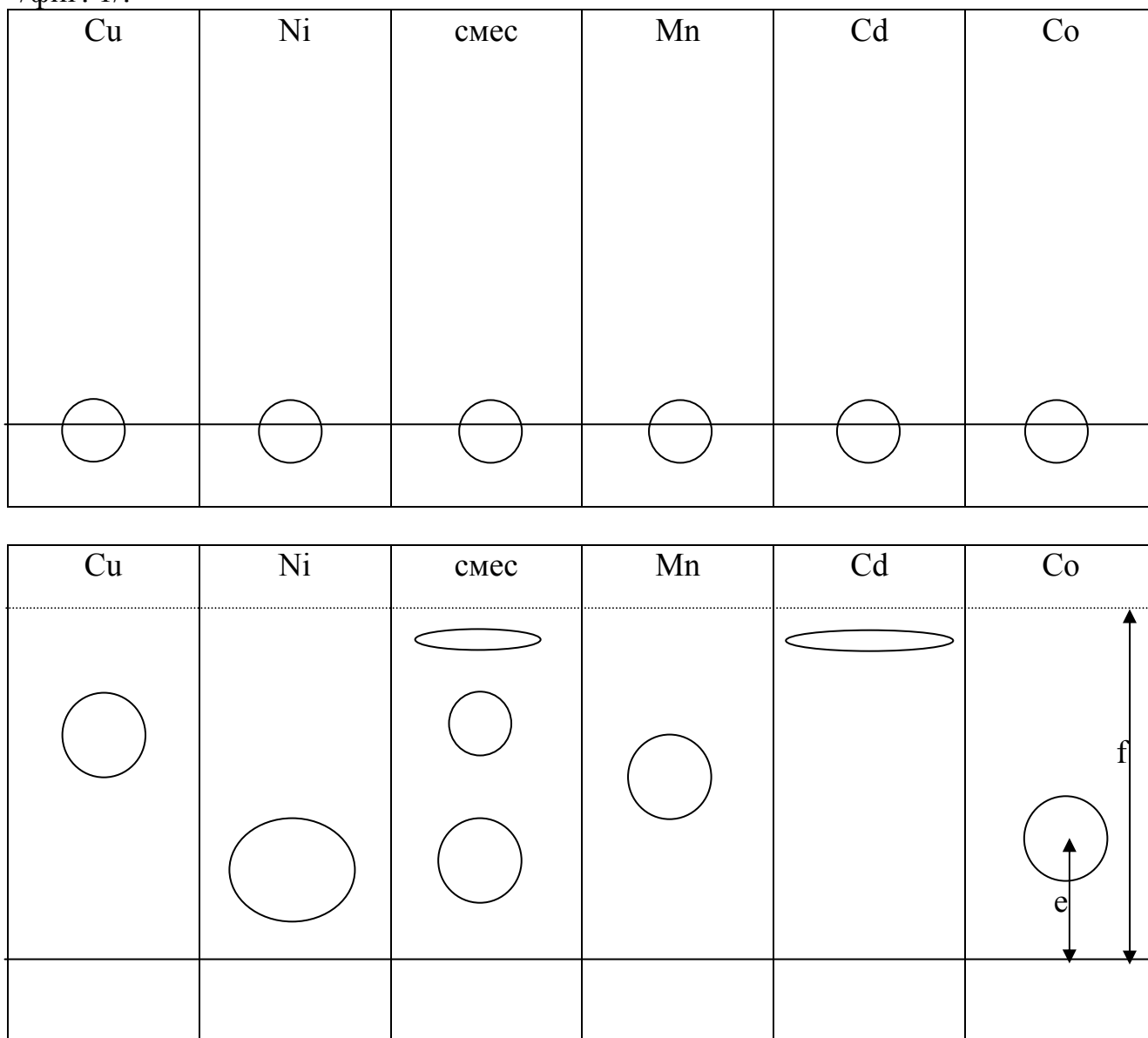
- газова /GC/
- газово-течна /GLC/
- течна /LC/
- течно-газова /LLC/
- течно-твърда /LSC/

Един от класическите варианти на течно-твърда хроматография е т. нар. хартиена хроматография (разпределителна хроматография). Като аналитичен метод хартиената хроматография се развива около петдесетте години на миналия век. В действителност той води началото си от 1855г. Находчивият Runge разделил багрила с помощта на “капилярното действие” на хартията. Естествено този капилярен метод е имал ограничено действие за специални случаи и е бил забравен към началото на миналия век. Около 1905г. руският ботаник М. Цвет развива колонната адсорбционна хроматография. В 30-те и 40-те години на 20 век се развиват газовата и течна разделителна хроматография. Едва през 1944г. Martin и Gordon формулират хартиено-хроматографския метод като систематично различен от капилярния метод на Runge. Първите обекти изследвани с хартиена хроматография са свободните аминокиселини, градивните елементи на инсулина и др.

#### **2. Ред за извършване на експеримента**

Ивица филтърна хартия (20÷50)/(3÷15)cm се маркира с молив в единия край. Върху маркираната линия с микропипета се нанасят капки от проба. Големината на петното трябва да бъде с диаметър около 1cm. Така

препарираната ивица е готова за хроматографиране. За целта ивицата се потопява в съд (вана или чаша) с подходящ разтворител (смес ацетон и концентрирана HCl в съотношение 85:15). Разтворителят се всмуква от порите на хартията образувайки фронт, който се придвижва по дължината на ивицата /фиг. 1/.



Фиг.1.

Заедно с разтворителя се увличат и вещества от пробата и се придвижват върху хартията различно бързо в зависимост от коефициента на разпределение на съответното вещество. По този начин всяко вещество се разпределя на различна височина. След известно време, когато елуентният разтвор на разтворителя достигне височина 15-20 cm, филтърната ивица се изважда от разтворителя и се изсушава. Ако веществата от пробата са безцветни се напръскват с подходящ реактив, който проявява петната на отделните вещества в различен цвят.

Така получената хроматограма позволява да се направи анализ и характеристика на всяко съединение от пробата.

Мярка за скоростта на придвижването на дадено вещество в хроматограмата е т. нар.  $R_f$  стойност (“Rotio” /отношение/ спрямо “Front” /фронта/):

$$R_f = \frac{\text{разстояние на веществото от точката на нанасяне} - e}{\text{разст. на фронта на разтворителя от точката на нанасяне} - f}$$

За дадено химично съединение  $R_f$  стойността е лесно установима характеристика и е константа.

При известни условия  $R_f$  стойността силно зависи от температурата, концентрацията, нееднородността на хартията, примесите в разтворителя. За това в случаите на многокомпонентна смес е целесъобразно наред с непознатата смес да се хроматографират и познати вещества (свидетели). Това практически елиминира външните условия и прави  $R_f$  фактора точна и практически приложима константа.

### 3. Анализ на резултатите

Големината на отделното петно е пропорционална на логаритъма на съдържанието на веществото. Следователно ако се хроматографират еднакви обеми на неизвестният и стандартен разтвор може да се прецени с точност до 10% концентрацията на съответният компонент. Съотношението на площите на отделните петна към сумарната площ, може да ни даде оценка за количественото разпределение на веществата в пробата в проценти:

$$C = \frac{S_i}{\sum S_i} \cdot 100\%$$

Големината на петното може да се установи планиметрично или тегловно, чрез претегляне на изрязаните късчета хартия, отговарящи на площта на петното.

Хартиената хроматография борава с вещества в количества от  $5 \cdot 10^{-6}$  до  $5 \cdot 10^{-5}$  g (за отделен компонент).

Един от съществените белези на хартиената хроматография е гениалната импровизация. Той може да се прилага при най-опростени условия за редица естествени и изкуствени багрила, органични киселини, разтворители, смеси от неорганични вещества и др.

Хартиената хроматография съчетана с класическите и нови инструментални методи на модерната химия, я прави едно от най-значимите постижения на органично-химическата изследователска методика.

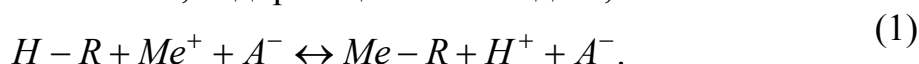
## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 11

### ЙОНООБМЕННО ОБЕЗСОЛЯВАНЕ НА ВОДИ

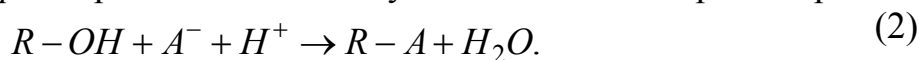
*Цел на упражнението:* целта на упражнението е запознаване с йонообменните материали и процесът на йонен обмен и експериментално пречистване на отпадъчни води.

#### **Въведение**

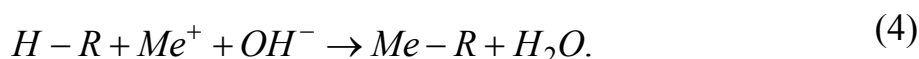
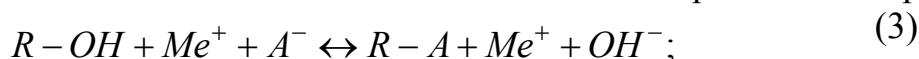
Йонообменното обезсоляване на водата се основава на последователното протичане на процесите *H*-катиониране и *OH*-аниониране. При *H*-катионирането всички катиони, съдържащи се във водата, се обменят еквивалентно с  $H^+$ -йони:



Получената при този процес *H*-катионирана вода се подлага на *OH*-аниониране, при което всички аниони се обменят с *OH*-йони. При това от всеки 1 *meq* водородни йони се получава 1 *mol* вода. Протича реакцията:



Йонообменното обезсоляване може да се проведе и в обратен ред:



Тази възможност се използва много рядко, защото повишаването на рН по време на *OH*-анионирането на суровата вода може да създаде условия за образуване на твърда фаза от  $CaCO_3$ , която се отделя върху йонитните гранулки и затруднява провеждането на процеса.

Йонообменните материали (йонити) представляват твърди, неразтворими във вода вещества, които могат да обменят част от своите подвижни йони с йоните, намиращи се в разтвора и притежаващи същия електрически заряд.

В зависимост от начина на действие йонитите се делят на :

- ◆ катионити – обменят катиони;
- ◆ анионити – обменят аниони.

Технологичният процес, при който се обменят катиони се нарича катиониране, а при обмен на аниони – аниониране.

Начина на действие на йонитите зависи от функционалната група, която дисоциира подвижния йон. В зависимост от степента на електролитна дисоциация на съответните функционални групи катионитите биват силно кисели и слабо кисели, а анионитите – силно основни и слабо основни

При съвременната индустриализация особено актуален е проблемът за пречистването на промишлените отпадъчни води и повторната им употреба. Съставът на промишлените отпадъчни води е специфичен за всяко производство и може да варира от няколко йона примеси до десетки такива. Пречистването се прави в зависимост от изискванията, на които трябва да отговаря водата за съответните промишлени и битови цели. Степента на пречистване до концентрация на йоните, близка до тази в дестилираната вода се нарича

обезсоляване, а отделянето на солите и снижаването им до концентрации допустими при използването на водата за питейни цели (до 1 mg/l) се нарича опресняване.

Процесите на обезсоляване и опресняване на промишлените води чрез йонообмен се постигат чрез последователно филтруване през зърнест слой *H*-катионит и *OH*-анионит.

Простата едностепенна схема за опресняване на водата включваща по един катионит и анионит води до частично пречистване, което е в границите 5...10 mg/l солесъдържание. По-дълбоко обезсоляване се постига чрез двустепенна система, включваща две звена от комбинацията катионит – анионит. По този начин се достига солесъдържание от порядъка 0,1...0,3 mg/l. Практически напълно водата може да се обезсоли чрез тристепенна система, при което третата степен е изградена от колона със смесен йонит – поравно *H*-катионит и *OH*-анионит. При това солесъдържанието се свежда до стойности 0,05...0,1 mg/l. При дву- и тристепенните системи в първата степен се използва слабо основен анионит, а във втората и третата – силно основен.

Солесъдържанието на водата представлява сума от концентрациите на всички катиони и аниони във водата. Означава се с *S* и се измерва в mg/l. Може да бъде определено по химичен метод или чрез измерване на специфичната електропроводимост на водата. Степента на пречистване се определя като разлика между началната електропроводимост измерена преди пречистването чрез йонообменните смоли и електропроводимостта след пречистването, разделени на началната стойност и всичко това умножено по 100, в %.

$$\eta = \frac{E_{нач} - E_{кр}}{E_{нач}} \cdot 100, \% \quad (4.38)$$

където  $E_{нач}$  е измерената стойност преди пречистване в  $\mu S \cdot cm^{-1}$ .

$E_{кр}$  - измерената стойност след пречистване в  $\mu S \cdot cm^{-1}$ .

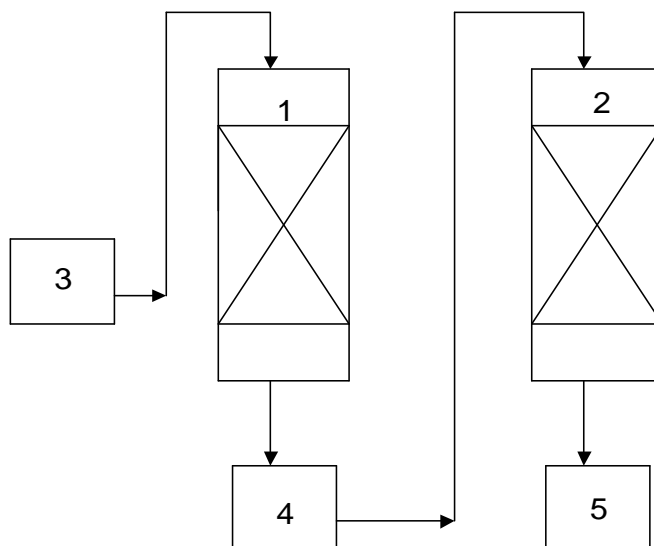
### Основни задачи

- ◆ Запознаване с принципното действие на йонообменна установка.
- ◆ Определяне степента на пречистване на води.

### Схема на опитната установка и начин на работа

На фиг. 1 е показана схемата на опитната установка.

Отпадъчните води (3) се подават в горната част на йонообменната колона (1), която е запълнена с катионит. Преди постъпването на водата се взема проба от нея и се измерва началната и електропроводимост с кондуктометър. След катионитната колона водите се събират в съд (4), това са така наречените кисели води след катионита. След това постъпват в йонообменната колона (2), която е запълнена с анионит, обменя замърсяващите я аниони, които не са променили състава си след катионита и накрая постъпват в събирателен съд (5). Това са пречистени води, от които се взема проба за да се измери крайната електропроводимост.



Фиг. 1. Опитна установка за йонообменно пречистване на води  
 1 - катионит; 2 - анионит; 3 - отпадъчни води; 4 - кисели води след катионит;  
 5 - чиста вода

### Начин на работа:

1. Включва се кондуктометърът към захранващото напрежение – 220 V, 50 Hz.
2. Включва се “Цк” – ключето на лицевата панела.
3. Уредът се оставя да загрява не по-малко от 5 min.
4. Превключвателят се поставя на режим “Тест”. Цифровият индикатор трябва да показва от 1995 до 2005. В противен случай се извършва настройване с потенциометъра разположен на задната част на уреда.
5. Превключва се на режим “ТК”. Показанието трябва да бъде 02,20. Тази стойност може да се регулира с потенциометъра разположен на лицевата панела на уреда.
6. Задава се режим “Работа”.
7. Потапя се измерителната сонда в чашка с 10% разтвор на солна киселина (HCl) за 5 min.
8. Изважда се сондата, след което се промива с дестилирана вода и се подсушава с филтърна хартия.
9. Потапя се сондата в отпадъчната вода. Превключват се обхватите до установяване на стойност, която се отчита. Тази стойност се умножава по коефициента записан на сондата (в случая  $K = 0,484$ ), при което се получава електропроводимостта в  $\mu S.cm^{-1}$ .
10. Изважда се сондата, след което се промива с дестилирана вода и се подсушава с филтърна хартия.
11. Измерената отпадъчна вода се прекарва за пречистване през колоната с катионита и се събира в чиста чаша.
12. Измерва се така пречистената вода съгласно процедурите в точка 9.
13. Същата вода се прекарва за следващо пречистване през колоната с анионита и отново се събира в чиста чаша.
14. Пречистената вода се измерва.

15. Определя се степента на пречистване от формулата:

$$\eta = \frac{E_{нач} - E_{кр}}{E_{нач}} \cdot 100, \% \quad (4.39)$$

където  $E_{нач}$  е измерената стойност преди пречистване в  $\mu S.cm^{-1}$ ;

$E_{кр}$  - измерената стойност след пречистване в  $\mu S.cm^{-1}$ .

16. Сондата се промива с дестилирана вода и се подсушава с филтърна хартия.

17. Превключвателите на уреда се привеждат в изходно състояние и той се изключва от мрежата.

**Забележка.** Когато показанието на индикатора е “8888” е необходимо да се избере следващия обхват, а ако тези възможности са изчерпани пробата трябва да се разрежи, като степента на разреждане се има предвид при изчисляване на резултатите от изследването. Разреждането става с дестилирана вода.

### Обработване на опитните резултати

За определяне ефективността на работата на опитната установка за обезсоляване на вода се вземат проби от замърсената и обезсолената вода, за да се определи степента на пречистване.

Измерените стойности и изчислените резултати се представят в таблица 1.

Таблица 1

*Определяне степента на пречистване на солена вода*

№	$E_{нач}$	$E_{кр}$	$\eta$
	$\mu S.cm^{-1}$	$\mu S.cm^{-1}$	%

### Анализ на резултатите и изводи

Прави се писмен анализ на получените експериментални резултати и се формулират основните тенденции и изводи от проведения експеримент.

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 12

### АДСОРБЦИОННО ПРЕЧИСТВАНЕ НА ЗАМЪРСЕНИ ВОДИ

**Цел на упражнението:** опитно определяне степента на пречистване на замърсена вода чрез адсорбционна колона.

#### Въведение

Адсорбционните методи се използват за допречистване на отпадъчни води, т.е. за отстраняване на замърсители като суспендирани, разтворени и колоидни вещества. Това са методи, с които при пречистването на природни и отпадъчни води съдържащите се в тях разтворени органични вещества се привличат и задържат върху повърхността на частиците на адсорбента.

Известни са физична сорбция и хемосорбция. Под хемосорбция се разбира, когато веществата се задържат върху повърхността на адсорбента в резултат на химични реакции с молекулите от повърхността, а под физична сорбция, веществата се задържат вследствие на междумолекулните сили на привличане, т. нар. Ван-дер Ваалсови сили.

Като адсорбенти могат да се използват различни видове естествени и изкуствени материали с голяма специфична повърхност, като торф, раздробен кокс, дървени стърготини, алумогели, силикагел и др.

Адсорбцията може да се определя спектрофотометрично. Адсорбцията ( $A$ ) е известна и като екстинкция ( $E$ ).

Степента на пречистване  $\eta$  се определя по следната формула:

$$\eta = \frac{E_n - E_{кр}}{E_n} \cdot 100, \% \quad (1)$$

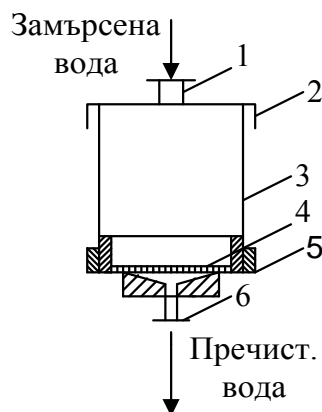
където  $E_n$  е измерената стойност преди пречистване;

$E_{кр}$  - стойност след преминаване през адсорбента.

#### Основни задачи

- ◆ Запознаване с принципното действие на адсорбционната колона.
- ◆ Определяне степента на пречистване на отпадъчните води.

#### Опитна установка и начин на работа



Фиг. 1. Схема за пречистване чрез адсорбция

1 - щуцер за пречистената вода; 2, 5 - капачки; 3 - стъклен цилиндър; 4 - решетка; 6 - щуцер за пречистената вода



Опитната установка се състои от: щуцер през който се пуска замърсена вода (1); стъклен цилиндър (2); капачки (2 и 5), пристегнати с шпилки; решетка (4), върху която се поставя филтрираща тъкан, която не позволява гранулирания въглен да напусне клетката; щуцер за пречистена вода (6).

Приготвят се разтвори на багрила с концентрации от 10 до 500 mg/l. Измерва се началната екстинкция при подходяща дължина на вълната за всяко багрило. Разтворът се прекарва през адсорбционната колона. Събира се на изхода и се измерва крайната екстинкция.

### Обработване на експерименталните данни и построяване на графика

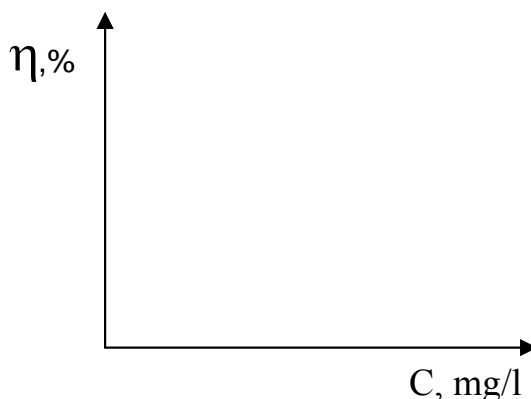
Резултатите се записват в таблица 1, след което се изчислява степента на пречистване по формула.

Таблица 1

*Ефективност на пречистване в зависимост от багрилото*

Тип на багрилото	$\lambda, nm$	$E_n$	$E_{кр}$	$\eta, \%$
Cibacron brillant gelb 3G-E	400			
Cibacron brillant rot 3B-A	518			
Cibacron brillant BR-P	597			
Ruco-fon gelb GR	416			
Ruco-fon rot 5B	518			
Ruco-fon blau R	590			
Ruco-fix gelb 3RS	412			
Ruco-fix rot 4BS	518			
Ruco-fix blau RNS	597			
Ruco-fix shwarz GRS	599			

По получените резултати се построява графика 1 на зависимостите  $\eta = f(C)$ .



Фиг. 1. Зависимост на степента на пречистване от концентрацията на багрилото

### Анализ на резултатите и изводи

Прави се писмен анализ на получените експериментални резултати и се формулират основните тенденции и изводи от проведения експеримент.

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 13

### БАРОМЕМБРАННО ПРЕЧИСТВАНЕ НА ВОДИ

#### 1. Видове баромембранни процеси

При мембранните процеси движеща сила е разликата в налягането от двете страни на селективно пропусклива мембрана. Към тях спадат обратната осмоза (ОО), нанофилтрацията (НФ), ултрафилтрацията (УФ), микрофилтрацията (МФ) и мембранното газоразпределяне (МГ).

Общите характерни черти на тези мембранни процеси са следните:

- осъществяват се под налягане;
- основен елемент при протичането им е мембраната.

Основни разлики са:

- работното налягане при УФ и МФ има по-ниски стойности (0,1...1,0 МПа), докато при ОО е по-голямо (1,5... 8,0 МПа);

За да бъде интензифициран мембранният процес, е необходимо:

- да се изберат мембрани с възможно най-голям размер на порите;
- да се работи при максимално възможни налягания и температури, без да се допуска образуването на гел;
- да се разбърква интензивно обработвания разтвор (да се създаде турбулентен режим), за да се избегне концентрационната поляризация;

За осъществяване на мембранните процеси се използват модули и инсталации:

- мембранен модул – най-малкото устройство, съдържащо един или повече мембранни елемента и комплекс от детайли (входно-изходни тръбопроводи и др.), които могат да осигурят самостоятелна работа на модула (ако е необходимо), независимо от останалата част на инсталацията;

- мембранна инсталация – комплекс от устройства и технически средства, осигуряващи процеса мембранно разделяне. В този комплекс се включват мембранните модули и помощни съоръжения (помпи, компресори, топлообменници, филтри, тръбопроводи, резервоари, системи за контрол и автоматизация и др.).

При процеса мембранно разделяне потокът от вещество, който преминава през селективно пропускливата мембрана се нарича пермиейт (филтрат), а ритентейт (концентрат) е поток от вещество, който не преминава през селективно пропускливата мембрана в процеса на мембранно разделяне.

#### 2. Характеристики на мембраните

Основните промишлени характеристики на мембраните са селективност и пропускливост (относителна производителност).

Селективността на мембраните –  $\Psi_i$ , т.е. тяхната способност да задържат молекулите, размерите на които са по-големи от определената големина на порите, и свободно да пропускат молекулите с размери по-малки от размерите на порите, се определя по формулата:

$$\Psi_i = \frac{C_{iF} - C_{iP}}{C_{iF}} = 1 - \frac{C_{iP}}{C_{iF}}, \quad (1)$$

където  $\Psi_i$  е селективността по отношение на компонента  $i$ ;

$C_{iF}$  и  $C_{iP}$  са концентрациите на  $i$  съответно в ОБ и в пермиеята, определя се като маса на компонента за единица маса от разтвора.

Пропускливостта (относителната производителност)  $J_v$  се характеризира с количеството филтрат  $V$ , получен за единица време  $\tau$  от работната площ  $F$  на мембраната.

$$J_v = \frac{V}{F \cdot \tau}, \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h}). \quad (2)$$

Работната повърхност на мембраната е тази част от повърхността на мембраната, която участва в процеса на мембранно разделяне, т.е. ефективната повърхност на мембраната.

Коефициент на разделяне – за даден компонент това е отношението между концентрациите на компонента съответно отвътре ( $C_{in}$ ) и отвън ( $C_{out}$ ), или от страна на входния поток и на пермиеята. Означава се с  $K_i$ , а математически се представя с формула (3).

$$K_i = \frac{C_{in}}{C_{out}}. \quad (3)$$

### **3. Съпътстващи явления, влияещи върху мембранните процеси**

Натрупване на потоци - влияние между потоци с различни количества енергия и маса;

Уплътняване на мембраната - свиване на мембранната структура под действието на разликата в налягането, което води до намаляване на коефициента на пропускливост на мембраната;

Колматация - натрупване на отлагания върху мембранната повърхност и/или в нейните пори, водещо до промяна в характеристиката на мембраната;

Концентрационна поляризация

Основен проблем на всички мембранни методи при налягане, използвани за разделяне на течни и газови смеси, е наличието на концентрационна поляризация (КП). Тя има отрицателно влияние върху характеристиките на мембранните процеси, тъй като увеличаването на концентрацията в непосредствена близост до мембранната повърхност влошава нейната задържаща способност и намалява относителната ѝ производителност.

### **4. Почистване (регенериране) и консервиране на мембраните**

При необходимост от почистване се използват следните методи:

- механично почистване;
- хидравлично почистване;
- химично почистване.

Механичното почистване се осъществява с топчета от подходящ материал и се използва при тръбните мембрани.

Хидравличното почистване се реализира чрез декомпресия (освобождаване на налягането от инсталациите) и промиване с вода с голяма скорост или чрез обратна промивка със смес от вода и въздух.

В зависимост от състава на веществата, които са колматирани мембраните се подбира видът на химичните реагенти за почистване.

За консервиране на мембраните обикновено се използва разтвор от 0,25 мас.% натриев метабисулфит и 18 мас.% глицерин. Този консервиращ разтвор е необходим, за да се запази тяхната биостабилност. За консервиране може освен това да се използва 0,25 мас.%-ен разтвор на формалдехид.

### **5. Приложение на мембранните процеси при налягане**

Мембранните процеси ОО, НФ, УФ и МФ намират най-широко приложение самостоятелно или в комбинация с други методи за обработване на ниско и високо солени (морски и океански) природни води с цел получаване на:

- питейна вода;
- техническа вода за нуждите на промишлеността, ТЕЦ и АЕЦ;
- свръхчиста вода за електрониката и др.

УФ и МФ се използват за отстраняване на органични вещества, вируси и бактерии от обработваната вода, или като система за предварително пречистване преди инсталацията за ОО, или като самостоятелна бариерна система след конвенционалните методи за водоподготовка, според изискванията за качество на обработваната вода.

ОО и УФ се прилагат за пречистване на отпадъчни води с цел удовлетворяване на изискванията за заустване във водоприемниците, тяхното повторно използване и извличане на съдържащите се в тях ценни компоненти.

ОО и УФ се прилагат за допречистване на биологично пречистени битови отпадъчни води.

Съществуват и се прилагат технологии за пречистване на отпадъчни води чрез ОО и УФ от:

- целулозно-хартиената;
- химическата и нефто-химическата;
- металообработващата (регенериране на 90...98% от замърсената вода);
- хранително-вкусовата;
- текстилната промишленост (степената на обезцветяване надхвърля 95%).

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 14

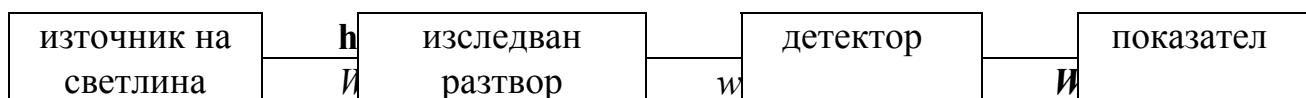
### **ФОТОМЕТРИЧНО ОПРЕДЕЛЯНЕ НА МЕД В ОТПАДЪЧНИ ВОДИ**

#### **1. СЪЩНОСТ НА МЕТОДА**

Определянето се базира на фотометричен метод за анализ, който се основава на избирателното поглъщане на електромагнитното лъчение във видимата област на електромагнитния спектър от еднородни, не разсейващи системи, при което молекулите на веществата преминават във възбудено състояние. Определяният компонент се намира в разтвор, свързан в подходящо съединение, което абсорбира електромагнитното лъчение с определена дължина на вълната. Появата на оцветяване или неговото изменение е свързано с деформиране на нормалната електронна структура на молекулата.

#### **2. АПАРАТУРА**

Уредите, които се използват за измерване на светлинната абсорбция се наричат фотометри. Общият им вид може да бъде представен със следната блок схема:



Източникът на светлина дава непрекъснат спектър с дължина на вълната 550 nm във видимата област на спектъра. Затова се работи със стъклени кювети. Детектора преобразува светлинната енергия на преминалата през фотометрирания разтвор светлина в електрическа.

#### **3. РАБОТА С ФОТОМЕТЪР ЗА ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА МЕД В ПРИРОДНИ И ОТПАДЪЧНИ ВОДИ В ГРАНИЦАТА ОТ 0.00 - 5 mg/l**

Измерването се основава на реакцията между медните катиони във водата и bismochoninate реагент в резултат на която се получава пурпурно оцветяване на пробата.

Източникът на светлина е светодиод. Детектора е силициев фотоелемент.

##### **Начин на работа:**

1. Уредът се включва от бутон ON;
2. Когато на дисплея се появи „---“, това показва, че уреда е готов за работа;
3. Напълва се стъклената кювета с 10 ml от пробата до марката. Поставя се капачката отгоре;
4. Поставя се кюветата в държача, така че маркировката на капачката да съвпадне със стрелката означена на апарата;
5. Натиска се бутон ZERO при което се появява SIP на дисплея. Това означава, че уреда е готов за работа;

6. Изчакват се няколко секунди на дисплея се появява -00- което означава, че уреда е нулиран и е готов за измерване;
7. Маха се кюветата с изследваната проба;
8. Към пробата в кюветата се прибавя едно пакетче от реагента HI 93702, след което отново се поставя капачката и се разклаща внимателно;
9. Поставя се кюветата в уреда;
10. Натиска се бутона READ TIMED и на дисплея се показва предишното измерване или алтернативно. Изчаква се 45 секунди и се натиска READ DIREKT. От дисплея се отчита концентрацията на мед в mg/l.

Пределно допустимите концентрации на мед във водите са както следва:

- *I категория* - води за питейно-битово водоснабдяване, за хранителната промишленост, плувни басейни и др. - **0.05 mg/dm<sup>3</sup>**
- *II категория* - води, предназначени за водопой на селскостопански животни, за воден спорт, рибовъдство и др. - **0.1 mg/dm<sup>3</sup>**
- *III категория* - води, предназначени за напояване в селското стопанство, за промишлено водоснабдяване и др. - **0.5 mg/dm<sup>3</sup>**

### **ДОПЪЛНЕНИЯ**

- В много страни по света има промишлени инсталации за биологично получаване на мед. Бактерии, които се хранят със серни съединения на медта, окисляват неразтворимите във вода медни сулфили и ги превръщат в разтворими съединения, от които разтвори медта се извлича много лесно.

- Слабите органични киселини, които се съдържат в храната, в присъствие на атмосферния кислород реагират с медта и образуват отровни съединения. Ето защо медните съдове се калайдисват.

- Медта катализира химичните процеси в клетките на живия организъм. При нарушаване обмяната на медта, в организма настъпва израждане на черния дроб и нарушаване на някои мозъчни центрове (Уилсънова болест).

- Преди много години лозарите от френския град Бордо напръскали лозята с разтвор на син камък и гасена вар  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , за да запазят гроздето от крадци. Случило се нещо неочаквано — лозите се спасили от заболяването „мана“. „Разтворът на Бордо“ — бордолезовият разтвор станал известен на цяла Франция и на целия свят.

- От всички живи организми най-много мед се съдържа в кръвта на мекотелите (охлюви, миди, октоподи и др.)

- Думата „бронз“ произлиза от името на италианското пристанище Бриндизи, което се славело с изделията от бронз. Под понятието бронзи вече се разбират сплави на медта с различни метали.

- $\text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{CuCO}_3$ , наречен патина или благородна ръжда. Благодарение на нея много стари медни предмети са запазени и до днес.

## ЛАБОРАТОРНО УПРАЖНЕНИЕ 15

### ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА НИТРИТИ ВЪВ ВОДИ

Отнася се за фотометричен метод за определяне съдържанието на нитрити в повърхностни, в подземни и отпадъчни води.

#### 1. СЪЩНОСТ НА МЕТОДА

Методът се основава на диазотирането на сулфаниловата киселина в кисела среда от присъстващите в изследваната вода нитрити и реакцията на получената сол с  $\alpha$ -нафтиламин, при което се получава червеновиолетово азобагрило. Светлинната абсорбция на разтвора се измерва при  $\lambda = 520nm$

#### 2. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът се прилага за определяне съдържанието на нитрити от 0,01 до 0,60 mg/dm<sup>3</sup> като нитритен йон в неразредена проба.

#### 3. НАЧИН ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ

3.1. Пробите от изследваната вода се вземат в чисти стъклени или полиетиленови съдове с плътни запушалки в количество, не по-малко от 500 cm<sup>3</sup>. Преди вземането на пробата съдът се изплаква с изследваната вода.

3.2. Ако определянето на съдържанието на нитрити не започне веднага след вземане на пробите, те се консервират чрез прибавяне на 1 cm<sup>3</sup> сярна киселина ( $d=1,84$ ) или от 2 до 4 cm<sup>3</sup> хлороформ на 1 dm<sup>3</sup> проба.

#### 4. ПРЕЧЕЩОТО ВЛИЯНИЕ НА ВЕЩЕСТВАТА И ТЯХНОТО ОТСТРАНЯВАНЕ

4.1. На определянето пречат неразтворимите вещества и мътноста на водата, които се отстраняват чрез филтриране. Ако мътноста не може да се отстрани чрез филтриране и в изследваната вода се съдържат колоидни вещества, пробата се избистря чрез коагулация по следния начин:

Към 100 cm<sup>3</sup> проба се прибавят 0,5 g активен въглен, 1 cm<sup>3</sup> 12 %-ен разтвор на калиево-алуминиев сулфат и 25 %-ен разтвор на амоняк до рН 5,8. Пробата се разклаща, оставя се да се утаи до пълно избистряне и се филтрира през филтър "синя лента".

4.2. Избистрянето може да се извърши и чрез прибавяне към 100 cm<sup>3</sup> проба на 2 cm<sup>3</sup> суспензия от алуминиев хидроксид. Пробата се разбърква оставя се да се утаи и се филтрира, като първите порции от филтратата се изхвърлят.

Суспензията от алуминиев хидроксид се приготвя по следния начин:

Към 100 cm<sup>3</sup> 12,5 %-ен разтвор на калиево-алуминиев сулфат се прибавят 28 cm<sup>3</sup> амоняк ( $d=0,91$ ) при разбъркване. Разтворът се оставя да се утаи 1 h, след което се отдекантира, а утайката се промива с дестилирана вода до отрицателна реакция за амониеви йони.

4.3. В изследваната вода не трябва да се съдържат силни окислители или редутори, които пречат на определянето.

4.4. На определянето пречат: желязо /III/, мед /II/, живак /II/, злато, антимон, бисмут. Пречещото им влияние се отстранява чрез подходящо разреждане на пробата.

4.5. На определянето пречи оцветяването на пробата, чието отстраняване е предвидено в хода на определянето.

4.6. На определянето пречи трихлорамин. Пречещото му влияние се отстранява, като в хода на определянето се прибави  $\alpha$ -нафтиламин и след това сулфанилова киселина.

## 5. АПАРАТУРА

Фотоколориметър или спектрофотометър.

## 6. РЕАКТИВИ И РАЗТВОРИ

Всички реактиви трябва да бъдат с квалификация чисти за анализ (ч.з.а.). За приготвяне на разтворите и за разреждане на пробите се използва дестилирана вода.

6.1. Сулфанилова киселина, 0,6 %-ен разтвор  
6,0 g сулфанилова киселина се разтварят в 750 cm<sup>3</sup> гореща дестилирана вода. Разтворът се долива до 1 dm<sup>3</sup> с дестилирана вода.

6.2.  $\alpha$ -нафтиламин, 0,6 %-ен разтвор  
1,2 g  $\alpha$ -нафтиламин се разтварят в дестилирана вода, прибавят се 50 cm<sup>3</sup> ледена оцетна киселина и обемът се довежда до 200 cm<sup>3</sup> с дестилирана вода. При образуване на мътилка разтворът се филтрира през книжен филтър, предварително промит с дестилирана вода. Разтворът е траен в продължение на два месеца.

С разтвора на  $\alpha$ -нафтиламина трябва да се работи много внимателно. Не трябва да се допуска вдишване на парите и попадането му върху кожата.

6.3. Натриев нитрит, стандартни разтвори

*Разтвор А*

0,1497 g натриев нитрит, изсушен при 105°C, се разтварят в дестилирана вода и обемът се довежда до 1 dm<sup>3</sup>.

1 cm<sup>3</sup> от разтвор А съдържа 0,1 mg нитритни йони.

Разтворът се консервира чрез прибавяне на 1 cm<sup>3</sup> хлороформ и се държи на хладно място. Разтвор А е устойчив в продължение на 1 месец.

*Разтвор Б*

100 cm<sup>3</sup> от разтвор А се разреждат до 1 dm<sup>3</sup> с дестилирана вода.

1 cm<sup>3</sup> от разтвор Б съдържа 0,01 mg нитритни йони.

Разтвор Б се приготвя непосредствено преди употреба.

*Разтвор В*

50 cm<sup>3</sup> от разтвор Б се разреждат до 1 dm<sup>3</sup> с дестилирана вода.

1 cm<sup>3</sup> от разтвор В съдържа 0,0005 mg нитритни йони.

Разтвор В се приготвя непосредствено преди употреба.



## 7. ПОСТРОЯВАНЕ НА СТАНДАРТНАТА КРИВА

7.1. В мерителни колби от 50 cm<sup>3</sup> се отпипетирват 0,00; 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 cm<sup>3</sup> от разтвор В и обемът се довежда с дестилирана вода до мярката. Стандартните разтвори с концентрация 0,00; 0,01; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 mg/dm<sup>3</sup> нитритни йони се обработват по начин, описан в раздел 8.

7.2. По измерените стойности на светлинната абсорбция на разтворите се строи стандартна крива, като на обсцисната ос се нанасят концентрациите на нитритните йони, в mg/dm<sup>3</sup>, а на ординатната ос светлинната абсорбция (екстинкция).

## 8. ИЗВЪРШВАНЕ НА ОПРЕДЕЛЯНЕТО

Към 50 cm<sup>3</sup> проба, предварително неутрализирана до рН 7, или по-малък обем, разреден до 50 cm<sup>3</sup>, се прибавя 1 cm<sup>3</sup> разтвор на сулфанилова киселина и се разбърква добре. 5 min след прибавяне на сулфаниловата киселина се прибавя 1 cm<sup>3</sup> разтвор на α-нафтиламин и отново се разбърква. След 40 min се измерва светлинната абсорбция на разтвора при λ=520 nm спрямо празна проба, разработена от дестилирана вода и всички реактиви, използвани в хода на определянето.

От измерената светлинна абсорбция при λ=520 nm по стандартната крива се отчита концентрацията на нитритните йони, в mg/dm<sup>3</sup>. Ако пробата е оцветена или мътна, след прибавяне на сулфаниловата киселина се измерва светлинната й абсорбция спрямо сравнителен разтвор от дестилирана вода и сулфанилова киселина и стойността се изважда от стойността на светлинната абсорбция, измерена при определянето.

## 9. ИЗЧИСЛЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Съдържанието на нитрити (X), в mg/dm<sup>3</sup>, изчислено като нитритни йони, се изчислява по формулата

$$X = \frac{c \cdot 50}{V},$$

където С е концентрацията на нитритите, отчетена по стандартната крива, в mg/dm<sup>3</sup>;

V - обемът на пробата, взет за определянето, в cm<sup>3</sup>;

50 - обемът, до който се доливат пробите за фотометриране, в cm<sup>3</sup>.

## 10. ЗАКРЪГЛЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Интервал в mg/dm<sup>3</sup> 0,10...0,50; 0,50...0,100; 0,10...0,20; 0,20...0,50; 0,5...1,0

Закръгляване в mg/dm<sup>3</sup> 0,001      0,005      0,01      0,02      0,05