

628331

А 64

К

АНАЛИЗ ГОРОДСКИХ СТОЧНЫХ ВОД

**РУКОВОДСТВО ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО
КОНТРОЛЯ ОЧИСТНЫХ СООРУЖЕНИЙ**

ИЗДАТЕЛЬСТВО НАРКОМХОЗА РСФСР

1945

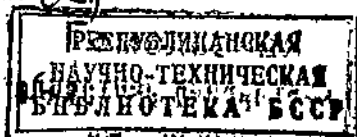
О П Е Ч А Т К И

Страница	Строка	Напечатано	Следует читать
63	18 сверху	8 г	4 г
63	19 "	10 г	5 г
63	22 "	3,778 г	3,728 г
63	28 "	2,922 г	2,923 г
64	13 "	20 мл	10 мл
64	14 "	(1. 3), 1 мл квасцов	(1, 3), 20 мл AgNO_3 , 1 мл квасцов

По техническим причинам образцы шрифта
Снеллена получились неоднородными по степени
четкости и интенсивности окраски и поэтому
пользоваться ими для определения прозрач-
ности воды нельзя.

Анализ городских сточных вод

50934



ДЕП К

11,000 17.

СОСТАВЛЕНО КОЛЛЕКТИВОМ РАБОТНИКОВ
ЛАБОРАТОРИЙ ТРЕСТА МОСОЧИСТВОД

ПОД РЕДАКЦИЕЙ
заслуженного деятеля науки и техники
проф. С. Н. СТРОГАНОВА

№ 891
РЕСПУБЛИКАНСКАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА БССР

ИЗДАТЕЛЬСТВО НАРКОМХОЗА РСФСР
МОСКВА 1945 ЛЕНИНГРАД

Книга содержит изложение методов химического и бактериологического анализа городских сточных вод, необходимого для технологического контроля работы различных очистных сооружений. Помимо этого материала в книге даны указания об организации лаборатории на очистных сооружениях.

Подробное изложение методов анализа и методов взятия проб дает возможность пользоваться предлагаемым материалом химику-технологу средней квалификации, владеющему приемами качественного и количественного анализа.

ПРЕДИСЛОВИЕ

Сточные воды городской канализации, как объект исследования, обладают большим разнообразием. Поэтому единые, твердо установленные и детально разработанные методы их анализа совершенно необходимы. Наряду с характеристикой состава городских сточных вод единообразие приемов контроля имеет не менее важное значение и при эксплуатации очистных сооружений.

Независимо от типа очистных сооружений должны быть выбраны такие приемы контроля, которые давали бы возможность направлять ход технологического процесса и сравнивать результаты очистки сточных вод при различных методах их обработки.

Естественная биологическая очистка на полях орошения и полях фильтрации, а также новейшие методы интенсивной очистки городских сточных вод (при помощи аэротэнков, метантэнков) требуют единообразия контроля процесса. Объем контроля может быть различен, в зависимости от сложности изучаемого объекта, но методы анализа должны быть едиными.

В большинстве случаев наряду с контролем работы очистных сооружений приходится вести контроль состояния водоема, куда выпускают очищенные воды. Водоем часто рассматривают как дополнительное очистное сооружение и для выполнения требований санитарного надзора необходимо знание самоочищающей его способности.

Многолетний опыт контроля разнообразных очистных сооружений московской канализации и постоянное уточнение и усовершенствование методов контрольных исследований позволили принять к руководству приводимые ниже указания.

Предлагаемые методы анализа городских сточных вод, представляющих собой смесь бытовых и промышленных стоков, в основном, согласуются с американскими стандартными методами, за исключением отдельных определений, принятых в наших лабораториях по различным мотивам. Использована также русская литература по стандартным методам анализа [12, 32, 33]¹.

¹ В квадратных скобках дается порядковый номер источника в списке использованной литературы (см. стр. 141).

Контрольный материал, собираемый по единому методу, позволяет с уверенностью использовать его для обобщающей характеристики однородных сооружений, работающих на сточных водах различного состава и концентрации, и в различных температурных и других условиях.

Подробное изложение методов анализа, включая схемы анализов для различных очистных сооружений и методы набора проб, дает возможность пользоваться этими указаниями химику-технологу средней квалификации, владеющему приемами качественного и количественного анализа.

Отсутствие печатных руководств о постановке контроля работы очистных сооружений делает выпуск этого руководства вполне своевременным.

Предлагаемые схемы полного и сокращенного анализа облегчат организацию технологического контроля на любом сооружении.

Активное участие в составлении настоящего руководства принимали сотрудники трех лабораторий треста Мосочиствод:

Люблинской — Е. Ф. Константинова, Н. Д. Мусатова, К. А. Овсянникова, Н. М. Полова, Т. С. Ремезова, В. Г. Савич;

Люберецкой — В. А. Бараш, Ф. Я. Варфоломеева, Е. С. Попова, Л. Б. Доливо-Добровольский;

Кожуховской — А. Т. Демина, Л. А. Соколова и консультант треста К. Н. Корольков.

Глава „Оценка результатов контрольных определений“ написана заслуженным деятелем науки и техники проф. С. Н. Строгановым.

Кроме основных методов анализа в главе VI даны методы, выработанные на основании специальных исследований и принятые в лабораториях треста Мосочиствод при контроле работы очистных сооружений городской канализации.

ГЛАВА ПЕРВАЯ

ПОСТАНОВКА ПРОИЗВОДСТВЕННОГО КОНТРОЛЯ НА ОЧИСТНЫХ СООРУЖЕНИЯХ И ВОДОЕМАХ

Методы биологической очистки городских сточных вод разделяются на два основных вида: метод фильтрации сточной жидкости через почву — естественная биологическая очистка и метод интенсивной очистки на специальных сооружениях — искусственная биологическая очистка.

В зависимости от метода очистки устанавливается частота взятия проб и объем контроля за работой эксплуатационных сооружений. Очистка сточных вод на полях орошения или на полях фильтрации не требует такого частого контроля, как на сооружениях интенсивной очистки, где приходится постоянно регулировать работу станции в зависимости от состава, количества поступающей сточной жидкости и получаемых результатов по ходу очистки сточных вод.

Все данные учета работы сооружений объединяются понятием „Технологический контроль“.

Правильный контроль работы эксплуатационных сооружений должен заключаться: 1) в техническом учете всех количественных показателей работы сооружений и 2) в химико-бактериологическом контроле процессов очистки сточных вод. Только при условии систематического подбора контрольного материала по этим двум разделам можно дать полную оценку работы очистного сооружения: качество очистки, степень использования сооружений и стоимость очистки.

I. Технический учет при эксплуатации очистных сооружений

При любом методе очистки необходимо вести постоянный учет количества поступающей на сооружения жидкости или путем замера воды, перекачиваемой насосами, или учетными приборами с самопишущим аппаратом.

На полях орошения или фильтрации, в зависимости от сложности разводящей системы, устанавливают водомерные пункты на крупных каналах для определения количества поступающей жидкости на отдельные районы и согласования нагрузки с пропускной способностью почв.

На станциях интенсивной очистки замеряют, обычно, общее количество поступающей жидкости перед очистными сооружениями, а распределение дают равномерное по всей станции или замеряют по отдельным группам сооружений в случае каких-либо специальных исследований.

Кроме замера поступающей сточной жидкости ведут количественный учет результатов работы отдельных очистных сооружений по задержке отбросов на решетках, песка, жира, осадка в первичных отстойниках, осадка в метантенках, излишков активного ила, количества его, поступающего в аэротенки из вторичных отстойников, объема газа, воздуха и расхода электроэнергии. Все эти регулярно собираемые показатели позволяют оценивать работу каждого сооружения в отдельности, дают возможность производить расчет получаемого газа с единицы загружаемого в метантенки осадка, расхода воздуха и электроэнергии при очистке жидкости в аэротенках на 1000 м³ воды или тонну удаляемого органического вещества.

Не менее важны количественные показатели расхода воды реки или другого приемника, куда спускают очищенные сточные воды. Степень разбавления стока с очистных сооружений речной водой позволяет, пользуясь санитарными нормами, установить необходимую степень очистки сточной жидкости, не перегружая водоема, как дополнительного очистного сооружения, и не осложняя работы станции, в случае благоприятных количественных соотношений между речными и сточными водами.

Методы технического учета в настоящем руководстве не даются, так как они не отличаются от обычно рекомендуемых способов учета для жидкости и осадков. В случае специфических приемов учета будут даны указания или ссылки на литературу при описании контроля технологического процесса очистки.

II. Контроль технологического процесса очистки сточных вод

При изложении схем контроля технологического процесса на эксплуатационных очистных сооружениях, в качестве примеров работающих сооружений использованы:

- 1) поля орошения или фильтрации,
- 2) станции аэрации на полную очистку и
- 3) водоем.

Схема I. Контроль работы полей орошения, полей фильтрации и очистных прудов

При нормальной эксплуатации полей орошения ведут технологический контроль работы сооружений по следующей схеме:

А. Объекты наблюдений:

1) Сточная жидкость, поступающая из города (жидкость и осадок).

2) Очищенная жидкость: а) дренажная вода, б) вода осушительных канав, в) общий сток с полей орошения перед выпуском в водоем.

3) Вода очистных или рыбных прудов: а) пробы по ходу движения сточной жидкости, б) пробы воды из рыбных отделений прудов.

Воды, взятые из перечисленных объектов, подвергают физико-химическому, химическому и бактериологическому анализам.

Б. Периодичность контроля:

1. Сточную жидкость анализируют два раза в месяц, причем расписание взятия проб составляют так, чтобы в течение года получить характеристику состава сточной жидкости по всем дням недели, включая и праздники. Для анализа поступают среднесуточные пробы, отобранные каждый час в отдельные склянки, с одновременным замером температуры притекающей жидкости и воздуха.

2. Очищенную жидкость берут для контрольного анализа три раза в месяц по главным осушительным канavam. Пункты взятия проб выбирают в зависимости от желания характеризовать работу того или другого района с различной почвой, различными нагрузками на гектар и прочими условиями эксплуатации площадей. Обычно в середине месяца проводят полный анализ дренажных вод по осушительным канavam, собирающим воду из различных районов и общему стоку, а два раза в месяц — сокращенный анализ по магистральным канavam (см. схему анализа, стр. 11).

3. Анализ воды очистных прудов производят в течение летнего сезона с интервалами в 5—7 дней.

Пробы берут обычно на водосливах, кроме проб на определение растворенного кислорода при перепуске воды с верхних ступеней на нижние, с одновременным замером высоты переливающегося слоя воды, для определения нагрузки на гектар площади пруда.

В условиях работы рыбных прудов пробы воды для анализа берут чаще, так как приходится постоянно следить за количеством растворенного кислорода в последних отделениях пруда, чтобы поддерживать условия, необходимые для нормального развития рыбного стада. Кроме того, при эксплуатации рыбных прудов желательно

систематическое применение гидробиологического контрольного анализа по характеру организмов, заселяющих пруды¹.

Схема II. Контроль работы станций интенсивной очистки

Наиболее сложно построена схема контроля на станциях аэрации на полную очистку, как по количеству наблюдаемых объектов, так и по частоте взятия проб и полноте анализов.

Схему контроля для станций, оборудованных биофильтрами или состоящих только из сооружений предварительной очистки, легко построить по приводимой ниже схеме для аэрационной станции.

Объекты наблюдений и частота контроля

По ходу движения жидкости контроль осуществляют на всех стадиях очистки для регулирования процесса и количественного и качественного учета работы отдельных сооружений.

1. Сточная жидкость, поступающая на станцию аэрации.

Полный анализ делают 2 раза в месяц и 3-4 раза анализ по сокращенной схеме.

2. Решетки.

Количественный учет суточного поступления отбросов, задерживаемых на решетках. Один или два раза в месяц определяют влажность и зольность отбросов и производят сортировку по составу (текстиль, бумага, овощи и пр.) в среднесуточной или посменной пробе. При наличии дробилок делают механический анализ отбросов по крупности после дробления.

3. Песколовки.

Ведут постоянный учет количества осадка, задержанного в песколовках за сутки. Два или три раза в месяц определяют объемный вес, влажность, зольность и содержание песка (отмывание от органических веществ) в среднесуточной пробе осадка, удаленного из песколовок. В случае надобности производят механический анализ осадка по крупности и по составу (на ситах).

4. Жироловки.

Учет корки, собирающейся на поверхности жироловки, ведут регулярно через определенные промежутки времени, в зависимости от скорости ее накопления. Два или три раза в месяц определяют влажность, зольность и содержание жира в средней пробе удаляемой корки.

5. Первичные отстойники.

Работу первичных отстойников в смысле задержки ими осадка контролируют путем объемного и весового определения количества

¹ Более подробно о контроле работы биологических прудов см. работу Захарова и Константиновой [15].

осадка в жидкости до отстойников и в жидкости, вышедшей из отстойников. Контроль работы первичных отстойников проводят 1-2 раза в неделю. Пробы берут каждый час и, в зависимости от поставленной задачи, определяют количество осадка в часовых, посменных или среднесуточных пробах.

При выпуске осадка из первичных отстойников периодически контролируют влажность и зольность осадка, а также ведут постоянный учет количества выгружаемого осадка за сутки, путем регистрации часов перекачки насосом или объемным способом по заполнению резервуара или колодцев определенной емкости.

6. Аэротэнки, биофильтры и вторичные отстойники.

При работе аэрационных сооружений контроль ведут ежедневно по следующим переменным:

а) Период аэрации жидкости в аэротэнках учитывается по количеству поступающей сточной жидкости.

Учет количества жидкости, поступающей в аэротэнк или группу их, с одновременным замером жидкости, выходящей из вторичных отстойников, дает возможность более или менее равномерного распределения воды по секциям и позволяет определить колебания нагрузки на вторичные отстойники.

б) Количество расходуемого воздуха на очистку жидкости в аэротэнках определяют непосредственным замером учетными приборами.

Правильность распределения воздуха контролируют определением растворенного кислорода в начале и в конце аэротэнков и в жидкости вторичных отстойников. Определения делают 3-4 раза в сутки или 1 раз в смену.

в) Доза активного ила в аэротэнках.

Для поддержания нужной концентрации активного ила в аэротэнках учитывают объем и концентрацию избыточного активного ила, поступающего на сброс. В случае затруднений такого определения контроль ведут, определяя ежедневно дозу ила в распределительном канале или учитывая количество возвратного ила и его концентрацию по сухому веществу.

г) Качество активного ила контролируют 3-4 раза в месяц по кривой отстаивания ила при постоянной концентрации по сухому веществу (около 3 г/л). Одновременно определяют зольность и содержание общего азота в беззольном веществе активного ила.

д) Окислительную работу биофильтров и аэрофильтров контролируют 2-3 раза в месяц по анализам среднесуточных проб жидкости и определением растворенного кислорода в сборных каналах, отводящих жидкость после фильтрации через окислители.

7. Метантэнки.

Ведут постоянный учет количества осадка, загружаемого в метантэнки, и ведут количественный учет выделяющегося газа. Ход

технологического процесса в метантенках контролируют путем анализа иловой жидкости 3-4 раза в месяц, анализа осадка 1 раз и анализа газа 3 раза в месяц.

8. Хлораторная.

В случае необходимости хлорирования жидкости, очищенной на станции аэрации, контроль проводят по определению потребности в хлоре периодически и количества остаточного хлора 4-5 раз в сутки.

9. Общий сток с очистного сооружения контролируют ежедневно по сокращенной схеме анализа и один раз в месяц делается полный анализ.

Схема III. Контроль состояния водоема-приемника - сточных вод

Река или другой водоем, принимающий очищенные сточные воды с очистного сооружения, обычно находится под контролем санитарного надзора, который требует соблюдения определенных норм качества спускаемой жидкости в зависимости от санитарной категории водоема.

Пункты наблюдений:

- а) выше выпуска очищенных вод с очистного сооружения;
- б) ниже спуска, после полного смешения речных и очищенных вод;
- в) в нижнем течении реки в случае необходимости ведут определение самоочищающей ее способности. Количество пунктов и выбор их зависят от требований санитарного надзора.

Периодичность взятия проб для анализа зависит от поставленной задачи, решаемой на водоеме, но контрольные объезды проводят не реже 1 раза в месяц. Желательно одновременно отбирать пробы воды из реки и общего струя с полей орошения или очистных станций, чтобы иметь представление о степени загрязнения речной воды в пункте полного смешения с нею очищенной сточной жидкости. Зная расходы воды в реке и общем стоке, можно по химическим данным теоретически подсчитать состав смешанной пробы для проверки правильности выбора пункта на реке ниже выпуска дренажных вод для выяснения самоочищающей ее способности.

ГЛАВА ВТОРАЯ

ПЕРЕЧЕНЬ И ОБЪЕМ КОНТРОЛЬНЫХ АНАЛИЗОВ ЖИДКОСТИ, ИЛА, ОСАДКА И ГАЗА

Выбор контрольных определений и их объем зависят от типа очистных сооружений, от целей и задач контроля отдельных установок.

Полная схема анализа сточной и очищенной жидкости, включающая также и бактериологический анализ, дает в достаточной мере

подробную химическую и санитарную оценку поступающего и спускаемого в водоемы загрязнения. Эти данные в сопоставлении с количеством поступающих на очистную станцию сточных вод дают комплексное представление об эффекте работы сооружений по количеству задержанного органического вещества и о характере процессов его минерализации. Это в равной мере справедливо для полей орошения и для станций интенсивной очистки. В последнем случае разнообразие контрольных анализов объясняется искусственным расчленением процесса на отдельные фазы, так как сточная жидкость с осадком по пути к водоему постепенно освобождается от взвешенных веществ различного качества и удельного веса и подходит к сооружениям, где происходят по преимуществу биохимические процессы распада органического вещества жидкости и осадка. Следовательно, и контрольные определения должны учитывать специфику и назначение каждого из сооружений.

Состояние водоема выше и ниже поступающего в него стока с очистных станций необходимо контролировать по тем показателям, которые могут быть использованы для выяснения места смешения, а также при изучении скорости самоочищения водоема от поступающего в него загрязнения в связи с кислородным его режимом.

Предлагаемые схемы контрольных определений служат только примерными для контроля работы сооружений естественных и интенсивных методов очистки и могут быть изменены в соответствии с местными требованиями и условиями.

I. Анализы, принятые на полях орошения и полях фильтрации

Схема I. Полный химический анализ сточных, очищенных вод и вод водоемов

1. Температура, цвет, запах и степень прозрачности.
 2. Активная реакция.
 3. Осадок по объему и по весу в сточной жидкости.
 4. Взвешенные вещества и потеря при прокаливании.
 5. Плотный остаток и потеря при прокаливании.
 6. Азот аммонийный.
 7. Азот нитритов.
 8. Азот нитратов.
 9. Азот общий по Кьельдалю.
 10. Окисляемость.
 11. Потребность в кислороде (пятисуточная БПК).¹
 12. Относительная стабильность
 13. Растворенный кислород
- } В очищенной жидкости и в воде водоемов.

¹ Здесь и в дальнейшем БПК сокращенно обозначает биохимическую потребность в кислороде.

14. Хлориды.
15. Сульфаты.
16. Фосфаты.
17. Железо.
18. Калий.

Бактериологический анализ:

- 1) общее число бактерий, растущих на агаре,
- 2) число бактерий, растущих на среде Эндо.

Схема II. Сокращенный анализ сточных и очищенных вод и вод водоемов

1. Активная реакция (в сточной жидкости).
2. Степень прозрачности.
3. Взвешенные вещества.
4. Азот аммонийный.
5. Относительная стабильность (стойкость).

II. Анализы, принятые в качестве контроля на сооружениях интенсивной очистки

Химический и бактериологический контрольные анализы сточной жидкости и общего стока производят по схеме I.

По ходу движения жидкости контроль работы отдельных сооружений осуществляют в соответствии с функциями, выполняемыми тем или другим сооружением. Для удобства составления схем контроля технологического процесса на станциях интенсивной очистки работающие сооружения разделены по группам, что позволяет несколько упростить построение схем.

Схема III. Анализы на сооружениях предварительной очистки и обработки осадка (решетки, песколовки, жиroleвки, первичные отстойники, метантенки и иловые площадки)

Решетки:

1. Сухое вещество или влажность отбросов.
2. Гигроскопическая влажность.
3. Потеря при прокаливании.
4. Сортировка отбросов по составу.

Песколовки:

1. Сухое вещество осадка.
2. Гигроскопическая влажность.
3. Потери при прокаливании.
4. Объемный вес.
5. Содержание песка в осадке.
6. Механический анализ песка.
7. Сортировка осадка по составу.

Жиры и масла:

1. Сухое вещество корки.
2. Гигроскопическая влажность.
3. Потеря при прокаливании.
4. Жиры и масла.
5. Механический анализ обезжиренной массы.

Первичные отстойники

Анализ жидкости до и после отстойников ведут по схеме I или II, в зависимости от поставленной задачи.

Для характеристики задержки осадка отстойниками можно ограничиться следующими определениями в поступающей и выходящей из отстойников жидкости:

- 1) осадок по объему (за 2 часа отстаивания),
- 2) осадок по весу,
- 3) мутность.

Наряду с контролем жидкости для полной характеристики работы первичных отстойников берут для анализа пробы осадка, выпускаемого из отстойников по следующим показателям:

- 1) сухое вещество осадка,
- 2) гигроскопическая влажность,
- 3) потеря при прокаливании,
- 4) механический анализ частиц по крупности (на ситах).

По сокращенной схеме контроля определяют только сухое вещество в осадке или влажность.

Метантенки

Контроль работы метантенков осуществляется путем характеристики состава иловой жидкости, осадка и газа.

Анализ иловой жидкости в пусковой период работы включает следующие определения:

Полный анализ:

- 1) активная реакция,
- 2) летучие жирные кислоты — общее количество,
- 3) масляная кислота,
- 4) муравьиная кислота,
- 5) щелочность,
- 6) азот аммонийный.

В процессе нормальной эксплуатации метантенков объем анализа жидкости значительно упрощается и контроль ведут по сокращенной схеме:

- 1) летучие жирные кислоты — общее количество,
- 2) щелочность,
- 3) азот аммонийный.

Анализ осадка, поступающего в метантенки и выпускаемого после брожения, ведут по полной или сокращенной схеме в зависимости от целей контроля.

Полный анализ включает следующие определения:

- 1) сухое вещество осадка,
- 2) гигроскопическая влажность,
- 3) потеря при прокаливании,
- 4) жиры и масла,
- 5) углеводы (геми- и альфа-целлюлоза),
- 6) общий азот,
- 7) общий углерод,
- 8) фосфаты.

Сокращенный анализ осадка:

- 1) сухое вещество,
- 2) гигроскопическая влажность,
- 3) потеря при прокаливании.

Наряду с анализом осадка и жидкости ведут анализ газа, выделяющегося в результате брожения осадка, для характеристики процесса.

Полный анализ газа состоит из следующих определений:

- 1) сероводород,
- 2) уголекислота,
- 3) кислород,
- 4) водород,
- 5) метан,

Сокращенный анализ газа ограничивается определением:

- 1) уголекислоты,
- 2) кислорода.

Иловые площадки

Контроль работы иловых площадок, куда выпускается осадок с очистной станции для подсушки, осуществляется путем взятия проб жидкости из дренажных выпусков и осадка с площадок для характеристики степени его подсушки.

Периодичность контроля устанавливают в зависимости от размеров площадей и способов эксплуатации.

Схема IV. Анализы на аэрационных сооружениях

(аэротенки, биофильтры, аэрофильтры и вторичные отстойники).

Все сооружения для очистки жидкости с активным илом требуют довольно подробного контроля очищенной жидкости и характеристики состояния активного ила как фактора, гарантирующего нормальный ход аэробных процессов при окислении органических веществ сточных вод.

Контроль работы сооружений состоит из следующих определений для учета количества и характеристики активного ила:

- 1) доза ила в объемных процентах (отстой за 30 мин.),
- 2) сухое вещество активного ила,
- 3) потеря при прокаливании,
- 4) иловой индекс и кривая скорости оседания ила при 3 г сухого вещества в 1 л жидкости (при работе аэротэнков на полную очистку),
- 5) растворенный кислород.

Работа аэрационных сооружений по окислительному эффекту и задержке взвешенных веществ контролируется анализами сточной и очищенной жидкости в следующем объеме:

- 1) температура,
- 2) степень прозрачности,
- 3) активная реакция,
- 4) взвешенные вещества,
- 5) потеря при прокаливании,
- 6) азот аммонийный,
- 7) азот нитритов,
- 8) азот нитратов,
- 9) окисляемость,
- 10) биохимическая потребность в кислороде (пятисуточная БПК),
- 11) растворенный кислород.

Для характеристики качества возвратного активного ила, удаляемого из вторичных отстойников, а также перекачиваемого на сброс, определяют:

- 1) сухое вещество,
- 2) потерю при прокаливании,
- 3) азот в беззольном веществе активного ила (при работе аэротэнков на полную очистку).

ГЛАВА ТРЕТЬЯ

МЕТОДЫ ВЗЯТИЯ ПРОБ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕННОМ КОНТРОЛЕ

I. Набор проб

Характеристика работы сооружений основывается, во избежание случайностей, на анализе средних проб за определенный промежуток времени.

Обычно пользуются среднесуточными пробами.

Необходимость одновременных проб, как правило, встречается редко и обуславливается всегда определенными причинами.

Набор проб по отдельным объектам наблюдения на полях орошения и на станциях интенсивной очистки производят следующим образом.

1. Поступающая сточная жидкость. Для характеристики состава поступающей на сооружения сточной жидкости

пробы берут из подающего канала в пункте полного перемешивания и отсутствия условий для оседания взвешенных веществ.

Пробы берут каждый час, в течение суток, в отдельные склянки емкостью 250—300 мл. Это дает возможность, в случае необходимости, произвести дополнительные исследования по отдельным часам.

Набор проб сопровождается измерением температуры. Пробы для анализа доставляют в лабораторию.

2. Вода осушительных канав и общего стока. Для контрольных анализов отбирают разовые пробы воды из магистральных осушительных канав в местах полного смешения дренажных вод с различных участков полей орошения. Пункт взятия средней пробы предварительно устанавливают анализом жидкости, взятой в нескольких точках по поперечному профилю канавы.

Склянки для полного анализа берут объемом в 4 л и для сокращенного—около 1 л. При взятии пробы замеряют и записывают температуру воды и воздуха. Кроме того, в отдельные склянки (с притертыми пробками) емкостью в 250 мл берут пробы жидкости для определения количества железа, а также растворенного кислорода.

В последующем изложении приводятся методы набора проб для контроля отдельных сооружений станции аэрации, выполняющих различные функции в процессе очистки жидкости.

3. Отбросы с решеток. Количественный учет отбросов осуществляется сбором их в специально приспособленные для этого ящики и взвешиванием каждый час в течение 5—7 суток.

Для этой цели полезно иметь ящики с дырчатым дном или, во всяком случае, перед взвешиванием сливать накопившуюся в них воду.

Из этого же ящика в кружку емкостью 250—300 мл каждый час отбирают пробы отбросов, которые смешивают по сменам и доставляют в лабораторию для составления среднесуточной пробы для анализа.

4. Осадок из песколовок и жироловок. Способ взятия среднесуточной пробы осадка, задерживаемого песколосками и жироловками, определяется их устройством и эксплуатацией. Как правило, сначала определяют объем осадка, выгружаемого из песколовок или корки из жироловок, после чего берут среднюю пробу. В случае нескольких выгрузок осадка в течение суток, из каждой берут отдельную среднюю пробу и доставляют ее в лабораторию для анализа.

5. Жидкость и осадок из первичных отстойников. Пробы на первичных отстойниках берут для определения степени осветления жидкости и для характеристики задержанного в них осадка.

А. Для определения степени осветления сточную жидкость набирают каждый час в течение суток, до и после отстойников, причем выходящую из отстойников жидкость берут с учетом времени пребывания ее в отстойнике.

Пробы поступающей жидкости берут в общем подводящем канале.

Пробы выходящей жидкости берут по каждому отстойнику (для характеристики работы отдельных отстойников) или по группам отстойников. Каждая проба должна быть не меньше 250 мл.

Б. Для характеристики осадка, выпускаемого из первичных отстойников, берут сменные и среднесуточные пробы по всем отстойникам (после смешения в сборном резервуаре) или по отдельным отстойникам.

Пробы по всем отстойникам берут в общем канале, ведущем к сборному резервуару, отдельно для каждого часа в течение суток. Число и время взятия проб регистрируют. Спуск осадка производится, обычно, не сплошь целые сутки, а с перерывами, поэтому число часовых проб бывает меньше 24 (обычно 12—16).

Пробы по отдельным отстойникам берут из контрольных колодцев. Первую пробу осадка берут через 4—5 мин. после открытия шибера для спуска застоявшегося в трубах осадка или воды.

Во время выпуска осадка пробы берут в количестве 100—150 мл каждые 5 мин. и выливают в общее ведро в течение часа или смены. Количество проб и продолжительность выпуска осадка регистрируют и записи доставляют вместе с пробами в лабораторию.

Если на метантенки поступает не весь осадок из первичных отстойников, а лишь часть его, то для характеристики этого осадка берут отдельные пробы в дозирующих камерах метантенков.

6. Жидкость и активный ил аэрационных сооружений (аэротэнков, биофильтров и вторичных отстойников). При наборе проб должна быть получена жидкость, отвечающая среднесуточной концентрации органического вещества, поступающего и выходящего из сооружения.

Эффект очистки жидкости в аэрационных сооружениях контролируют после отделения активного ила во вторичных отстойниках. Среднесуточные пробы жидкости, составляют из часовых, которые набирают на сливных лотках отстойников, обслуживающих отдельные аэротенки или группу их. Склянки для часовых проб применяют объемом 250—300 мл. При наборе часовых проб замеряют и записывают температуру очищенной жидкости и воздуха.

Нормальный ход процесса очистки жидкости в аэротенках контролируют дозой ила и его качеством, а также количеством растворенного кислорода в смеси жидкости с илом.

Чтобы поддержать в аэротенках необходимую концентрацию сухого вещества активного ила при налаженном учете сброса излишков ила, достаточно ограничиться

концентрации возвратного ила. При отсутствии учета берут смесь жидкости с илом в начале и в конце аэротэнков. Возможен также контроль концентраций ила в общем распределительном канале со смесью сточной жидкости и возвратного ила. Во всех случаях берут пробы с илом в склянки на 150—250 мл через 1 или 2 часа и доставляют в лабораторию.

Для характеристики активного ила берут одновременную пробу жидкости, выходящей из аэротэнков или откачиваемой из вторичных отстойников в таком количестве, чтобы в пробе содержалось около 20 г сухого вещества ила.

Пробу на растворенный кислород берут в начале и конце аэротэнков, а также в жидкости из вторичных отстойников 3-4 раза в сутки с глубины 0,25—0,50 м в склянки, прикрепленные к шесту. Подробное описание взятия пробы дано в главе четвертой — определение 12 (см. стр. 50).

Для контроля работы биофильтров среднесуточные пробы сточной и очищенной жидкости составляют из часовых проб, набранных в склянки емкостью 250—300 мл. Место взятия проб выбирают в пунктах полного смешения жидкости, поступающей с отдельных сооружений или секций. Разовые пробы берут для определения растворенного кислорода.

Обязательный контроль работы вторичных отстойников, помимо данных учета эффекта осветления очищенной жидкости, заключается в замере высоты стояния активного ила, уплотненного в отстойниках. Замер можно вести, установив небольшие эрлифты на различной глубине от уровня водного зеркала в отстойнике или же брать непосредственно пробы. Для этого закрытую пробкой склянку опускают до нужной глубины, после чего открывают пробку. Взятую пробу передают в лабораторию для определения концентрации ила.

7. Иловая жидкость и осадок метантэнков. Набор проб из метантэнков, работающих в эксплуатационных условиях, осуществляется при наличии корки влажностью 87—89% при помощи особого прибора типа желонки (фиг. 1). Прибор состоит из трубы диаметром 8—10 см, длиной 70—80 см, опускаемой в метантэнк на цепях.

Одна цепь прикреплена к трубе, вторая проходит через центр трубы и прекреплена к металлической конической пробке, при помощи которой труба может быть закрыта. Прибор опускают в метантэнк в открытом виде и на желаемой глубине (цепь градуирована на 0,5 м) закрывают. Взятая проба характеризует распределение осадка в данной зоне сооружений. При помощи такого прибора удастся уловить границу между иловой жидкостью и осадком, а в случае отсутствия перемешивания — определить влажность осадка по глубине метантэнка.

При наличии плотной корки приходится прибегать к помощи насоса. Пробы берут из крана на трубопроводе во время откачки осадка из метанта́нка из верхней его части или со дна, во время выгрузок сброженного осадка на иловые площадки.

Пробу осадка в количестве 1 л немедленно доставляют в лабораторию для анализа.

Взятие проб газа изложено в главе четвертой, раздел IV — газ (см. стр. 93).

8. Сток и осадок силовых площадок. Для характеристики стока силовых площадок по выносу взвешенных веществ берут единовременные пробы из дренажных выпусков.

Для характеристики степени подсушки осадка на иловых площадках отбирают средние пробы осадка по глубине слоя в различных местах залитых площадей.

9. Вода приемника очищенных стоков. Пробы из водоема берут в двух местах: выше и ниже общего стока, в пункте полного смешения стока с рекой. Пункт этот устанавливают специальными наблюдениями.

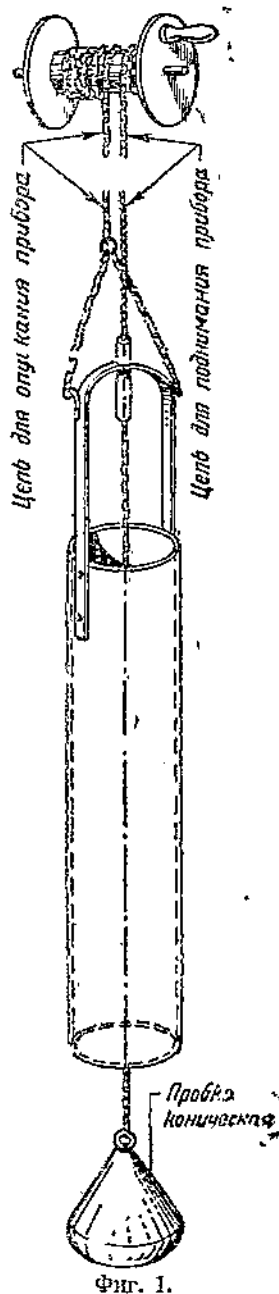
Обычно пробу берут единовременную, среднюю по поперечному профилю водоема в количестве 3-4 л.

Выемку проб для определения растворенного кислорода производят батометром на глубине 0,5 м от поверхности воды, в пункте максимальной глубины поперечного сечения водоема.

При взятии проб измеряют температуру воды.

II. Хранение и консервирование проб

Контроль работы очистных сооружений основан на анализе среднесуточных проб, поэтому обычное время хранения проб — сутки, т. е. период времени, требующий применения каких-либо консервирующих средств. Наиболее совершенный способ, это хранение проб



при низких температурах (3-5°C), что относится как к жидкости, так и к активному илу и осадку.

В зимнее время для хранения проб используют помещение, в котором температура поддерживается не выше 6°C. В летнее время пробы хранят в холодильнике. В случае наличия водопроводной воды низкой температуры 3-5°C (при водоснабжении из глубоких артезианских скважин), целесообразно использовать ее для охлаждения. Хранение проб в проточной холодной воде, при условии хорошего обтекания склянок, дает вполне удовлетворительные результаты.

Другого единого консерванта для всей пробы в целом нет.

Часть пробы, предназначенную для определения окисляемости общего азота, азота аммонийных солей, консервируют прибавлением 25% H_2SO_4 (2 мл на 1 л). К другой порции, предназначенной для определения взвешенных веществ, потери при прокаливании плотного остатка, азотной и азотистой кислот прибавляют хлороформ (2 мл на 1 л). К пробе, предназначенной для определения БПК, никакие консервирующие вещества не могут быть применены, ее нужно сохранять при низкой температуре.

III. Подготовка проб к анализу

Пробы, поступившие в лабораторию с отдельных участков очистных сооружений, не могут быть непосредственно подвергнуты анализу. Требуется некоторая предварительная обработка образцов, касающаяся составления среднесуточных проб и других подготовительных операций к анализу.

Как правило, пробы жидкости, предназначенные для химического анализа, предварительно фильтруют (через фильтровальную бумагу или вату). Только для определения БПК, окисляемости, фосфатов и стойкости пробу берут после отстаивания в течение 1-2 час.

Пробы отбросов с решеток, песка и осадков для химического анализа предварительно высушивают на водяной бане и измельчают на мельнице (для отбросов с решеток употребляют добавочно ножницы). Крупность помола должна быть такова, чтобы осадок просеивался через сито с отверстиями диаметром в 1 мм.

При поступлении в лабораторию пробы, содержащей смесь жидкости с активным илом, жидкость отфильтровывают с вакуумом в воронке Бюхнера через тонкий слой ваты, на который кладут кусок марли. После фильтрации активный ил с влажностью около 85-90% распределяют тонким слоем на стекле и подсушивают на водяной бане или в сушильном шкафу при 60-70°C. Воздушно-сухой ил растирают в ступке, пропускают через сито 0,5 мм и после дополнительного растирания — через сито 0,25 мм.

При взятии навески для анализа исследуемый образец осадка или ила (20—40 г) распределяют тонким слоем на листе бумаги. Осадок делят при помощи стеклянной палочки на квадратики или прямоугольники и из каждого квадратика берут пробу осадка шпателем или ложкой.

Навески осадка или ила для всех определений нужно брать, по возможности, одновременно, в противном случае, во избежание изменения содержания гигроскопической влаги, осадок необходимо хранить в банке или склянке с хорошо притертой или каучуковой пробкой в комнате с постоянной температурой.

1. Поступающая сточная жидкость. Часовые пробы сточной жидкости размещают в порядке набора проб, т. е. по часам. При этом отмечают отклонения от обычного ее вида (цвет, наличие нефти, какие-либо изменения в количестве осадка). В случае необходимости могут быть проведены отдельные определения в часовых пробах жидкости (рН, хлориды, азот аммонийный). Затем составляют среднесуточную пробу путем смешивания равных количеств (100—150 мл) из часовых проб.

При большом коэффициенте неравномерности притока пробы нужно смешивать пропорционально количеству поступающей сточной жидкости по часам. После этого среднюю пробу подвергают анализу.

2. Отбросы с решеток. Среднесменные пробы мусора предварительно просматривают в лаборатории для общей характеристики их состава.

Отмечают особенности проб в отдельные смены.

Смешиванием сменных проб составляют среднесуточную. В случае необходимости, анализ отбросов ведут по отдельным сменам.

Для характеристики отбросов среднюю пробу сортируют по составу: текстиль, бумага, овощи, отходы с боя и пр. Часть средней пробы выделяют для определения влажности.

3. Осадок из песколовок и жирослоев. Отдельные пробы осадка или корки, доставленные в лабораторию для составления средней пробы, смешивают пропорционально количеству выгруженного осадка. Для характеристики работы отдельных песколовок и жирослоев на определенный период их работы, могут быть составлены соответствующие пробы. Среднюю пробу после сушки и измельчения подвергают анализу.

4. Пробы жидкости и осадка из первичных отстойников. При определении количества осадка в часовой пробе исследуемую жидкость немедленно передают в лабораторию для анализа.

Из часовой пробы, при тщательном ее перемешивании, отливают определенное количество жидкости (200—250 мл) для составления среднесменной пробы и только после этого пробу ставят на определение количества осадка.

Среднесуточные пробы составляют из часовых или среднесменных проб смешиванием равных количеств воды каждого часа или смены, после чего немедленно передают для анализа.

Пробы дренажной жидкости из магистральных осушительных канав и пробы воды из водоема, после доставки в лабораторию, подвергают перед анализом отстаиванию или фильтрации.

Часовые пробы осадка, доставленные в лабораторию, смешивают для составления среднесменных или среднесуточных проб, пропорционально количеству взятых единичных проб (на основании записей при выемке проб), т. е. пропорционально количеству выгруженного осадка. После этого пробы подвергают анализу.

5. Пробы из метантэнков. Пробу иловой жидкости из метантэнков перед анализом фильтруют через складчатый фильтр или гигроскопическую вату. Для всех определений следует пользоваться одной и той же порцией отфильтрованной жидкости. Исключение представляет лишь определение активной реакции, по методу Джиллеспи, которое ведут в пробе, отстоянной в течение 20—30 мин. (глава 4-я, определение 5, см. стр. 24). Если во взятой пробе нет отслоения жидкости от осадка, то приходится иногда прибегать к центрифугированию (5—10 мин.), на ручной или, что предпочтительнее, электрической центрифуге.

Пробу осадка перед анализом предварительно высушивают на водяной бане, причем в отдельной навеске делают определение влажности.

Высушенную пробу выдерживают один час в сушильном шкафу и измельчают на мельнице, как описано выше.

ГЛАВА ЧЕТВЕРТАЯ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА СТОЧНЫХ ВОД (СТАНДАРТНЫЕ МЕТОДЫ)

1. Сточная жидкость

1. ТЕМПЕРАТУРА

При определении температуры удобно пользоваться термометром, вставленным в специальную металлическую оправу, оканчивающуюся цилиндрическим резервуаром, который заполняется исследуемой водой. Такое приспособление позволяет держать ртутный шарик термометра в испытуемой воде при отсчете показаний термометра. Термометр должен быть проверен по нормальному.

После каждого замера температуры, воду из оправы нужно выливать, иначе легко допустить ошибку: вода, оставшаяся от предыдущего определения, может повысить или понизить результаты отсчета в зависимости от времени года.

Если у термометра нет металлической оправы, то температуру лучше определить в сосуде (склянке, литровой кружке для взятия проб), следя за тем, чтобы ртутный шарик термометра при отсчете находился в испытуемой воде до момента установления ртути на определенном уровне. Одновременно с измерением температуры воды регистрируют и температуру воздуха.

Измеряемую с точностью до $0,5^{\circ}\text{C}$, температуру записывают при взятии проб по следующей форме:

Год, месяц и число	Часы выемки	Место выемки пробы	Температура	
			воды	воздуха

2. ОКРАСКА

Окраска сточной жидкости зависит, главным образом, от примесей производственных сточных вод, времени хранения и метода очистки. Окраску жидкости определяют не количественно, а лишь описательно, причем записывают окраску и степень ее интенсивности. В жидкости, вполне очищенной в аэротенках, при отсутствии опалесценции и большой прозрачности иногда наблюдается специфический блеск, что отмечается термином: „жидкость блестящая“.

3. ЗАПАХ

Запах сточной жидкости определяют качественно при открывании проб; если запах не ясен, то следует отлить небольшое количество испытуемой жидкости и подогреть ее.

Запах жидкости записывают следующим образом: гнилостный, фекальный, керосиновый, болотный.

4. ПРОЗРАЧНОСТЬ

Прозрачность определяют в цилиндре, градуированном по высоте в сантиметрах, при чтении шрифта Снеллена № 1 (образец см. в приложении).

Цилиндр должен быть бесцветного стекла, с плоским дном, без дефектов.

При определении прозрачности расстояние от дна цилиндра до шрифта должно быть 1—2 см. Прозрачность можно определить для отстоянной и для натуральной сточной жидкости: в последнем случае пробу необходимо хорошо взболтать. Если малая прозрач-

ность зависит от оседающих частиц, а не от высокой цветности и мутности, то жидкость предварительно отстаивают в течение двух часов.

Высота жидкости в цилиндре в тот момент, когда чтение шрифта еще возможно, и выражает прозрачность испытуемой жидкости в сантиметрах.

5. АКТИВНАЯ РЕАКЦИЯ

Результаты определений активной реакции среды (рН) на различных стадиях очистки служат одним из основных показателей для оценки биохимических процессов, протекающих при обработке жидкой и твердой фазы сточной жидкости.

Активную реакцию в сточных и очищенных водах определяют обычно колориметрическим методом, как наиболее простым и дающим достаточно точные показания.

Метод Джиллесси

1. Реактивы и посуда.

1. 1¹. Едкий натрий 0,05 *n* (0,2%) — 2 г NaOH на 1 л прокипяченной дистиллированной воды.

1. 2. Соляная кислота 0,05 *n* — 4,2 мл HCl, уд. вес 1,19 в литре раствора.

1. 3. Одноосновной фосфорнокислый калий 2% — 2 г KH_2PO_4 в 100 мл дистиллированной воды.

1. 4. Растворы индикаторов — 0,1 г индикатора растирают в агатовой ступке с соответствующим количеством (см. табл. 1) едкого натрия (1. 1) до полного растворения. Раствор переносят в мерную колбу на 25 мл и количество его доводят дистиллированной водой до метки. Эти основные растворы довольно прочны, их можно хранить в темном месте в склянках темного стекла с притертой пробкой.

Из этих растворов готовят рабочие растворы разбавлением их в 10 раз. Исключение представляют метилрот и фенолрот, которые разбавляют в 20 раз.

1. 5. Пробирки одинакового диаметра с плоским дном емкостью в 10 мл из бесцветного стекла и с отметкой на 5 мл.

1. 6. Компараторы Уильяма конструкции Вальтера. В бруске дерева просверливают три отверстия для пробирок с таким расчетом, чтобы стенки между отверстиями были возможно тоньше. На 2 см выше дна компаратора через все три отверстия проделывают узкую щель 5 × 20 мм (8).

¹ Первая цифра (жирная) обозначает раздел реактивов, вторая (светлая) — номер реактива.

2. Ход определения

2. 1¹. Берут два ряда пробирок: в один из них наливают 1—2 капли едкого натрия (1.1), в другой— указанное в табл. 1 количество кислоты или фосфата (1,2—1,3). Затем прибавляют по каплям раствор необходимого индикатора так, чтобы в каждой паре пробирок сумма капель индикатора была равна 10 (см. табл. 1).
2. 2. Доливают до метки прокипяченной дистиллированной водой, встряхивают и сравнивают полученный ряд цветов в компараторе с испытуемой жидкостью, которую наливают в три отдельные пробирки. В одну из них предварительно прибавляют 10 капель индикатора и доводят до метки жидкостью, а две других помещают в компаратор с передней стороны у подходящей по цвету пары пробирок с определенным значением рН.

Две пробирки с дистиллированной водой, помещенные одна за другой, ставят в компаратор перед испытуемой жидкостью.

Окраска исследуемого образца сточной жидкости должна совпадать с окраской парных пробирок приготовленной шкалы значений рН или находиться между двумя парами пробирок, отвечающих определенной величине рН.

Удобнее заранее приготовить шкалу значений рН описанным выше способом с одним или двумя из наиболее часто требующихся индикаторов. Для сточной и иловой жидкости метантанков Москвы обычно удобно пользоваться индикаторами бром-фенол-блау, метил-рот и фенол-рот (табл. 1).

Такая шкала при хорошей закупорке пробирок может сохраняться в течение нескольких месяцев.

Точность определений активной реакции по Джиллеспи равна 0,2 рН.

6. АЗОТ АММОНИЙНЫЙ

Азот аммонийный, нитриты и нитраты следует определять немедленно после подготовки проб жидкости к анализу. Определение по Несслеру предпочтительнее определения с отгоном, так как при этом исключается ошибка вследствие гидролиза мочи и других органических соединений. Метод Крапивина менее точен, но для сточных вод удобен по скорости анализа.

¹ Первая цифра (жирная) обозначает раздел хода определения, вторая (светлая)— номер процедуры.

Число капель индикатора		Число капель жидкости						
в щелочной среде	в кислой среде	Бром-фе- нол-блау	Метил- рог	Бром- крезол- пурпур	Бром- тимол- блау	фенол- рог	Крезол- рог	Тимол- блау
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	9	3,1	4,05	5,3	6,15	6,75	7,15	7,85
1,5	8,5	3,3	4,25	5,5	6,35	6,95	7,35	8,05
2	8	3,5	4,4	5,7	6,5	7,1	7,5	8,2
3	7	3,7	4,6	5,9	6,7	7,3	7,7	8,4
4	6	3,9	4,8	6,1	6,9	7,5	7,9	8,6
5	5	4,1	5,0	6,3	7,1	7,7	8,1	8,8
6	4	4,3	5,2	6,5	7,3	7,9	8,3	9,0
7	3	4,5	5,4	6,7	7,5	8,1	8,5	9,2
8	2	4,7	5,6	6,9	7,7	8,3	8,7	9,4
8,5	1,5	4,8	5,75	7,0	7,85	8,45	8,85	9,55
9	1	5,0	5,95	7,2	8,05	8,65	9,0	9,75
Концентрация раствора индикатора 0/100 . . .		0,04	0,02	0,04	0,04	0,02	0,04	0,04
Подкисление 1/20 HCl капель		20	1	1	1	1	0	0
Подкисление 20/100-ным фосфором		0	0	0	0	0	1	1
Подщелачивание 1/20 NaOH капель		1	1	1	1	1	1	2
Для нейтрализации 0,1 г индикатора 1/20 щелочи мл		3,0	7,4	8,7	3,2	5,7	5,3	4,3
Цвет { щелочной среды		желтый	красный	желтый	желтый	желтый	желтый	желтый
целочной среды		голубой	желтый	лупурный	желтый	красный	красный	синий
pH индикатора по Кларку (при 25—30°) . .		3,98	5,1	6,30	7,0	7,9	8,3	8,9

А. Определение по Крапивину

1. Реактивы.

1. 1. 10⁰/₀-ный раствор хлористого бария — 100 г $\text{Ba Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 л.
1. 2. Насыщенный раствор едкого натрия — 770 г NaOH растворяют в чашке, переносят раствор вместе с осадком в литровый цилиндр и закрывают каучуковой пробкой. Через несколько дней прозрачную жидкость, практически лишенную карбонатов, осторожно сливают с осадка.
1. 3. 0,0714 *N* раствор едкого натрия, 1 мл которого отвечает 1 мг азота, готовят из насыщенного раствора едкого натрия (1. 2). Для этого берут около 4,5 мл концентрированной щелочи на 1 л свежeproкипяченной дистиллированной воды и точно устанавливают титр раствора. В качестве индикатора применяют фенолфталеин (1. 7).
1. 4. 0,0714 *N* раствор янтарной кислоты для установки титра едкого натрия (1. 3).
0,342 г перекристаллизованной янтарной кислоты $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ растворяют в прокипяченной дистиллированной воде и доводят раствор до метки в колбе на 200 мл.
1. 5. 0,2 *N* раствор едкого натрия 12—13 мл насыщенного раствора едкого натрия (1. 2) доводят дистиллированной водой до 1 л.
1. 6. 0,1 *N* соляная кислота — 8,2 мл концентрированной HCl , уд. вес 1,19 доводят до 1 л дистиллированной водой.
1. 7. Фенолфталеин — 1 г фенолфталеина растворяют в 100 мл водного 50⁰/₀-ного этилового спирта.
1. 8. Формалин — 5 мл продажного формалина разбавляют в 10 раз свежeproкипяченной дистиллированной водой и титруют в присутствии фенолфталеина раствором 0,2 *N* едкого натрия (1. 5). Полученное расчетом, на основании этого определения, необходимое количество 0,2 *N* едкого натрия прибавляют для нейтрализации отмеренного объема формалина и оставляют на ночь. Выпавший осадок отфильтровывают через складчатый фильтр, вновь проверяют реакцию и, если нужно, исправляют ее вторично. Хранят раствор в склянке с притертой пробкой и время от времени проверяют его.

2. Ход определения

Аммонийный азот по Крапивину определяют в натуральной воде или после отстаивания.

2. 1. 100 мл исследуемой воды вливают в мерную колбу на 200 мл, прибавляют 10 капель фенолфталеина (1. 7), 10 мл раствора хлористого бария (1. 1) и едкого натрия (1. 5) до сильно-красного окрашивания. Обычно для этого достаточно 10 мл. Доливают до метки безаммиачной водой¹, взбалтывают и дают выпавшему осадку осесть. Фильтруют в сухую колбу через сухой складчатый фильтр.

Примечание. При хорошем освещении вместо фильтрования прозрачную жидкость сливают сифоном.

2. 2. 100 мл прозрачного фильтрата точно нейтрализуют из бюретки соляной кислотой (1. 6) и прибавляют 5 мл формалина (1. 8). Титруют до появления розовой окраски 0,0714 н раствором едкого натрия (1. 8).
2. 3. Прибавив еще 5 мл формалина в ту же колбу, титруют 0,0714 н раствором едкого натрия для определения поправки на кислотность формалина.

Количество мг/л аммонийного азота вычисляют по формуле:

$$x = (a - b) \cdot 20,$$

где: a — число мл 0,0714 н щелочи, пошедшей на титрование 100 мл фильтрата;

b — поправка в мл 0,0714 н щелочи на кислотность 5 мл формалина.

В присутствии больших количеств свежего органического вещества иногда изменение окраски происходит очень вяло (реакция с аминокислотами). В этом случае прибавляют еще 5 мл формалина и, если переход не делается резким, применяют другой метод.

При содержании аммонийного азота меньше 20 мг/л метод неприменим [16].

Б. Определение по Несслеру

1. Реактивы.

1. 1. Сульфат меди — растворяют 10 г медного купороса $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в безаммиачной дистиллированной воде и объем раствора доводят до 100 мл.
1. 2. Ацетат свинца — растворяют 10 г уксуснокислого свинца в безаммиачной дистиллированной воде и доводят объем раствора до 100 мл.
1. 3. Сульфат цинка — насыщенный при комнатной температуре раствор сернокислого цинка в безаммиачной дистиллированной воде (около 54,2 г ZnSO_4 в 100 мл воды).

¹ Способ приготовления см. (f. 5. стр. 29).

1. 4. Едкий натрий — 500 г NaOH растворяют в дистиллированной безаммиачной воде и объем доводят до 1 л. Безаммиачная вода для приготовления реактивов получается после двойной перегонки, причем первый отгон оставляют на ночь с небольшим количеством брома или бромной воды.
1. 5. Для разбавления при определении аммонийного азота, но не для приготовления реактивов, можно применять водопроводную воду, освобожденную от аммиака фильтрацией через слой пермутита или аэрацией в бутылках при помощи водоструйного насоса. Для удаления солей Ca и Mg к 1 л безаммиачной воды прибавляют около 7 мл 33% раствора NaOH (1. 4) и 2 мл CuSO_4 (1. 1), взбалтывают и оставляют в течение ночи.
1. 6. Сегнетова соль — растворяют 500 г соли Рошелля $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ в литре воды и кипятят до исчезновения реакции на аммиак. Обычно отгоняют до 200 мл. Охлаждают и добавляют до литра безаммиачной дистиллированной водой.
1. 7. Стандартный раствор хлористого аммония — 3,818 г NH_4Cl разбавляют до литра безаммиачной дистиллированной водой, 10 мл основного раствора доводят до литра безаммиачной дистиллированной водой; 1 мл содержит 0,01 мг азота.
1. 8. Реактив Несслера — 50 г иодистого калия растворяют, не подогревая, в 50 мл безаммиачной дистиллированной воды. Прибавляют насыщенного (5%) раствора сулемы до появления не исчезающего при взбалтывании осадка (приблизительно 415—420 мл). Прибавляют 400 мл 9 н раствора едкого натрия (360,09 г NaOH в 1 л безаммиачной воды). Доводят объем раствора до литра, отстаивают в течение нескольких дней и прозрачный раствор сливают.

2. Ход определения

2. 1. К 100 мл исследуемой воды в колбе или в цилиндре на 100 мл прибавляют 1 мл сульфата меди (1. 1), тщательно перемешивают 1 мл едкого натрия (1. 4), снова перемешивают и хорошо отстаивают. Если жидкость плохо осветлилась, то к новой порции прибавляют сначала едкого натрия и затем сульфата меди. Если жидкость содержит сероводород, то вместо сульфата меди прибавляют 1 мл ацетата свинца (1. 2) или раствора сульфата цинка (1. 3).
2. 2. В мерную колбу на 100 мл, до половины заполненную безаммиачной водой, вносят точное количество мл исследу-

- дуемой воды, содержащей не свыше 0,1 мг азота. Прибавляют 2—4 капли Сегнетовой соли (1. 6) и 2 мл реактива Несслера (1. 3), тщательно перемешивают и количество раствора доводят до метки безаммиачной водой.
2. 3. В другую колбу на 100 мл, до половины заполненную безаммиачной водой, отмеривают от 0,5 до 5,0 мл стандартного раствора хлористого аммония (1. 7), прибавляют 2—4 капли Сегнетовой соли, 2 мл реактива Несслера (1. 8) и раствор доводят до метки.
2. 4. Сравнивают через 10 мин. полученные окраски в колориметре или цилиндрах Генера. Цилиндры должны быть из бесцветного стекла со шкалами одинаковой длины. В этом случае высоты столбов жидкости при одинаковой интенсивности окраски в цилиндрах пропорциональны объемам.

Вычисление: количество мг/л аммонийного азота

$$x = \frac{10 \cdot n}{q} \cdot \frac{x}{b},$$

где: n — число мл взятого стандартного раствора;

$\frac{a}{b}$ — отношение объемов или высот стандартного раствора a и испытуемой воды b в момент одинакового окрашивания в цилиндрах;

q — объем исследуемой воды, взятой для определения в мл.

Примечание. Если количество реактивов, прибавленных для осветления и обесцвечивания испытуемой жидкости, не превышает указанных количеств, то поправкой на них можно пренебречь.

В. Определение с отгоном

1. Реактивы

1. 1. 0,5 М буферный раствор фосфата — растворяют 14,3 г одноосновного фосфата калия (KH_2PO_4) и 90,15 г двухосновного фосфата калия ($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) в безаммиачной дистиллированной воде и доводят до 1 л.
1. 2. 0,0714 н едкий натрий — приготовление см. определение по Крапивину (1. 3).
1. 3. 0,0714 н раствор серной кислоты — 2,0 мл концентрированной H_2SO_4 , уд. вес 1,84, доводят до 1 л дистиллированной водой и устанавливают нормальность кислоты по 0,0714 н щелочи (1. 2) — индикатор — метилрот.

1. 4. Метилрот, насыщенный спиртовой раствор — 0,1 г метилрот растворяют в 300 мл этилового спирта.

2. Ход определения

Аппаратура состоит из круглодонной колбы емкостью 750 мл, снабженной насадкой, которую присоединяют к вертикально стоящему холодильнику. К концу форштосса прикрепляют насадку с расширением в верхней части.

2. 1. Определение начинают с удаления паром следов аммиака из аппаратуры до исчезновения в дистиллате реакции на аммонийный азот.

2. 2. Вливают 100—200 мл исследуемой воды и прибавляют 25 мл 0,5 М раствора фосфата (1. 1), чтобы поддерживать рН перегоняемой смеси около 7,4. Если нужно, добавляют безаммиачной воды до объема 300—350 мл и отгоняют 200—250 мл в 20 мл серной кислоты (1. 3) с 3—4 каплями метилрот (1. 4).

После проверки на полноту отгона аммиака избыток кислоты оттитровывают едким натром (1. 3).

Вычисление: количество мг/л аммонийного азота

$$x = \frac{a - b}{q} \cdot 1000,$$

где: a — количество мл 0,0714 N серной кислоты в приемнике,
 b — количество мл 0,0714 N щелочи, пошедшей на обратное титрование,

q — объем исследуемой воды, взятой для отгона в мл.

Если в исследуемой воде меньше 10 мг/л аммонийного азота, то его определяют по Несслеру, собирая отгон в мерную колбу на 200—250 мл.

7. НИТРИТЫ ПО ГРИССУ

1. Реактивы

1. 1. 8 г чистой сульфаниловой кислоты растворяют в 1 л 5 N уксусной кислоты, уд. вес 1,041, или 285 мл ледяной уксусной кислоты разбавляют до 1 л. Это практически насыщенный раствор сульфаниловой кислоты.

1. 2. 5 г нафтиламина растворяют в литре 5 N уксусной кислоты, фильтруют через промытую гигроскопическую вату.

1. 3. 0,4925 г перекристаллизованного из горячей воды азотистокислого натрия растворяют в дистиллированной воде без нитритов и объем доводят до 1 л.

1. 4. 10 мл основного раствора азотистокислого натрия (1. 3) разбавляют до 200 мл стерилизованной дистиллированной водой без нитритов.

1 мл стандартного раствора содержит 0,005 мг азота нитритов. Его сохраняют в склянке с притертой пробкой и для консервирования основного и стандартного растворов прибавляют 1—5 мл хлороформа.

1. 5. Гидрат окиси алюминия—растворяют 125 г алюминиевых квасцов в 1 л дистиллированной воды и осаждают гидрат окиси алюминия аммиаком. Промывают осадок в большом стакане декантацией до исчезновения реакции на хлориды, нитриты и аммиак.

Реактивы 1. 1—1. 2 хранят в темном месте.

2. Ход определения

2. 1. В мерную колбу на 100 мл вносят несколько мл исследуемой воды, содержащей не более 0,01 мг азота нитритов. Если нужно, прибавляют для обесцвечивания свободного от нитрита гидрата окиси алюминия. Затем прибавляют по 1 мл реактивов Грисса (1. 1 и 1. 2) и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.
2. 2. Одновременно в колбу на 100 мл с дистиллированной водой без нитритов прибавляют 0,5—1 мл стандартного раствора нитрита (1. 4), по 1 мл реактивов Грисса (1. 1 и 1.2), доливают до метки и перемешивают. Приблизительно через 10 мин., но не позже, чем через 30 мин. стояния при комнатной температуре, сравнивают окраску в цилиндрах Генера или в колориметре Дюбоска.

Вычисление: количество мг/л азота нитритов

$$x = \frac{n \cdot b}{q} \cdot \frac{a}{b},$$

где: n —число мл взятого стандартного раствора;

$\frac{a}{b}$ —отношение объемов или высот стандартного раствора a

и испытуемой воды b в момент одинакового окрашивания в цилиндрах;

q —объем исследуемой воды, взятой для определения в мл.

8. НИТРАТЫ

Метод восстановления нитратов сплавом Дежарда принят как стандартный. В водах с биологических фильтров и в сточной жидкости при наличии в ней

нитратов этот метод может давать несколько повышенные числа за счет гидролиза азотсодержащих органических веществ до аммиака.

Метод Нолля дает хорошие результаты в пробах, содержащих 0,01—0,1 мг азота, т. е. требует высоких разбавлений. Метод Грандвалля и Ляжу надежнее для более высоких концентраций нитратов (около 1 мг), но в некоторых условиях дает результаты на 3—7% ниже истинных. Метод Васильева (описанный в приложении) при наличии азота нитратов свыше 5 мг/л дает результаты, удовлетворяющие требованиям контроля [10, 22, 31].

А. Восстановление сплавом Дебарда

1. Реактивы,

1. 1. Растворяют 250 г едкого натрия в 1,25 л дистиллированной воды. Прибавляют 0,5—1 г сплава Дебарда и оставляют на ночь в склянке, прикрытой пробкой с отрезком стеклянной трубки. Выпаривают до 1 л в фарфоровой чашке на водяной бане.
1. 2. 0,0714 н серная кислота (см. 6—В—1. 3).
1. 3. 0,0714 н едкий натрий (см. 6—А—1, 2 и 1. 3).
1. 4. Метилрот—растворяют 0,1 г метилрот в 300 мл этилового спирта.
1. 5. Сплав Дебарда мелко истолченный в железной ступке.

2. Ход определения

2. 1. К 250—500 мл профильтрованной исследуемой воды прибавляют 20 мл едкого натрия (1. 1) и выпаривают до объема 50—70 мл в перегонной колбе на 750 мл (аппаратуру см. определение аммонийного азота с отгоном).
2. 2. После охлаждения прибавляют 250 мл дистиллированной безаммиачной воды, 5 мл спирта или ложечку талька и около 1 г сплава Дебарда. Колбу быстро соединяют с холодильником и выделяющийся аммиак улавливают в 20 мл серной кислоты (1. 2) с 3—4 каплями метилрот. При отгоне вначале следует нагревать на очень слабом огне и только после прекращения выделения водорода нагревание усиливают.

Для предупреждения переноса щелочи с водяной пылью при восстановлении сплавом Дебарда применяют насадку, которая скомбинирована из насадки Классена и промывалки Шейблера [1].

2. 3. После отгона 250 мл избыток кислоты оттитровывают едким натрием (1. 3).
2. 4. При наличии в испытуемой воде азота нитритов в количестве, превышающем 0,5 мг/л, к отмеренной пробе воды прибавляют 5 мл $H_2SO_4(1:3)$ и 2% раствора перманганата калия до появления не исчезающей в течение 5 мин. слабой окраски, не допуская избытка. Дальнейшее определение ведут, как указано выше (2. 1—2.3).
2. 5. Поправка на щелочь. К 250 мл дистиллированной безаммиачной воды прибавляют 20 мл 25% едкого натрия (1. 1), около 1 г сплава Декарда и ложечку талька. Улавливают выделяющийся аммиак в колбу с 10 мл титрованной серной кислоты (1. 2). Количество нейтрализованной кислоты устанавливают титрованием 0,0714 н едким натром (1. 3).

Вычисление: количество мг/л азота нитратов.

$$x = 20 - (a + b) \cdot \frac{1000}{q}$$

где: a — количество мл 0,0714 н NaOH, пошедших на обратное титрование, 20 мл серной кислоты, взятых в приемник;

b — поправка на 20 мл едкого натрия (1. 1) в мл;

q — объем жидкости, взятой для анализа в мл.

Если вводилось в определение предварительное окисление нитритов, их вычитают из суммы с нитратами. При незначительных количествах нитратного азота собирают отгон в мерную колбу на 200—250 мл и определяют в нем аммонийный азот по Несслеру.

Б. Определение по Ноллю

1. Реактивы

1. 1. 0,05 г бруцина растворяют в 20 мл концентрированной серной кислоты, уд. вес 1,84, при постоянном встряхивании в склянке с притертой пробкой. Раствор этот нестойкий, поэтому готовят нужное его количество непосредственно перед определением.

1. 2. Серная кислота (1:3)—100 мл концентрированной H_2SO_4 вливают тонкой струей при помешивании в 300 мл дистиллированной воды.

1. 3. 10 г мочевины в 100 мл дистиллированной воды.

1. 4. 0,7218 г перекристаллизованного KNO_3 растворяют в дистиллированной воде и объем доводят до 1 л. Для консервирования основного раствора прибавляют 5 мл хлороформа.

1, 5. Стандартный раствор азотнокислого калия — 50 мл основного раствора (1. 4) доводят до 100 мл дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,05 мг азота.

2. Ход определения

2. 1. Окрашенную воду предварительно обесцвечивают гидроокисью алюминия (см. определение 7—1. 5).

2. 2. В фарфоровый или стеклянный стакан на 150 мл берут 10 мл исследуемой воды, содержащей не свыше 0,1 мг азота нитратов, прибавляют 20 мл раствора бруцина (1,1) и 70 мл дистиллированной воды.

2. 3. Одновременно в такие же стаканы вносят 1—2 мл стандартного раствора нитрата калия (1.5), добавляют пипеткой до 10 мл дистиллированной водой, прибавляют 20 мл раствора бруцина и 70 мл дистиллированной воды. После того как исчезнет розовая окраска и жидкость примет желтый цвет, сравнивают окраску в цилиндрах Генера или в колориметре Дюбоска.

Если исследуемой жидкости нужно брать меньше 10 мл, перед добавлением бруцина объем взятой пробы доводят дистиллированной водой до 10 мл.

2. 4. Если проба содержит свыше 2 мг/л азота нитритов, то к 100 мл исследуемой воды прибавляют 0,5 мл H_2SO_4 (1.2) и 1 мл раствора мочевины (1.3), нагревают до 60—80°С для разрушения нитритов. Охлаждают и далее определяют нитраты, как изложено выше.

Примечание. Количество определений с одним стандартом рекомендуется делать не свыше 10, так как интенсивность окраски меняется.

Вычисление: количество мг/л азота нитратов

$$x = \frac{n \cdot 50}{q} \cdot \frac{a}{b},$$

где: n — количество мл взятого стандартного раствора;

$\frac{a}{b}$ — отношение объемов или высот стандартного раствора a и испытуемой воды b в момент равенства окраски в цилиндрах;

q — объем исследуемой воды, взятой для определения в мл.

В. Определение по Грандвалю и Ляжу

1. Реактивы

1. 1. Сульфофеноловый реактив. На 1 г чистого фенола (перегнанного в колбе Вюрца при 130°С) берут 6,7 мл

концентрированной H_2SO_4 , уд. вес 1,84, и нагревают в колбе на кипящей водяной бане в течение 6 часов. Колбу закрывают пробкой со вставленным в нее отрезком стеклянной трубки с вытянутым в капилляр концом для избежания поглощения серной кислотой водяных паров. Реактив хранят в темном месте в оранжевой склянке с притертой пробкой.

1. 2. Аммиак 10⁰/₀, удельный вес 0,96.
1. 3. 0,7218 г перекристаллизованного KNO_3 растворяют в дистиллированной воде и объем доводят до 1 л.
1. 4. Стандартный раствор KNO_3 готовят из основного. (1.3) следующим образом: выпаривают 50 мл раствора на водяной бане досуха. Тщательно и быстро смачивают остаток 2 мл сульфифенолового реактива и растирают стеклянной палочкой до полного смешения. Разбавляют до 500 мл. 1 мл этого стандартного раствора содержит 0,01 мг азота нитратов. Раствор 1. 3 консервируют хлороформом.
1. 5. 4,397 г сернокислого серебра, свободного от нитратов, растворяют в 1 мл воды; 1 л этого раствора эквивалентен 1 мг хлора.

2. Ход определения

2. 1. В мерную колбу на 50—100 мл набирают исследуемой воды с таким расчетом, чтобы в объеме взятой пробы количество нитратного азота было в пределах 0,01—0,5 мг. К окрашенной пробе прибавляют 3 мл гидроокиси алюминия (см. определение нитритов). Пробу отстаивают, фильтруют и промывают. Если проба содержит свыше 3 мг хлоридов, прибавляют при взбалтывании эквивалентное количество сернокислого серебра (1. 6), избегая избытка его. В этом случае предварительное обесцвечивание излишне. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.
2. 2. Хорошо отстоявшуюся жидкость фильтруют, набирают пипеткой в фарфоровую чашку фильтрата в таком объеме, который соответствует количеству азота нитратов в пределах, указанных выше (2.1), и выпаривают досуха на водяной бане.
2. 3. В охлажденную чашку прибавляют 1 мл сульфифенолового реактива (1. 1) и тщательно растирают стеклянной палочкой до полного перемешивания. Прибавляют 10 мл дистиллированной воды и осторожно раствор аммиака (1. 2) до появления желтого окрашивания.

Фильтруют в мерную колбу на 100 мл, промывают фильтр и объем доводят до метки.

Вместо аммиака (1. 2) для нейтрализации можно пользоваться приблизительно 12 н раствором едкого калия.

2. 4. Окраску исследуемой пробы сравнивают с окраской стандартов, которые готовят в колбочках на 100 мл, прибавляя 1—5 мл стандартного раствора нитрата калия (1. 4) и раствора аммиака до желтого окрашивания. Доводят объем раствора до метки. При вычислении следует учитывать объем исследуемой жидкости в пробе, взятой для выпаривания в фарфоровую чашку. Формула для вычисления — общая при калориметрических определениях.

9. АЗОТ ОБЩИЙ ПО КЬЕЛЬДАЛЮ

1. Реактивы

1. 1. 25% -ный раствор NaOH — см. приготовление при определении нитратов по Деварду (8-А — 1. 1).
1. 2. Метилрот — 0,1 г метилрот растворяют в 300 мл этилового спирта.
1. 3. Фенолфталеин — 1 г фенолфталеина растворяют в 100 мл 50%-ного этилового спирта.
1. 4. 0,0714 н серная кислота (6-В — 1. 3).
1. 5. 0,0714 н едкий натрий (см. 6-А — 1. 2 и 1. 3).

2. Ход определения

Азот общий определяют немедленно после взятия пробы или к профильтрованной жидкости прибавляют для консервирования концентрированной серной кислоты в количестве около 0,5 мл на 1 л пробы.

2. 1. К 200—250 мл исследуемой воды в колбе Кьельдаля прибавляют 5—10 мл концентрированной серной кислоты, уд. вес 1,84, вносят кристалл сульфата, меди, кусочек пемзы и смесь выпаривают до небольшого объема. Усиливают пламя, прикрывают колбу слезкой и кипятят до полного обесцвечивания пробы.
2. 2. Охлаждают и содержимое колбы смывают малыми порциями дистиллированной воды в колбу для отгона. Объем жидкости доводят до 250—300 мл безаммиачной водой, прибавляют несколько капель фенолфталеина и осторожно по стенке раствор едкого натрия (1. 1) до щелочной реакции (50—100 мл). Колбу быстро присоединяют к отгонному прибору. Улавливают аммиак

в приемник с отмеренным количеством 0,0714 н серной кислоты (1. 4) и 3 каплями метилрота (1. 2). По окончании отгона избыток серной кислоты оттитровывают 0,0714 н раствором щелочи (1. 5) до перехода розовой окраски в желтую. Если окраска восстанавливается, титруют на следующий день.

Вычисление: количество миллилитров нейтрализованной кислоты отвечает в миллиграммах сумме азота аммонийного и органического в объеме взятой пробы. Расчет ведут на литр. Азот нитритов и нитратов в эту сумму не входит.

При наличии в исследуемой воде нитритов и нитратов в количестве, превышающем следы, поступают следующим образом [26].

2. 3. К 200—250 мл пробы прибавляют 5 мл серной кислоты (1:3—по объему) и выпаривают приблизительно до половины объема взятой пробы. Прибавляют 0,5 г бисульфита натрия NaHSO_3 и через 5 мин. 10—20 капель 20% раствора хлорного железа, после чего нагревают на водяной бане в течение 20 мин. Охлаждают, прибавляют 5 мл концентрированной серной кислоты и ведут определение, как описано выше.

Вычисление: количество миллилитров нейтрализованной кислоты отвечает сумме азота аммонийного, нитритов, нитратов и органического в объеме взятой пробы. Результат выражают в миллиграммах на литр.

10. ОКИСЛЯЕМОСТЬ ПО КУБЕЛЮ

1. Реактивы

1. 1. Серная кислота 1:3. Один объем концентрированной химически чистой серной кислоты, уд. вес 1,84, приливают к трем объемам дистиллированной воды.

1. 2. Раствор перманганата калия 0,01 н растворяют 0,32 г KMnO_4 в 1 л дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке темного стекла.

1. 3. Основной 0,1 н раствор щавелевой кислоты растворяют 6,3024 г $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в дистиллированной воде, прибавляют 50 мл серной кислоты 1:3 и объем доводят до литра.

Так как щавелевая кислота легко выветривается, ее предварительно перекристаллизовывают, отсасывают на бюхнеровской воронке, просушивают между листами фильтровальной бумаги и оставляют на воздухе в течение нескольких часов (10—12). Затем берут навеску.

0,01 н раствор готовят из 0,1 н путем точного разбавления в 10 раз в мерной посуде.

1. 4. Прокаленная пемза.

2. Ход определения.

Окисляемость сточной жидкости определяют после отстаивания пробы в течение 2 час. Время отстаивания очищенных вод сокращают в зависимости от характера взвешенных веществ.

2. 1. Количество исследуемой жидкости для определения берут с таким расчетом, чтобы на ее окисление пошло около половины прибавленного перманганата, т. е. 5 мл. Для сточной жидкости берут 3—5 мл, а для очищенной жидкости — 10—20 мл.

В плоскодонную колбу емкостью 250—300 мл приливают 5 мл серной кислоты 1:3 (1. 1), затем прибавляют отмеренную цилиндром дистиллированную воду в таком количестве, чтобы в сумме с исследуемой водой получалось 100 мл, не считая 5 мл серной кислоты, и точно отмеренное количество исследуемой воды. В таком виде проба может быть оставлена на некоторое время. Окончательное определение желательно не откладывать до следующего дня.

2. 2. Прибавляют к пробе 10 мл 0,01 *n* раствора перманганата (1. 2), кладут кусочек пемзы и раствор доводят до кипения. Кипятят 10 мин. (с точностью до 15 сек.), считая с момента закипания. Прибавляют 10 мл 0,01 *n* раствора щавелевой кислоты (1. 3) и избыток ее в горячей жидкости оттитровывают раствором 0,01 *n* перманганата.
2. 3. Одновременно определяют окисляемость дистиллированной воды, употребляемой для разбавления. В отдельную колбу отмеривают 5 мл H_2SO_4 (1:3), приливают цилиндром 100 мл дистиллированной воды и далее определение ведут так же, как для исследуемой жидкости.
2. 4. В этой же колбе, после окончания титрования, определяют титр перманганата; к горячей еще жидкости приливают 10 мл 0,01 *n* раствора щавелевой кислоты и оттитровывают раствором перманганата 0,01 *n*.

Вычисление: окисляемость выражают в миллиграммах кислорода на литр и вычисляют по формуле:

$$x = \frac{0,08 \cdot 10 (a - b) 1\,000}{c \cdot q} = \frac{800 (a - b)}{cq},$$

где: *a* — количество миллилитров раствора перманганата, пошедшее на титрование избытка щавелевой кислоты в исследуемой пробе;

b — количество миллилитров раствора перманганата, пошедшее на титрование дистиллированной воды;

c — количество миллилитров перманганата, пошедшее на титрование 10 мл 0,01 N раствора щавелевой кислоты,
 q — объем исследуемой жидкости в миллилитрах.

Примечания: 1. Если исследуемая жидкость содержит легко окисляющиеся вещества или соединения, изменяющиеся в кислой среде (выделение газов H_2S или SO_2), то окисляемость определяют непосредственно после отбора пробы, причем порядок прибавления реактивов несколько меняется. Исследуемую жидкость приливают в колбу после прибавления в нее 10 мл раствора перманганата.

2. При наличии большого количества нитритов следует вводить поправку на расход перманганата для окисления нитритов.

11. РАСТВОРЕННЫЙ КИСЛОРОД

А. Взятие пробы для определения растворенного кислорода

Объем склянок для определения кислорода принят в 250 мл. Можно пользоваться склянками с притертыми пробками и иного размера — от 150 до 300 мл.

При взятии пробы рекомендуется производить трехкратный обмен жидкости в склянке, чтобы исключить ошибку на растворение атмосферного кислорода. Этой ошибкой можно пренебречь, если дефицит растворенного кислорода меньше 50%. Заполнение кислородной склянки углекислотой перед взятием пробы дает гарантию получения результата с достаточной степенью точности.

При взятии глубинных проб в водоемах, удобно пользоваться батометром. В этом случае пробу воды переливают посредством резиновой трубки, опущенной на дно кислородной склянки. Воде дают переливаться некоторое время через верх склянки и осторожно закрывают стеклянной пробкой, избегая попадания пузырьков воздуха. Для этого полезно пробку предварительно смачивать водой. При взятии пробы измеряют температуру воды.

Б. Выбор метода определения

Для избежания ошибок при определении растворенного кислорода (и биохимической потребности в кислороде) необходимо учитывать присутствие в жидкости нитритов, солей, железа, органического вещества, сульфитов и устранять влияние их выбором надлежащей модификации метода Винклера.

1. Метод Винклера основан на образовании гидрата закиси марганца, который быстро поглощает растворенный в воде кислород, образуя смесь высших окислов. При подкислении в присутствии

иодидов выделяется иод в количестве, эквивалентном содержанию кислорода в пробе испытуемой жидкости.

Выделившийся иод определяют титрованием стандартным раствором гипосульфита натрия. В такой форме метод Винклера применим только для определения кислорода в чистых водах. Существует несколько модификаций метода, выбор которых определяется качеством исследуемой воды.

2. Модификацию метода Винклера, предложенную Ридель-Стюартом, применяют при наличии нитритов и закисных солей железа. При наличии нитритов свыше 0,1 мг/л, как например, в жидкости после биологических окислителей, результаты получаются значительно повышенными. Такая же ошибка возможна при наличии солей окиси железа, если титрование иода в последней стадии анализа откладывают на продолжительное время.

При наличии в воде солей закисного железа каждый миллиграмм его дает понижение результата определения растворенного кислорода на 0,14 мг.

Перманганатная модификация Ридель-Стюарта не рекомендуется для окисления некоторых стойких форм органического вещества, так же как и в присутствии сульфитов.

3. Щелочно-гипохлоритную модификацию нужно использовать при наличии в жидкости сульфитов, гипосульфитов, свободного хлора или гипохлоритов (12).

В. Посуда и реактивы

Для определения растворенного кислорода следует применять склянки с хорошо притертыми пробками с коническим срезом. Горлышко не должно быть вдавнено в склянку. Стандартный объем около 250 мл. Удобны в работе (при определении БПК) склянки емкостью около 175 мл.

Калибрование склянок. На технических весах взвешивают пустую сухую склянку с точностью до 0,01 г. Заполняют ее дистиллированной водой. Закрывают пробкой, склянку тщательно вытирают и вторично взвешивают. Замеряют температуру воды. Разница между двумя взвешиваниями, умноженная на коэффициент, соответствующий температуре воды (табл. 2), отвечает объему склянки при 18°C в миллилитрах.

Пипетка Винклера. Для введения реактивов на дно склянки при определении кислорода, применяют специальные пипетки с оттянутым узким концом длиной около 10 см. В цилиндрической части пипетка градуирована на 3 мл (4 черты). При массовом определении в лаборатории можно пользоваться бюреткой, к концу которой прикрепляют отрезок стеклянной трубки, длиной около 10 см.

1) Установка титра гипосульфита

1. Реактивы

1. 1. Раствор крахмала—приблизительно 0,5%. В ступке растирают 5—6 г растворимого крахмала с небольшим количеством холодной дистиллированной воды. Вливают при помешивании в литр кипящей воды, кипятят и оставляют для отстаивания на ночь. Сливают прозрачный раствор и для консервирования прибавляют 1,25 мг/л салициловой кислоты или же 5 мл насыщенного раствора сулемы.
1. 2. 3,6 н серная кислота — объем концентрированной H_2SO_4 вливают в 9 объемов воды.
1. 3. Кристаллический иодистый калий или натрий. Реактив не должен содержать иодатов.
1. 4. 0,1 н раствор гипосульфита содержит 24,82 г $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ в литре. При хранении раствора на каждый литр прибавляют по 4 мл 1 н едкого натрия или 5 мл хлороформа.
1. 5. 0,01 н стандартный раствор гипосульфита—100 мл основного раствора (1. 4) разбавляют до литра свежeproкипяченной дистиллированной водой. Раствор предохраняют от доступа CO_2 и периодически устанавливают его титр по биодату или бихромату.

Таблица 2

Поправочный коэффициент для определения объема стеклянного сосуда в мл, взвешенного с водой при температуре $T^\circ C$ на воздухе с латунным разновесом

Температура воды $^\circ C$	Поправоч- ный коэффициент	Температура воды $^\circ C$	Поправоч- ный коэффициент
10	1,00153	21	1,00297
11	1,00160	22	1,00317
12	1,00169	23	1,00338
13	1,00178	24	1,00360
14	1,00189	25	1,00383
15	1,00201	26	1,00406
16	1,00214	27	1,00431
17	1,00229	28	1,00457
18	1,00244	29	1,00483
19	1,00261	30	1,00511
20	1,00273		

1. 6. Основной раствор бифодата калия, эквивалентный 0,1 н раствора гипосульфита, содержит 3,250 г $KJO_3 \cdot HJO_3$ в литре.

1. 7. Перед определением титра гипосульфита основной раствор (1. 6) разбавляют точно в 10 раз. Полученный раствор нестойк.

Вместо бифодата применяют также бихромат калия.

1. 8. 0,1 н раствор бихромата калия содержит 4,900 г $K_2Cr_2O_7$ в литре.

1. 9. 0,01 н раствор бихромата калия готовят из основного (1. 8) разбавлением точно в 10 раз. 1 мл стандартных растворов (1. 7 и 1. 9) отвечает 0,08 мг кислорода. Для определения титра 0,01 н раствора гипосульфита берут 1 г иодистого калия (свободного от иодатов), растворяют его в 3—5 мл дистиллированной воды в колбе Эрленмейера на 250 мл, прибавляют 2 мл разбавленной серной кислоты (1. 2) и 20 мл 0,01 н раствора бифодата (или бихромата). Оставляют смесь в темноте на 5—10 мин., разбавляют водой до 50 мл (бифодат) или до 100 мл (бихромат) и титруют освободившийся иод раствором 0,01 н гипосульфита до бледно соломенного окрашивания.

Прибавляют 1 мл раствора крахмала (1.1) и титруют до исчезновения синего окрашивания. Если концентрации растворов одинакова, то при титровании должно быть израсходовано точно 20 мл гипосульфита. В противном случае на титр при вычислении вводят поправку: „мл раствора гипосульфита, деленные на 20“.

При установке титра гипосульфита 0,1 н раствором бихромата, растворяют 5 г иодистого калия, свободного от иодатов, в мерной колбе на 100 мл дистиллированной воды, прибавляют 10 мл серной кислоты (1.2) и объем раствора доводят до черты дистиллированной водой. Раствор оставляют в темноте на 5—10 мин. Затем делают несколько титрований, отбирая в колбу Эрленмейера по 20 мл смеси и добавляя дистиллированной воды до 100 мл. Для вычисления поправки на титр стандартного раствора гипосульфита принимают среднее число мл из 3—4 титрований.

Дистиллированную воду следует проверять на отсутствие свободного хлора, если водопроводная вода хлорируется.

Если раствор иодистого калия при подкислении серной кислотой после стояния 5—10 мин. в темноте, дает в присутствии крахмала посинение, то поступают

следующим образом. Растворяют 5 г иодистого калия в 25 мл воды, прибавляют 10 мл серной кислоты (1. 2) и через 5—10 мин. осторожно восстанавливают выделившийся иод 0,01 л гипосульфитом. Конец титрования устанавливают по исчезновению синего окрашивания отдельно в фарфоровой чашке, куда вносят 0,5 мл пробы и 1 каплю крахмала. Для определения берут, вместо кристаллического иодистого калия, соответствующее количество его раствора после восстановления иода.

2. Реактивы для метода Винклера

2. 1. Раствор сернокислого марганца 480 г $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ или 400 г $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят до литра. Если неизвестно количество кристаллизационной воды в препарате, то раствор сернокислого марганца доводят водой до удельного веса 1,270 при температуре 20° С.

Раствор проверяют на отсутствие марганцовистой кислоты и солей окиси железа. Для этого к подкисленному раствору иодистого калия прибавляют 2 мл сернокислого марганца. В присутствии крахмала должно быть лишь слабое посинение.

2. 2. Щелочной раствор иодида — 500 г NaOH или 700 г KOH и 150 г иодистого калия (или 135 г NaI) в литре. Реактив должен быть практически свободен от карбонатов. При подкислении и прибавке крахмала к разбавленному раствору не должно получаться синей окраски (отсутствие нитритов, иодатов и солей окиси железа).

При наличии в щелочи карбонатов, их осаждают 10%-ным раствором хлористого бария, прибавляя 10—15 мл на литр щелочи. Дают хорошо отстояться и сливают прозрачный раствор.

Раствор щелочи, лишенный карбонатов, можно получить также из насыщенного раствора (см. главу 4. 6-A — I. 2). Для этого насыщенный раствор щелочи разбавляют свежепрокипяченной водой до уд. веса 1,39 (NaOH) и 1,49 (KOH).

Если щелочь при подкислении дает с крахмалом синее окрашивание (присутствие нитритов, иодатов и солей окиси железа), то поступают следующим образом.

Прибавляют 0,5—1,0 г сплава Дебарда на литр раствора и нагревают до кипения несколько часов для разрушения нитритов и иодатов. Испытывают раствор реактивом Грисса после предварительной нейтрализации. При положительной реакции на нитриты нагревают еще несколько часов со сплавом Дебарда и оставляют на

ночь. Сливают отстоявшийся прозрачный раствор и разбавляют его дистиллированной водой до удельного веса 1,39 (NaOH) или 1,49 (KOH). Прибавляют 150 г KJ, растворенного в 100 мл дистиллированной воды.

В случае поглощения щелочью иода (загрязнение сульфитами), обрабатывают щелочь раствором иода.

Готовят несколько миллилитров щелочного иодида и проводят с ним и с проверенным щелочным иодидом несколько параллельных определений растворенного кислорода в пробе одной и той же чистой воды.

При разности миллилитров гипосульфита, пошедшего на титрование выделяющегося иода в равных объемах воды, вычисляют количество иода, поглощенного испытуемым раствором иодида.

Прибавляют расчетное количество титрованного раствора иода на весь раствор щелочи, после чего добавляют иодид.

Если нет для сравнения проверенной щелочи, то определяют растворенный кислород в насыщенной кислородом дистиллированной воде или же ведут определение кислорода в параллельных пробах с одной и той же жидкостью, но с 1 и 2 мл иодида. Разность в титровании дает поправку на 1 мл щелочи.

2. 3. Серная кислота 2:3—2 объема концентрированной H_2SO_4 , уд. вес 1,84, осторожно при помешивании вливают в 3 объема дистиллированной воды.

3. Реактивы для перманганатной модификации Ридель-Стюарта.

Для разрушения в жидкости нитритов (до прибавления реактивов Винклера) готовят следующие реактивы:

3. 1. Раствор перманганата — 2 г $KMnO_4$ растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3. 2. Раствор щавелевой кислоты — 2 г $C_2H_2O_4 \cdot 2 H_2O$ растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Для нейтрализации 1 мл раствора $KMnO_4$ (3. 1) нужно около 2 мл раствора щавелевой кислоты (3. 2).

В присутствии значительных количеств солей железа нужны реактивы:

3. 3. Раствор фтористого калия — 40 г $KF \cdot 2H_2O$ растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3. 4. Фосфорная кислота — 85%¹⁰-ная H_3PO_4 .

Примечание. Приготовление реактивов и ход определения при щелочно-гипохлоритной модификации см. стр. 125.

Г. Ход определения—полная инструкция

1. Метод Винклера

Растворенный кислород определяют по методу Винклера при отсутствии в воде нестойких форм органического вещества и легко окисляющихся соединений, как например, нитритов, солей закиси железа.

Количества реактивов даны из расчета на объем склянок в 250 мл (о приготовлении градуированных склянок см. выше, раздел В).

1. 1. К пробе, взятой для анализа жидкости, прибавляют 1 мл сернокислого марганца (2. 1.) и 1 мл щелочного раствора иодида (2. 2). Реактивы вводят в заполненную до краев склянку не очень быстро и ближе ко дну, чтобы избежать потери осадка при закрывании пробкой.
1. 2. Многократным переворачиванием склянки равномерно распределяют осадок по всему объему жидкости. При плохом оседании осадка взбалтывание повторяют. Обычно для полного поглощения кислорода бывает достаточно взмучивать осадок в продолжение 40—50 сек. В случае прибавления в склянку на 250 мл 2 мл сернокислого марганца поглощение кислорода проходит практически полностью в 20—25 сек.¹⁾.
Некоторые органические вещества способны к прямому окислению растворенным кислородом при pH около 12, который получается после прибавления щелочного иодида. На этом основании после внесения реактивов каждую пробу быстро взбалтывают до полного поглощения кислорода.
1. 3. Прибавляют 3 мл серной кислоты (2-3), впуская ее на уровне горлышка склянки, закрывают пробкой и быстро встряхивают до полного растворения осадка.
Чтобы предупредить восстановление солей марганца органическим веществом, вводят кислоту после оседания осадка на глубину $1/3$ высоты склянки, быстро встряхивают ее до полного растворения осадка. В некоторых случаях, как например, при наличии сульфитов, пробу следует подкислять, не ожидая осаждения осадка, допуская небольшую ошибку за счет потери его в незначительном количестве при введении кислоты.
1. 4. При отсутствии солей железа и некоторых органических соединений можно отложить титрование выделившегося

¹⁾ В морской воде контакт с гидроокисью марганца необходим до 10 мин.

иода на несколько дней, не внося этим значительной ошибки.

Титрование можно отложить на час даже в присутствии окисного железа в количестве 100 мг/л, если перед подкислением прибавлен фтористый калий. В противном случае титруют немедленно, если количество железа превышает 10 мг/л.

При необходимости отложить титрование в присутствии больших количеств железа (до 10 мг/л), прибавляют для подкисления вместо серной кислоты 4 мл 85%-ной фосфорной кислоты.

1. 5. Содержимое склянки выливают в колбу Эрленмейера на 500 мл, споласкивают склянку дистиллированной водой и воду выливают туда же. Титруют раствором 0,01N гипосульфита до бледно-соломенного цвета, когда количество оставшегося иода отвечает приблизительно 0,5 мл раствора гипосульфита. Тогда прибавляют 1—2 мл раствора крахмала (Б—1. 1) и быстро оттитровывают до первого исчезновения синей окраски. Последующее посинение, возникающее за счет следов железа или каталитического действия нитритов, не учитывают. Исключение должно быть сделано для вод, богатых фито-или зоопланктоном (загрязненные водоемы в момент цветения). Выделяющийся иод абсорбируется телами микроорганизмов и не успевает быстро перейти в раствор при подкислении пробы.

2. Метод Ридель-Стюарта

Метод Ридель-Стюарта или перманганатную модификацию метода Винклера применяют для определения растворенного кислорода в стоках с биологических установок при наличии нитрификации и во всех случаях, когда исследуемая жидкость содержит свыше 0,1 мг азота нитритов. Кроме того, прибавка фтористого калия и фосфорной кислоты делают этот метод пригодным при наличии газогенераторных вод с количеством железа до 100 мг/л.

2. 1. Прибавляют 0,5 мл серной кислоты (2:3). Очень существенно не прибавлять избытка, поэтому лучше пользоваться пипеткой на 2 мл, с делениями на 0,1 мл.
2. 2. Прибавляют 1—2 капли 2%-ного раствора перманганата (З. 1), дают спуститься струйкам его ниже горлышка склянки, закрывают пробкой и хорошо перемешивают. Красно-фиолетовая окраска жидкости должна сохраняться при комнатной температуре 5—10 мин. Если

раствор перманганата быстро обесцвечивается, то не следует допускать до прибавки дополнительной порции реактива появления бурого оттенка.

2. 3. Разрушают избыток перманганата после того, как окисление нестойких соединений можно считать законченным. Для этого прибавляют 1—2 капли 20%-ного раствора щавелевой кислоты (3. 2), через 2—3 мин. закрывают пробкой и хорошо перемешивают содержимое склянки. Если через 5 мин. окраска не обесцвечивается, добавляют 1—2 капли щавелевой кислоты и перед закрыванием склянки пробкой осторожно прибавляют несколько капель воды, чтобы избежать попадания пузырька воздуха.

Необходимо добиваться полного обесцвечивания, так как даже следы бурого окрашивания, ввиду наличия промежуточных окислов перманганата, приводят к повышенным результатам.

В присутствии солей железа обесцвечивание затягивается иногда на несколько часов. В этом случае вместе с перманганатом, или на другой стадии предварительной обработки пробы, в склянку прибавляют фтористого калия (2 мл 40%-ного раствора).

Так как соли окиси железа в присутствии щавелевой кислоты легко восстанавливаются, особенно на свету, то при наличии железа свыше 1 мг/л обесцвечивание проб ведут в темноте.

2. 4. После полного обесцвечивания перманганата прибавляют 1 мл сернокислого марганца и 3 мл щелочного раствора иодида.

Предварительной перманганатной обработкой пробы достигают разрушения нитритов, сульфидов, а также окисления закисных солей железа. Не следует считать, что органическое вещество будет отсутствовать после этой обработки, поэтому при дальнейших процедурах следует учитывать указания, приведенные в ходе определения кислорода по Винклеру (см. стр. 46—1. 2—1. 5).

Д. Краткие инструкции для определения растворенного кислорода

1. Метод Винклера

1. 1. Если предварительная обработка пробы не обязательна, прибавляют по 1 мл сернокислого марганца и щелочного раствора иодида. Количество реактивов убавляют, если объем склянки меньше 125 мл.

1. 2. В отсутствии органического вещества реактивы прибавляют последовательно в несколько склянок, быстро взбалтывая раствор. В противном случае необходима индивидуальная обработка каждой пробы согласно детальной инструкции (Г-1—1.2—1.3).

1. 3. Прибавляют 3 мл серной кислоты (2:3) и освободившийся иод взбалтыванием распределяют равномерно в объеме склянки.

2. Предварительная обработка перманганатом и фтористым калием

2. 1. Прибавляют 0,5 мл серной кислоты (2:3).

2. 2. Прибавляют достаточное количество перманганата, чтобы получить красновато-фиолетовое окрашивание. В присутствии значительного количества солей железа прибавляют 2 мл 40%-ного раствора фтористого калия.

2. 3. Пробу оставляют стоять 5—10 мин. при комнатной температуре (или в термостате при 20°С) до конца реакции перманганата с легкоокисляющимися веществами.

2. 4. Обесцвечивают пробу возможно минимальным количеством раствора щавелевой кислоты. При наличии в пробе железа обесцвечивание производят в темноте.

2. 5. После полного обесцвечивания прибавляют 1 мл сернокислого марганца (В-2—2.1) и 3 мл щелочного раствора иодида (В-2—2.2).

2. 6. Последующая обработка пробы та же, что и при методе Винклера (Г-1—1.3—1.5).

3. Титрование

3. 1. Как правило, титрование не следует откладывать дальше чем на 1 час после подкисления.

3. 2. Для титрования выливают содержимое склянки в колбу Эрленмейера на 500 мл, споласкивают склянку дистиллированной водой и воду выливают в колбу. Титрование не следует откладывать после того, как проба перелита в колбу Эрленмейера.

3. 3. Титруют до слабосоломенного цвета 0,01N раствором гипосульфита.

3. 4. Прибавляют 1 мл раствора крахмала и быстро дотитровывают до исчезновения синей окраски.

4. Вычисление результатов

Количество кислорода в мг на литр вычисляют по формуле:

$$x = \frac{20 \cdot b \cdot 0,08 \cdot 1000}{c(q-a)} = \frac{20b}{c} \cdot \frac{80}{q-a},$$

где: q — объем склянки,

a — число миллилитров прибавленных реактивов, не включая H_2SO_4 , пошедшее на растворение осадка;

b — число миллилитров гипосульфита, пошедшее на титрование пробы;

c — число миллилитров гипосульфита, пошедшее на титрование 20 мл 0,01*n* бихромата.

При определении кислорода по Винклеру удобно пользоваться таблицей с величиной множителя $\frac{80}{q-a}$, подсчитанного для всех

кислородных склянок. Если нужно растворенный кислород выразить в кубических сантиметрах газа в литре воды при 0 °С и давлении в 760 мм, т. е. при нормальных атмосферных условиях, то количество кислорода, выраженное в мг/л, умножают на 0,698.

Чтобы получить результата в процентах насыщения, делят количество кислорода в мг/л при данной температуре, умноженное на 100, на количество его, отвечающее содержанию кислорода в воде при насыщении. Эти величины приведены в табл. 3.

12. РАСТВОРЕННЫЙ КИСЛОРОД В ПРИСУТСТВИИ АКТИВНОГО ИЛА

При определении растворенного кислорода в жидкости с активным илом из аэротэнков необходимо прекращать потребление кислорода илом в момент набора проб. В качестве консервирующего вещества применяют насыщенный раствор сулемы (около 50%).

Для набора проб применяют широкогорлые склянки, емкостью до 400 мл (типа склянок Дрекслея) с притертыми пробками. Кроме того, подбирают к ним каучуковую пробку с крючком из проволоки, к которому прикрепляют веревку.

1. Ход определения

1. 1. В склянку для взятия пробы прибавляют 50%-ный раствор сулемы из расчета 0,1 мл сулемы на 0,1 г ила в 100 мл смеси жидкости с активным илом. Если активный ил хорошо оседает (иловой индекс при 3 г/л меньше 100), то дозу сулемы устанавливают по проценту ила в жидкости, после 30-минутного отстаивания в цилиндре, считая 0,1 мл сулемы на 0,1% ила в 100 мл смеси жидкости с илом.

1. 2. Закрывают склянку с сулемой резиновой пробкой; зажимом склянку прикрепляют к шесту. Опускают склянку на желаемую глубину и при помощи веревки вынимают пробку. Момент заполнения склянки жидкостью хорошо ощущается. Вынимают склянку из воды и, постукивая

Таблица 3

Количество кислорода в воде при насыщении в мг/л по Фоксу
(при температуре от 0 до 30°C и 760 мм атмосферного давления)

Темпе- ратура °C	Десятые доли градуса									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,39	14,35	14,31	14,27
1	14,23	14,19	14,15	14,11	14,07	14,03	14,00	13,96	13,92	13,88
2	13,84	13,80	13,77	13,73	13,70	13,66	13,62	13,59	13,55	13,52
3	13,48	13,44	13,41	13,38	13,34	13,30	13,27	13,24	13,20	13,16
4	13,13	13,10	13,06	13,03	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83
5	12,80	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,58	12,54	12,51
6	12,48	12,45	12,42	12,39	12,36	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20
7	12,17	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90
8	11,87	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,65	11,62
9	11,59	11,56	11,54	11,51	11,49	11,46	11,43	11,41	11,38	11,36
10	11,33	11,31	11,28	11,25	11,23	11,21	11,18	11,15	11,13	11,11
11	11,08	11,06	11,03	11,00	10,98	10,96	10,93	10,90	10,88	10,86
12	10,83	10,81	10,78	10,76	10,74	10,71	10,69	10,67	10,65	10,62
13	10,60	10,58	10,55	10,53	10,51	10,48	10,46	10,44	10,42	10,39
14	10,37	10,35	10,33	10,30	10,28	10,26	10,24	10,22	10,19	10,17
15	10,15	10,13	10,11	10,09	10,07	10,05	10,03	10,01	9,99	9,97
16	9,95	9,93	9,91	9,89	9,87	9,85	9,82	9,80	9,78	9,76
17	9,74	9,72	9,70	9,68	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56
18	9,54	9,52	9,50	9,48	9,46	9,44	9,43	9,41	9,39	9,37
19	9,35	9,33	9,31	9,30	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19
20	9,17	9,15	9,13	9,12	9,10	9,08	9,06	9,04	9,03	9,01
21	8,99	8,98	8,96	8,94	8,93	8,91	8,89	8,88	8,86	8,85
22	8,83	8,81	8,80	8,78	8,77	8,75	8,74	8,72	8,71	8,69
23	8,68	8,66	8,65	8,63	8,62	8,60	8,59	8,57	8,56	8,54
24	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,44	8,42	8,41	8,39
25	8,38	8,36	8,35	8,33	8,32	8,30	8,28	8,27	8,25	8,24
26	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13	8,11	8,10	8,08
27	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98	7,96	7,95	7,93
28	7,92	7,90	7,89	7,87	7,86	7,84	7,83	7,81	7,80	7,78
29	7,77	7,75	7,74	7,73	7,71	7,70	7,69	7,67	7,66	7,64
30	7,63									

стеклянной пробкой по стенкам, выгоняют застрявшие пузырьки воздуха. Закрывают склянку пробкой и пробу хорошо перемешивают.

При наборе пробы измеряют температуру воды в азротэнке и барометрическое давление.

1. 3. После оседания ила сливают жидкость сифоном в градуированную склянку, следя за тем, чтобы конец сифона оставался все время под уровнем жидкости.
1. 4. Определяют растворенный в жидкости кислород по Винклеру или, в случае надобности, пользуются перманганатной модификацией.

Небольшой избыток сулемы не меняет степени точности определения кислорода,

1. 5. При замене сулемы для консервирования пробы 10%-ным раствором медного купороса необходимо предварительно более точно устанавливать концентрацию ила в аэротенке.

Раствор сернистой меди прибавляют из расчета: 0,25 мл на 0,1 г ила в 100 мл смеси жидкости с илом [19].

13. БИОХИМИЧЕСКАЯ ПОТРЕБНОСТЬ В КИСЛОРОДЕ

Биохимическая потребность в кислороде (БПК) сточных и загрязненных вод выражается количеством кислорода в мг/л, потребляемого до момента стабилизации органического вещества аэробными бактериями.

Момент полной стабилизации при температуре 20°C иногда наступает после 100 суток. Такие длительные сроки инкубации возможны только в научно-исследовательской работе. При контроле сооружений обычно пользуются более короткими периодами и срок в 5 суток принимают как стандартный. Пользуясь специальными формулами, можно от результатов определений за 5 суток при 20°C перейти к другим срокам при любой температуре [35]. Опыт показал, что скорость потребления кислорода непостоянна, поэтому пользоваться для расчета общей БПК формулой относительной стабильности, принимая $K = 0,1$ (см. стр. 57), можно только для вод после биологической очистки. В виду этого желательно, наряду с 5-суточным потреблением кислорода, время от времени вводить дополнительные сроки инкубации (1, 2, 4 или 1, 3, 6 суток), что дает возможность вычислить истинную константу, используя различные приемы расчета [34, 36, 41].

Определение БПК требует в некоторых случаях предварительной подготовки пробы жидкости для анализа.

При наличии в пробах воды после разбавления свободных щелочей, кислот, солей тяжелых металлов, свободного хлора и других бактерицидных веществ, нельзя получить надежных результатов. В этих случаях необходимо парализовать действие бактерицидного вещества и иницировать пробу сточной жидкостью.

Для получения совпадающих результатов двух или нескольких разбавлений необходимо, чтобы собственная потребность в кислороде разбавляющей воды не превышала 0,2 мг/л в течение 5 суток инкубации при 20°C. Это требование приводит к необходимости пользоваться для разбавления синтетической водой, если водопроводная вода неудовлетворительного качества. Дистиллированная вода без добавки солей и химически обработанная водопроводная непригодны. Если водопроводная вода содержит летучие соединения в форме хлораминов, ее следует перед дистилляцией пропустить через фильтр из древесного угля.

При наличии в пробе осадка величина БПК будет колебаться в зависимости от продолжительности предварительного отстаивания исследуемой жидкости. Условно принимают двухчасовой отстой при контроле работы головных сооружений. При спуске жидкости с осадком в водоем БПК целесообразно определять в неотстоенной жидкости.

1. Реактивы и аппаратура

1. 1. Разбавляющая водопроводная вода. Количество азотистых соединений (аммонийных солей, нитритов и нитратов) в воде не должно превышать 0,01 мг/л; вода должна быть свободна от солей железа.
1. 2. Потребление кислорода за 5 суток разбавляющей водой при температуре 20°C не должно быть выше 0,2 мг/л. Для этого воду длительно аэрируют, пропуская воздух, профильтрованный через вату, и отстаивают без доступа света. Количество воды, необходимое для ближайшего анализа, хранят в термостате при температуре 20°C или же подогревают ее до 20°C перед употреблением. В случае отсутствия водопроводной воды надлежащего качества применяют синтетическую воду.
1. 3. Разбавляющая вода с бикарбонатом натрия. Дистиллированную воду хорошего качества, содержащую меньше 0,25 мг/л меди, тщательно аэрируют в бутылках воздухом, профильтрованным через вату. Оставляют стоять до тех пор, пока 5-суточное потребление кислорода воды не станет меньше 0,2 мг/л при 20°C. Прибавляют на каждый литр 0,3 г химически чистого двууглекислого натрия и хорошо перемешивают, но не аэрируют. Величина pH свежеприготовленной воды должна быть не выше 8,0. Хранить воду нужно в тщательно закупоренной посуде, чтобы избежать потери CO₂ и повышения pH.
1. 4. Разбавляющая вода с фосфатом. Растворяют 34 г химически чистого одноосновного фосфата калия KH_2PO_4 в 500 мл дистиллированной воды. Прибавляют 1 л раствора едкого натрия (40 г NaOH в литре) для повышения pH раствора до 7,2; для этого нужно приблизительно 175 мл 1N NaOH. Доводят объем смеси до литра. Прибавляя к литру дистиллированной аэрированной воды 1,25 мл этой смеси, получают фосфатную разбавляющую воду. Литр воды содержит около 50 мг минеральных солей.
1. 5. Калиброванные кислородные склянки с хорошо притертыми пробками на 250—150 мл. Для предохранения

от проникания воздуха при инкубации рекомендуется применять резиновые, горжетки, заполняемые водой. Удобны склянки с пришлифованными колпачками — «склянки для кислот».

Как правило, склянки с пробками тщательно очищают хромовой смесью, промывают и высушивают без доступа пыли. Без соблюдения этих условий трудно получить надежные результаты анализа.

1. 6. Воздушный или водяной термостат на 20°C с колебаниями температуры не более $\pm 1^{\circ}$.

2. Ход определения

2. 1. Если испытуемая жидкость содержит свободную щелочь или кислоту, ее нейтрализуют по бромтимолблау (рН около 7,0) разбавленной соляной кислотой или раствором углекислого натрия и инфицируют сточной жидкостью.
2. 2. Когда необходимо заражение, к разбавляющей воде прибавляют сточную жидкость (1 мл на литр) или речную воду (10—12 мл на литр). В хлорированных водах перед разбавлением зараженной водой разрушают хлорамины и связывают свободный хлор (см. стр. 126).
2. 3. Содержание растворенного кислорода выше 9 мг/л встречается в холодное время года или в воде водоемов, во время сильного цветения. В этих случаях необходимо освободиться от избытка кислорода, чтобы исключить возможность выделения газообразного кислорода при температуре 20°C во время инкубации.

Для удаления избытка кислорода применяют один из следующих приемов:

а) отсасывание воздуха из склянки, частично заполненной водой, после того как вода примет температуру 20°C .

Выделение кислорода ускоряется встряхиванием содержимого склянки;

б) легкое перегревание воды на водяной бане. Избыток кислорода удаляют встряхиванием склянки и воду охлаждают до 20°C . Температуру воды в бане не следует поднимать выше 30°C ;

в) пропускание через воду сжатого воздуха;

г) разбавление водой с пониженным содержанием кислорода.

2. 4. Из подготовленной для определения БПК жидкости делают разбавление с таким расчетом, чтобы количество поглощенного за 5 суток кислорода лежало в пределах от 3,5 до 6,5 мг/л.

Обычно берут для разбавления от 1 до 50% отстойной сточной жидкости, от 5 до 25% биологически очищенной воды и от 25 до 100% воды из умеренно загрязненных водоемов.

В цилиндр, или лучше в мерную колбу, заполненную частично разбавляющей водой, прибавляют расчетное количество испытуемой жидкости и доливают до метки водой для разбавления. Хорошо перемешивают, двигая сифоном вверх и вниз или же переворачивая два раза колбу, прикрывтую пробкой. Технически проще для очищенных вод добавлять пробу в градуированную склянку, заполненную до половины разбавляющей водой и доливать осторожно до горлышка.

2. 5. Заполняют кислородные склянки до верха при помощи сифона, следя за тем, чтобы вытекающая струя все время находилась под уровнем воды. Тщательно закрывают пробками нужное для инкубации количество склянок и заполняют горжетки водой. Одну или две склянки оставляют для определения содержания кислорода в разбавленной пробе до инкубации (надежнее все определения проводить в парных пробах, если позволяет наличное число склянок).
2. 6. Одновременно кислородные склянки заполняют с теми же предосторожностями разбавляющей водой и определяют начальное содержание кислорода в воде до инкубации.
2. 7. Заполненные склянки с пробой и разбавляющую воду ставят в термостат при 20°C на 5 суток (или дополнительно и на другие сроки).

В водах, прошедших биологическую очистку, а иногда и в сточной жидкости во время инкубации проб, наблюдается заметное накопление нитритов, что нужно учитывать при выборе метода определения растворенного кислорода.

Опыт показал, что повышение нитритного азота к концу 5-х суток количественно отвечает падению в содержании азота аммонийных солей. На этом основании, чтобы учесть расход кислорода на процесс нитрификации во время инкубации проб, можно определять азот нитритов до инкубации и после, для чего ставят в термостат дополнительно склянки на 50—100 мл с разбавленной для инкубации пробой.

Выключить процесс нитрификации можно предварительной фильтрацией пробы через пермутит для удаления аммонийных солей. Процесс нитрификации значитель-

но замедляется, если задержать хлопки ила, фильтруя жидкость через промытый тампон стеклянной ваты или неплотный бумажный фильтр (2, 13).

Пятисуточную БПК в миллиграммах кислорода на литр сто́чной жидкости вычисляют по формуле:

$$x = (A - B) - (a - b)p,$$

где: $A - B$ — разность между начальным содержанием растворенного кислорода и конечным после пяти суток стояния в термостате разбавленной пробы;

$a - b$ — разность между начальным и конечным содержанием кислорода в разбавляющей воде;

p — степень разбавления.

Для обозначения в анализах пятисуточной БПК рекомендуется пользоваться символом БПК₅, а для 20-суточной БПК применять обозначение БПК₂₀.

14. ОТНОСИТЕЛЬНАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ

Относительная стабильность (стойкость) выражается процентным отношением наличного кислорода в форме растворенного, нитритного и нитратного к количеству кислорода, необходимого для стабилизации органического вещества в пробе. Этот процент может быть установлен приблизительно определением времени, потребного для использования наличного в воде кислорода в присутствии метиленовой синьки как индикатора.

Определение стойкости в тех случаях, когда известно содержание растворенного и связанного кислорода в форме нитритов и нитратов и БПК жидкости, не имеет значения для контроля работы сооружений. На малых установках, при отсутствии квалифицированного персонала, стойкость жидкости может быть использована как критерий для оценки протекающих биохимических окислительных процессов.

Вода, содержащая свободную щелочь или кислоту, должна быть предварительно нейтрализована по бромтимолблау и заражена бактериями сточной жидкости. Если бактерицидные вещества не могут быть удалены, данное определение неприменимо. Определение нельзя применять также к мутным речным водам по причине абсорбции индикатора глиной. В этом случае стойкость может быть вычислена, если нужно, по данным анализа. При наличии осадка применяют предварительное отстаивание исследуемой пробы.

Теоретическое соотношение между временем, пошедшим на обесцвечивание метиленовой синьки при 20°C, и относительной стабильностью в процентах, дано в табл. 4 и выражается уравнением:

$$S = 100 (1 - 0,794^t),$$

где: S — стабильность в процентах,

t — время обесцвечивания метиленовой синьки при 20°C в сутках.

Таблица 4

Величина относительной стабильности в зависимости от срока обесцвечивания метиленовой синьки

Время обесцвечивания при 20°C в сутках	Стабильность в %	Время обесцвечивания при 20°C в сутках	Стабильность в %
0,5	11	8,0	84
1,0	21	9,0	87
1,5	30	10,0	90
2,0	37	11,0	92
2,5	44	12,0	94
3,0	50	13,0	95
4,0	60	14,0	96
5,0	68	16,0	97
6,0	75	18,0	98
7,0	80	20,0	99

1. Реактивы

1. Метиленовая синька. Растворяют 0,5 г метиленовой синьки в дистиллированной воде и доводят объем раствора до литра.

2. Ход определения

1. Слянку на 150 мл с притертой пробкой наполняют до верха водой, избегая аэрации, и прибавляют точно 0,4 мл метиленовой синьки, вводя ее под поверхность жидкости. Закрывают слянку, применяя водяной запор (резиновую горжетку, стеклянный колпачок) и ставят в термостат на 20°C . Следят за пробой до момента ее обесцвечивания. Записывают число дней, прошедших до обесцвечивания, или же по таблице выражают стабильность в процентах.

Если применяют слянки иного объема, количество прибавляемой метиленовой синьки должно быть соответственно изменено. Следует избегать избытка метиленблау.

В жидкости после биологических фильтров, часто после обесцвечивания окраска вновь восстанавливается. Первое обесцвечивание отвечает моменту исчезновения растворенного кислорода. Поскольку нитриты и нитраты в это время еще почти не затронуты,

за время обесцвечивания принимают момент вторичного исчезновения окраски.

Если пробы не обесцвечиваются за 20 дней, стойкость их обозначают >99 или $99+$.

15. ОСАДОК ПО ОБЪЕМУ

1. Аппаратура

1. Для определения количества оседающих веществ удобно пользоваться цилиндрами Лисенко на литр или 500 мл с делениями на 0,1 мл в нижней части цилиндра.

2. Ход определения

1. Хорошо перемешанную жидкость с осадками наливают в цилиндр Лисенко за 3—4 приема при повторном взбалтывании пробы и оставляют отстаиваться. Через 45 мин. и 1 час 45 мин. от начала отстаивания цилиндр вращают несколько раз вокруг оси для отделения осевших, на стенках цилиндра частиц осадка. Количество осадка через 1 и 2 часа отстаивания отмечают.

Результат выражают в миллилитрах на литр жидкости.

16. ОСАДОК ПО ВЕСУ

После двухчасового отстаивания пробы в цилиндре Лисенко, жидкость сливают сифоном, а отстоявшийся осадок количественно переносят на взвешенный развернутый фильтр и фильтруют с вакуумом. Сушат и взвешивают как при определении взвешенных веществ (см. определение 17).

17. ВЗВЕШЕННЫЕ ВЕЩЕСТВА И ПОТЕРЯ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

А. Метод фильтрации через развернутый фильтр

1. Аппаратура

1. Воронка Бюхнера диаметром около 5 см с колбой Бунзена для работы с водоструйным насосом.
1. 2. Кружок медной сетки с отверстиями 1,0—0,5 мм и с опаянным краем. Диаметр кружка на 1 см меньше диаметра воронки Бюхнера.

2. Ход определения.

1. Сушка фильтров. В сушильный шкаф ставят открытые бюксы и кладут на сетку беззолые фильтры (белая лента) диаметром 7 см, предварительно сложенные по-

полам. Отмечают, когда температура в шкафу поднимется до 120°C и сушат фильтры в течение трех часов. Фильтры, не вынимая из шкафа, вкладывают в боксы, закрывают и переносят в эксикатор. Охлаждают 30 мин. и взвешивают.

2. 2. Отмеривают цилиндром объем исследуемой жидкости, содержащей около 50 мг взвешенных веществ, и отстаивают около часа.
2. 3. Накладывают медную сетку на воронку Бюхнера и плотно прижимают смоченный, предварительно взвешенный, фильтр к стенкам воронки. Соединяют колбу Бунзена с водоструйным насосом и осторожно сливают, в первую очередь, осветленную жидкость из цилиндра. Осадок переносят на фильтр с последними порциями жидкости, тщательно обмывая цилиндр дистиллированной водой.
2. 4. По окончании фильтрации жидкости вынимают воронку Бюхнера и выключают водоструйный насос. Затем, осторожно проталкивая проволоку через низ воронки, поднимают медную сетку вместе с фильтром. Фильтры со взвешенными веществами переносят на сетке в шкаф, куда ставят и боксы. Отмечают время, когда температура поднимется до 120°C , и сушат в течение трех часов. Если температура в шкафу 105°C , то время сушки — 5 час.
2. 5. После сушки фильтры со взвешенными веществами немедленно вкладывают в боксы, закрывают их и охлаждают в эксикаторе. Через 30 мин. взвешивают и, вычитая первоначальный вес бокс с фильтрами, получают количество взвешенных веществ в отмеренном объеме жидкости. Результаты выражают в миллиграммах на литр жидкости с точностью до 1,0 мг.

Б. Метод фильтрации через складчатый фильтр

1. Ход определений

3. 1. Сушка фильтров. Беззольные фильтры, диаметром 9 см (белая лента), складывают, помещают в боксы и сушат 5 час. при 105°C или 3 часа при 120°C . Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.
3. 2. Отмеривают в цилиндре объем жидкости, содержащий около 50 мг/л взвешенных веществ. Помещают взвешенный складчатый фильтр в воронку и фильтруют сначала отстаившуюся над осадком жидкость. С последними порциями пробы жидкости переносят осевшие вещества на фильтр и хорошо ополаскивают цилиндр небольшими порциями дистиллированной воды.

3. 3. Переносят подсушенные фильтры в бюксы и сушат 5 час. при 105°C или 3 часа при 120°C .

Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результат выражают в миллиграммах на литр.

Примечание. Если жидкость фильтруется медленно, отмеренный объем пробы жидкости фильтруют на двух воронках через складчатые фильтры, которые высушивают и взвешивают в общей бюксе.

После взвешивания фильтр со взвешенными веществами помещают в прокаленный и взвешенный тигель, сжигают на пламени горелки и прокаливают до полного сгорания органического вещества и до постоянного веса (около часа). Тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Полученный вес золы вычитают из веса взвешенных веществ взятой пробы и получают потерю при прокаливании.

Результат выражают, в миллиграммах на литр.

18. ПЛОТНЫЙ ОСТАТОК

Ход определения

1. 1. 100 мл фильтрованной жидкости выпаривают на водяной бане в предварительно прокаленной и взвешенной чашке (платиновой, кварцевой, фарфоровой). При выпаривании чашку наполняют не больше, чем на $\frac{3}{4}$ объема. Целесообразно над чашкой на расстоянии 8-10 см укреплять опрокинутую воронку большего, чем чашка, диаметра, во избежание попадания посторонних веществ.
1. 2. После выпаривания внешнюю поверхность чашки обмывают, тщательно вытирают и переносят в сушильный шкаф, нагретый до 105°C . Сушат 3 часа, охлаждают чашку в эксикаторе и взвешивают. Вычитают вес пустой чашки и выражают вес плотного остатка в миллиграммах на литр.
1. 3. После определения плотного остатка в этой же пробе определяют потерю веса при прокаливании. Прокаливание ведут очень осторожно (при пользовании платиновой посудой до слабокрасного каления) во избежание потери неорганических веществ. Прокаливают до тех пор, пока остаток в чашке не приобретет белого цвета, а при значительном содержании железа станет буроватым.

Если сжигание органического вещества происходит очень медленно, то предварительно охлажденную чашку смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, выпаривают на водяной бане, подсушивают в шка-

фу и затем продолжают прокаливание. Прокаленную чашку переносят в эксикатор, охлаждают и взвешивают. Вычитают вес пустой чашки и выражают вес золы (остаток после прокаливания) в миллиграммах на литр.

Разность между плотным остатком и весом золы дает вес органического вещества или потерю при прокаливании в миллиграммах на литр.

19. ХЛОРИДЫ

При определении хлоридов более точные результаты дает способ Мора. Метод Фольгарда проще по выполнению, но в применении к сточным водам требует предварительной обработки пробы, если пробы содержат сероводород, нитриты или органические вещества, восстанавливающие серебро.

А. Определение по Морю

1. Реактивы

1. 1. Стандартный раствор хлористого натрия—растворяют 16,4858 г чистого сплавленного NaCl в дистиллированной воде и объем раствора доводят до литра, 100 мл этого основного раствора разбавляют водой до литра, 1 мл стандартного раствора содержит 1 мг хлора.
1. 2. Стандартный раствор азотнокислого серебра — растворяют около 2,4 г чистого кристаллического AgNO_3 в литре дистиллированной воды. Устанавливают титр азотнокислого серебра по стандартному раствору NaCl (1. 1) и вводят поправку на изменение объема жидкости при титровании по формуле:

$$x = 0,003 V - 0,02,$$

где: x — поправка в мл, которую нужно вычесть из объема израсходованного при титровании раствора азотнокислого серебра;

V — объем жидкости в конце титрования.

Разбавляют раствор AgNO_3 таким образом, чтобы 1 мл был эквивалентен 0,5 мг хлора. Окончательный титр AgNO_3 устанавливают раствором хлористого натрия (1. 1), разбавленным в 20 раз. Берут 50 мл этого разбавленного стандартного раствора и титруют раствором азотнокислого серебра. При титровании должно пойти точно 5,0 мл раствора.

1. 3. Хромовокислый калий — растворяют 50 г нейтрального K_2CrO_4 в небольшом количестве дистиллированной воды.

Прибавляют азотнокислого серебра до образования небольшого красного осадка. Через 1-2 дня фильтруют и добавляют до литра дистиллированной водой.

1. 4. Гидрат окиси алюминия получают при электролизе безаммиачной воды алюминиевыми электродами. Промывают осадок до исчезновения реакции на хлориды, аммиак и нитриты или растворяют 125 г алюминиевых квасцов в литре дистиллированной воды. Осаждают гидрат окиси алюминия аммиаком. Промывают осадок декантацией в большом стакане до исчезновения следов хлоридов, аммиака и нитритов.

2. Ход определения

2. 1. Окрашенные воды обесцвечивают встряхиванием пробы с промытым гидратом окиси алюминия, добавляя 3 мл его к 500 мл пробы и дают отстояться. Фильтруют, если жидкость не прозрачна.
2. 2. Прибавляют 2-3 капель фенолфталеина. При появлении красной окраски нейтрализуют 0,02N H_2SO_4 . Воду, кислую по метилоранжу, нейтрализуют 0,02N Na_2CO_3 .
2. 3. Если проба содержит H_2S , ее подкисляют серной кислотой, кипятят несколько минут, охлаждают, нейтрализуют $NaHCO_3$ и доводят дистиллированной водой до первоначального объема.

Если вода содержит больше 50 мг/л хлора, берут для титрования 25 мл или меньше, добавляя дистиллированной водой до 50 мл. Если в воде меньше 10 мг/л хлора, то в 50 мл исследуемой жидкости прибавляют 1—3 мл стандартного раствора $NaCl$ (1. 1), вводя соответствующую поправку при вычислении. Можно также выпариванием сконцентрировать объем с 250—500 мл до 50 мл.

2. 4. К подготовленной для титрования пробе в фарфоровой чашке или колбе Эрленмейера на 150 мл прибавляют 1 мл хромовокислого калия (1. 3). Титруют стандартным раствором азотнокислого серебра (1. 2) в тех же условиях освещения, температуры, объема, как и при установке титра раствора $AgNO_3$. Титруют до появления слабого, но отчетливого красноватого окрашивания. Определение конца титрования облегчается сравнением окраски в таком же сосуде, стоящем рядом, где к 50 мл дистиллированной воды прибавлено 1 мл индикатора (1. 3)¹.

¹ Некоторые лица изменение цвета легче улавливают при желтом освещении в темной комнате или при дневном свете через желтые светофильтры или очки.

Вводят поправку на ошибку от изменения объема по формуле (1. 2). Если не требуется особой точности, вычитают из объема раствора серебра, пошедшего на титрование, 0,2 мл.

Вычисление: количество хлора в мг/л определяют по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 0,5 \cdot 1000}{q} = \frac{a \cdot 500}{q},$$

где: a — число миллилитров азотнокислого серебра, пошедшего на титрование, минус 0,2 мл,

q — объем взятой пробы воды в миллилитрах.

Примечание. Если в литре воды меньше 5,0 мг хлора, пользуются стандартными растворами хлористого натрия и азотнокислого серебра, 1 мл которых эквивалентен 0,05 мг хлора.

Б. Определение по Фольгарду

1. Реактивы

1. 1. 0,05 n раствор азотнокислого серебра — 8,5 г чистого AgNO_3 растворяют в литре дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке желтого цвета.
1. 2. 0,05 n раствор роданистого аммония или калия — 8 г NH_4CNS или 10 г KCNS растворяют в литре дистиллированной воды и устанавливают титр, доводя приблизительно до 0,05 n .
1. 3. 0,05 n раствор хлористого калия — 3,778 г перекристаллизованного KCl или 2,922 г чистого сплавленного NaCl растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят до литра. 1 мл раствора содержит 1,773 мг хлора.
1. 4. Раствор железо-аммонийных квасцов. К насыщенному при комнатной температуре раствору квасцов (около 14 г в 100 мл) прибавляют чистой HNO_3 , уд. вес 1,2, до исчезновения бурой окраски и затем еще небольшое количество.

2. Ход определения

2. 1. Если вода содержит сероводород, нитриты и органические вещества, восстанавливающие серебро, к пробе прибавляют 1 мл азотной кислоты (1:2 — на 1 часть HNO_3 2 части воды) и 0,1 n раствор перманганата до исчезающей на холоде в течение 5—10 мин. розовой окраски.
2. 2. К 50 мл исследуемой жидкости, содержащей не более 6—7 мг хлора, прибавляют 1 мл железо-аммонийных

квасцов (1. 4) и 10 мл азотнокислого серебра (1. 1). Избыток раствора серебра быстро оттитровывают роданистым аммонием (1. 2) до появления исчезающего около минуты красноватого окрашивания (a мл). Если окраска появляется от первых капель роданистого аммония, берут меньший объем пробы, добавляя дистиллированной водой до 50 мл.

2. 3. Устанавливают титр роданистого аммония и азотнокислого серебра. К 50 мл дистиллированной воды прибавляют 1 мл квасцов (1. 4), 10 мл раствора азотнокислого серебра (1. 1) и титруют раствором роданистого аммония (b мл). В другую колбу к 30 мл дистиллированной воды прибавляют 20 мл стандартного раствора хлористого натрия (1. 3), 1 мл квасцов (1. 4) и титруют роданистым аммонием (c мл). Количество мг/л хлора вычисляют по формуле:

$$x = \frac{1773 (b - a) \cdot 10}{(2b - c) q},$$

где q — объем взятой пробы в миллилитрах.

20. ПОТРЕБНОСТЬ В ХЛОРЕ

Поглощение хлора сточной жидкостью из раствора хлорноватокислых солей или из хлорной воды различно. Поскольку при хлорировании обычно применяют хлорную воду, ею и пользуются для определения потребности в хлоре.

Потребностью в хлоре называется количество миллиграммов хлора, которое нужно прибавить к литру испытуемой жидкости, чтобы через 10 мин. контакта с жидкостью остались следы свободного хлора не более 0,1 мг/л.

1. Реактивы

1. 1. Хлорную воду получают пропусканием газообразного хлора через дистиллированную воду до тех пор, пока в литре воды растворится немного более 1 г хлора (1 мл воды содержит приблизительно 1 мг Cl_2). Раствор не стоек, поэтому перед употреблением устанавливают титр его 0,01 н раствором гипосульфита (см. определение 21-А—1. 2), беря для титрования 5 мл хлорной воды вместо 50 мл.
1. 2. Раствор ортотолидина (см. определение 21-А—1. 1);

2. Ход определения

2. 1. К 250 мл сточной жидкости прибавляют хлорную воду по 0,5-1,0 мл, быстро перемешивая и отмечая момент

появления желтого окрашивания в отдельной пробе в 0,25 мл с каплей ортотолуидина. Количество хлора, прибавленное к воде, отвечает мгновенной потребности в хлоре.

2. 2. К 250 мл исследуемой жидкости прибавляют сразу весь объем хлорной воды, содержащей хлор в количестве, отвечающем мгновенной потребности в хлоре, и добавляют сверх того 0,25—1,0 мл раствора. Быстро перемешивают и точно через 10 мин. определяют остаточный хлор с ортотолуидином (см. определение 21-А).

Повторяют определение до тех пор, пока свободный хлор через 10 мин. не будет превышать 0,1 мг/л.

Вычисление: количество мг хлора в прибавленном объеме хлорной воды, умноженное на 4, равно потребности в хлоре в миллиграммах на литр:

21. СВОБОДНЫЙ ХЛОР

А. Колориметрическое определение

Колориметрическое определение свободного хлора с ортотолуидином пригодно только для неочищенной жидкости. В случае наличия в воде нитритов применение кислоты повышенной концентрации для приготовления ортотолуидина понижает ошибку.

1. Реактивы

1. 1. Раствор ортотолуидина — растворяют в ступке 1 г ортотолуидина в 5 мл 20% HCl , уд. вес 1,10, прибавляют 200 мл дистиллированной воды и после растворения осадка доводят объем раствора до литра соляной кислотой (175 мл HCl уд. веса 1,19 в 620 мл воды). Раствор ортотолуидина можно хранить не дольше 6 месяцев. Следует защищать его от действия высокой температуры и непосредственного влияния солнечного света.

1. 2. Стандартный раствор хлора готовят из хлорноватокислого натрия или хлорной воды такой концентрации, что 1 мл раствора содержит 0,1 мг хлора. Перед употреблением необходимо проверять титр раствора следующим образом: к 150 мл дистиллированной воды, содержащей 1-2 г KJ прибавляют 150 мл раствора хлора, 1 мл концентрированной HCl и оставляют на 5 мин. для выделения иода. Титруют 0,01 N гипосульфитом в присутствии раствора крахмала до обесцвечивания. 1 мл 0,01 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ эквивалентен 0,354 мг хлора, следовательно, 1 мл стандартного раствора содержит мг Cl_2

мл 0,01 N гипосульфита $\times 0,354$

2. Ход определения

После 10-минутного контакта сточной жидкости с хлором берут пробу в 10 мл, предварительно подогревая ее до 20°С, прибавляют 1 мл раствора ортотолидина (1. 1) и объем доводят до 100 мл. Через 5 мин., когда интенсивность окраски достигнет максимума, сравнивают ее в компараторе (с компенсатором на мутность) с окраской стандартов, содержащих 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг хлора в литре. Один мл стандартного раствора хлора (1. 2), разбавленный до 100 мл дистиллированной водой, эквивалентен 1 мг хлора в литре. Стандарты не постоянны и их необходимо готовить перед определением.

Определение удобно проводить в пробирках с чертой на 10 мл в компараторе с компенсатором на мутность (см. определение pH по Джиллеспи, стр. 24).

Б. Иодометрическое определение (по Скопинцеву и Варфоломеевой)

1. Реактивы

1. 1. Иодистый калий химически чистый.
1. 2. Буферная смесь с $\text{pH} = 4,6$. Смесь готовят следующим образом.

В литровую колбу вливают 102 мл *M* раствора уксусной кислоты и 98 мл *M* раствора уксуснокислого натрия и доводят объем до метки дистиллированной водой. Молярный раствор уксусной кислоты получают разведением 57 мл ледяной уксусной кислоты дистиллированной водой до 1 л.

Молярный раствор уксуснокислого натрия получают растворением 13,6 г $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ в 100 мл воды (запаса лучше не делать).

1. 3. 0,01 *n* стандартный раствор гипосульфита (приготовление см. при определении 11-В — 1. 5).
1. 4. 0,5% -ный раствор крахмала полезно заготовить в пробирках, закупоренных ватой, и простерилизовать на водяной бане в течение двух часов.

2. Ход определения

2. 1. В колбу Эрленмейера емкостью 300—500 мл всыпают 0,5 г КJ и растворяют его в 1—2 мл дистиллированной воды. Прибавляют 10 мл буферной смеси (1.2) и 100—200 мл исследуемой воды (для быстроты набирают не пипеткой, а мерным цилиндром). Выделившийся иод титруют гипосульфитом до слабожелтого окрашивания, после чего прибавляют 1 мл 0,5% -ного раствора крахмала и про-

должают титрование до исчезновения синей окраски.

2. 2. Указанное количество буферной смеси достаточно для вод со щелочностью, равной 6—7 м/экв. При меньшей щелочности можно уменьшить количество буферной смеси, при большей — увеличить. Необходимо прибавлять буферную смесь в таком количестве, чтобы эта величина численно приближалась к полуторной величине щелочности.

2. 3. Если щелочность воды неизвестна, то ее необходимо определить или до хлорирования, или дехлорируя испытуемую воду путем добавки 1 мл 0,01 н гипосульфита.

Вычисление количества свободного хлора в мг/л производят по формуле:

$$x = \frac{ab \cdot 0,354 \cdot 1000}{q},$$

где: a — количество мл 0,01 н гипосульфита, прошедших на титрование пробы,

b — поправка на титр гипосульфита,

q — количество мл испытуемой воды [30].

22. ФОСФАТЫ

1. Реактивы

1. 1. 100 мл 10%-ного молибденовокислого аммония смешивают с 300 мл 50%-ной (по объему) серной кислоты.
1. 2. 0,05 г металлического олова, предварительно измельченного, растворяют в 1 мл концентрированной соляной кислоты (уд. вес 1,19) с двумя каплями 4%-ного раствора медного купороса на водяной бане и разбавляют водой до 5 мл. Раствор олова применяют свежеприготовленный.
1. 3. Стандартный раствор фосфорно-кислого калия — 0,2453 г K_2HPO_4 растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят до литра. 1 мл раствора отщечает 0,1 мг P_2O_5 . Стандартный раствор K_2HPO_4 получают из основного разбавлением точно в 10 раз. 1 мл содержит 0,01 мг P_2O_5 .

2. Ход определения

2. 1. В мерную колбу на 100 мл, наполовину наполненную дистиллированной водой, вносят несколько мл исследуемой жидкости, после отстаивания содержащей не свыше 0,1 мг P_2O_5 . Прибавляют 2 мл молибденовокислого аммония (1. 1), две капли свежеприготовлен-

ного раствора олова (1. 2) и объем доводят до метки.

2. 2. Одновременно готовят стандарты таким же образом, внося вместо жидкости 1—10 мл стандартного раствора (1. 3).

2. 3. Сравнивают окраски в цилиндрах Генера или колориметре. Количество фосфатов вычисляют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot 10}{q} \cdot \frac{a}{b},$$

где: n — число мл взятого стандартного раствора;

$\frac{a}{b}$ — отношение объемов или высот стандартного

раствора a и испытуемой воды b в момент одинакового окрашивания в цилиндрах;

q — объем исследуемой воды, взятой для определения в мл.

23. СУЛЬФАТЫ

1. Реактивы

1. 1. Хлористый барий — 10 %-ный раствор $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

2. Ход определения

2. 1. К 500 мл отфильтрованной пробы воды, содержащей 0,4—0,5 г плотного остатка, прибавляют 1 мл HCl , уд. вес 1,19, и выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане до объема 10—20 мл.

2. 2. Остаток фильтруют, тщательно очищая содержимое чашки со стенок при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником. Фильтр промывают дистиллированной водой. Прибавляют к нагретому до кипения фильтрату небольшой избыток подогретого хлористого бария (5—10 мл).

2. 3. Образовавшийся осадок нагревают на водяной бане в течение 3 час. и оставляют на ночь. Остаток отфильтровывают через беззольный фильтр (синяя лента). Промывают его сначала горячей водой, подкисленной HCl , а затем чистой дистиллированной водой до исчезновения в фильтрате реакции на хлориды.

2. 4. Фильтр с осадком просушивают и прокалывают во взвешенном тигле до постоянного веса (1,5—2 часа).

Вычисление: результаты выражают в мг/л серного ангидрида SO_2 . Для этого вес полученного осадка умножают на 0,3484 и пересчитывают на литр.

24. ЖЕЛЕЗО

Общее количество железа определяют в нефилтрованной воде. В жидкости после фильтрации определяют растворенное железо. Разность между этими определениями эквивалентна взвешенному железу. Закисное железо может быть определено в фильтрованной и нефилтрованной воде. Разность между общим количеством железа и закисным соответствует окисному железу.

А. Общее содержание железа

1. Реактивы

1. 1. Стандартный раствор окисного железа — растворяют 0,7022 г кристаллической аммонийно-сернокислой закиси железа $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ в 50 мл дистиллированной воды с 20 мл концентрированной H_2SO_4 . Нагревают и к раствору прибавляют 0,2л перманганата до полного окисления железа. Разбавляют раствор до литра. 1 мл содержит 0,1 мг Fe.
1. 2. 20% раствор роданистого аммония или калия (2 г в 100 мл).
1. 3. Раствор перманганата. Приблизительно 0,2л (6,3 г в литре).
1. 4. Азотная кислота приблизительно 6л, уд. вес 1,195. 382 мл концентрированной HNO_3 , уд. вес 1,42, в литре.

2. Ход определения

2. 1. К 50 мл пробы, содержащей не более 1 мг железа, прибавляют 5 мл HNO_3 (1. 4) и кипятят в течение 5 мин. К горячей жидкости прибавляют раствор перманганата (1. 3) в количестве, дающем слабо розовое окрашивание после 5 мин. нагревания.
2. 2. Охлаждают, переносят в мерную колбу на 100 мл, прибавляют 5 мл раствора роданистого аммония (1. 2), объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и немедленно сравнивают окраску со стандартным раствором.
2. 3. Приготовление стандартных растворов железа. В мерные колбы на 100 мл, заполненные до половины дистиллированной водой, прибавляют 1—10 мл стандартного раствора железа (1. 1), 5 мл HNO_3 (1. 4), 1-2 капли раствора перманганата (1. 3). Роданистый аммоний в количестве 5 мл прибавляют одновременно в испытуемую пробу жидкости и в стандартные растворы. Доводят до метки. Окраска очень неустойчива, поэтому определение ведут немедленно после приготовления раствора в ци-

линдрах Генера или в колориметре. Вычисляют общее содержание железа в мг/л по формуле:

$$x = \frac{n}{q} \cdot 100 \cdot \frac{a}{b},$$

где: n — число миллилитров взятого стандартного раствора;

$\frac{a}{b}$ — отношение объемов или высот стандартного раствора a и испытуемой воды b в момент одинакового окрашивания в цилиндрах;

q — объем исследуемой воды, взятой для определения в миллилитрах.

Б. Закисное железо

1. Реактивы

1. 1. Цианистое железо — растворяют 0,5 г $K_2Fe(CN)_6$ в 100 мл воды. Раствор должен быть свежеприготовленный.
1. 2. Серная кислота (1:5). Один объем свободной от железа концентрированной H_2SO_4 прибавляют к 5 объемам дистиллированной воды.
1. 3. Стандартный раствор железа — растворяют 0,7022 г кристаллической аммонийно-сернокислой закиси железа в свежeproкипяченной дистиллированной воде, к которой прибавлено 10 мл разбавленной серной кислоты (1. 2), и доводят объем раствора до литра. Раствор должен быть свежеприготовленный. 1 мл содержит 0,1 мг Fe.

2. Ход определения

2. 1. К пробе воды в мерную колбу на 100 мл прибавляют 10 мл разбавленной H_2SO_4 (1. 2) и 15 мл цианистого железа (1. 1). Раствор разбавляют до метки свежeproкипяченной водой.
2. 2. Приготовление стандартов. В колбу на 100 мл прибавляют сначала 75 мл дистиллированной воды, затем 10 мл H_2SO_4 (1. 2) и 15 мл цианистого железа. Хорошо перемешивают содержимое всех колб и прибавляют нужное количество стандартного раствора закисного железа (1. 3). После тщательного перемешивания немедленно сравнивают окраску. При стоянии интенсивность окраски быстро меняется.

Вычисление ведут по формуле для расчета общего содержания железа.

II. Иловая жидкость

I. АКТИВНАЯ РЕАКЦИЯ

В период пуска метантенков в эксплуатацию активную реакцию в отстоянной иловой жидкости нужно определять ежедневно. Определение это ведут колориметрически по способу, описанному в разделе 1 — Сточная жидкость, опр. 5, стр. 24.

При очень темной окраске жидкости активную реакцию определяют электрометрически с хингидроном [9].

2. ЛЕТУЧИЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ И ЩЕЛОЧНОСТЬ

А. Метод титрования (разработанный
В. А. Бараш)

1. Реактивы

1. 1. Соляная кислота 0,1*n* — 8,2 мл концентрированной HCl доводят дистиллированной водой до объема в 1 л.
1. 2. Тропеолин 00: насыщенный водный раствор тропеолина 00, разбавленный спиртом в отношении 1:2 (одна часть спирта на две части водного раствора тропеолина). В случае очень темной окраски иловой жидкости тропеолин может быть заменен тимолблау (тимолсульфонфталейн) (приготовление: см. I — 5, табл. 1).

Для пользования указанным индикатором последний разбавляют спиртом в отношении 1:2 (одна часть спирта на две части раствора тимолблау).

1. 3. Метилрот. Насыщенный спиртовой раствор (1 — 8 — 1·4).

2. Ход определения

2. 1. К 20 мл иловой жидкости (или в случае очень темной окраски 10 мл иловой жидкости + 10 мл дистиллированной воды) прибавляют 3 капли тропеолина или тимолблау и титруют 0,1*n* соляной кислотой до появления слаборозовой окраски. Окраска делается более заметной при сильном взбалтывании титруемой пробы. Число миллилитров соляной кислоты, пошедшей на титрование, записывают (*a* мл)
2. 2. К новой порции иловой жидкости (20 или 10 мл) прибавляют 5 капель метилрот. Титруют 0,1*n* соляной кислотой до исчезающей красновато-оранжевой окраски при кипячении. Нагревание пробы нужно вести до момента закипания. Число миллилитров, пошедшее при титровании соляной кислоты, (*b* мл), равно числу миллиэквивалентов щелочности в 20 или 10 мл испытуемого об-

разца. Вычисление летучих жирных в м-экв/л кислот ведут по формуле:

$$x = \frac{(a - b) 1000 \cdot 0,1}{20}.$$

Вычисление щелочности в м-экв/л ведут по формуле:

$$y = \frac{b \cdot 1000 \cdot 0,1}{20}.$$

Примечание. В пусковой период метантанков, или в случае неудовлетворительной их работы, соотношение растворенной CO_2 к HCO_3 меняется в сторону кислотности, вследствие чего возникает необходимость определять кислотность иловой жидкости. Для этого 10 мл испытуемой жидкости оттитровывают едким натром 0,1 н в присутствии фенолфталеина. Число миллилитров щелочи, пошедшей на титрование, приведенное к нормальной и рассчитанное на литр испытуемой жидкости, дает кислотность иловой жидкости в м-экв/л [3].

Б. Метод отгона летучих жирных кислот по Дюкло

1. Реактивы

1. 1. Серная кислота (1:3). Один объем концентрированной H_2SO_4 приливают к трем объемам дистиллированной воды.
1. 2. Едкий натрий 0,1 н готовят из насыщенного раствора NaOH .
1. 3. Едкий натрий 40%—400 г NaOH растворяют в прокипяченной дистиллированной воде. Объем раствора доводят до литра и после отстаивания в течение суток прозрачный раствор сливают сифоном.
1. 4. Фосфорная кислота концентрированная.
1. 5. Фенолфталеин см. I—6—А-1. 7.

2. Ход определения

2. 1. В колбу Эрленмейера на 500 мл вливают 50 мл иловой жидкости, прибавляют 50 мл дистиллированной воды и 20 мл серной кислоты 1:3 или 10 мл фосфорной кислоты (концентрированной). Колбу закрывают каучуковой пробкой, в которую вставлены две трубки: одна, доходящая до дна колбы и служащая для присоединения к парообразователю, вторая, короткая— для присоединения к холодильнику. Приемником служит мерная колба на 300 мл.

- 2.- 2. Отгон ведут до тех пор, пока в перегонной колбе останется около 25 мл жидкости. После этого присоединяют пар и отгон продолжают до получения в приемнике 300 мл.
2. 3. Операцию следует вести так, чтобы весь процесс отгона продолжался от 2,5 до 3 часов.
2. 4. 100 мл отгона титруют едким натром 0,1 н с индикатором фенолфталеином.

Вычисление: взято для титрования

$$\frac{50 \times 100}{300} = \frac{50}{3} \text{ мл.}$$

Пошло на титрование a мл NaOH.

Число миллиэквивалентов летучих жирных кислот:

$$x = \frac{a \cdot 0,1 \times 1000 \times 3}{50}.$$

Примечание. В случае недостатка времени для определения летучих жирных кислот методом Дюкло в день отбора проб из метантэнков к отфильтрованной пробе иловой жидкости добавляют 2-3 мл 40⁰/₁₀-ного едкого натрия, колбу плотно закрывают каучуковой пробкой и ставят на холод. При наличии небольшого (3—5 м-экв/л) количества летучих жирных кислот для определения берут 100 мл испытуемой жидкости.

3. МАСЛЯНАЯ КИСЛОТА (по Файелману)

Масляную кислоту определяют регулярно в пусковой период работы сооружения и периодически при эксплуатации метантэнков.

1. Реактивы.

1. 1. Двуххромовокислый калий 0,25л — 12,25 г перекристаллизованного $K_2Cr_2O_7$, высушенного до постоянного веса при 120—130⁰ C, растворяют в воде и объем доводят до 1 л.
1. 2. Серная кислота концентрированная, уд. вес 1,84.
1. 3. Серноватистокислый натрий 0,1 н — 24,8 г серноватистокислого натрия растворяют в 1 л дистиллированной воды.
1. 4. Иодистый калий кристаллический.
1. 5. Двуххромовокислый калий 0,1 н — 4,900 г перекристаллизованного $K_2Cr_2O_7$, высушенного предварительно до постоянного веса при 120—130⁰ C, растворяют в воде и доводят объем до 1 л. Раствор применяют для определения нормальности серноватистокислого натрия (см. установку титра I—11—B).

2. Ход определения

Масляную кислоту определяют в колбе Эрленмейера ^с на 400—500 мл, соединенной с обратным холодильником.

2. 1. К 10—20 мл дестиллата, оставшегося после определения общего количества летучих жирных кислот, прибавляют точно 25 мл раствора двуххромовокислого калия 0,25 н. Колбу соединяют с обратным холодильником, затем через верхний край его, в который вставлена небольшая воронка, осторожно при помешивании приливают 30 мл крепкой серной кислоты и сейчас же начинают нагревать колбу до кипения раствора.

Кипячение должно идти не очень бурно и ровно 1 час. Для равномерного кипения на дно колбы нужно бросить несколько кусочков прокаленной пемзы.

По окончании окисления колбу отъединяют от холодильника и тотчас же охлаждают в струе холодной воды.

2. 2. Затем содержимое колбы переносят в мерную колбу на 250 мл и по охлаждении доводят объем водой до метки.
2. 3. Из колбы отбирают 100 мл и, прибавив 1 г иодистого калия, титруют выделившийся иод серноватистокислым натром в присутствии раствора крахмала.

Перед определением следует установить соотношение между двуххромовокислым калием 0,25 н и серноватистокислым натром 0,1 н.

Вычисление для 10 мл дестиллата, взятых для определения. Пусть 10 мл двуххромовокислого калия 0,25 н соответствует 25,00 мл серноватистокислого натра 0,1 н. Тогда, если на титрование 100 мл пробы пошло a мл раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, то $25,00 - a = b$ мл 0,1 н гипосульфита, численно равных количеству миллилитров $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,25 н, идущих на окисление масляной кислоты в объеме 10 мл, взятых для определения.

Отдельно устанавливают число Файелмана — C . Файелман принимает его равным $0,5 d$, где d — число миллилитров щелочи 0,25 н, пошедшей для нейтрализации общего количества летучих жирных кислот, находящихся в $\frac{5}{3}$ мл, взятых для определения, т. е. число Файелмана:

$$C = \frac{0,5 \cdot \text{общ. колич. м-экв. жирных кислот} \cdot 5}{1000 \cdot 3 \cdot 0,25}$$

Количество миллилитров раствора двуххромовокислого калия, пошедшего на окисление масляной кислоты, по опытам с чистыми

растворами Файелман уменьшает на величину C , т. е. $b - C = e$ мл, двуххромовокислого калия 0,25 н пошло на окисление. Так как 1 мл двуххромовокислого калия соответствует 0,00183 г масляной кислоты, то число м-экв. последней:

$$x = \frac{e \cdot 0,00183 \cdot 3 \cdot 1000}{5 \cdot 0,0088}$$

где 0,0088 — миллиэквивалент масляной кислоты.

Полученное число следует уменьшить еще на число м-экв. муравьиной кислоты, имеющейся в пробе (см. ниже — определение 4), так как муравьиная кислота в кислой среде также окисляется двуххромовокислым калием до углекислоты и воды [42].

4. МУРАВЬИНАЯ КИСЛОТА (по Блекадлеру)

1. Реактивы

1. 1. Марганцовокислый калий 0,7 н — растворяют 2,2 г марганцовокислого калия в 1 л дистиллированной воды.
1. 2. Углекислый натрий 50 г на 1 л.
1. 3. Серная кислота 2:3. Два объема концентрированной H_2SO_4 приливают к 3 объемам дистиллированной воды.
1. 4. Иодистый калий кристаллический.
1. 5. Серноватисто-кислый натрий — 0,1 н (приготовление см. II-3—1. 3).

2. Ход определения

2. 1. В две колбы Эрленмейера на 250 мл каждая вливают по 20 мл раствора углекислого натрия.

Затем в одну колбу прибавляют 25 мл испытуемого раствора (дистиллата после отгона общего количества летучих жирных кислот), во вторую же, контрольную, 25 мл дистиллированной воды.

2. 2. Затем в каждую колбу прибавляют по 20 мл раствора марганцовокислого калия (1. 1). Колбы погружают в кипящую водяную баню на 10 мин.
2. 3. Точно через 10 мин. колбы вынимают, охлаждают в струе холодной воды и по охлаждении приливают по 3—5 мл серной кислоты (2:3).
2. 4. По окончании нейтрализации (выделения пузырьков) в колбы прибавляют по 2 г иодистого калия и титруют гипосульфитом 0,1 н.

Вычисление: пусть на титрование контрольной пробы идет a мл серноватистокислого натрия и на титрование испытуемого образца b мл серноватистокислого натрия. Тогда на окисление муравьиной кислоты идет $(a - b)$ мл раствора.

Нормальность марганцовокислого калия, установленная в кислой среде, не может служить основанием для вычисления в тех случаях, когда пользуются марганцовокислым калием в щелочной среде. В нейтральной или щелочной среде перманганат обладает лишь $\frac{3}{5}$ той окисляющей способности, которую он имеет в кислой среде. Поэтому расчет нормальности марганцовокислого калия в щелочной среде следует вести так: пусть нормальность гипосульфита равна 0,1 *n*, тогда нормальность марганцовокислого калия:

$$\frac{0,1a \cdot 3}{20 \cdot 5},$$

где *a* — число миллилитров серноватистокислого натрия, пошедшее на титрование контрольной пробы.

Отсюда количество м-экв/л муравьиной кислоты [37]:

$$x = \frac{(a-b) \cdot 0,1 \cdot a \cdot 3 \cdot 300 \cdot 1000}{20 \cdot 5 \cdot 25 \cdot 50}.$$

5. АЗОТ АММОНИЙНЫХ СОЛЕЙ (по Крапивину)

Реактивы готовят и определение ведут по методу, описанному для сточных вод (I-6-A).

Для определения азота аммонийных солей в иловой жидкости в период созревания осадка берут пробу отфильтрованной жидкости в количестве 50 мл.

При анализе иловой жидкости эксплуатируемого сооружения количество испытуемой жидкости уменьшают до 10 мл.

III. Активный ил и осадок сточных вод

1. СКОРОСТЬ ОСЕДАНИЯ ИЛА

В цилиндр на 100 мл берут смесь жидкости с активным илом, содержащую около 0,3 г-сухого вещества. Отстаивают и отмечают занимаемый илом объем в миллилитрах через определенные интервалы времени (3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 24 и 30 мин. или 5, 10, 15, 20, 25 и 30 мин.). Откладывая эти объемы в миллилитрах и время в минутах по осям координат, получают кривые скорости оседания ила.

Скорость оседания ила определяют при постоянной концентрации ила, условно при 3 г/л смеси. Если количество сухого вещества ила точно неизвестно, то для определения берут серию цилиндров на 100 мл, которые заполняют предварительно уплотненной или разбавленной смесью с илом. Замеряют объемы ила во всех цилиндрах и сухое вещество ила определяют в одном из них. Для осталь-

ных цилиндров дозу ила по сухому веществу устанавливают расчетом.

Пример. Допустим, что в цилиндр № 1 взято 80 мл смеси с илом и долито жидкостью до 100 мл. Количество сухого вещества ила в этом цилиндре оказалось равным 0,2 г. В цилиндр № 2 взято 120 мл той же смеси с илом и она уплотнена до 100 мл. Тогда количество сухого вещества определяется из уравнения $x = \frac{0,2 \times 120}{80} = 0,3$ г в 100 мл или 3 г/л.

2. ИЛОВОЙ ИНДЕКС

Иловой индекс равен объему в миллилитрах, занимаемому 1 г сухого вещества активного ила через 30 мин. отстаивания в цилиндре.

Пробу смеси с илом хорошо взбалтывают, наливают до черты в цилиндр на 100 мл и отстаивают в течение 30 мин. Отмечают объем, занимаемый илом в миллилитрах или в процентах и определяют сухое вещество активного ила в г/л.

Вычисление:

$$\text{иловой индекс} = \frac{\text{объем ила в мл} \cdot 10}{\text{сухое вещество в г/л}}$$

или

$$\text{иловой индекс} = \frac{\text{объем ила в процентах}}{\text{сухое вещество в процентах}}$$

3. СУХОЕ ВЕЩЕСТВО АКТИВНОГО ИЛА И ЗОЛЬНОСТЬ

1. Аппаратура

Воронка Бюхнера диаметром 10 см с колбой Бунзена для работы с водоструйным насосом.

Кружок медной сетки с отверстиями от 0,5 до 1,0 мм и с опасным краем. Диаметр кружка на 1 см меньше диаметра воронки.

2. Ход определения

Сушка фильтров. В сушильный шкаф ставят открытые бюксы и кладут на треугольник беззольные фильтры (розовая лента) диаметром 11 см, предварительно сложенные пополам и еще раз по секущей. Отмечают, когда температура установится на 105—120° С, и сушат 1 час или при температуре 120°—30 мин. Не вынимая из шкафа, фильтры вкладывают в бюксы, которые затем закрывают, охлаждают в эксикаторе и через 30 мин. взвешивают.

Отмеривают 100 или 50 мл смеси жидкости с илом с таким расчетом, чтобы количество сухого вещества в пробе не превышало 0,3—0,4 г.

• Вкладывают медную сетку в воронку Бюхнера и плотно прижимают смоченный фильтр к стенкам воронки. Соединяют колбу Бунзена с водоструйным насосом и переносят ил из цилиндра на фильтр, распределяя ил равномерно по поверхности фильтра. Ополоаскивают цилиндр после того, как жидкость в воронке хорошо отфильтрована — во избежание взмучивания ила. Вынимают сетку с фильтром, осторожно выталкивая ее проволокой через нижнее отверстие воронки Бюхнера.

Ставят бюксы и сетки с фильтрами в сушильный шкаф, замечают время, когда температура поднимется до $105-120^{\circ}\text{C}$, после чего сушат 60—30 мин. Осторожно вкладывают фильтры с осадком в бюксы, закрывают и переносят их в эксикатор. Взвешивают и, вычитая начальный вес бюкса с фильтром, выражают сухое вещество активного ила в миллиграммах на литр.

После взвешивания фильтр кладут в предварительно прокаленный и взвешенный тигель. Фильтр сжигают и прокаливают в пламени горелки до постоянного веса (около часа). Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Вычитают вес тигля и выражают вес зола в процентах от сухого вещества активного ила.

Разность между весом сухого вещества активного ила и зола дает вес органического вещества или потерю при прокаливании (21).

4. ВЛАЖНОСТЬ

Осадок, взятый из отстойника или метантенка, обычно содержит 90—98% влаги. Влажность определяют в пробе, которую после высушивания используют для химического анализа.

А. Весовой метод

100 г осадка во взвешенной чашке выпаривают на водяной бане до воздушно-сухого состояния, после чего еще выдерживают в сушильном шкафу при 105°C в течение двух часов и взвешивают.

Разница веса взятой навески плюс чашка и веса ее после сушки дает процент влажности осадка.

Вычисление: a — вес чашки со 100 г осадка, b — вес чашки с осадком после сушки, $a - b$ — процент влажности осадка.

Б. Объемный метод (ориентировочный) (разработанный Н. М. Поповой)

Для быстрого получения приблизительной величины влажности осадка пользуются следующим определением: 50 мл осадка наливают в цилиндр на 250 мл и доливают до метки водопроводной водой комнатной температуры. Цилиндр закрывают пробкой и, тщательно взболтав жидкость, оставляют ее точно на 15 мин. для отстаивания.

Через 15 мин. замечают объем отстоявшегося осадка, который, по предварительно составленной таблице, дает влажность осадка в процентах.

Составление таблицы

Предварительным опытом определяют весовым методом для каждого типа осадка (из первичных отстойников или из метантенков) среднюю влажность его после 15-мин. отстаивания в смеси с водой (50 мл осадка и 200 мл воды) и после слива сифоном осветленной жидкостью над осадком. Вычитая найденную среднюю влажность осадка из 100, получают поправочный коэффициент для каждого типа осадка. Цифры для составления таблицы получают по формуле:

$$p = 100 - \frac{a(100 - p_1)}{50},$$

где: p — искомая влажность осадка,
 a — объем осадка через 15 мин. отстаивания,
 p_1 — средняя влажность для осадка данного типа после 15-мин. отстаивания,
 $(100 - p_1)$ — поправочный коэффициент [28].

5. ГИГРОСКОПИЧЕСКАЯ ВЛАЖНОСТЬ

А. Метод сушки при 105°С

Испытуемый образец воздушно-сухого осадка берут в количестве 1 г (для активного ила навеска равна 2 г). Пробу отвешивают на точных аналитических весах в предварительно высушенную в течение двух часов при 105°С бюксу диаметром 4 см, высотой 4,5 см. Навеску сушат 5 час. в сушильном шкафу при температуре 105°С. После охлаждения в эксикаторе закрытую бюксу снова взвешивают.

Разница между начальным весом бюксы с осадком и весом бюксы после сушки, выраженная в процентах по отношению к взятой навеске, даст величину гигроскопической влажности осадка.

Вычисление:

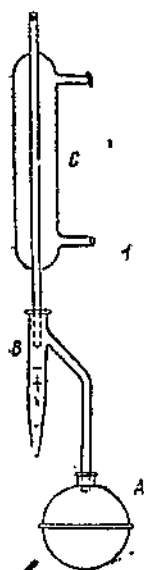
$$p = \frac{(a - b) 100}{c},$$

где: a — вес бюксы с осадком до сушки,
 b — вес бюксы с осадком после сушки при 105°С в течение 5 час.,
 c — навеска воздушно-сухого осадка.

Б. Метод отгона воды по Дину и Старку

Навеску осадка от 10 до 12 г помещают в круглодонную на 200 мл колбу А из тугоплавкого стекла, соединенную с ловуш-

кой *B* и обратным холодильником *C* (фиг. 2). Навеску заливают 100—150 мл безводного ксилола и нагревают на сетке до тех пор, пока стенки колбы, верхняя часть ловушки и нижняя часть форштоса холодильника будут освобождены от капелек воды. Определение обычно длится 1,5—2 часа. Отсчет количества воды, собравшейся в конусе ловушки, дает количество ее в навеске. Результат выражают в процентах.



Фиг. 2. Прибор для определения влаги по Дину и Старку.

6. ЗОЛЬНОСТЬ И ПОТЕРЯ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ (беззольное вещество)

Навеску около 1 г воздушно-сухого вещества осадка берут во взвешенный и предварительно прокаленный тигель.

Озоление сначала ведут на слабом пламени горелки (под тягой), а затем прокаливание заканчивают в муфеле до постоянного веса. Для этого тигель выдерживают в муфельной печи первоначально в течение 4 час., охлаждают в эксикаторе, взвешивают и вновь прокаливают в течение 2 час. и еще раз взвешивают. Обычно второе взвешивание дает уже повторяющуюся цифру, в противном случае прокаливание ведут еще 2 часа.

Цифру зольности осадка выражают в процентах по отношению к абсолютно сухому веществу.

Вычисление:

a — процент гигроскопической влажности образца,

b — вес тигля с навеской после прокаливания,

c — вес тигля,

d — навеска воздушно-сухого вещества.

Тогда:

$$\frac{da}{100} \text{ — количество влаги во взятой навеске в граммах,}$$

$$\left(d - \frac{da}{100}\right) \text{ — навеска абсолютно-сухого вещества.}$$

Отсюда процент золы

$$p = \frac{(b - c) 100}{d - \frac{da}{100}}$$

Потеря при прокаливании или количество беззольного вещества в пробе будет $100 - p$.

7. ЖИРЫ (вещества, экстрагируемые петролевым эфиром)

1. Реактивы

1. 1. Сухой петролевым эфир (погон 45—65° С).

Продажный петролевым эфир отгоняют на водяной бане. Фракцию отгона 45—65° С сушат в течение 12—18 час. над хлористым кальцием, после чего отгоняют вновь и употребляют для экстрагирования.

2. Ход определения

Навеску осадка в количестве 2 г (активного ила следует брать от 3 до 5 г) берут в патрон, сделанный из двух листов фильтровальной бумаги. Патрон завязывают обезжиренной ниткой и помещают в гильзу, в которую сверху кладут кусочек гигроскопической обезжиренной ваты.

Гильзу помещают в аппарат Сокслета, заливают 120—150 мл сухого петролевого эфира и ведут экстрагирование в течение 10—12 час. на водяной бане. Верхний конец холодильника во время экстракции снабжают хлорокальциевой трубкой с хлористым кальцием для поглощения влаги из воздуха.

По окончании экстрагирования эфир отгоняют и осадок сушат в течение 2 час. при 105° С, после чего взвешивают.

Результаты анализа выражают в процентах по отношению к абсолютно сухому веществу осадка.

Вычисление:

a — процент гигроскопической влажности образца,

b — вес колбы до экстрагирования,

c — вес колбы после экстрагирования,

d — навеска воздушно-сухого осадка.

Отсюда процент жира

$$g = \frac{(c - b) \cdot 100}{d - \frac{da}{100}}.$$

8. УГЛЕВОДЫ

Гемицеллюлоза и альфацеллюлоза по методу
Кизеля-Семигановского

1. Реактивы

1. 1. Соляная кислота 20% — 46 мл концентрированной HCl доливают до 1 л дистиллированной водой.

1. 2. Серная кислота 80% — 868 мл H₂SO₄, уд. вес 1,84, вливают в воду и доводят объем до 1 л.

1. 3. Спирт этиловый.
1. 4. Эфир серный.
1. 5. Углекислый натрий в порошке.
1. 6. Едкий натрий 50%.
1. 7. Фелингова жидкость. Два составляющие раствора (серно-кислая медь и щелочной раствор сегнетовой соли) хранят отдельно и смешивают в равных объемах (по 20 мл) перед употреблением. Сначала в цилиндр наливают раствор медного купороса, а затем приливают более тяжелый по удельному весу щелочной раствор сегнетовой соли. Для приготовления раствора медного купороса берут 40 г $\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, разводят до литра прокипяченной дистиллированной водой. При малейшей мути раствор, после предварительного отстаивания, фильтруют. Щелочной раствор сегнетовой соли готовят из: 200 г сегнетовой соли ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) и 150 г едкого натрия (NaOH).

Объем раствора доводят до литра прокипяченной дистиллированной водой.

Раствор нужно хранить в темноте, так как на свету винная кислота разлагается, вследствие чего образуются восстанавливающие продукты.

Сегнетову соль в случае ее отсутствия можно заменить глицеринем, который, как известно, обладает также свойством удерживать медь в щелочном растворе (38).

Раствор глицерина готовят из расчета содержания 1,06 г глицерина, уд. вес 1,26, в 5 мл воды. Для определения сахара по Бертрану, непосредственно перед анализом, берут 5 мл раствора глицерина указанной концентрации и 15 мл едкого калия 20%. К этой смеси прибавляют 20 мл раствора медного купороса. Полученную, таким образом, жидкость употребляют для анализа.

1. 8. Раствор сернокислой окиси железа — берут 50 г сернокислой окиси железа $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3]$ и 109 мл серной кислоты, уд. вес 1,84. Объем раствора доводят дистиллированной водой до 1 л.

Сернокислую окись железа в случае ее отсутствия можно заменить железосаммиачными квасцами: берут 86 г $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_4 + 24\text{H}_2\text{O}$ и 109 мл серной кислоты, уд. вес 1,84. Объем раствора доводят дистиллированной водой до 1 л.

В случае мути дают раствору отстояться и потом фильтруют через асбест. Раствор проверяют на отсутствие соли закиси железа, прибавлением к нему по каплям раствора марганцовокислого калия, который добавляют

до появления остающейся очень слабо розовой окраски.

1. 9. Раствор марганцовокислого калия 0,1 н. Раствор готовят на кипяченой дистиллированной воде [навеску (3,16 г KMnO_4) растворяют в горячей воде].

2. Ход определения.

Гидролиз исследуемого вещества сначала ведут 20%-ной соляной кислотой в колбе Эрленмейера, снабженной обратным холодильником, а затем 80%-ной серной кислотой.

2. 1. Навеску воздушно-сухого осадка или актила около 1 г нагревают со 100-кратным количеством 20%-ной соляной кислоты в кипящей водяной бане с обратным холодильником (колба должна быть погружена в воду) в течение 3 часов.

Нерастворившуюся массу после отстаивания отфильтровывают еще в горячем состоянии через тигель Гуча. При этом сначала отфильтровывают всю жидкость, а потом с горячей водой переносят осадок в тигель. Осадок промывают горячей водой два раза путем заполнения фильтра. Со стенок тигля осадок смывают водой на дно.

Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу на 250 мл. Объем жидкости доводят до метки и в гидролизате после освобождения от полуторных окислов (см. ниже — 2. 3) определяют сахар по Бертрану (см. ниже — 2. 4).

Осадок на фильтре промывают спиртом и эфиром, по два раза наполняя тигель. Сушат в шкафу в течение 15 мин. при температуре 50—60° С.

Осторожно переносят осадок вместе с прилипшими к нему частицами асбеста в колбу, в которой производился гидролиз исследуемого вещества, счищая осадок кисточкой со стенок фильтра.

2. 2. Гидролиз 80%-ной серной кислотой: высушенный после гидролиза 20%-ной соляной кислотой осадок переносят в ту же колбу Эрленмейера, стеклянной палочкой осторожно разминают осадок и обливают его приблизительно 10-кратным количеством (по объему) 80%-ной серной кислоты (10 мл кислоты на 1 г осадка) и оставляют стоять на 2,5 часа при комнатной температуре. Затем в колбу прибавляют дистиллированной воды из расчета 15 мл воды на каждый миллилитр серной кислоты. Колбу погружают в кипящую водяную баню, соединяют с обратным холодильником и нагревают в течение 5 час. Со-

держимое колбы количественно переносят в мерную колбу на 250 мл, доливают до метки водой и фильтруют. В фильтрате, после нейтрализации порошкообразной содой (индикатор — лакмус), определяют сахар по Бертрану (см. ниже—2. 4).

2. 3. Освобождение от полуторных окислов солянокислого гидролизата. Для определения сахара по Бертрану в солянокислом гидролизате, последний следует предварительно освободить от полуторных окислов. Для этого берут 50 мл гидролизата и в присутствии метилрот по каплям из бюретки прибавляют 5% едкого натрия до появления бурых хлопьев гидрата окиси железа.

Затем прибавляют еще 2 мл раствора едкого натрия и (без нагревания), дав отстояться 10—15 мин., пропускают через фильтр (белая лента) в фарфоровую чашку. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза холодной водой. Фильтрат и промывные воды подкисляют по каплям соляной кислотой (1:1) до слабозеленой окраски и концентрируют на водяной бане до небольшого объема. Затем жидкость переносят в колбу Эрленмейера на 200 мл, на которой предварительно сделана отметка объема на 20 мл, и добавляют водой до этой отметки. В подготовленном, таким образом, образце, после нейтрализации его порошкообразной содой (индикатор—лакмус), определяют сахар по Бертрану (см. ниже—2. 4).

Для определения сахара по Бертрану в сернокислом гидролизате 50 мл его (для активного или иногда приходится брать 100 мл) концентрируют до объема 20 мл, нейтрализуют порошкообразной содой до нейтральной или слабощелочной реакции на лакмус и лишь после этого приступают к определению сахара.

2. 4. Определение сахара по Бертрану. В колбу Эрленмейера к 20 мл гидролизата прибавляют 40 мл непосредственно перед тем полученной фелинговой жидкости (реактивы 1.7), нагревают быстро на достаточно сильном пламени до кипения и кипятят ровно 3 мин. Началом кипения считается момент появления выскакивающих на поверхность жидкости пузырьков.

Образующемуся при этом осадку закиси меди дают несколько отстояться (3—4 мин.) после снятия колбы с огня и фильтруют при отсасывании через стеклянную воронку Нутча № 4 или приготовленный из стеклянной ваты фильтр (см. ниже примечание), спуская горячую жидкость по палочке через носик колбы. Осадок за-

киси меди, по возможности, не переносят на фильтр, а оставляют в колбе Эрленмейера.

Отсасывание лучше вести при слабом разрежении, причем в течение всего процесса фильтрации не следует отсасывать жидкость до конца, оставляя все время над перенесенным на фильтр осадком некоторое количество раствора во избежание окисления закиси меди. Осадок промывают горячей прокипяченной водой из промывалки, тщательно ополаскивая тонкой струей стенки колбы и фильтра до отсутствия щелочной реакции. Обычно приходится промывать осадок 5—6 раз, так что общий объем фильтрата составляет, примерно, 200—250 мл.

По окончании промывания воронку переносят в другую чистую колбу для отсасывания. Пипеткой берут 10 мл соли окиси железа или железно-аммонийных квасцов (1. 8) и растворяют оставшийся осадок закиси меди в колбе Эрленмейера. Жидкость переносят на фильтр. В случае надобности приливают еще 5—10 мл раствора сернокислой окиси железа для растворения закиси меди. Только после растворения всего осадка присоединяют насос. Промывают фильтр холодной свежeproкипяченной водой до исчезновения кислой реакции в стекающей из фильтра воде.

По окончании фильтрации жидкость тотчас же титруют 0,1 *n* раствором марганцовокислого калия до появления слаборозовой окраски, не исчезающей в течение 1—2 мин. Все определение сахара должно быть произведено в течение не более 15—20 мин.

Вычисление: 1 мл точно 0,1 *n* раствора перманганата соответствует 6,36 мг меди. Умножив это число на число миллилитров 0,1 *n* раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование, узнают, сколько было восстановлено меди исследуемым раствором. По таблицам Бертрака (табл. 5) находят, скольким миллиграммам глюкозы соответствует найденное количество меди. Для пересчета на целлюлозу полученное число умножают на 0,9.

Для удобства пользования данными таблицы Бертрака можно рекомендовать графики, составленные по цифрам таблицы.

Например, пусть на титрование 50 мл гидролизата, весь объем которого составляет 250 мл, пошло a мл 0,1 *n* перманганата.

Тогда количество мг Си $b = a \cdot 6,36$. По таблицам Бертрака этому количеству меди соответствует x мг глюкозы.

Таблица 5

Миллиграммы глюкозы, соответствующие миллиграммам меди по Бертрану

Сахар	Медь для глюкозы <i>x</i>	Сахар	Медь для глюкозы <i>x</i>	Сахар	Медь для глюкозы <i>x</i>
10	20,4	41	79,3	72	133,1
11	22,4	42	81,1	73	134,7
12	24,3	43	82,9	74	136,3
13	26,3	44	84,7	75	137,9
14	28,3	45	86,4	76	139,6
15	30,2	46	88,2	77	141,2
16	32,2	47	90,0	78	142,8
17	34,2	48	91,8	79	144,5
18	36,2	49	93,6	80	146,1
19	38,1	50	95,4	81	147,7
20	40,1	51	97,1	82	149,3
21	42,0	52	98,9	83	150,9
22	43,9	53	100,6	84	152,5
23	45,8	54	102,3	85	154,0
24	47,7	55	104,1	86	155,6
25	49,6	56	105,8	87	157,2
26	51,5	57	107,6	88	158,8
27	53,4	58	109,3	89	160,4
28	55,3	59	111,1	90	162,0
29	57,2	60	112,8	91	163,6
30	59,1	61	114,5	92	165,2
31	60,9	62	116,2	93	166,7
32	62,8	63	117,9	94	168,3
33	64,6	64	119,6	95	169,9
34	66,5	65	121,3	96	171,5
35	68,3	66	123,0	97	173,1
36	70,1	67	124,7	98	174,6
37	72,0	68	126,4	99	176,2
38	73,8	69	128,1	100	177,8
39	75,7	70	129,8		
40	77,5	71	131,4		

Отсюда процент геми- или альфацеллюлозы:

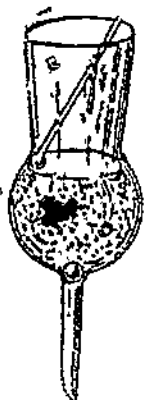
$$p = \frac{x \cdot 250 \cdot 0,9 \cdot 100}{50 \cdot c}$$

Здесь *c* — взятая для определения навеска абсолютно-сухого вещества в миллиграммах (17).

Примечание. Фильтрация осадка закиси меди происходит или через стеклянный фильтр Нугча № 4 или, при отсутствии его, через фильтр, сделанный из стеклянной ваты. Фильтр го-

товят в трубке диаметром 20 мм и длиной около 60 мм (фиг.3). Для этой цели удобно применять расширенный конец форштосса от холодильника. В суженную часть трубки вкладывают слегка граненую стеклянную бусинку, на которую накладывают сверху небольшой слой стеклянной ваты. Вату в нижней части трубки кладут в виде длинных волокон, в верхней же части кладут вату, предварительно растертую в ступке. Фильтр для уплотнения наливают водой и, присоединив отсасывающую колбу с фильтром к водоструйному насосу, наливают сверх фильтра воду и отсасывают ее, уплотняя сверху фильтр стеклянной палочкой с шариком на конце.

Толщина фильтра должна быть 15—20 мм. Фильтр должен пропускать воду достаточно быстро при слабом отсасывании так, чтобы весь столб жидкости, наполняющий фильтр, стекал через $\frac{1}{2}$ —1 мин.



9. АЗОТ-ОБЩИЙ ПО КЬЕЛЬДАЛИО

Метод определения азота по Кьельдалю основан на переводе имеющегося в осадке азота в аммиак с одновременным сжиганием органических веществ при нагревании с крепкой серной или фенолсерной кислотой (по модификации Иодльбауера) в присутствии катализаторов сернокислой меди и сернокислого калия. Температура кипения смеси в присутствии сернокислого калия значительно увеличивается.

Фиг. 3. Воронка для фильтрации осадка при определении углеводов.

1. Реактивы по Иодльбауеру

1. 1. Фенолсерная кислота—66 г фенола растворяют в концентрированной серной кислоте. Раствор доливают до 1650 мл концентрированной серной кислотой.
1. 2. Сернокислая медь в кристаллах.
1. 3. Раствор едкого натрия или калия—40% (см. II—2—Б—1. 3).
1. 4. Серная кислота—0,0714 н (I—6—В).
1. 5. Едкий натрий—0,0714 н (I—6—А).
1. 6. Метилрот—насыщенный спиртовый раствор.
1. 7. Цинковая пыль.
1. 8. Серная кислота, уд. вес 1,84.

2. Ход определения

0,5—1,0 г воздушно-сухого осадка или активного ила помещают в колбу Кьельдаля, заливают 10 мл концентрированной сер-

ной кислоты, бросают 2—3 кристаллика медного купороса. Кроме того, прибавляют от 3 до 5 г кристаллов сернокислого калия.

При наличии в водной вытяжке из активного ила нитратов сжигание ведут по модификации Иодльбауера, заменяя серную кислоту фенол-серной кислотой и добавляя на кончике шпателя цинковую пыль.

Смесь оставляют при комнатной температуре на 2—3 часа (лучше на ночь), и лишь после этого ставят на огонь, прикрыв колбу слезкой. Реакция длится 12—18 часов. Кипение должно быть не очень сильным во избежание потерь сернокислого аммония вследствие улетучивания. Нагревание ведут до исчезновения частиц осадка и полного обесцвечивания пробы. После охлаждения содержимое колбы переносят количественно, при смывании безаммиачной водой, в круглодонную перегонную колбу на 750 мл. Аппаратура для отгона аммиака состоит из круглодонной колбы, снабженной насадкой для присоединения к вертикально стоящему холодильнику. К концу форштосса прикрепляют насадку с расширением наверху. Количество добавляемой воды равно 250—300 мл. К жидкости прибавляют ложечку талька, несколько капель (5—10) фенолфталеина и 50 мл раствора 40% -ного едкого натрия или калия. Немедленно, после прибавки щелочи, колбу присоединяют при помощи насадки к холодильнику. Конец другой насадки погружают в колбу Эрленмейера на 500 мл, куда наливается 30—50 мл 0,1 *n* серной кислоты. Индикатором служит метилрот 3—5 капель. Немедленно начинают нагревание, избегая бурного выделения аммиака, и следят за тем, чтобы кислота не втягивалась в форштосс холодильника.

Отгон обычно длится 2—2,5 часа—до момента исчезновения в отгоне реакции на аммиак с реактивом Несслера. После этого колбу отъединяют и, обмыв насадку дистиллированной водой, оставляют отгон стоять на сутки, прикрыв колбу слезкой или часовым стеклом. Титруют едким натром 0,0714 *n* до появления оранжевого оттенка. Параллельно отгоняют контрольную пробу для введения в расчет поправки на взятые для определения реактивы.

Вычисление:

a—число мл 0,0714 *n* NaOH, идущее на титрование избытка взятой для определения кислоты с введением поправки на реактивы;

b—число мл 0,0714 *n* H₂SO₄, взятой для определения;

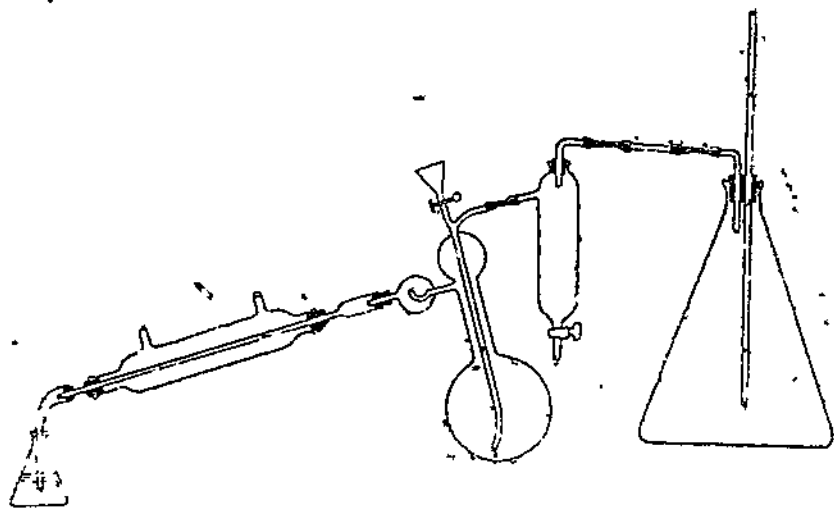
c—навеска осадка в миллиграммах;

p—процент гигроскопической влажности осадка.

Отсюда процент азота во взятой навеске

$$x = \frac{(b-a) 100}{c - \frac{cp}{100}}.$$

Примечание. Для ускорения определения отгон аммиака можно проводить в приборе Преггля (фиг. 4). Перед работой прибор необходимо пропарить. Содержимое колбы Кьельдаля переносят в мерную колбу на 100 мл и объем доводят дистиллированной водой до метки.



Фиг. 4. Прибор Преггля для отгона аммиака.

Для отгона аммиака в колбу Преггля вводят 20 мл раствора из мерной колбы, 30 мл 40%-ного едкого натрия и 20 мл дистиллированной воды. После этого колбу быстро присоединяют к уже нагретому до кипения парообразователю, вода в котором подкислена несколькими каплями серной кислоты. Отгон с водяным паром длится обычно 30—40 мин. По окончании определения прибор тотчас же промывают дистиллированной водой, которую наливают через воронку в колбу Преггля и протягивают в промежуточную воронку (фиг. 4). После трех-четырежды промывания прибор может быть вновь пущен в работу.

10. УГЛЕРОД ОРГАНИЧЕСКИЙ

Хромовый метод (по Тюрину)

1. Аппаратура и реактивы

Плоскодонную колбу емкостью в 200—250 мл присоединяют к холодильнику Шиффа (3—4 шара). Все соединения прибора должны быть сделаны на шлифе. В верхнее отверстие холо-

дильника, то же на шлифе, вставляют воронку с длинной трубкой, которая проходит через холодильник и доходит почти до дна колбы.

Батарея для улавливания углекислоты из воздуха состоит из склянки Дрекслея с раствором едкого калия (1:1) и двух турм с натронной известью, прикрытой слоем стеклянной ваты.

В верхней части прибора от холодильника отходит трубка, соединенная с двумя калиаппаратами; в первый из них прибавляют 5 мл насыщенного раствора сернокислого серебра в 50%-ной серной кислоте для поглощения хлора; во второй—серной кислоты, уд. вес 1,84, для поглощения паров воды. В случае большого содержания хлоридов вводят дополнительно склянку Дрекслея с таким же раствором сернокислого серебра.

Углекислота улавливается в калиаппарате, наполненном 10 мл едкого калия (1:1) и в контрольной U-образной трубке, наполненной на $\frac{3}{4}$ зернистой натронной известью и на $\frac{1}{4}$ прокаленным хлористым кальцием. К U-образной трубке присоединена предохранительная трубка, наполненная хлористым кальцием и натронной известью, для поглощения углекислоты при обратном токе воздуха. Прибор до и после сжигания навески ила присоединяют к аспиратору или водоструйному насосу, перед которым включают колбу Бунзена.

1. 1. Насыщенный раствор хромовой кислоты—50 г хромового ангидрида растворяют в воде и объем раствора доводят до 100 мл.

1. 2. Серная кислота, уд. вес 1,84.

1. 3. Сернокислое серебро в кристаллах.

2. 2. 1. 2. 3. 4. 5. 6. 7. 8. 9. 10. 11. 12. 13. 14. 15. 16. 17. 18. 19. 20. 21. 22. 23. 24. 25. 26. 27. 28. 29. 30. 31. 32. 33. 34. 35. 36. 37. 38. 39. 40. 41. 42. 43. 44. 45. 46. 47. 48. 49. 50. 51. 52. 53. 54. 55. 56. 57. 58. 59. 60. 61. 62. 63. 64. 65. 66. 67. 68. 69. 70. 71. 72. 73. 74. 75. 76. 77. 78. 79. 80. 81. 82. 83. 84. 85. 86. 87. 88. 89. 90. 91. 92. 93. 94. 95. 96. 97. 98. 99. 100. 101. 102. 103. 104. 105. 106. 107. 108. 109. 110. 111. 112. 113. 114. 115. 116. 117. 118. 119. 120. 121. 122. 123. 124. 125. 126. 127. 128. 129. 130. 131. 132. 133. 134. 135. 136. 137. 138. 139. 140. 141. 142. 143. 144. 145. 146. 147. 148. 149. 150. 151. 152. 153. 154. 155. 156. 157. 158. 159. 160. 161. 162. 163. 164. 165. 166. 167. 168. 169. 170. 171. 172. 173. 174. 175. 176. 177. 178. 179. 180. 181. 182. 183. 184. 185. 186. 187. 188. 189. 190. 191. 192. 193. 194. 195. 196. 197. 198. 199. 200. 201. 202. 203. 204. 205. 206. 207. 208. 209. 210. 211. 212. 213. 214. 215. 216. 217. 218. 219. 220. 221. 222. 223. 224. 225. 226. 227. 228. 229. 230. 231. 232. 233. 234. 235. 236. 237. 238. 239. 240. 241. 242. 243. 244. 245. 246. 247. 248. 249. 250. 251. 252. 253. 254. 255. 256. 257. 258. 259. 260. 261. 262. 263. 264. 265. 266. 267. 268. 269. 270. 271. 272. 273. 274. 275. 276. 277. 278. 279. 280. 281. 282. 283. 284. 285. 286. 287. 288. 289. 290. 291. 292. 293. 294. 295. 296. 297. 298. 299. 300. 301. 302. 303. 304. 305. 306. 307. 308. 309. 310. 311. 312. 313. 314. 315. 316. 317. 318. 319. 320. 321. 322. 323. 324. 325. 326. 327. 328. 329. 330. 331. 332. 333. 334. 335. 336. 337. 338. 339. 340. 341. 342. 343. 344. 345. 346. 347. 348. 349. 350. 351. 352. 353. 354. 355. 356. 357. 358. 359. 360. 361. 362. 363. 364. 365. 366. 367. 368. 369. 370. 371. 372. 373. 374. 375. 376. 377. 378. 379. 380. 381. 382. 383. 384. 385. 386. 387. 388. 389. 390. 391. 392. 393. 394. 395. 396. 397. 398. 399. 400. 401. 402. 403. 404. 405. 406. 407. 408. 409. 410. 411. 412. 413. 414. 415. 416. 417. 418. 419. 420. 421. 422. 423. 424. 425. 426. 427. 428. 429. 430. 431. 432. 433. 434. 435. 436. 437. 438. 439. 440. 441. 442. 443. 444. 445. 446. 447. 448. 449. 450. 451. 452. 453. 454. 455. 456. 457. 458. 459. 460. 461. 462. 463. 464. 465. 466. 467. 468. 469. 470. 471. 472. 473. 474. 475. 476. 477. 478. 479. 480. 481. 482. 483. 484. 485. 486. 487. 488. 489. 490. 491. 492. 493. 494. 495. 496. 497. 498. 499. 500. 501. 502. 503. 504. 505. 506. 507. 508. 509. 510. 511. 512. 513. 514. 515. 516. 517. 518. 519. 520. 521. 522. 523. 524. 525. 526. 527. 528. 529. 530. 531. 532. 533. 534. 535. 536. 537. 538. 539. 540. 541. 542. 543. 544. 545. 546. 547. 548. 549. 550. 551. 552. 553. 554. 555. 556. 557. 558. 559. 560. 561. 562. 563. 564. 565. 566. 567. 568. 569. 570. 571. 572. 573. 574. 575. 576. 577. 578. 579. 580. 581. 582. 583. 584. 585. 586. 587. 588. 589. 590. 591. 592. 593. 594. 595. 596. 597. 598. 599. 600. 601. 602. 603. 604. 605. 606. 607. 608. 609. 610. 611. 612. 613. 614. 615. 616. 617. 618. 619. 620. 621. 622. 623. 624. 625. 626. 627. 628. 629. 630. 631. 632. 633. 634. 635. 636. 637. 638. 639. 640. 641. 642. 643. 644. 645. 646. 647. 648. 649. 650. 651. 652. 653. 654. 655. 656. 657. 658. 659. 660. 661. 662. 663. 664. 665. 666. 667. 668. 669. 670. 671. 672. 673. 674. 675. 676. 677. 678. 679. 680. 681. 682. 683. 684. 685. 686. 687. 688. 689. 690. 691. 692. 693. 694. 695. 696. 697. 698. 699. 700. 701. 702. 703. 704. 705. 706. 707. 708. 709. 710. 711. 712. 713. 714. 715. 716. 717. 718. 719. 720. 721. 722. 723. 724. 725. 726. 727. 728. 729. 730. 731. 732. 733. 734. 735. 736. 737. 738. 739. 740. 741. 742. 743. 744. 745. 746. 747. 748. 749. 750. 751. 752. 753. 754. 755. 756. 757. 758. 759. 760. 761. 762. 763. 764. 765. 766. 767. 768. 769. 770. 771. 772. 773. 774. 775. 776. 777. 778. 779. 780. 781. 782. 783. 784. 785. 786. 787. 788. 789. 790. 791. 792. 793. 794. 795. 796. 797. 798. 799. 800. 801. 802. 803. 804. 805. 806. 807. 808. 809. 810. 811. 812. 813. 814. 815. 816. 817. 818. 819. 820. 821. 822. 823. 824. 825. 826. 827. 828. 829. 830. 831. 832. 833. 834. 835. 836. 837. 838. 839. 840. 841. 842. 843. 844. 845. 846. 847. 848. 849. 850. 851. 852. 853. 854. 855. 856. 857. 858. 859. 860. 861. 862. 863. 864. 865. 866. 867. 868. 869. 870. 871. 872. 873. 874. 875. 876. 877. 878. 879. 880. 881. 882. 883. 884. 885. 886. 887. 888. 889. 890. 891. 892. 893. 894. 895. 896. 897. 898. 899. 900. 901. 902. 903. 904. 905. 906. 907. 908. 909. 910. 911. 912. 913. 914. 915. 916. 917. 918. 919. 920. 921. 922. 923. 924. 925. 926. 927. 928. 929. 930. 931. 932. 933. 934. 935. 936. 937. 938. 939. 940. 941. 942. 943. 944. 945. 946. 947. 948. 949. 950. 951. 952. 953. 954. 955. 956. 957. 958. 959. 960. 961. 962. 963. 964. 965. 966. 967. 968. 969. 970. 971. 972. 973. 974. 975. 976. 977. 978. 979. 980. 981. 982. 983. 984. 985. 986. 987. 988. 989. 990. 991. 992. 993. 994. 995. 996. 997. 998. 999. 1000. 1001. 1002. 1003. 1004. 1005. 1006. 1007. 1008. 1009. 1010. 1011. 1012. 1013. 1014. 1015. 1016. 1017. 1018. 1019. 1020. 1021. 1022. 1023. 1024. 1025. 1026. 1027. 1028. 1029. 1030. 1031. 1032. 1033. 1034. 1035. 1036. 1037. 1038. 1039. 1040. 1041. 1042. 1043. 1044. 1045. 1046. 1047. 1048. 1049. 1050. 1051. 1052. 1053. 1054. 1055. 1056. 1057. 1058. 1059. 1060. 1061. 1062. 1063. 1064. 1065. 1066. 1067. 1068. 1069. 1070. 1071. 1072. 1073. 1074. 1075. 1076. 1077. 1078. 1079. 1080. 1081. 1082. 1083. 1084. 1085. 1086. 1087. 1088. 1089. 1090. 1091. 1092. 1093. 1094. 1095. 1096. 1097. 1098. 1099. 1100. 1101. 1102. 1103. 1104. 1105. 1106. 1107. 1108. 1109. 1110. 1111. 1112. 1113. 1114. 1115. 1116. 1117. 1118. 1119. 1120. 1121. 1122. 1123. 1124. 1125. 1126. 1127. 1128. 1129. 1130. 1131. 1132. 1133. 1134. 1135. 1136. 1137. 1138. 1139. 1140. 1141. 1142. 1143. 1144. 1145. 1146. 1147. 1148. 1149. 1150. 1151. 1152. 1153. 1154. 1155. 1156. 1157. 1158. 1159. 1160. 1161. 1162. 1163. 1164. 1165. 1166. 1167. 1168. 1169. 1170. 1171. 1172. 1173. 1174. 1175. 1176. 1177. 1178. 1179. 1180. 1181. 1182. 1183. 1184. 1185. 1186. 1187. 1188. 1189. 1190. 1191. 1192. 1193. 1194. 1195. 1196. 1197. 1198. 1199. 1200. 1201. 1202. 1203. 1204. 1205. 1206. 1207. 1208. 1209. 1210. 1211. 1212. 1213. 1214. 1215. 1216. 1217. 1218. 1219. 1220. 1221. 1222. 1223. 1224. 1225. 1226. 1227. 1228. 1229. 1230. 1231. 1232. 1233. 1234. 1235. 1236. 1237. 1238. 1239. 1240. 1241. 1242. 1243. 1244. 1245. 1246. 1247. 1248. 1249. 1250. 1251. 1252. 1253. 1254. 1255. 1256. 1257. 1258. 1259. 1260. 1261. 1262. 1263. 1264. 1265. 1266. 1267. 1268. 1269. 1270. 1271. 1272. 1273. 1274. 1275. 1276. 1277. 1278. 1279. 1280. 1281. 1282. 1283. 1284. 1285. 1286. 1287. 1288. 1289. 1290. 1291. 1292. 1293. 1294. 1295. 1296. 1297. 1298. 1299. 1300. 1301. 1302. 1303. 1304. 1305. 1306. 1307. 1308. 1309. 1310. 1311. 1312. 1313. 1314. 1315. 1316. 1317. 1318. 1319. 1320. 1321. 1322. 1323. 1324. 1325. 1326. 1327. 1328. 1329. 1330. 1331. 1332. 1333. 1334. 1335. 1336. 1337. 1338. 1339. 1340. 1341. 1342. 1343. 1344. 1345. 1346. 1347. 1348. 1349. 1350. 1351. 1352. 1353. 1354. 1355. 1356. 1357. 1358. 1359. 1360. 1361. 1362. 1363. 1364. 1365. 1366. 1367. 1368. 1369. 1370. 1371. 1372. 1373. 1374. 1375. 1376. 1377. 1378. 1379. 1380. 1381. 1382. 1383. 1384. 1385. 1386. 1387. 1388. 1389. 1390. 1391. 1392. 1393. 1394. 1395. 1396. 1397. 1398. 1399. 1400. 1401. 1402. 1403. 1404. 1405. 1406. 1407. 1408. 1409. 1410. 1411. 1412. 1413. 1414. 1415. 1416. 1417. 1418. 1419. 1420. 1421. 1422. 1423. 1424. 1425. 1426. 1427. 1428. 1429. 1430. 1431. 1432. 1433. 1434. 1435. 1436. 1437. 1438. 1439. 1440. 1441. 1442. 1443. 1444. 1445. 1446. 1447. 1448. 1449. 1450. 1451. 1452. 1453. 1454. 1455. 1456. 1457. 1458. 1459. 1460. 1461. 1462. 1463. 1464. 1465. 1466. 1467. 1468. 1469. 1470. 1471. 1472. 1473. 1474. 1475. 1476. 1477. 1478. 1479. 1480. 1481. 1482. 1483. 1484. 1485. 1486. 1487. 1488. 1489. 1490. 1491. 1492. 1493. 1494. 1495. 1496. 1497. 1498. 1499. 1500. 1501. 1502. 1503. 1504. 1505. 1506. 1507. 1508. 1509. 1510. 1511. 1512. 1513. 1514. 1515. 1516. 1517. 1518. 1519. 1520. 1521. 1522. 1523. 1524. 1525. 1526. 1527. 1528. 1529. 1530. 1531. 1532. 1533. 1534. 1535. 1536. 1537. 1538. 1539. 1540. 1541. 1542. 1543. 1544. 1545. 1546. 1547. 1548. 1549. 1550. 1551. 1552. 1553. 1554. 1555. 1556. 1557. 1558. 1559. 1560. 1561. 1562. 1563. 1564. 1565. 1566. 1567. 1568. 1569. 1570. 1571. 1572. 1573. 1574. 1575. 1576. 1577. 1578. 1579. 1580. 1581. 1582. 1583. 1584. 1585. 1586. 1587. 1588. 1589. 1590. 1591. 1592. 1593. 1594. 1595. 1596. 1597. 1598. 1599. 1600. 1601. 1602. 1603. 1604. 1605. 1606. 1607. 1608. 1609. 1610. 1611. 1612. 1613. 1614. 1615. 1616. 1617. 1618. 1619. 1620. 1621. 1622. 1623. 1624. 1625. 1626. 1627. 1628. 1629. 1630. 1631. 1632. 1633. 1634. 1635. 1636. 1637. 1638. 1639. 1640. 1641. 1642. 1643. 1644. 1645. 1646. 1647. 1648. 1649. 1650. 1651. 1652. 1653. 1654. 1655. 1656. 1657. 1658. 1659. 1660. 1661. 1662. 1663. 1664. 1665. 1666. 1667. 1668. 1669. 1670. 1671. 1672. 1673. 1674. 1675. 1676. 1677. 1678. 1679. 1680. 1681. 1682. 1683. 1684. 1685. 1686. 1687. 1688. 1689. 1690. 1691. 1692. 1693. 1694. 1695. 1696. 1697. 1698. 1699. 1700. 1701. 1702. 1703. 1704. 1705. 1706. 1707. 1708. 1709. 1710. 1711. 1712. 1713. 1714. 1715. 1716. 1717. 1718. 1719. 1720. 1721. 1722. 1723. 1724. 1725. 1726. 1727. 1728. 1729. 1730. 1731. 1732. 1733. 1734. 1735. 1736. 1737. 1738. 1739. 1740. 1741. 1742. 1743. 1744. 1745. 1746. 1747. 1748. 1749. 1750. 1751. 1752. 1753. 1754. 1755. 1756. 1757. 1758. 1759. 1760. 1761. 1762. 1763. 1764. 1765. 1766. 1767. 1768. 1769. 1770. 1771. 1772. 1773. 1774. 1775. 1776. 1777. 1778. 1779. 1780. 1781. 1782. 1783. 1784. 1785. 1786. 1787. 1788. 1789. 1790. 1791. 1792. 1793. 1794. 1795. 1796. 1797. 1798. 1799. 1800. 1801. 1802. 1803. 1804. 1805. 1806. 1807. 1808. 1809. 1810. 1811. 1812. 1813. 1814. 1815. 1816. 1817. 1818. 1819. 1820. 1821. 1822. 1823. 1824. 1825. 1826. 1827. 1828. 1829. 1830. 1831. 1832. 1833. 1834. 1835. 1836. 1837. 1838. 1839. 1840. 1841. 1842. 1843. 1844. 1845. 1846. 1847. 1848. 1849. 1850. 1851. 1852. 1853. 1854. 1855. 1856. 1857. 1858. 1859. 1860. 1861. 1862. 1863. 1864. 1865. 1866. 1867. 1868. 1869. 1870. 1871. 1872. 1873. 1874. 1875. 1876. 1877. 1878. 1879. 1880. 1881. 1882. 1883. 1884. 1885. 1886. 1887. 1888. 1889. 1890. 1891. 1892. 1893. 1894. 1895. 1896. 1897. 1898. 1899. 1900. 1901. 1902. 1903. 1904. 1905. 1906. 1907. 1908. 1909. 1910. 1911. 1912. 1913. 1914. 1915. 1916. 1917. 1918. 1919. 1920. 1921. 1922. 1923. 1924. 1925. 1926. 1927. 1928. 1929. 1930. 1931. 1932. 1933. 1934. 1935. 1936. 1937. 1938. 1939. 1940. 1941. 1942. 1943. 1944. 1945. 1946. 1947. 1948. 1949. 1950. 1951. 1952. 1953. 1954. 1955. 1956. 1957. 1958. 1959. 1960. 1961. 1962. 1963. 1964. 1965. 1966. 1967. 1968. 1969. 1970. 1971. 1972. 1973. 1974. 1975. 1976. 1977. 1978. 1979. 1980. 1981. 1982. 1983. 1984. 1985. 1986. 1987. 1988. 1989. 1990. 1991. 1992. 1993. 1994. 1995. 1996. 1997. 1998. 1999. 2000. 2001. 2002. 2003. 2004. 2005. 2006. 2007. 2008. 2009. 2010. 2011. 2012. 2013. 2014. 2015. 2016. 2017. 2018. 2019. 2020. 2021. 2022. 2023. 2024. 2025. 2026. 2027. 2028. 2029. 2030. 2031. 2032. 2033. 2034. 2035. 2036. 2037. 2038. 2039. 2040. 2041. 2042. 2043. 2044. 2045. 2046. 2047. 2048. 2049. 2050. 2051. 2052. 2053. 2054. 2055. 2056. 2057. 2058. 2059. 2060. 2061. 2062. 2063. 2064. 2065. 2066. 2067. 2068. 2069. 2070. 2071. 2072. 2073. 2074. 2075. 2076. 2077. 2078. 2079. 2080. 2081. 2082. 2083. 2084. 2085. 2086. 2087. 2088. 2089. 2090. 2091. 2092. 2093. 2094. 2095. 2096. 2097. 2098. 2099. 2100. 2101. 2102. 2103. 2104. 2105. 2106. 2107. 2108. 2109. 2110. 2111. 2112. 2113. 2114. 2115. 2116. 2117. 2118. 2119. 2120. 2121. 2122. 2123. 2124. 2125. 2126. 2127.

серноокислого серебра, то его вводят до прибавления хромовой кислоты, закрывают воронку и нагревают колбу на слабом огне. Нагревание до момента кипения занимает около 15—20 мин. В присутствии катализатора (серноокислого серебра) кипятят 15—20 мин.; при отсутствии его кипятят 40—50 мин.

2. 4. Открывают кран перед батареей для улавливания углекислоты из воздуха и при помощи аспиратора в течение 30—40 мин. протягивают ток воздуха.
2. 5. После поглощения углекислоты приборы снимают, охлаждают около весов в течение 15 мин. и взвешивают для определения количества углекислоты, выделившейся при сжигании органического вещества. Для пересчета на углерод пользуются множителем 0,373. Результат выражают в процентах по отношению к абсолютно сухому и беззольному веществу ила.

3. Ход определения в пробах, содержащих карбонаты

3. 1. В колбу с навеской пробы ила приливают 25 мл 10⁰,₀-ной серной кислоты, жидкость взбалтывают и для полного разложения карбонатов нагревают содержимое колбы до кипения. Кипятят 5 мин.
3. 2. Присоединяют колбу к холодильнику и через прибор протягивают ток воздуха в течение 30—45 мин.
3. 3. Присоединяют взвешенные поглотительные приборы и приливают в колбу сначала 45 мл серной кислоты, уд. вес 1,84, затем 5 мл раствора хромовой кислоты (1 г серноокислого серебра вводят в колбу перед добавлением серной кислоты). Дальше поступают как описано выше (2.3—2.5) [39].

11. ОБЪЕМНЫЙ ВЕС ОСАДКА

Из средней пробы отбирают осадок в предварительно взвешенный литровый цилиндр, объем доводят до метки и цилиндр взвешивают вторично.

Цилиндр заполняют осадком следующим установленным приемом: каждые 100 мл осадка, положенные в цилиндр, разравнивают и уплотняют пятикратным постукиванием ладонью по дну цилиндра.

Величина объемного веса выражается отношением веса осадка к его объему.

12. МЕХАНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ОСАДКА И ПЕСКА

Механический анализ осадка производят на ситах Кюппа с расчленением на фракции по крупности частиц в пределах от 10—

8 мм до 1 мм (число фракций 6-7). Песок сортируют на фракции на ситах с более мелкими отверстиями: от 1,0 до 0,15 мм (число фракций 5-6).

Ход механического анализа осадка

Навеску осадка для механического анализа берут из хорошо перемешанной средней пробы, содержащей около 10 г сухого вещества, что устанавливают определением влажности в отдельно взятой навеске.

Обычно берут для анализа 200—250 г влажного осадка и подвергают его последовательной сортировке в порядке уменьшения размера отверстий сит. Для этого каждое сито помещают в большую фарфоровую чашку, пропускают через него пробу осадка и оставшийся на сите осадок тщательно промывают водопроводной водой при помощи кисточки.

Осадок вместе с промывными водами пропускают через следующее сито и вновь промывают.

Все промывные воды (обычно в количестве 1—1,5 л для осадка из отстойников и 2—2,5 л для осадка из метантенков) собирают для выделения из них фракции с частицами размером меньше 1 мм.

Для „свежего“ осадка из первичных отстойников промывные воды и осадок, прошедший все сита, отстаивают в течение 2 часов и осветленную после отстаивания жидкость сливают сифоном. Осадок переносят в предварительно взвешенную фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане.

Для „зрелого“ осадка из метантенков из общего объема осадка, прошедшего через все сита вместе с промывными водами, берут среднюю пробу в количестве 500 мм и выпаривают на водяной бане в предварительно взвешенной фарфоровой чашке.

Полученные фракции осадка с сит также подвергают сушке на водяной бане после перенесения их в предварительно взвешенные фарфоровые чашки.

Затем все чашки досушивают в сушильном шкафу, где выдерживают в течение 2—3 час. при температуре 105° С. По охлаждению (через 30 мин.) чашки взвешивают.

Результаты анализа выражаются в процентах по отношению к навеске взятого для анализа сухого осадка.

Ход механического анализа песка

Механический анализ песка обычно производят после просушки на водяной бане средней пробы, отмытой от органических примесей. Навеску песка (250—300 г) досушивают до воздушносухого состояния. Подсушенный песок просеивают через сита в последовательности уменьшения размера отверстий сит.

Отдельные фракции песка переносят в предварительно взвешенные фарфоровые чашки. Взвешивают непосредственно после рассева.

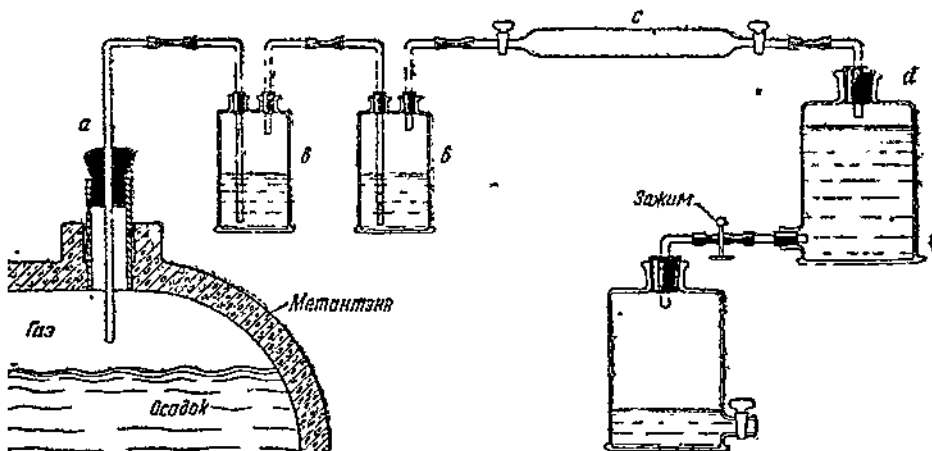
Результаты выражаются в процентах по отношению ко взятой для анализа навеске сухого песка.

IV. Газ

Анализ газов брожения из осадка сточных вод

Взятие пробы газа. При наличии крана на газопроводе для взятия пробы присоединяют один конец каучуковой трубки к отверстию крана, а другой конец к поглотительным склянкам, пипетке и аспиратору.

В случае отсутствия специально устроенного крана на газопроводе пробу газа можно брать непосредственно из газового колпака, имеющего отверстие для установки манометра, контролирующего давление в газовом пространстве метантенка или эмшерского бассейна. Для этого в отверстие газового колпака вводят каучуковую трубку *a*. Свободный ее конец присоединяют к поглотительным склянкам Дрекселя *b*, *b* для поглощения сероводорода раствором иода. За склянкой Дрекселя следует газовая пипетка *c*, соединенная, в свою очередь, с аспиратором *d* объемом в 9—12 л, заполненным водой (фиг. 5).



Фиг. 5. Схема расположения приборов для взятия газовой пробы из метантенка.

Газовая пипетка, перед взятием пробы газа, должна быть также заполнена водой, насыщенной исследуемым газом или подкисленной серной кислотой.

Прежде чем брать пробу прибор проверяют на герметичность. При взятии пробы струю газа пропускают довольно медленно так, чтобы можно было считать в склянках Дрекслея газовые пузырьки. Обычно для взятия пробы на сероводород пропускают около 8—10 л газа, на что уходит 2—2 $\frac{1}{2}$ часа.

Кроме сероводорода в газе определяют содержание углекислоты, водорода и метана. Кислород определяют для проверки присутствия в пробе воздуха и для расчета поправки на содержание воздуха в газопроводе.

1. СЕРОВОДОРОД

1. Реактивы

1. 1. 0,01 *n* раствор иода готовят разбавлением в 10 раз 0,1 *n* раствора, который готовят так: 12,69 г чистого возогнанного иода всыпают в литровую колбу, в которой уже находится 15—18 г концентрированного раствора KI, закрывают колбу, взбалтывают содержимое до полного растворения и доливают до метки дистиллированной водой. Нормальность иода устанавливают по гипосульфиту.
1. 2. 0,1 *n* соляная кислота — 8,2 мл концентрированной HCl, уд. вес 1,19, доводят дистиллированной водой до объема 1 л.
1. 3. 0,01 *n* раствор гипосульфита (см. главу 4, I—II—B).

2. Ход определения

2. 1. Сероводород определяют поглощением его подкисленным раствором 0,01 *n* иода, налитым в склянки Дрекслея. В первую склянку наливают 30 мл раствора 0,01 *n* иода, во вторую — 25 мл того же раствора.
2. 2. В каждую склянку прибавляют по 2 мл 0,1 *n* соляной кислоты.
2. 3. Избыток не прореагировавшего иода титруют 0,01 *n* гипосульфитом.

Вычисление: 1 мл 0,01 *n* иода соответствует 0,111 мл сероводорода при 0° и 760 мм атм. давления.

Если на обратное титрование пошло *a* мл серноватистокислого натрия, то число миллилитров иода, связанного с H₂S, будет $b = 30 + 25 - a$.

Тогда процент H₂S

$$x = \frac{b : 0,111 \cdot 100}{c}$$

где *c* — число миллилитров газа, пропущенного во время взятия пробы.

2. УГЛЕКИСЛОТА И КИСЛОРОД

1. Реактивы

1. 1. Едкий калий 1:2 для поглощения углекислоты.
1. 2. Щелочной раствор пирогаллола для поглощения кислорода — раствор готовят следующим образом: 85 г едкого калия растворяют в 200 мл воды, а 30 г пирогаллола растворяют в 60 мл горячей дистиллированной воды, затем 160 мл раствора едкого калия быстро смешивают с приготовленным раствором пирогаллола.

2. Ход определения

Определение ведут в приборе Норзе или в аппарате ВТИ [25].

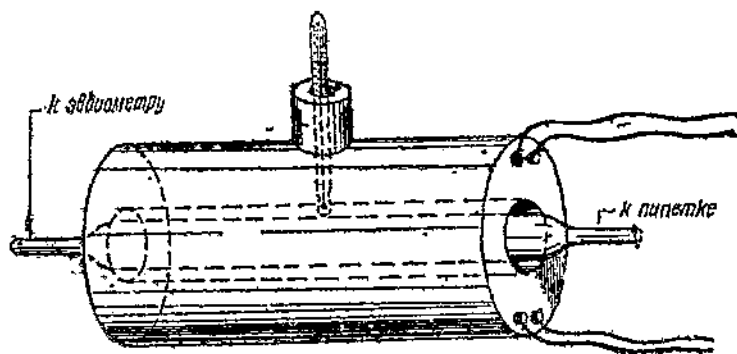
Пипетку с пробой газа помещают в стакан, наполненный водой, подкисленной серной кислотой. Под водой открывают кран пипетки. Второй ее кран при помощи каучуковой трубки присоединяют к прибору. Гребенку прибора два раза промывают исследуемым газом и лишь после этого наполняют им бюретку для анализа.

Поглощение CO_2 и O_2 ведут последовательно. Ход определения обычен для анализа газа [14].

3. ВОДОРОД И МЕТАН

Горючие газы определяют по методу Егера.

Сжигание ведут над окисью меди, помещенной в кварцевой трубке (фиг. 6). Запирающей жидкостью служит ртуть.



Фиг. 6. Прибор для определения метана и водорода.

Ход определения

После определения углекислоты и освобождения от кислорода газ промывают в приборе Норзе или в аппарате ВТИ в поглощательной пипетке, наполненной водой, подкисленной серной кислотой.

После этого часть газа (25—30 мл) переводят в бюретку Гемпеля, наполненную ртутью. Бюретку присоединяют к кварцевой трубке, наполненной окисью меди и заключенной в печь для сжигания. Свободный конец трубки присоединяют к пипетке Гемпеля, наполненной раствором едкого калия (1:2).

Первоначально сжигают водород при температуре 270—280° С. Температуру замеряют термометром, укрепленным в кожухе печи.

Пробу газа медленно, при помощи напорной склянки, пропускают в пипетку с едким калием и обратно в бюретку.

Сжигание обычно длится 30—40 мин.

Вычисление: разница между взятым объемом газа и остатком после сжигания при 270° С дает количество мл водорода во взятом объеме, который, будучи пересчитан на весь объем газа, оставшегося после определения углекислоты и кислорода, дает количество водорода в процентах.

После определения водорода выключают реостат, вынимают термометр, накаливают кварцевую трубку до красного каления и вновь пропускают оставшийся газ. Сгорание метана идет около 30 мин.

Количество метана определяют аналогично расчету водорода [14].

Результаты анализа газа с поправкой на кислород воздуха выражают в объемных процентах при 0° и 760 мм атм. давления, пользуясь для этой цели таблицами Гессе [23].

V. Выражение результатов химических анализов

Описанные методы химических определений, в основном, сводятся к весовому и объемному анализам. Эти методы требуют точного измерения масс и объемов участвующих в реакциях химических веществ, что может быть соблюдено лишь при условии пользования мерной, точно калиброванной посудой, и умелого обращения с аналитическими весами.

Однако различные методы определения одного и того же вещества могут дать результаты различной степени точности, в зависимости от условий ведения анализа и чувствительности выбранного метода.

Выбор метода определения того или другого ингредиента зависит от количества его в исследуемом образце. Чем меньше количество его в литре, тем чувствительнее должен быть выбран метод и точнее дан результат.

При сравнении результатов анализа необходимо учитывать, чтобы методы определения были выбраны одинаковые, строго соблюдены все условия хода процедур и результаты были выражены в одинаковых единицах расчета. Обычно все результаты химических определений выражают в миллиграммах на литр, допуская условно вес

1 л сточной или очищенной жидкости равным 1 кг. Для удобства чтения результатов анализа и возможности сопоставления контрольного материала различных очистных станций необходимо соблюдать единообразие в форме выражения результатов анализа.

Так, при определении различных соединений азота — аммонийного, нитритного, нитратного и общего — результаты анализа даются в миллиграммах азота на литр.

Окисляемость, биохимическая потребность в кислороде и растворенный кислород выражают в миллиграммах кислорода на литр жидкости.

Хлориды вычисляют в мг Cl на литр (мг/л).

Фосфаты в виде P_2O_5 — мг/л.

Сульфаты в виде SO_4 — мг/л.

Железо окисное и закисное перечисляют на Fe.

Результаты определений щелочности и летучих жирных кислот выражают в миллиэквивалентах, т. е. числом миллилитров нормальной кислоты или щелочи, идущих на нейтрализацию литра исследуемой жидкости.

При анализе осадка или активного ила результаты выражают в процентах по отношению к абсолютно-сыхому и беззольному веществу.

Результаты анализа газа выражают в объемных процентах при нормальных условиях: при температуре $0^{\circ}C$ и 760 мм атм. давления.

При записи числовых результатов необходимо установить количество значащих цифр после запятой, что определяется повторностью последнего десятичного знака в параллельных пробах. Числовой результат, выраженный большим числом значащих цифр после запятой, может создать ложное представление о его точности.

В санитарно-техническом анализе результаты определений выражают с различной степенью точности, в зависимости от содержания вещества в литре или 100 г навески и выбранного метода анализа. Для хлоридов, окисляемости, азота — по методу Крапивина и БПК₅ результаты выражают в целых числах, отбрасывая цифру после запятой, если она меньше 5, и прибавляя единицу, если она равна или больше 5.

Для взвешенных веществ, потери при прокаливании, плотного остатка и растворенного кислорода достаточно одной значащей цифры после запятой. Если в результате вычислений последняя значащая цифра при этом равна нулю, то ее необходимо вводить в запись.

Сульфаты, фосфаты, железо, азот нитритов, нитратов и аммиака по Несслеру обычно выражают не больше чем с двумя цифрами после запятой, так как излишние знаки вызывают сомнение в их достоверности.

Запись получаемых результатов анализа обычно ведут в рабочих журналах, где отмечают количества взятого для анализа вещества, израсходованного реактива и формулу для расчета результата.

При составлении таблиц или сводок оценки работы сооружений, на основании данных контрольных анализов, пользуются соответствующими сооружениям формами отчетности, что значительно облегчает просмотр контрольного материала персоналом, работающим на очистных сооружениях.

Для образца в приложении даются формы отчетности, принятые для сооружений Московской канализации.

ГЛАВА ПЯТАЯ

МЕТОДЫ БАКТЕРИОЛОГИЧЕСКОГО АНАЛИЗА СТОЧНЫХ ВОД

Бактериологический анализ сточных вод распадается на три стадии работ:

- I. Подготовка посуды и питательной среды.
- II. Выемка проб и доставка их в лабораторию.
- III. Собственно бактериологический анализ.

I. Подготовительные работы

1. ПОДГОТОВКА СТЕРИЛЬНОЙ ПОСУДЫ

Посуда, применяемая при бактериологическом анализе: чашки Петри, пробирки, пипетки, склянки для выемки проб и пр., должны быть перед стерилизацией тщательно вымыты и высушены. Колбы, пробирки, пипетки должны быть закупорены ватными пробками. Чашки Петри и пипетки укладывают в металлические футляры. При отсутствии подобных футляров чашки Петри и пипетки завертывают в бумагу (каждый предмет отдельно или по 3—5 вместе).

Горлышко колб и склянок поверх ватной пробки закрывают бумагой, обвязываемой ниже пробки. Пробирки, закупоренные ватными пробками, не завертывают в бумагу, но стерилизуют в корзинках из металлической сетки, обвязанных сверху бумагой.

Стеклопосуда, еще не бывшая в употреблении, иногда во время стерилизации выделяет в питательную среду щелочь. Поэтому посуду, прежде чем пускать в работу, необходимо прокипятить в 1%-ном растворе соляной кислоты, а затем промыть водой под краном до исчезновения кислой реакции в промывной воде.

Приготовленную для стерилизации посуду укладывают в печь Пастера или в сушильный шкаф. При этом необходимо следить, чтобы ни один стерилизуемый предмет не прикасался к стенкам или дну печи, так как там температура выше необходимой.

Время стерилизации — 1 час при 170° С или 2 часа при 160° С.

Посуду из печи по окончании стерилизации можно вынимать только после того, как печь полностью остынет. До этого открывать дверцу печи не следует, так как от резкой разницы в температуре при преждевременном открывании печи стерилизуемая стеклянная посуда может полопаться.

2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПИТАТЕЛЬНОЙ СРЕДЫ

Применяемую в контрольном бактериологическом анализе питательную среду: (мясопептонный агар, среда Эндо и среда Эймана) перед употреблением нужно простерилизовать в автоклаве.

Автоклав дает при повышенном давлении температуру кипения воды выше 100° С. Обычно применяют давление в 1,5 или 2,0 атм., например:

| при давлении пара | температура кипения воды |
|-------------------|--------------------------|
| атм. | ° С |
| 1,5 | 112 |
| 2,0 | 121 |
| 3,0 | 134 |
| 4,0 | 145 |
| 5,0 | 153 |

Работу с автоклавом ведут в следующем порядке: в автоклав наливают воду до середины водомерной трубки, открывают выпускной кран¹, крышку автоклава завинчивают² и начинают подогревание. Воздух, выходящий из автоклава через выпускной кран, идет далее по резиновой трубке в воду и, ударяясь о стенки стеклянной бутылки, дает характерный треск. Треск этот указывает, что в автоклаве еще находится воздух.

Когда треск прекратится (т. е. когда пойдет сухой пар), выпускной кран можно закрывать. После этого надо наблюдать за манометром. В момент, когда стрелка его покажет желаемое давление, нагревание несколько уменьшают и затем регулируют так, чтобы давление держалось нужное время на одном уровне.

По истечении срока, необходимого для стерилизации, нагревание прекращают — давление начинает спадать. Когда стрелка манометра упадет до нуля, можно открыть выпускной кран (вытянув перед этим резиновую трубку из воды), впустить в автоклав воздух, отвинтить крышку автоклава и вынуть простерилизованный материал.

¹ На выпускной кран надевают резиновую трубку, погруженную другим своим концом в воду, налитую в большую стеклянную бутылку.

² Гайки нужно завинчивать не последовательно одну за другой, а парно, противоположно лежащие, одновременно обеими руками.

Автоклав используют для стерилизации большинства питательных сред, а также сложной стеклянной аппаратуры, в состав которой входят резиновые трубки или другие составные части из резины, так как резина не выдерживает стерилизации в сушильном шкафу.

Время от времени (раз в 3—4 месяца) необходимо контролировать температуру, получаемую внутри автоклава.

Это делается при помощи соответствующих индикаторов, которые в запаянных пробирках помещают в стерилизуемую жидкость. Индикаторами служат следующие вещества:

1) антипирин со следами метиленовой синьки — антипирин плавится около 113°C и окрашивается в синий цвет;

2) серный цвет со следами фуксина — серный цвет плавится около 115°C и окрашивается в красный цвет;

3) бензойная кислота со следами метиленовой синьки — бензойная кислота плавится около 121°C и окрашивается в синий цвет.

При отсутствии автоклава стерилизацию питательной среды проводят в аппарате Коха, дающем температуру не выше 100°C . Стерилизацию ведут по 1 часу 3 раза с перерывами в 24 часа. Воды в стерилизатор наливают до половины водомерной трубки. Началом стерилизации считают момент, когда температура на установленном в крышку термометре достигнет 99°C .

а) Приготовление мясо-пептонного агара

Мясо-пептонный агар (МПА) готовят по следующему рецепту:

дистиллированной воды — 1 л,

агара — 20 г,

пептона — 10 г,

мясного экстракта ¹ 1 — 5 г.

Смесь нагревают до растворения агара в кипятыльнике Коха или текучим паром в автоклаве (с нездвинченной крышкой).

После растворения агару дают остыть до 50°C и затем среду подщелачивают 0,1 л раствором едкого натрия до $\text{pH} = 7,3 - 7,4$; величину pH определяют по методу Джиллесп² (см. главу IV, определение 5. Методы химического анализа сточных вод) с индикатором фенолрот. При этом реакцию среды сначала подгоняют к нейтральной приблизительно (3 капли индикатора плюс 3 капли питательной среды в белой фарфоровой чашечке), а затем уже точно при помощи компаратора.

¹ Мясной экстракт отвешивают в стеклянном стаканчике, растворяют при подогревании в дистиллированной воде и вливают в общую смесь мясо-пептонного агара.

² Допускается определение pH любым методом, однако метод Джиллеса рекомендуется как один из наиболее удобных.

Когда установлена требуемая величина рН, к среде прибавляют сбитый белок из расчета один белок на 1 л МПА¹.

Перед сбиванием белок смешивают с равным объемом дистиллированной воды.

Питательную среду после того, как к ней добавлен сбитый белок,¹ ставят в автоклав и нагревают там в течение 15 мин. при 115° С.

Когда давление в автоклаве спадет, горячую среду тотчас же из него вынимают и фильтруют через воронку для горячего фильтрования.

Перед фильтрацией стенки стеклянной воронки обкладывают слоем ваты (под которую кладут кусок марли²), вату смачивают кипятком и после этого начинают фильтрацию мясо-пептонного агара.

В профильтрованном мясо-пептонном агаре проверяют рН (если нужно, подправляют), после чего агар разливают по стерильным пробиркам и в большие колбы (в запас)³.

Для разливания следует употреблять стерильные пробирки, наливая в каждую по 10 мл питательной среды. При этом особенно важно не замочить края пробирок, так как это повлечет за собой в дальнейшем приклеивание ватных пробок.

Мясо-пептонный агар, разлитый по колбам и пробиркам, стерилизуют в автоклаве при 120° С в течение 20 мин.

После стерилизации, для контроля, все без исключения пробирки и колбы ставят на сутки в термостат при 37° С.

Приготовленный мясо-пептонный агар хранят в темном, холодном и влажном помещении, например, в холодильнике.

Мясной экстракт может быть заменен мясной водой, которую готовят следующим образом: 500 г мяса без жира и сухожилий заливают 1 л дистиллированной воды и оставляют в холодильнике в течение суток. Полученный настой процеживают через марлю. Доводят объем настоя дистиллированной водой до 1 л. Разливают в колбы и стерилизуют в автоклаве при 120° С в течение 30 мин.

Приготовленная таким образом мясная вода может служить заменителем мясного экстракта при приготовлении агара. При этом мясо-пептонный агар готовят по следующему рецепту:

мясной воды — 1 л,

агара — 20 г,

¹ Яйца для этой цели нужно употреблять совершенно свежие. Белок от несвежих яиц не осветляет, а дает еще большую муть.

² Благодаря марле вата не проваливается, и, кроме того, экономится среда, так как вату с марлей впоследствии отжимают и выжатый агар вновь используют. При этом агар уже не фильтруют, а отстаивают в мензурке, причем по застывании его нижней непрозрачную часть отрезают.

³ Не следует создавать слишком большого запаса МПА, так как агаровый студень сравнительно быстро сохнет.

пептона — 10 г,
хлористого натрия — 5 г.

Дальнейшие процессы изготовления агара ведут указанным выше методом.

Примечание. Настоящая рецептура приготовления мясо-пептонного агара относится только к очищенному (первосортному агару). Неочищенный и, так называемый, „одесский“ агар не может быть пущен в работу непосредственно, а нуждается в некоторой предварительной обработке.

По внешнему виду этот низкосортный агар легко узнать, пластинки его имеют темно-зеленый, а иногда даже и черный цвет.

Обработка его состоит в промывании 10%-ным раствором хлористого натрия, причем промывной раствор меняют 4 раза в сутки в течение 2-3 дней.

Операцию прекращают, когда промывная вода будет совершенно бесцветна. Затем агаровые пластинки нужно отмыть от хлористого натрия. Критерием конца этой операции служит прекращение образования осадка с азотно-кислым серебром¹.

Промытый таким образом агаровый студень может быть пущен в работу, причем, зная вес первоначально взятого сухого агара и вес полученного студня, находят процент агара в полученном студне.

Для приготовления мясо-пептонного агара употребляют на 1 л 90 г подобного агара (вместо 20 г первосортного).

Примечание. Вместо яичного белка можно пользоваться кровяной сывороткой (25 мл ее на 1 л среды).

б) Приготовление среды Эндо.

Приготавливают 3%-ный мясо-пептонный агар по указанному методу с той лишь разницей, что подщелачивают его не до $pH = 7,3-7,4$, а до $pH = 7,8-7,9$, разливают в колбочки до 200 мл в каждую и стерилизуют 20 мин, при $120^{\circ}C$.

В таком виде агар хранят в холодном, темном и влажном помещении. За двое суток до посева нужное количество колбочек отбирают, содержимое их нагревают и после разжижения в каждую из них добавляют:

1) 2 г химически чистой лактозы², предварительно растворенной в стерильной пробирке стерильной дистиллированной водой, прокипяченной на водяной бане в течение 5 мин.;

¹ Должна получаться одинаковая муть как в промывной, так и в водопроводной воде.

² Отвешивать лактозу следует при соблюдении следующих условий: 1) открывать банку с лактозой не руками, а стерильным пинцетом, 2) доставать лактозу из банки стеклянной лопаточкой, предварительно простерилизованной в отдельном пакете в сушильном шкафу, 3) отвешивать лактозу в стеклянный, предварительно простерилизованный стаканчик.

2) 0,5 г кристаллического сернисто-кислого натрия, растворенного в стерильной пробирке стерильной дистиллированной водой (в случае безводного сернисто-кислого натрия берут навеску в 0,25 г);
3) 1 мл 10%-ного спиртового раствора основного фуксина.

После добавления этих веществ содержимое колбочки вновь нагревают и доводят до кипения, а затем сразу же питательную среду разливают в стерильные чашки Петри с таким расчетом, чтобы из колбочки с 200 мл среды Эндо получалось не более 18—20 чашек.

Когда горячая среда Эндо, разлитая в чашки Петри, полностью застынет, чашки открывают и ставят для подсушки на 40 мин. в термостат при 37° С. После этого среда готова к употреблению.

Приготовленную среду Эндо, разлитую в чашки Петри, хранят в темноте, во влажной и холодной атмосфере. Чашки Петри ставят в перевернутом виде.

Примечания: 1. При приготовлении новой порции среды Эндо необходимо проверять кристаллический сернисто-кислый натрий, так как он иногда окисляется в сульфат натрия. Проверку производят следующим образом: небольшое количество сернисто-кислого натрия растворяют дистиллированной водой в пробирке, после чего к нему прибавляют 1-2 капли 10% раствора хлористого бария. Обычно, в случае неокисленного сернисто-кислого натрия, не должно получаться очень резкой муты. Если же эта муть все же образуется, то для среды Эндо следует отвешивать не 0,5 г сернисто-кислого натрия, а несколько больше, причем критерием служит цвет среды Эндо, налитой в чашку Петри. В нормальных условиях (т. е. при употреблении неокисленного сернисто-кислого натрия) среда имеет при рассматривании чашки Петри сбоку бледно-розовый цвет, а при рассматривании сверху она бесцветна.

При употреблении же окисленного сернисто-кислого натрия цвет среды Эндо сдвигается в сторону появления красного и даже темнокрасного цветов.

2. Основной раствор фуксина готовят следующим образом: 10 г основного фуксина доводят 95%-ным этиловым спиртом в первом цилиндре до 100 мл. После стояния в течение суток раствор фуксина сливают при помощи сифона с оставшейся нерастворенной краски и фильтруют, после чего он готов к употреблению.

в) Приготовление среды Эйкмана

Питательную среду Эйкмана готовят по следующему рецепту:

дистиллированной воды — 1 л,
пептона — 100 г,

глюкозы — 100 г,
хлористого натрия — 50 г.

Отвешивают пептон и хлористый натрий, растворяют в воде, кипятят и фильтруют.

Затем отдельно отвешивают глюкозу¹ и добавляют к профильтрованной смеси пептона и хлористого натрия. Общий объем смеси доводят водой до 1 л, после чего среду подщелачивают 0,1 л едким натром до $\text{pH} = 7,4$, разливают по бродильным трубкам и стерилизуют в аппарате Коха 3 дня подряд (в один и тот же час) по полчаса.

Примечания: 1. Количество среды Эйкмана, которое наливают в бродильную трубку, зависит от объема исследуемой воды. Этим определяется размер самой трубки. Так, в трубки на 100 мл исследуемой воды наливают по 10 мл среды Эйкмана, в трубки же на 10 мл отмеривают по 1 мл этой среды, т. е. среда Эйкмана и исследуемая вода смешиваются в пропорции 1:10.

2. Бродильные трубки могут быть заменены колбами и пробирками, в которые опущены маленькие пробирки, опрокинутые кверху дном для сбора газа.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТЕРИЛИЗОВАННОГО РАСТВОРА ДЛЯ РАЗВЕДЕНИЯ ИССЛЕДУЕМЫХ ОБЪЕКТОВ

Стерилизованный раствор для разведения исследуемых объектов² готовят по следующему рецепту:

дистиллированной воды — 1 л,
пептона — 0,3 г,
мясного экстракта — 0,2 г,
мочевины — 0,05 г,
сернокислого натрия — 0,05 г,
хлористого натрия — 0,015 г,
хлористого калия — 0,007 г,
сернокислого магния — 0,005 г.

Все вещества смешивают, устанавливают pH от 7,3 до 7,4, после чего среду наливают в бутыл с сифоном и бюреткой (из которой обычно производят разливку воды для разведений) и все стерилизуют в автоклаве при 120°C в течение 2 час.

В случае отсутствия указанных реактивов допускается замена „раствора для разведения исследуемых объектов“ стерилизованной водопроводной водой.

¹ При отвешивании глюкозы нужно соблюдать те же условия, что и при отвешивании лактозы (см. выше).

² Раствор искусственной сточной жидкости слабой концентрации.

II. Выемка проб и доставка их в лабораторию

Посуда, служащая для набора проб, должна быть предварительно закрыта ватными пробками и простерилизована. Употребление притертых, резиновых и корковых пробок не допускается.

Для набора проб нехлорированной (натуральной) сточной жидкости, при затруднениях со стерилизацией, может быть использована не стерильная, но хорошо промытая посуда.

Посуду вынимают из упаковки (металлических цилиндров или бумажных пакетов) в самую последнюю минуту перед набором пробы. Ватную пробку и края посуды при этом фламбируют (обжигают) на спиртовой лампе или при помощи ватного факела (комочек ваты, смоченной спиртом, зажатый в щипцы, большой пинцет) или паяльной лампы.

Сточную жидкость набирают в посуду с таким расчетом, чтобы при доставке пробы в лабораторию ватная пробка не была смочена.

Количество сточной жидкости, необходимой для анализа, составляет: для сточной и очищенной жидкости 10 мл, а для хлорированной — до 500 мл (в зависимости от предполагаемого эффекта хлорирования).

В теплое время года (при температуре выше $+5^{\circ}\text{C}$) пробы необходимо доставлять в лабораторию в переносном леднике и немедленно подвергать анализу.

III. Производство бактериологического анализа

Желательно, чтобы окна помещения, где производят бактериологический анализ, выходили на север или, во всяком случае, были бы занавешены белыми шторами для защиты микроорганизмов от действия прямых солнечных лучей.

Анализ доставленных проб состоит в учете общего числа бактерий, растущих на мясо-пептонном агаре, и в учете показателя фекального загрязнения — кишечной палочки.

1. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ СТОЧНОЙ И ОЧИЩЕННОЙ ЖИДКОСТИ

Для понижения концентрации бактерий в сточных и очищенных водах применяют разбавление пробы специальным раствором, приготовленным по указанному выше рецепту (см. стр. 104). Степень разведения пробы зависит от бактериальной ее заселенности. Во всяком случае пробу следует разводить так, чтобы подсчитывалось не менее 30 и не более 300 колоний в 1 мл.

Если наблюдаемый объект хорошо изучен, то для каждой пробы берут два разведения, которые засевают каждое на одну чашку

Петри (всего две чашки). Если же наблюдаемый объект мало изучен, то для каждой пробы берут также два разведения, но засевают каждое из них на две чашки Петри (всего четыре чашки). Посев ведут при следующих условиях:

1) Ватная пробка пробирки и края ее должны быть фламбированы (обожжены).

2) Пипетку перед опусканием в воду пропускают через пламя, после чего вынимают из пробирки ватную пробку (зажав ее тыльной стороной безымянного пальца и мизинца), пипетку вводят до дна пробирки и через нее вдувают воздух для перемешивания содержимого пробирки.

Пипетка при переливании из нее воды в следующую пробирку должна находиться над самым уровнем воды, но не касаться ее. Не следует погружать пипетку ниже поверхности воды, так как при этом будет происходить обмывание наружной части пипетки.

4) При выдувании содержимого пипетки в пробирку, последнюю наружную каплю снимают прикосновением к стенке пробирки из самой поверхностью воды.

5) Для каждого разведения нужно употреблять отдельную пипетку, Посев одной и той же пипеткой из разных разведений не допускается.

Исследуемую жидкость засевают на мясо-пептонный агар и на среду Эндо при помощи пипетки емкостью в 1 мл.

На мясо-пептонный агар посев производят глубинным способом, на среду Эндо — поверхностным.

В обоих случаях для контроля ставят в термостат чашки с одной лишь питательной средой (контроль чистоты чашек Петри), с питательной средой плюс 1 мл стерилизованной искусственной стоиной жидкости (контроль стерильности воды, употребляемой для разведения). Всего для контроля ставятся 3—4 чашки Петри.

На крышках засеянных и контрольных чашек делают разметку восковым карандашом, чернилами или приклеивкой бумажных этикеток. Разметку следует делать до посева, указывая цифры пробы

(№) и разведения $\left(\frac{1}{100}; \frac{1}{10000} \right)$.

2. ПОСЕВ НА МЯСО-ПЕПТОННЫЙ АГАР

При посеве на чашку Петри после выдувания жидкости из пипетки, последнюю наружную каплю жидкости снимают прикосновением пипетки ко дну чашки. Расплавленный мясо-пептонный агар при заливании в чашки Петри должен иметь температуру 44-45° С. Перед выливанием каждую пробирку фламбируют. Влитый в чашку агар перемешивают с исследуемой жидкостью, что достигается осто-

рожным наклонением чашки Петри в разные стороны и круговыми вращательными движениями ее.

Для застывания мясо-пептонного агара чашки Петри ставят на строго горизонтальную поверхность зеркальных стекол.

После того, как питательная среда застыла, чашки Петри переворачивают и ставят в термостат при 37°C . Подсчет колоний бактерий производят через 24 часа проращивания посевов в термостате.

— Подсчет колоний бактерий на мясо-пептонном агаре

Количество выросших колоний бактерий подсчитывают при помощи лупы. Все без исключения выросшие колонии должны быть просчитаны. В крайнем случае, если на чашке Петри выросло более 300 колоний и анализа повторить нельзя, допускается подсчет части чашки и на этом основании вывод среднего значения. При этом, однако, должно быть просчитано не менее 40% площади чашки.

3. ПОСЕВ НА СРЕДУ ЭНДО

Чашки Петри с налитой в них и застывшей средой Эндо приносят из холодного и влажного помещения, где они хранились, в самый последний момент перед исследованием.

При внесении исследуемой жидкости в чашку Петри пипетка не должна касаться поверхности застывшей среды. Поэтому последнюю наружную каплю снимают прикосновением пипетки к внутренней стенке чашки, а не ко дну ее, как это делается при посеве на мясо-пептонный агар.

Количество внесенной на поверхность среды Эндо исследуемой жидкости должно быть не больше 1 мл. Жидкость осторожным покачиванием чашки распределяют равномерно по поверхности застывшей среды, после чего открытую чашку подсушивают при помощи вентилятора.

Подсушивать можно в аппарате любой формы и размера. Однако наиболее подходящ для этого полый цилиндр из пластмассы или фанеры, в который вделаны фанерные выдвигающиеся полки. На эти полки ставят открытые чашки Петри со средой Эндо, на которые уже налита испытуемая проба воды. В самом конце трубы установлен особый электрический вентилятор, создающий над чашками необходимое движение воздуха для их просушивания. Крышки с соответствующей разметкой ставят рядом с чашками.

Когда вода, нанесенная на поверхность питательной среды, испарится, чашки закрывают, переворачивают вверх дном и ставят в термостат при 37°C . Подсчет колоний бактерий начинают точно через 24 часа.

Подсчет колоний бактерий на среде Эндо

Колонии выросших бактерий подсчитывают при помощи лупы. Подсчет ведут лишь типичных колоний кишечной палочки, т. е. темнокрасных с металлическим блеском или без него, но имеющих, во всяком случае, темнокрасный центр.

4. ФОРМА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Число подсчитанных колоний записывают в протокольные тетради или специальные бланки, разграфленные следующим образом:

[illegible]

Записи делают чернилами. Помарки и исправления особо обозначать. Общее число бактерий, растущих на мясо-пептонном агаре, вписывают чернилами темного цвета (черными, лиловыми, синими), число кишечных палочек, растущих на среде Эндо, чернилами красного цвета.

Когда данные анализа из протокольных тетрадей или бланков выписывают в какие-либо другие ведомости, то цифры округляют во избежание излишней точности, лишаящей результаты анализа наглядности.

Цифры округляют со следующей точностью (при содержании колоний в 1 мл):

при числе колоний от 0 до 10 указывают точное их число,

при числе колоний от 11 до 100 округляют до ближайших 10,

при числе колоний от 101 до 10 000 округляют до ближай-
ших 100,

У при числе колоний от 10 001 до 100 000 округляют до ближайшей 1000.

при числе колоний от 190 001 до 1 000 000 округляют до ближайших 10 000,

при числе колоний от 1 000 001 до 10 000 000 округляют до ближайших 100 000,
при числе колоний от 10 000 000 и выше округляют до ближайшего 1 000 000.

Примечание. Цифры следует округлять в четную сторону увеличения (например, 150 округляется до 200, а не до 100).

5. АНАЛИЗ ХЛОРИРОВАННОЙ СТОЧНОЙ ИЛИ ОЧИЩЕННОЙ ЖИДКОСТИ

При хлорировании большое влияние на бактерицидный эффект имеет время контакта хлора со сточной или очищенной жидкостью. Поэтому посевы, необходимые для бактериологического контроля хлорированных сточных вод, нужно вести на месте взятия пробы. Если это невозможно, то следует нейтрализовать влияние остаточного хлора добавлением стерильного раствора гипосульфита в посуду, предназначенную для набора пробы.

Эффект хлорирования определяют подсчетом общего числа бактерий, растущих на мясо-пептонном агаре, и числа типичных кишечных палочек.

Общее количество бактерий в хлорированной сточной или очищенной жидкости определяют по подсчету колоний на мясо-пептонном агаре по описанным выше методам. Если количество кишечной палочки превышает или равно единице в 1 мл воды, анализ производят также по указанному выше методу (поверхностный посев на среду Эндо). В противном случае степень отмирания кишечной палочки определяют коли-титром.

В стерильные бродильные трубки со средой Эйкмана добавляют хлорированную сточную жидкость: 10 объемов сточной жидкости на 1 объем среды Эйкмана.

Исследование производят с различными количествами сточной жидкости в зависимости от предполагаемого действия хлора. Большею частью исследуют сточную жидкость в объемах от 100 до 0,1 мл. В этом случае серию трубок заражают дозами в 100, 10, 1, 0,1 и 0,01 мл воды. Зараженные бродильные трубки ставят на сутки в термостат при температуре от 44 до 45° С.

По прошествии суток трубки вынимают из термостата и просматривают.

Отсутствие газа и мути во всех бродильных трубках указывает на отсутствие кишечной палочки. Исследование на этом заканчивают.

Присутствие в том или ином разбавлении газа и мути или только одной мути требует пересева на среду Эндо. Пересев производят при помощи платиновой петли штрихом с тем, чтобы по-

лучить отдельные изолированные колонии. Зараженные чашки Петри со средой Эндо переворачивают и ставят в термостат при 37° С на сутки.

Через сутки чашки вынимают из термостада и рассматривают. Отсутствие типичных колоний, т. е. красных с металлическим блеском или без блеска, но с темнокрасным центром, указывает на отсутствие кишечной палочки. Исследование на этом заканчивают.

Наличие типичных колоний указывает на необходимость окраски их по Грамму и микроскопического изучения. При этом отсутствие в мазках грамотрицательных палочек указывает на отсутствие кишечной палочки. Исследование на этом заканчивают.

Присутствие коротких грамотрицательных палочек требует пересева в бродильные трубки со средой Эймса, разведенной для этого в 10 раз (т. е. всех веществ этой среды берут в 10 раз меньше, величина рН остается та же). Зараженные бродильные трубки ставят в термостат при 37° С на сутки.

Через сутки бродильные трубки вынимают и осматривают.

Наличие газа указывает на присутствие кишечной палочки, а отсутствие его дает отрицательный ответ. На этом исследование заканчивают.

Примечание. Окраску мазков по Грамму производят по следующему рецепту, указанному во временном стандарте качества водопроводной воды [12]:

1) на фиксированные мазки нужно положить кусочек фильтровальной бумаги (величиной больше мазка, но меньше предметного стекла);

2) на бумагу („фильтр“) накапать раствор краски генциан-виолет, приготовленной на карболовом растворе: в стеклянной ступке растереть 0,1 г генциан-виолета, 10,0 мл спирта и 5,0 г кристаллической карболовой кислоты; затем понемногу, все время растирая, добавить 100 мл дистиллированной воды. Краску наносят на препарат в таком количестве, чтобы бумажка была хорошо смочена, но не всплывала бы в избытке краски (иначе действие бумажки как фильтра сведется к нулю);

3) через 2 мин. снять бумажку;

4) обмыть препарат дистиллированной водой;

5) обработать препарат в течение 1 мин. раствором Люголя, приготовленным следующим образом: 2,0 г иодистого калия растворить в 5 мл дистиллированной воды и прибавить 1,0 г металлического иода; полученный раствор долить дистиллированной водой до объема 300 мл. Раствор Люголя хранить в оранжевой склянке;

- 6) препарат обмыть водой;
7) получившийся черно-синий мазок „обесцветить“ спиртом, капая на препарат чистый 95° алкоголь; сливая спирт, наблюдать в проходящем свете изменение цвета струек спирта.

Обесцвечивание прекратить, как только стекающий спирт станет бесцветным. Процесс обесцвечивания нельзя уложить в стандартные рамки времени, указываемого в разных руководствах различно (от 15 сек. до 2 мин.);

- 8) обесцвеченный препарат сполоснуть в дистиллированной воде;

- 9) окрасить препарат в дополнительный цвет, лучше всего фуксином Пфейфера (1 мин.) или водным раствором сафранина (2 мин.), или 10/100-ным раствором нейтральрот.

Фуксин Пфейфера, иногда называемый „водным фуксином“, представляет собой карболовый фуксин Цилия¹, разведенный дистиллированной водой в отношении 1:5. Раствор должен быть красного цвета и сохраняться неопределенно долгое время.

Однако часто на практике уже через 2—5 дней раствор становится розовым, причем дно склянки покрывается красным, плохо отмываемым налетом. Розовый раствор почти не красит. Явление выпадения краски зависит или от недоброкачественности дистиллированной воды (старый перегонный аппарат) или от того, что раствор краски был помещен в склянку, где раньше была какая-либо иная краска. Химически чистая посуда и чистая дистиллированная вода — необходимые условия успешности действия красящих растворов.

Раствор сафранина (как вариант дополнительной окраски по Грамму) состоит из 1 части насыщенного алкогольного раствора краски, разведенной 10 объемами дистиллированной воды. Вместо сафранина можно употреблять везувин или пиронин.

Нейтральрот (как вариант для дополнительной окраски по Грамму) берут в виде 10/100-ного водного раствора. Во избежание выпадения кристаллов в раствор добавляют 0,10/10 уксусной кислоты.

6. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Коли-индекс и коли-титр для объемов от 100 до 0,01 мл хлорированной жидкости подсчитывают по таблицам, помещенным во Временных стандартах качества водопроводной воды (табл. 6 и 7) [12].

¹ Фуксин Цилия готовят так же, как карбол-генциан-виолет для окраски по Грамму, но вместо генциан-виолет берут 1 г основного фуксина.

Таблица 6

Величины коли-индекса и коли-титра

Объемы исследуемой воды, давшие положительную реакцию (+)

| 100 мл | 10 мл | 1,0 мл | 0,1 мл | Коли-индекс | Коли-титр |
|--------|-------|--------|--------|-------------|-----------|
| — | — | — | — | <9 | >111 |
| — | — | — | + | 9 | 111 |
| — | + | + | — | 9 | 111 |
| — | + | — | — | 9 | 103 |
| — | + | + | + | 18 | 56 |
| — | + | — | + | 19 | 53 |
| + | — | + | — | 22 | 46 |
| + | + | + | — | 23 | 43 |
| + | + | + | + | 28 | 36 |
| + | — | — | + | 92 | 11 |
| + | — | + | — | 94 | 10 |
| + | + | — | + | 180 | 6 |
| + | + | — | — | 230 | 4 |
| + | + | + | + | 960 | 1 |
| + | + | + | — | 2380 | 0,4 |
| + | + | + | + | + | — |

Таблица 7

Величины коли-индекса и коли-титра

Объемы исследуемой воды, давшие положительную реакцию (+)

| 10 мл | 1,0 мл | 0,1 мл | 0,01 мл | Коли-индекс | Коли-титр |
|-------|--------|--------|---------|-------------|-----------|
| — | — | — | — | <90 | >11,1 |
| — | — | + | + | 90 | 11,1 |
| — | + | — | — | 90 | 11,1 |
| — | + | + | + | 95 | 10,5 |
| — | + | — | + | 180 | 5,6 |
| — | + | + | — | 190 | 5,3 |
| — | + | — | + | 220 | 4,6 |
| + | — | + | — | 230 | 4,3 |
| + | + | + | + | 280 | 3,6 |
| + | — | — | + | 920 | 1,1 |
| + | — | + | — | 940 | 1,0 |
| + | + | — | + | 1800 | 0,6 |
| + | + | — | — | 2300 | 0,4 |
| + | + | + | + | 9600 | 0,1 |
| + | + | + | — | 23800 | 0,04 |
| + | + | + | + | <23800 | >0,01 |

НЕСТАНДАРТНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА СТОЧНЫХ ВОД

1. Определение цветности жидкости методом цветометрии

Для точного определения цвета сточной и очищенной жидкости можно использовать методы цветометрии [6], основанные на применении эталонов с точной цветовой характеристикой: красного, зеленого, синего, белого и черного цвета.

Ход определения

Эталон надевают на круг вертушки Максвелла [6] в том или другом соотношении цветов; вертушку приводят в движение. При быстром вращении цвета смешиваются, получается круг, окраска которого зависит от размера секторов отдельных эталонов (конструкция вертушки выполнена Загаринским).

Рядом с кругом вертушки Загаринского на белом фоне помещают стеклянный сосуд с ровным дном, в черном футляре, в который наливают отстоянную испытуемую жидкость до определенного уровня, и секторы эталонов изменяют до тех пор, пока в визирной трубке оба поля (вращающийся круг вертушки Загаринского и испытуемой жидкости) не дадут одинаковой окраски.

Размеры секторов эталонов записывают в градусах окружности, разделенной на 360 частей, цветовой тон испытуемой жидкости вычисляют по формулам:

$$r = \frac{R}{B + G + R}; \quad g = \frac{G}{B + G + R}; \quad b = \frac{B}{B + G + R}, \quad (1)$$

где R , B и G — значения секторов красного, синего и зеленого эталонов в градусах, помноженные на содержание в эталонах красного, синего и зеленого цветов, согласно точной их градуировке.

Получив значение r и g по графику, на котором по оси абсцисс нанесены значения g , а на оси ординат — значения r , находят цветовой тон и насыщенность.

Вычисление:

Характеристика эталонов

| | | |
|-------------------------|---------------|---------------|
| красного R — 0,21679; | G — 0,1274; | B — 0,0426 |
| зеленого R — 0,2813; | G — 0,3804; | B — 0,08376 |
| синего R — 0,0734; | G — 0,0603; | B — 0,0446 |

при определении получилось: сектор красного эталона — 140° , зеленого — 104° , белого — 19° , черного — 97° .

Значения белого и черного секторов при вычислении цветового тона во внимание не принимаются:

$$R = 0,21679 \cdot 140 + 0,2813 \cdot 104 = 0,596,$$

$$G = 0,1274 \cdot 140 + 0,3804 \cdot 104 = 0,574,$$

$$B = 0,0426 \cdot 140 + 0,08376 \cdot 104 = 0,146.$$

По этим данным далее вычисляют r , g и b по формулам [1] и, определив r и g , находят по графику цветовой тон и насыщенность.

$$r = \frac{0,596}{0,146 + 0,574 + 0,596} = 0,453,$$

$$g = \frac{0,574}{0,146 + 0,574 + 0,596} = 0,436,$$

$$b = \frac{0,146}{0,146 + 0,574 + 0,596} = 0,111.$$

Сумма $\bar{r} + \bar{g} + \bar{b}$ должна равняться единице:
 $0,453 + 0,436 + 0,111 = 1,0.$

По графику¹ при $\bar{r} = 0,453$ и $\bar{g} = 0,436$ находят, что цветовой тон испытуемой жидкости характеризуется длиной волны 576 миллимикрон, т.е. близок к зеленовато-желтому цвету.

Насыщенность цветового тона испытуемой жидкости по графику равна 70.

По этим данным на вертушке Загаринского можно воспроизвести цвет жидкости для слоя, взятого при определении.

2. Определение мутности сточной жидкости фотоэлектронным компаратором

Мутность сточной жидкости определяют после отстаивания в течение 1 и 2 час.

1. Аппаратура

Мутность определяют в сосудах с плоским дном, поглощение света которыми должно быть проверено при наполнении их дистиллированной водой до слоя d , принятого за единицу, и при наполнении их до половины и одной трети слоя, т.е. при $d = 1$; $d = \frac{1}{2}$ и $d = \frac{1}{3}$; последнее необходимо потому, что очень мутные жидкости наливают при определении небольшим слоем.

Для этих наблюдений сосуды должны быть градуированы по высоте для $d = 1$; $\frac{1}{2}$ и $\frac{1}{3}$. Один из сосудов, с наименьшим погло-

¹ График для определения цветового тона и насыщенности — см. работу В. А. Бараш и Н. М. Поповой [6].

щением света при наполнении его дистиллированной водой до $d=1$, принимают за контрольный [4].

Для фотоэлектронного компаратора, сконструированного Академией коммунального хозяйства, определение мутности проводят в сосудах для слоя жидкости $d=10$ см, при напряжении на клеммах 6,5—7 вольт и при положении оптического клина на 6—8 делений; наиболее правильное показание гальванометра получается в интервале шкалы от 5—95 делений.

Мутность исследуемой жидкости выражают или коэффициентом a из формулы Бэра $I_0 = Ie^{-ad}$, откуда

$$a = \frac{\lg J_0 - \lg J}{\lg e \cdot d},$$

или в виде оптической плотности $\frac{J_0}{J}$,

где: J_0 — показание стрелки гальванометра для сосуда с дистиллированной водой при $d=1$,

J — показание стрелки гальванометра для сосуда с исследуемой водой,

d — слой, принятый за единицу,

e — основание натуральных логарифмов.

2. Ход определения

Контрольный сосуд, наполненный дистиллированной водой для слоя, равного единице, служит эталоном. Поглощение света этим слоем жидкости принимают равным нулю (J_0). С эталоном сравнивают поглощение света испытуемой жидкостью, налитой в другой сосуд слоем, равным единице или меньшим, в зависимости от степени ее мутности.

Контрольный сосуд ставят в рабочее положение, т. е. между фотоэлементом и источником света, и показание стрелки гальванометра (J_0) записывают. Затем в рабочее положение приводят второй сосуд с испытуемой жидкостью и также записывают показание гальванометра (J).

Сосуды в рабочее положение перемещают не менее трех раз, и каждый раз записывают показание гальванометра, а результат наблюдений выводят как среднее из трех показаний.

Если испытуемая жидкость была налита слоем меньшей толщины, при вычислении мутности вводят поправку.

Вычисление;

1. Испытуемая жидкость налита слоем, принятым за единицу:

J_0 (среднее) — 96° гальванометра,

J (среднее) — 16° гальванометра,

коэффициент поглощения света

$$\bar{a} = \frac{\lg 96 - \lg 16}{\lg e} = 1,792; \text{округленно } 1,79,$$

Оптическая плотность:

$$\frac{J_0}{J} = \frac{96}{16} = 6.$$

2. Испытуемая жидкость налита слоем $d = 1/2$. Показания гальванометра те же. Поправка на поглощение света сосудом в слое дистиллированной воды $d = 1/2$ для a равна 0,014. Отсюда коэффициент a для испытуемой жидкости:

$$a = (1,792 - 0,014) \times 2 = 3,556, \text{ округленно } 3,56.$$

Оптическая плотность сосуда с дистиллированной водой, налитой слоем $d = 1/2$, равняется 0,062, отсюда оптическая плотность испытуемой жидкости:

$$\frac{J_0}{J} = (6,0 - 0,06) \times 2 = 11,88.$$

Точность определения 0,01[4].

3. Определение активной реакции при помощи сурьмяных электродов

Электрометрическое определение активной реакции встойной жидкости при помощи водородного электрода во многих случаях невозможно, в виду восстанавливающего действия водорода и вытеснения водородом углекислоты. Поэтому предпочтительнее пользоваться сурьмяными электродами, позволяющими измерять рН в пределах от 2 до 12, более широких, чем это возможно при помощи хингидронного способа.

1. Реактивы

Определение активной реакции требует предварительной калибровки сурьмяных электродов при определенной температуре. В настоящее время для этой цели начинают применять универсальную буферную смесь Придо-Уорда⁴, состоящую из смеси фосфорной, фенилуксусной и борной кислот, к 100 мл которой постепенно прибавляют 0,2 г едкий натрий для получения растворов с различной величиной рН. Существует также модификация универсальной буферной смеси Бриттона и Робинсона, в которой фенилуксусная кислота заменена уксусной кислотой [7]. Но при калибровке сурьмяных электродов можно пользоваться и обычными буферными смесями Серенсена и Кларка.

В табл. 8 приведен список растворов, которыми пользовались при калибровке сурьмяных электродов в лаборатории Дублинского комбината треста Мосочиствод.

Таблица 8

| Состав буферной смеси | pH |
|--|------|
| 46,7 мл 1/10M HCl + 50 мл 1/10M бифталата калия до 100 мл дест. воды | 2,2 |
| 20,32 мл 1/10M HCl + 50 мл 1/10 M бифталата калия до 100 мл дест. воды | 3,0 |
| 0,40 мл 1/10M NaOH + 50 мл 1/10 M бифталата калия до 100 мл дест. воды | 4,0 |
| 28,85 мл 1/10M NaOH + 50 мл 1/10 M бифталата калия до 100 мл дест. воды | 5,0 |
| 45,45 мл 1/10M NaOH + 50 мл 1/10 M бифталата калия до 100 мл дест. воды | 6,0 |
| 8,5 мл 1/15M NaH ₂ PO ₄ + 1,5 мл 1/15M Na ₂ HPO ₄ | 6,08 |
| 6,5 мл 1/15M NaH ₂ PO ₄ + 3,5 мл 1/15M Na ₂ HPO ₄ | 6,55 |
| 3,5 мл 1/15M NaH ₂ PO ₄ + 6,5 мл 1/15M Na ₂ HPO ₄ | 7,07 |
| 1,5 мл 1/15M NaH ₂ PO ₄ + 8,5 мл 1/15M Na ₂ HPO ₄ | 7,55 |
| 0,5 мл 1/15M NaH ₂ PO ₄ + 9,5 мл 1/15M Na ₂ HPO ₄ | 8,04 |
| 6,5 мл 1/20M Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O + 3,5 мл 1/10M HCl | 8,51 |
| 9,0 мл 1/20M Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O + 1,0 мл 1/10M HCl | 9,09 |
| 6,0 мл 1/20M Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O + 4,0 мл 1/10M NaOH | 9,97 |

Для приготовления этих буферных смесей требуются следующие реактивы:

1. 1. $1/_{10}$ M соляная кислота — 8,2 мл концентрированной HCl (уд. вес 1,19) доводят дистиллированной водой до 1 л.
1. 2. $1/_{10}$ M бифталат калия — продажный препарат перекристаллизовывают два раза при комнатной температуре (20° C) и сушат при температуре 105° до постоянного веса, 20,42 г растворяют в воде и доводят объем раствора до 1 л.
1. 3. $1/_{10}$ M раствор едкого натрия, не содержащий бикарбонатов, готовят из насыщенного раствора 770 г NaOH, растворяют в воде и переливают с нерастворившимся осадком в мерный цилиндр емкостью в 1 л с узким горлом, закрытым каучуковой пробкой. Концентрация отстоявшегося прозрачного раствора около 16 M. Для приготовления $1/_{10}$ M NaOH берут около 6,0 или 6,5 мл насыщенного раствора и доводят до 1 л. Титр проверяют при помощи 0,1 n раствора янтарной кислоты.
1. 4. $1/_{15}$ M раствор первичного фосфата натрия. При отсутствии препарата Кальбаума продажную соль перекристаллизовывают три раза и высушивают в эксикаторе над хлористым кальцием. 7,07 г соли растворяют в 1 л воды.

К 5. $1/_{15}$ М раствор вторичного фосфата. Лучше пользоваться препаратом Кальбаума по Серенсену $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Продажную соль с двенадцатью молекулами воды трижды перекристаллизуют и высушивают в эксикаторе над хлористым кальцием до постоянного веса. Получается соль состава $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 11,38 г этой соли растворяют в 1 л дистиллированной воды.

1. 6. $1/_{20}$ М раствор буры. Продажную соль трижды перекристаллизуют из воды и высушивают над расплывающимся бромистым натрием в эксикаторе до постоянного веса. $1/_{20}$ М раствор получающейся при этом соли состава $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, содержит 19,10 г соли в 1 л.

1. 7. Дистиллированная вода двойной перегонки. Дистиллированную воду после первой перегонки еще раз перегоняют в кислом или щелочном растворе перманганата или с раствором едкого бария (чистый для анализа препарат).

2. Ход определения

Наиболее обычные и простые сурьмяные электроды представляют собой литые стержни сурьмы. В качестве электрода сравнения берут насыщенный каломельный электрод. Потенциал элемента сурьма — каломель можно измерять при помощи потенциометра любого типа.

Литые стержни сурьмы должны иметь гладкую блестящую поверхность; время от времени их необходимо полировать наждачной бумагой и мелким порошкообразным наждаком или же окисью сурьмы, суспендированной в растворе.

Стержень сурьмы полностью погружают в исследуемую жидкость и при помощи агар КСl — мостика соединяют с каломельным электродом. Измеряют потенциал этого элемента. При этом потенциал сурьмяного электрода всегда отрицательный.

Полученный отсчет потенциала в милливольтх соответствует определенной величине рН, которую находят по кривым, полученным в результате калибровки сурьмяного электрода при помощи буферных смесей.

В табл. 9 приведены результаты калибровки 10 сурьмяных электродов из литых стержней сурьмы при 18° С (средние данные).

Таблица 9

| рН | 2,30 | 2,98 | 3,90 | 4,84 | 6,04 | 6,56 | 7,17 | 7,45 | 8,01 |
|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Е в милливтах по отношению к насыщенному каломельному электроду | 112 | 150 | 209 | 257 | 315 | 354 | 379 | 411 | 427 |

Показания сурьмяных электродов несколько разнятся между собой, поэтому для определения необходима их калибровка. Калибровать нужно при определенной температуре, так как сурьмяные электроды обладают сравнительно большим температурным коэффициентом.

Точность определения сурьмяными электродами лежит в пределах от 0,1 до 0,2 рН [29].

4. Определение „коллоидов“ в сточной жидкости

При изучении состава и свойств сточной жидкости, представляющей собой полидисперсную систему с твердой фазой различной степени дисперсности, иногда бывает необходимо определить количество наиболее мелкой ее фракции, которую по классификации коллоидных систем условно можно причислить к коллоидам (частицы менее 0,1 μ и больше 0,005 μ по классификации Менье).

1. Реактивы

1. 1. 0,1 н соляная кислота — 8,2 мл концентрированной НСl, уд. вес 1,19 доливают до 1 л дистиллированной водой.
1. 2. 10%-ный водный раствор метил-виолет.
„Коллоиды“ определяют в жидкости, отстоянной в течение 2 часов.

2. Ход определения

2. 1. Берут 100 мл отстоянной сточной жидкости в стакане емкостью около 200 мл, прибавляют 5—10 капель метил-виолет и титруют 1,0 н соляной кислотой до перехода от фиолетовой окраски в синюю (допускается небольшой избыток кислоты). Кислоту прибавляют медленно при постоянном перемешивании. После окончания титрования жидкость оставляют стоять не менее 24 часов.
2. 2. По истечении этого или несколько большего времени фильтруют осевшие коллоиды через предварительно высушенный при 105° С и взвешенный фильтр диаметром 7 см, положенный на стеклянную пластинку фильтра Нутча диаметром 4 см; фильтрацию ведут при небольшом разрежении (после употребления фильтр Нутча промывают хромовой смесью).
2. 3. По окончании фильтрации стакан и фильтр промывают 50 мл дистиллированной воды, подкисленной соляной кислотой (2—3 капли 0,1 н соляной кислоты на 50 мл дистиллированной воды), затем фильтр сушат до постоянного веса при 105° С.
2. 4. Первое взвешивание следует производить после сушки в течение 3 час., последующие — через 30—60 мин. Вы-

сушивать до постоянного веса приходится иногда довольно продолжительное время, так как изменение веса „коллоидов“ происходит скачками.

Разница в весе фильтра до и после фильтрации дает количество „коллоидов“ в 100 мл исследуемой жидкости; при умножении на 10 получаем вес „коллоидов“ в мг на 1 л [5, 24].

5. Определение нитратов по А. С. Васильеву

Раствор β -метилумбеллиферона в концентрированной серной кислоте выделяет из нитратов двуокись азота, которая, вступая, в соединение с β -метилумбеллифероном, образует желтое кристаллическое соединение, растворимое в воде. При нейтрализации кислоты аммиаком и при разбавлении цвет жидкости из соломенно-желтого переходит в лимонно-желтый. Окраска очень устойчивая.

1. Реактивы

1. 1. 0,75% раствор β -метилумбеллиферона — 0,75 г β -метилумбеллиферона растворяют в 100 мл концентрированной серной кислоты, уд. вес 1,84. Раствор хранят в защищенном от света месте.

1. 2. 25% - ный раствор аммиака, уд. вес — 0,91.

1. 3. 0,7218 г перекристаллизованного азотнокислого калия растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят до 1 л. Для консервирования этого основного раствора прибавляют 5 мл хлороформа на литр.

1. 4. Стандартный раствор азотнокислого калия — 10 мл основного раствора (1. 3) доводят до 100 мл дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,01 мг азота.

2. Ход определения

2. 1. В мерную колбу на 50 мл берут 1—4 мл исследуемой воды, прибавляют такое же количество миллилитров раствора β -метилумбеллиферона (1. 1) и ставят колбу на нагретую водяную баню или чашку с кипящей водой на 3—5 мин.

2. 2. После охлаждения прибавляют несколько миллилитров дистиллированной воды, нейтрализуют аммиаком (1. 2) до появления голубовато-сиреневой флуоресценции и доливают водой до черты. 1 мл раствора в колбе должен содержать не менее 0,0004 мг азота нитратов, так как при более низких концентрациях окраска трудно сравнима.

2. 3. Для приготовления стандарта в колбу на 50 мл берут 1—4 мл раствора азотнокислого калия (1. 4) и при-

бавляют β-метилумбеллиферон (1. 1) в отношении 1:1 нагревают на водяной бане 3—5 мин., разбавляют водой, нейтрализуют аммиаком и сравнивают окраску в цилиндрах Генерала или в колориметре.

Примечание. Количество прибавленного реактива (1. 1) в пробе и стандарте должно быть одно и то же, поэтому к взятому стандарту, если нужно, добавляют дистиллированной воды.

Вычисляют азот нитратов мг/л по формуле:

$$x = \frac{n \cdot 10}{q} \cdot \frac{a}{b}$$

где: $\frac{a}{b}$ — отношение объемов или высот столбов жидкости стандартного раствора a и испытуемой воды b в момент одинакового окрашивания;

n — число миллилитров взятого стандартного раствора;

q — объем исследуемой воды в миллилитрах.

Если пользуются колориметром типа Дюбоска, то колбы на 50 мл можно заменить пикнометром на 25 мл, сокращая вдвое расход реактивов [10].

Примечание. Метод А. С. Васильера был проверен по Декарду при содержании азота нитратов в очищенной жидкости от 5 до 30 мг/л в той модификации, которая изложена в ходе определения.

6. Определение окисляемости хромовым методом

Реактивы

1. 1. Раствор 0,4 н хромовой кислоты. В стакан или фарфоровую чашку, содержащую 16 г хромового ангидрида или 20 г бихромата калия, постепенно приливают концентрированную серную кислоту, уд. вес 1,84, и нагревают на песчаной бане при помешивании стеклянной палочкой.

После охлаждения и отстаивания верхнюю часть раствора сливают в бутылку, вновь добавляют серной кислоты и так продолжают до полного растворения взятой навески, доводя объем серной кислоты до 1 л.

1. 2. 0,2 н раствор соли Мора — 78,4 г $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют в прокипяченной и охлажденной дистиллированной воде, добавляют 20 мл концентрированной серной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до 1 л.

Раствор соли Мора во время титрования изолируют от доступа кислорода путем присоединения к бутылки с реактивом склянки Дрекселя с щелочным раствором пирогаллола. Верх бюретки снабжен хлор-кальцевой трубкой, наполненной кристаллами сернокислого закисного железа.

Титр раствора соли Мора устанавливают по 0,1 н. раствору KMnO_4 или 0,1 н. раствору $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

1. 3. Раствор дифениламина — 0,5 г $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$ растворяют в 100 мл концентрированной серной кислоты.

1. 4. Концентрированная серная кислота, уд. вес 1,84.

1. 5. Ортофосфорная кислота 85%, уд. вес 1,7.

1. 6. Сернокислое серебро в кристаллах.

2. Ход определения

2. 1. Определение ведут в отстоянной или натуральной воде. В три колбы Эрленмейера на 250—300 мл с навесками сернокислого серебра в количестве не менее 0,1 г в каждую (на технических весах) вносят по три капли концентрированной серной кислоты и 15 мл сточной жидкости. При значительном содержании органического вещества объем жидкости уменьшают, но в этом случае объем жидкости доводят дистиллированной водой до 15 мл. Колбы для осаждения хлоридов ставят в темное место не менее чем на 1 час. Для ускорения процесса осаждения полезно помешивать содержимое колб осторожным вращательным движением.

2. 2. После осаждения хлоридов в каждую колбу пипеткой прибавляют 10-мл серно-хромовой смеси (1. 1), вставляют в горло колбы небольшую воронку и ставят на предварительно нагретую песчаную баню.

Для равномерного кипения в колбы вносят кусочки пемзы или капилляры.

За начало кипения принимают момент появления первого пузырька, после чего поддерживают спокойное кипение в течение 5 мин.

2. 3. Охлаждают и объем жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до 150 мл. Вносят 3 мл ортофосфорной кислоты и в качестве индикатора добавляют 8 капель дифениламина (1. 3). Избыток бихромата калия титруют солью Мора (1. 2) до перехода постепенно меняющейся окраски в синий, и, наконец, в зеленый цвет. Когда раствор окрашен в синий цвет, титрование проводят с большой осторожностью и медленно, потому что переход окраски от синей в зеленую наступает от первой капли, но не мгновенно.

2. 4. Для определения количества соли Мора, которое идет на 10 мл серно-хромовой смеси, поступают следующим образом: в колбу Эрленмейера емкостью 250—300 мл берут 15 мл дистиллированной воды и 10 мл хромовой смеси. Доливают дистиллированной водой до 150 мл и перед титрованием прибавляют 3 мл ортофосфорной кислоты (1. 5), 8 капель дифениламина и титруют раствором соли Мора, как указано выше (1. 2). Количество, пошедшее на титрование, — *a*.
2. 5. Для определения титра соли Мора берут в колбу Эрленмейера 15 мл дистиллированной воды, 5 мл концентрированной серной кислоты и 20 мл 0,1 *n* раствора $K_2Cr_2O_7$, добавляют дистиллированной воды до объема 150 мл и титруют, как указано выше (2. 3). Количество, пошедшее на титрование, — *b*.

Проверять титр раствора соли Мора и серно-хромовой смеси целесообразно с трехкратной повторностью.

Вычисление количества кислорода в мг/л в пробе определяют по формуле:

$$x = \frac{ab \cdot 1000}{q},$$

где: *a* — количество миллилитров кислорода, соответствующее 1 мл соли Мора;

b — количество миллилитров соли Мора, пошедшее на титрование пробы;

q — количество миллилитров исследуемой воды [18, 24, 40].

Пример записи и вычисления результатов при определении окисляемости хромовым методом

При проверке титра получено:

$$K_1 = 22,95; 22,95; 22,95;$$

$$K_2 = 12,6; 12,6; 12,6.$$

Нормальность раствора соли Мора равна — $20 : (12,6 \times 10) = 0,1587$, откуда 1 мл раствора соли Мора (число *a* в формуле вычисления) соответствует

$$\frac{0,8 \times 0,1587}{0,1} = 1,27 \text{ мг } O_2.$$

Результаты вычисления записывают в виде таблицы (табл. 10).

Таблица 10

| Количество
Ag_2SO_4
г | Количество мл | | | | Вычисление | | Окисляемость мг/л
кислорода
$a \cdot b \cdot 66,6$ |
|---|----------------------|-------------------|---------------------------|----------|------------|------|--|
| | испытываемой
поды | хромовой
смеси | Соли Мора | | | | |
| | | | на обратное
титрование | на пробу | | | |
| 0,1 | 15 | 10 | 19,50 | 3,45 | 1,27 | 3,45 | 292 |
| 0,1 | 15 | 10 | 19,45 | 3,50 | 1,27 | 3,50 | 300 |
| 0,1 | 15 | 10 | 19,50 | 3,45 | 1,27 | 3,45 | 292 |

7. Определение окисляемости иловой жидкости методом Бенсона и Хикса

1. Реактивы

1. 1. 0,1 л марганцовокислого калия — раствор 3,16 г KMnO_4 в 1 л дистиллированной воды.
1. 2. Насыщенный раствор едкого натрия — 770 г NaOH в 1 л дистиллированной воды.
1. 3. Реактив Циммерман-Рейнхарда: 67 г сернокислого марганца, 138 мл 85%-ной ортофосфорной кислоты и 130 мл крепкой серной кислоты доводят дистиллированной водой до объема 1 л.
1. 4. Соль Мора — 39,2 г $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют 0,3 л серной кислоты.

2. Ход определения.

2. 1. В колбу Эрленмейера на 250 мл вливают 10 мл 0,1 л раствора марганцовокислого калия, 1 мл насыщенного раствора едкого натрия и 10—20 мл испытуемой жидкости. Для иловой жидкости, мезофильного брожения берут 10 мл испытуемой жидкости, доводят в мерной колбе дистиллированной водой до 250 мл и для определения берут 20 мл. Для иловой жидкости термофильного брожения количество испытуемой жидкости уменьшают в два раза. В случае низкой потребности в кислороде иловой жидкости можно брать 10 мл или 5 мл испытуемой жидкости без разбавления.
2. 2. К щелочному раствору испытуемой жидкости добавляют кипящей воды в таком количестве, чтобы общий объем был равен 110 мл. Подобным же образом готовят контрольную пробу, в которой, взамен испытуемой жидкости, приливают соответственное количество дистиллированной воды.
2. 3. Колбы ставят на 30 мин. в кипящую водяную баню

2. 4. После кипячения пробу подкисляют 25 мл раствора реактива Циммермана-Рейнхарда (1. 3) и немедленно после этого прибавляют 10 мл 0,1 *n* раствора соли Мора (1. 4).

2. 5. Пробу охлаждают до комнатной температуры и избыток иона железа титруют 0,1 *n* раствором перманганата (1. 1). Разница между числами испытуемой и контрольной пробы есть потребление перманганата. Результаты выражают в миллиграммах потребного кислорода на 1 мл жидкости.

Вычисление: на титрование 0,4 мл испытуемой иловой жидкости пошло *a* мл 0,1 *n* марганцовокислого калия. На титрование контрольной пробы — *b* мл, 0,1 *n* марганцовокислого калия, тогда $a - b = c$ — число мл, пошедших на окисление 0,4 мл испытуемой жидкости. Количество кислорода в мг/мл пробы:

$$x = \frac{c \cdot 0,8}{0,4} \text{ мг.}$$

8. Определение растворенного кислорода по щелочно-гипохлоритной модификации метода Винклера

При наличии стоков с бумажных фабрик, содержащих полиитионаты, в щелочной среде образуются сульфиты и гипосульфиты. Окисление их до серной кислоты перманганатом по Ридель-Стьюарту протекает только частично и количество растворенного кислорода получается сильно пониженным. В этом случае может быть применена щелочно-гипохлоритная модификация метода Винклера, причем результаты определений получаются с достаточной для технического анализа степенью точности. В щелочном растворе хлорноватистого натрия происходит распад полиитионатов с последующим окислением сульфитов и солей серноватистой кислоты до сульфатов. Избыток прибавленного гипохлорита разрушается прибавлением иодида, и вытесненный хлором иод оттитровывают слабым раствором сульфита. Далее определение идет по Винклеру.

Изложенные ниже процедуры, начиная с 2. 3, пригодны и для вод, содержащих свободный хлор и соли хлорноватистой кислоты. Нитраты и соли закиси железа окисляются гипохлоритом или перманганатом, но последняя обработка проще.

1 Реактивы

1. 1. Щелочной раствор гипохлорита — 1 *n* NaOCl и 0,1 *n* NaOH. Пропускают на холоде газообразный хлор через 0,1 *n* раствора NaOH. Один мл полученного раствора

в кислой среде должен соответствовать 20 мл 0,1 *n* раствора гипосульфита.

Раствор нужно хранить плотно закрытым и время от времени проверять титр.

1. 2. Раствор иодида калия или натрия приблизительно 1 *n* — растворяют 17 г KJ или 15 NaJ в дистиллированной воде и, объем раствора доводят до 100 мл. Для сохранения раствора на каждые 100 мл прибавляют 1 мл 1 *n* NaOH.
1. 3. 0,1 раствор сульфита натрия — растворяют 6,3 г Na_2SO_3 в литре дистиллированной воды.

2. Ход определения

2. 1. Прибавляют достаточное для окисления, пробы количество щелочного гипохлорита (1. 1), избегая значительного избытка. При определении БПК прибавляют около 1 мл гипохлорита на каждый миллилитр взятой для определения пробы.

2. 2. Хорошо перемешивают, быстро перевертывая, склянку в течение 20 сек.

Если контакт со щелочным гипохлоритом продлить, результаты понижаются, ввиду поглощения растворенного кислорода продуктами разрушения органического вещества.

2. 3. Подкисляют пробу 1 мл 3,6 *n* серной кислоты (10%-ный раствор по объему), прибавляют 1 мл 1 *n* раствора KJ [или NaJ (1. 2)] и взбалтывают.

2. 4. Освободившийся иод восстанавливают 0,1 *n* сульфитом натрия (1. 3) в присутствии 0,2 мл раствора крахмала. Если был взят избыток сульфита, восстанавливают синее окрашивание, добавляя осторожно по 0,1 мл раствора биодата или бихромата эквивалентной концентрации.

Реакция окисления сульфита до сульфата иодом протекает полностью только в очень разбавленных растворах. Результаты получаются сравнительно низкими, если для нейтрализации иода идет свыше 3 мл 0,1 *n* сульфита натрия. С другой стороны, если это количество снижается до 0,1 мл, то можно допустить, что прибавлено было недостаточное количество щелочного гипохлорита в начале обработки пробы.

2. 5. Прибавляют 1 мл сернокислого марганца и 1,3 мл щелочного иодида. Небольшой избыток щелочного иодида идет на нейтрализацию кислоты, прибавленную при предварительной обработке пробы.

Определение заканчивают по Винклеру (см. главу 4-II-Г-1.2-1.5)

3. Краткая инструкция для определения кислорода со щелочно-гипохлоритной обработкой.

3. 1. Прибавляют к пробе достаточное количество щелочно-гипохлоритного реактива.
3. 2. Взбалтывают раствор 20 сек.
3. 3. Прибавляют по 1 мл 3,6 н серной кислоты и 1 н раствор КJ. Раствор взбалтывают.
3. 4. Прибавляют 0,2 мл раствора крахмала и восстанавливают иод 0,1 н раствором сульфита натрия. Внося порциями в 0,1 мл раствор бихромата эквивалентной концентрации получают вновь голубое окрашивание.
3. 5. Прибавляют 1 мл сернокислого марганца и 1—3 мл щелочного иодата.

Далее определение ведут по Винклеру.

9. Определение биохимической потребности в кислороде хлорированных вод

Определение БПК хлорированных вод требует отдельной предварительной обработки пробы в зависимости от pH хлорированной воды. При этом могут быть выделены три группы хлорированных вод:

1. Воды с $\text{pH} < 8,2$ (по фенолфталеину — кислые)

1. 1. К пробе воды от 100 до 500 мл, в зависимости от количества свободного хлора, прибавляют 10 мл 20%-ного иодистого калия, титруют освободившийся иод 0,01 н раствором кислого сернистоислого натрия (NaHSO_3), титр которого устанавливают по 0,01 н раствору иода непосредственно перед употреблением (необходимо предварительно убедиться в отсутствии нитритов в пробе).
1. 2. Прибавляют рассчитанное на основании титрования количество 0,01 н NaHSO_3 к литру хлорированной воды. После перемешивания проверяют отсутствие свободного хлора по ортотолидину. К другой порции в 10 мл прибавляют одну каплю 0,01 н раствора иода и несколько капель раствора крахмала. Голубое окрашивание указывает на отсутствие значительного избытка NaHSO_3 .
1. 3. После того, как в хлорированной жидкости свободный хлор будет связан, в ней определяют БПК, применяя зараженную разбавляющую воду (см. главу IV-13—2—2).

2. Воды при $\text{pH} > 8,2$ (по фенолфталеину — щелочные)

2. 1. 100 мл воды оттитровывают 0,02 н раствором HCl в присутствии фенолфталеина до исчезновения розового окрашивания.
2. 2. К другой порции воды от 100 до 500 мл прибавляют установленное количество 0,02 н HCl , 10 мл 20%-ного раствора KJ и титруют 0,01 н раствором NaHSO_3 .
2. 3. К литру воды прибавляют рассчитанное количество 0,02 н HCl и 0,01 н NaHSO_3 , смешивают, проверяют на свободный хлор и избыток NaHSO_3 как в (1. 2) и определяют БПК как в (1. 3).

При определении БПК вводят поправку на количество прибавленных реактивов HCl и NaHSO_3 .

3. Воды, содержащие следы свободного хлора

В воде, содержащей незначительное количество свободного хлора (менее 0,5 мг/л), следы хлора могут исчезнуть после стояния воды в течение часа или двух. В этом случае нет необходимости прибавлять NaHSO_3 . При наличии свободного хлора к воде прибавляют рассчитанное, на основании пробы с ортотоллидином, количество 0,01 н раствора NaHSO_3 и определяют БПК, как указано выше (1. 3).

Примечания: 1. В присутствии хлора предпочтительнее применять для титрования вода раствор кислого сернисто-кислого натрия, чем раствор гипосульфита. В последнем случае образуются тетратионаты, распадающиеся в щелочной среде при определении растворенного кислорода на сульфиты и тиосульфаты, которые восстанавливают соли гидроокиси марганца. Кроме того, pH среды при восстановлении хлора имеет меньше значения в случае применения сульфита, чем гипосульфита.

0,01 н раствор кислого сульфита более стоек, чем Na_2SO_3 .

2. Фенолфталеин не разлагается хлором средней концентрации.

3. Раствор NaHSO_3 может служить для количественного определения большого избытка свободного хлора. Хлорамины также восстанавливаются сульфитом натрия.

Обычно дозы хлора, применяемые на очистных станциях для дезинфекции, не оказывают существенного влияния на величину потребности в кислороде, поэтому правильнее пробу для определения БПК брать до хлорирования, чтобы не осложнять выполнения определения.

10. Определение сульфидов в сточной жидкости

Определение сульфидов в сточной жидкости титрованием стандартным раствором иода неприменимо.

Для контрольных наблюдений удовлетворительные результаты дает колориметрический метод.

1. Реактивы

1. 1. Раствор винно-каменнокислой сурьмы — растворяют 50 г $\text{SbO}(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{K}) \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ в дистиллированной воде и объемом раствора доводят до 1 л.
1. 2. Соляная кислота (1:1 по объему).
1. 3. Кристаллический NaCl .
1. 4. Стандартный раствор сульфида натрия — растворяют 7,5 г химически чистого $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ в дистиллированной воде и объем доводят до 1 л. 1 мл этого раствора эквивалентен 1 мг серы. Титр раствора устанавливают и проверяют с 0,01 н раствором иода и 0,01 н раствором гипосульфита в присутствии раствора крахмала.
1 мг 0,01 н $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ соответствует 0,1603 мг/л серы.

2. Ход определения

2. 1. Вносят 1 мл винно-каменнокислой сурьмы (1:1), несколько кристаллов NaCl и 100 мл исследуемой жидкости в цилиндры или склянки для колориметрии с компенсацией для мутности. Смешивают и прибавляют 1 мл HCl (1, 2). Желтое окрашивание указывает на наличие сероводорода. Приготавливают таким же образом стандарты, прибавляя 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 и 0,5 мл сульфида натрия (1, 4) к 100 мл дистиллированной воды. Получается шкала стандартов с эквивалентным содержанием серы от 0,5 до 5,0 мг/л. Сравнивают окраску, компенсируя мутность и выражая результаты общего количества сульфидов в мг/л серы. Если проба содержит свыше 5 мг/л серы, то исследуемую жидкость соответственно разбавляют свободной от серы дистиллированной водой.

11. Определение меди в сточной жидкости

1. Реактивы

1. 1. Раствор диэтилдитиокарбоната натрия — растворяют 1 г соли $\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{CS}_2\text{Na}$ в литре дистиллированной воды и хранят в склянке желтого стекла в месте, защищенном от света.

1. 2. Раствор аммиака—разбавляют 1 часть химически чистого NH_4OH , уд. вес 0,90, пятью частями дистиллированной воды.
1. 3. Стандартный раствор сернокислой меди—растворяют 0,393 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в литре дистиллированной воды. Разбавляют 25 мл основного раствора до 250 мл; 1 мл стандартного раствора содержит 0,01 мг Cu.

2. Ход определения

2. 1. В колбу на 100 мл вливают 50 мл исследуемой воды. Если в воде больше 0,1 меди, окраска получается интенсивная и неудобная для сравнения, в этом случае следует брать меньше 50 мл. Прибавляют 5 мл аммиака для осаждения железа. Фильтруют, если нужно. Прибавляют 5 мл раствора диэтилдитиокарбоната натрия. Сравнивают окраску со стандартом, содержащим 0,005—0,05 мг меди. При наличии мути (присутствие цинка и свинца) прибавляют 3—5 мл четыреххлористого углерода к исследуемой жидкости и к стандарту. Доводят объем раствора до метки.

Сравнение окраски в цилиндрах Генера или в колориметре не откладывают дольше, чем на час после прибавления реактивов.

Количество меди вычисляют по формуле, обычной для колориметрических определений.

12. Определение фосфатов в осадке и активном иле (по Лоренцу)

1. Реа́ктивы

1. 1. Смесь Неймана—500 мл крепкой серной кислоты в смеси с 500 мл крепкой азотной кислоты.
1. 2. Сульфат-молибденовая жидкость.

Приготовление: к 100 г чистого сухого сернокислого аммония приливают 1 л азотной кислоты (уд. вес 1,36—1,37, при 15°C или около 58,5) и взбалтывают до растворения. В литровой колбе растворяют 300 г сухого молибденовокислого аммония горячей водой, доводят объем раствора приблизительно до черты, охлаждают до 20°C, точно доводят до черты и приливают этот раствор тонкой струей при помешивании в раствор сульфатаммония в азотной кислоте. Смесь оставляют при комнатной температуре не менее, чем на 48 час. Фильтруют через плотный, противостоящий кислотам фильтр и сохраняют на холоде в темноте.

1. 3. Азотная кислота, содержащая серниую — 30 мл серной кислоты, уд. вес 1,84, в смеси с 1 л азотной кислоты, уд. вес 1,20, 15° С.
1. 4. 20%-ный раствор азотнокислого аммония. Если раствор сам по себе не обладает слабокислой реакцией, его подкисляют несколькими каплями азотной кислоты.

2. Ход определения

Определение может быть разделено на две части.

а) Сжигание мокрым путем (по Нейману)

2. 1. 1 г осадка или актила помещают в колбу Кьельдаля, добавляют 10 мл смеси Неймана (1. 1) и нагревают под тягой. Если раствор почернел, его охлаждают, добавляют 2-3 мл концентрированной азотной кислоты и вновь нагревают, пока не получают прозрачного желтоватого раствора, который, после охлаждения, делается бесцветным.
2. 2. На каждые 5 мл раствора добавляют 20 мл воды, ставят колбу на песчаную баню, чтобы кипячением окончательно удалить окислы азота.
2. 3. После охлаждения содержимое колбы отфильтровывают через обычный фильтр. Колбу и фильтр обмывают горячей водой. Все отфильтрованной жидкости, вместе с промывными водами, должно быть около 100 мл.
2. 4. Раствор переносят в стакан на 300—400 мл и приливают 25 мл смеси азотной и серной кислот (1. 3).
2. 5. Далее ведут определение, точно придерживаясь метода Лоренца.

б) Осаждение сульфатмолибденовой жидкостью (по Лоренцу)

2. 6. Жидкость нагревают на сетке до появления первых пузырьков. Снимают с огня, несколько секунд взбалтывают движением стакана, чтобы стенки его не были слишком перегреты, тотчас же вливают в середину жидкости, не прикасаясь до нее стеклянной палочкой, из мерного цилиндра 50 мл сульфатмолибденовой жидкости (1. 2) и оставляют, покрыв часовым стеклом. По осаждении главной массы осадка (но не позже, чем через 5 мин. после прибавления реактива) энергично взбалтывают жидкость стеклянной палочкой в течение полминуты.
2. 7. Через 12—18 час. фильтруют через фарфоровый тигель с дном из губчатой платины или через стеклянный тигель Нутча № 3. Дно тигля покрывают кружком воздушно-

сухой, неплотной, но гладкой беззольной и не содержащей жира фильтровальной бумаги (резовая лента).

Перед фильтрацией тигель, вес которого с кружком фильтровальной бумаги определен, помещают в колбу Бунзена, приливают немного воды и пускают в действие насос, после чего уже приступают к фильтрации полученного осадка. Чем больше вакуум, тем лучше.

2. 8. После фильтрации немедленно приступают к промыванию. Сначала промывают четыре раза 20%-ным раствором азотнокислого аммония (1. 4), перенося при этом количественно весь осадок из стакана в тигель, затем наполняют тигель спиртом: один раз целиком и два раза до половины. Промывание оканчивают высушенным эфиром, наполняя тигель один раз до верха и два раза до половины. Приливать последующие порции спирта и эфира необходимо тотчас же после отфильтровывания предшествующих, иначе быстро высыхающий осадок в мелко-раздробленном состоянии может легко пройти через фильтр.

2. 9. Тигель вытирают снаружи досуха и сушат 30 минут при 45° С, после чего немедленно взвешивают и, умножая полученный вес осадка на 0,03295, получают количество P_2O_5 в навеске в процентах.

Вычисление: количество P_2O_5 в процентах определяют по формуле:

$$x = \frac{(b-a) 0,03295 \cdot 100}{\left(c - \frac{g \cdot p}{100}\right)} \%$$

где: a — вес тигеля пустого, г,

b — вес тигеля с осадком, г,

c — навеска воздушно-сухого осадка, г,

p — процент гигроскопической влаги.

ГЛАВА СЕДЬМАЯ

ОРГАНИЗАЦИЯ ЛАБОРАТОРИИ НА ОЧИСТНЫХ СООРУЖЕНИЯХ

Для контроля процесса очистки сточных вод необходимо значительное количество анализов. Только таким путем можно регулировать процесс очистки и постоянно следить за состоянием сооружений. Быстрое изменение физико-химических свойств сточной жидкости и отчасти очищенных вод и осадка при хранении и

перевозке делают желательной организацию контрольно-исследовательских лабораторий на территории очистных сооружений.

Даже для небольших очистных установок, на суточный приток около 100—1000 м³ сточных вод предпочтительнее иметь хотя бы небольшую свою лабораторию, ведущую контроль работы сооружений по упрощенной схеме и обслуживаемую химиком (лаборантом) под руководством специалиста. Для крупных городских установок организация лабораторий становится необходимой и по количеству исследуемых проб.

Часто наилучшим решением оказывается использование для контроля городских очистных сооружений лабораторий санитарных институтов, вузов, для установок в фабричных поселках — заводских лабораторий, на транспорте — хорошо оборудованных и располагающих вполне компетентным персоналом лабораторий дорсанотделов.

В первом периоде развития городской или поселковой канализации, когда работает не полностью уличная сеть, и еще нет очистных сооружений, изучение состава сточных вод целесообразнее поручить какой-либо из этих лабораторий.

В дальнейшем, в случае устройства полей орошения с сельскохозяйственным использованием сточных вод, организация собственной лаборатории оправдывает себя лишь при значительной площади (например, больше 250 га), обслуживающей не менее 75 000 жителей. Но и тогда аналитический контроль имеет значение чисто санитарное, так как при малых нагрузках на поля орошения (не больше 50—75 м³/га) эффект очистки неизменно высокий и только аварии или сознательное нарушение правил эксплуатации дают при анализе резкое отклонение от нормы. Поэтому такие крупные установки, как например, парижские поля орошения, не имеют специальных лабораторий, а обслуживаются центральной городской лабораторией.

Для очистных станций со сложным технологическим процессом, особенно при наличии метантенков и аэротенков, организация лабораторий на самой станции становится необходимой и вполне себя оправдывает уже при суточной производительности станции в 10000 м³ сточных вод. Размеры лабораторных помещений, число занятых специалистов, характер оборудования определяются комплексом сооружений и их мощностью.

Лаборатория для станции на 10000 м³ (т. е. примерно на 100000 жителей) размещается в 2-3 комнатах и обслуживается 1 квалифицированным химиком, 1 лаборантом и 2 подсобными рабочими. Ведение кроме контроля исследовательских работ, конечно, требует увеличения числа работников.

Для крупной станции (на 100000 м³ и более) лабораторию проектируют в составе трех отделов: химического, микробиологического и измерительных приборов.

Точно обосновать необходимые размеры площадей и количество штатных единиц для лабораторий, особенно при условии ведения исследовательских работ, довольно затруднительно, но по примеру лаборатории Московской канализации на каждые 100000 м³ сточных вод нужно иметь:

химика с высшим образованием 1,
химика с технической подготовкой 2,
лаборанта 1,
обслуживающего персонала 1.

Независимо от количества поступающих сточных вод надо иметь: микробиолога 1, бактериоскописта 1, физико-химика 1, электротехника 1.

На каждого работающего площадь помещения принимают в 20 м², не считая библиотеки, термостатной, весовой, фотолаборатории и помещений общего назначения (комната отдыха, душевая, кладовая, мойка).

Все рабочие комнаты должны быть оборудованы столами с ящиками (прилавками), шкафами для посуды и полками для реактивов. На рабочие столы (прилавки) подводят водопровод, канализацию и электричество. В случае использования в лаборатории газа с очистных сооружений, должен быть предусмотрен газгольдер с регулятором давления и газовая разводящая сеть по всем помещениям. Две-три комнаты необходимо оборудовать хорошо работающими вытяжными шкафами с побудительной вентиляцией.

Перечень основного оборудования и посуды

В табл. 11 и 12 приведена примерная спецификация основного оборудования и посуды для лаборатории.

Перечень необходимых реактивов не дается, так как набор их для химических лабораторий общезвестен и определяется методами анализов.

Таблица 11

| Посуда и аппаратура для набора проб жидкости, осадка, отбросов, активного ила и газа | Сооружения и объекты взятия проб |
|--|--|
| 1. Склянки на 250—300 мл
2. Склянки на 1 л
3. Склянки на 3—4 л
4. Склянки на 5—6 л
5. Градуированные склянки на 150—200 мл . | } Сточная жидкость и жидкость очищенная с полей фильтрации, со станций аэрации и из водоемов |

| Посуда и аппаратура для набора проб жидкости, осадка, отбросов, активного ила и газа | Сооружения и объекты взятия проб |
|--|---|
| 6. Ведро на 10 л
7. Кружки мерные на 250—300 мл | Отбросы с решетки |
| 8. Ведро на 10 л
9. Банки на 500—700 мл
10. Лопаты и совки. Резиновые перчатки | В зависимости от способа выгрузки осадка
«Песок» и «корка жировая» из песколовки и жироловки |
| 11. Банки на 500—700 мл
12. Ведро на 2—3 л
13. Мерные кружки на 100—150 мл
14. Ковши на 500—700 мл | Осадок и сточная жидкость после выделения осадка из первичных отстойников |
| 15. Банки на 1 л
16. Слянки Дрекслера на 250—500 мл
17. Газовые пипетки на 300—500 мл
18. Аспираторы
19. Желонка для осадка и корки | Осадок, иловая жидкость и газ из метантенков |
| 20. Ковши и кружки
21. Батометр для взятия проб на растворенный кислород
22. Лот или штанги для измерения глубин
23. Термометры в металлических гильзах
24. Ящики и сумки с гнездами для переноски проб
25. Ледники для хранения проб жидкости осадка, активного ила и для доставки бактериологических проб в лабораторию | Очищенная жидкость после аэротенков, биофильтров и полей орошения и воды из водоемов — приемников |

Таблица 12

| Лабораторное оборудование и посуда (химический и бактериологический отдел) | Примечание |
|--|----------------------------|
| 1. Слянки материалы вместимостью от 250 мл до 5 л
2. Слянки с притертыми пробками от 50 мл до 10 л
3. Слянки для кислот с колпаками от 100 мл до 1 л | Белого и оранжевого стекла |

| Лабораторное оборудование и посуда (химический и бактериологический отдел) | Примечание |
|---|--|
| 4. Банки с притертыми пробками от 50 мл до 5 л
5. Слянки Вульфа 2—4 л
6. Слянки Дрекслера 100 мл—1 л
7. Слянки Тищенко 250—500 мл
8. Слянки Бунзена 250 мл—1 л
9. Слянки с тубусом внизу 5—10 л
10. Колбы плоскодонные 100 мл—3 л
11. Колбы отгонные 750 мл—1 л
12. Колбы Эрленмейера 50 мл—1 л
13. Колбы Кьельдаля 150—250 мл
14. Химические стаканы 50 мл—1 л
15. Воронки диаметром 3—20 см
16. Делительные воронки 500 мл
17. Капельные воронки 100—200 мл
18. Холодильники длиной 25—30 см
19. Форситоссы, пасадки, аллонжи, слезки
20. Хлоркальциевые и U-образные трубки, каллапараты
21. Капельницы с притертой пипеткой
22. Бюксы диаметром 4—6 см
23. Эксикаторы с краном диаметром 15—30 см
24. Водоструйные насосы (для нагнетания и разрежения)
25. Пробирки химические и бактериологические
26. Цилиндры мерные на 10 мл—1 л
27. Цилиндры Лисенко на 1 л
28. Мерные колбы на 50 мл—2 л
29. Пипетки Мора емкостью от 1 до 100 мл, пипетки цилиндрические от 0,1 до 20 мл
30. Бюретки 25—50 мл
31. Фарфоровые чашки диаметром 5—30 см
32. Воронки Бюхнера диаметром 5—50 см
33. Фарфоровые кружки на 500 мл—1 л
34. Фарфоровые стаканы на 50—500 мл
35. Тигли диаметром 2—4 см
36. Тигли Нугча 2—3 см
37. Стулки, шпатели, ложки роговые
38. Колбы Кьельдаля кварцевые 150—200 мл
39. Чашки кварцевые диаметром 5—7 см
40. Штативы для цилиндров Лисенко, пипеток и пробирок
41. Бани одногнездные и многогнездные
42. Приборы Сокслета
43. Приборы Преггера
44. Цилиндры Генера
45. Комориметр Любоска | Правильность калибровки мерной посуды проверяют в лаборатории. |

| Лабораторное оборудование и посуда (химический и бактериологический отдел) | Примечание |
|---|--|
| 46. Аппарат Норзе или ВТИ
47. Аппарат Орса
48. Бюретка и пипетка Гемпеля
49. Аппарат Киппа
50. Термометры, ареометры
51. Сита Кноппа
52. Шаровая мельница
53. Сверла, напильники, ножницы, пинцеты, щипцы, кисти, пробки, каучуковые трубки, восковые карандаши и пр.
54. Муфельные печи
55. Сушильные шкафы
56. Термостаты
57. Автоклавы
58. Весы аналитические
59. Весы технические разной системы
60. Микроскоп с иммерсионной системой
61. Чашки Петри, пипетки цилиндрические на 1—2 мл, мембранные фильтры с прибором для ультрафильтрации, цилиндры для стерилизации, платиновые иглы | Водяные на 20 и на 37°С
На 2 атмосферы давления.
Типа Сарторус на 200 г.
До 5 кг. |

ГЛАВА ВОСЬМАЯ

ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ КОНТРОЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

Задача технологического контроля при очистке сточных вод состоит в следующем:

1) характеризовать сырье, подвергаемое обработке, т. е. сточную жидкость в ее жидкой и твердой фазе;

2) проследить правильность хода процесса очистки на разных его этапах;

3) характеризовать получаемые продукты — очищенную жидкость, выпускаемую в водоем (по санитарным показателям), и используемые отходы (утильжиры, осадок, газы брожения, активный ил и очищенную жидкость) по показателям, соответствующим использованию.

Собираемые в порядке контроля данные, в конечном счете, используют при разработке технических усовершенствований конструкции очистных сооружений, способов удешевления стоимости их строительства и эксплуатации и рационализации процесса очистки.

Оценка результатов контрольных анализов определяется их значимостью для той или иной задачи.

а) Для сточной жидкости хозяйственно-бытового характера расшифровка анализа, в основном, дается физиологическим значением отдельных компонентов (общее количество взвешенных веществ, органические вещества, азот, фосфаты, хлориды, сульфаты).

Особо большое значение имеет определение азота и фосфатов, так как эти компоненты сточных вод почти полностью физиологического происхождения.

В сочетании с данными о водоотведении (на 1 жителя, фактически пользующегося канализацией) на основе анализа подсчитывают суточный расход веществ на 1 жителя. Сравнение этих данных с существующими нормами расхода на 1 жителя дает представление о доле участия производственных сточных вод в составе сточной жидкости, что отражается на многих компонентах анализа (хлориды, сульфаты, окисляемость, БПК, железо). Установление для каждой сточной жидкости свойственных ей норм имеет большое значение для проверки расчетных норм, по которым проектируют очистные установки. Иногда по данным анализа удается приблизительно подсчитать численность обслуживаемого населения, что также имеет большое значение в оценке работы очистных устройств.

В случае использования сточных вод для удобрительного орошения анализ должен дать представление о концентрации в жидкости основных удобрительных элементов N, K, P и о количестве и качестве вносимого в почву осадка.

Бактериологический анализ, помимо санитарной характеристики, дает иногда ценные указания о наличии в сточных водах токсических примесей, могущих вредно отозваться на ходе биологического процесса очистки.

б) Для суждения о работе разного рода очистных сооружений контрольные наблюдения ведут по специальным, приведенным выше, схемам (см. главу 2). Существенно важен в этом отношении пересчет анализа на принятые для данного сооружения нормативы, их проверка, корректировка и сопоставление с основными условиями эксплуатации. Например, для отстойников — нормы выноса взвешенных веществ и задержки осадка в связи с нагрузкой на единицу водного зеркала; для метантенков — норма газообразования на 1 кг беззольного вещества, степень распада осадка в зависимости от нормы суточной загрузки осадка и температуры; для полей орошения — степень минерализации и „задержка“ бактерий в зависимости от оросительной нормы (м^3 на 1 га в сутки) и характера культур, для биофильтров — окислительный эффект в граммах кислорода на 1 м^3 фильтрующего материала в час или в сутки или эффект минерализации органического вещества (по понижению БПК₅) за сутки в зависимости от нагрузки сточной жидкости на единицу объема или единицу поверхности фильтра; для аэротенка — то же с расчетом на единицу объема сооружения и с учетом затраченного количества

воздуха; для очистной установки в целом, будут ли это поля орошения или биостанция, — суммарный санитарно-технический эффект работы сооружений по выделению твердой фазы и по переработке органического вещества жидкой фазы сточных вод, а также по снижению числа бактерий; по водоему-приемнику — передаваемая ему работа по ликвидации загрязнений, не задержанных очистными сооружениями, условия и эффект самоочищения по химическим и бактериальным показателям, с учетом создающегося в водоеме разбавления речной водой.

Из определений, показательных для оценки работы отдельных сооружений, особого внимания заслуживают фосфаты и „формы азота“.

Определение фосфатов в очищенных водах при почвенной очистке дает чувствительный показатель дефектов фильтрации, так как в нормальных условиях фосфаты полностью поглощаются почвой.

Определение окисленных форм азота и сопоставление общего количества азота в очищенных водах с его количеством в сточной жидкости дает указания на напряженность окислительного процесса в сооружениях и на явления денитрификации, связанные с недостаточным снабжением кислородом, что типично при почвенных методах очистки, в прудах, в биофильтрах.

Определение хлоридов служит контролем постоянства солевого фона сточной жидкости, изменяющейся по ходу очистки в своей органической части, и для суждения о „согласованности“ анализируемых проб.

в) Для оценки качества используемых отходов, получаемых в процессе очистки, в большинстве случаев достаточны контрольные анализы, перечисленные в данных выше схемах, но иногда потребуются специальные пересчеты или даже специальные исследования.

Так, при использовании осадка из первичных отстойников и из метантенков или активного ила в качестве удобрения могут потребоваться более подробные данные о природе органического вещества, о содержании К, Са, Mg, но решающими будут прямые агрономические опыты.

Для характеристики утильжира берут данные о содержании омыляемых жиров и специальные технологические показатели (число омыления, число Мейсля и др.).

При использовании отходов жировой промышленности в качестве топлива интересно определение его теплотворной способности. То же относится к газам брожения, если недостаточно подсчета состава газа.

Для активного ила, применяемого в качестве корма, потребуется определение содержания протеинов и жиров, а может быть и витаминов. Особые требования к анализу должны быть предъявлены при использовании очищенной сточной жидкости для удобрения, для рыбоводства или для питания ею котельных установок.

Методы этих дополнительных исследований не вошли в настоящее руководство. Их выполнение не есть повседневная работа лабораторий, обслуживающих очистные установки, а представляет специальную задачу и носит для каждой установки исследовательский характер.

Материалы, собираемые в порядке контроля, подлежат ежемесячной сводке в форме таблиц, а затем их периодически обрабатывают в соответствии с изложенным. Полезны посезонные обзоры полученных результатов и обязательны годовые сводки-отчеты, причем аналитический материал должен быть увязан с основными эксплуатационными показателями (поступление сточных вод, численность обслуживаемого населения, расход энергии, рабочей силы, суммарная стоимость очистки) и сопоставлен с плановым заданием.

Экономические показатели в конечном счете пересчитывают на 1000 м³ отработанной жидкости и на 1000 жителей, а иногда большой интерес может представить пересчет на 1 тонну снижения органического вещества (по БПК₅) и на 1 тонну осадка.

При наличии доходных статей — сельскохозяйственной продукции и животноводства на полях орошения, рыбы из очистных прудов, газов брожения из метантенков, осадка и активного ила в качестве удобрения, — полученный денежный эффект вводят в общую оценку стоимости очистки.

Естественный вывод из подобных обзоров-отчетов, это предложения об улучшении и удешевлении производства в целом и отдельных его частей. Аналитика, ведущего контроль работы очистных сооружений, подобный отчет знакомит со значением выполняемой им работы, позволяет критически относиться к собираемым им данным и совершенствовать методы контроля.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Н. А. Базякина, Насадка Люблинской лаборатории для отгонки аммиака. Труды совещания по очистке сточных вод. Юбилейный сборник № 12. М., 1930 г.
2. Н. А. Базякина, Расчет константы скорости потребления кислорода при определении биохимической потребности в кислороде. Журн. „Водоснабжение и санитарная техника“ № 2. 1933 г.
3. В. А. Бараш, Методы контроля работы метантенков. Сборник 2-й АКХ. Опыты по метановому брожению осадка, под ред. С. Н. Строганова, 1934 г.
4. В. А. Бараш, Применение оптических методов для характеристики состава сточных вод. ОНТИ, 1938 г.
5. В. А. Бараш, Твердая фаза сточной жидкости. Архив лаборатории Люберецких полей фильтрации, 1940 г.
6. В. А. Бараш и Н. М. Попова, Изыскание новых методов анализа сточных и очищенных вод. Сборник статей по оптическим методам исследования. ОНТИ, 1936 г.
7. Г. С. Бриттон, Водородные ионы. 1936 г.
8. Д. А. Вальтер, Колориметрическое определение концентрации водородных ионов. Успехи биологической химии. Вып. VIII, 1930 г.
9. Д. А. Вальтер, Определение концентрации водородных ионов (хингидроинный метод). Успехи биологической химии. Вып. VI, 1928 г.
10. А. С. Васильев и М. М. Духинова, Колориметрическое определение нитратов с β-метилдумбеллифером. Журнал „Заводская лаборатория“, № 1, 1941 г.
11. Временные правила технической эксплуатации водопроводов и канализаций. Изд. Наркомхоза РСФСР, 1940 г.
12. Временный стандарт качества водопроводной воды и инструкции по исследованию воды. Издание официальное, 1940 г.
13. Н. Н. Гаврилова, Определение биохимической потребности в кислороде для очищенных вод. Журнал „Водоснабжение и санитарная техника“, № 10, 1936 г.
14. Деннис и Никольс, Газовый анализ. Изд. 1934 г.
15. Н. Г. Захаров и Е. Ф. Константинова, Очистительные пруды на Люблинских полях фильтрации в 1919-1920 г. Труды совещания по очистке сточных вод. Выпуск 11-й, 1929 г.
16. С. Г. Крапивин, О быстром способе определения аммиака в сточной и дренажной воде. Отчет комиссии по очистке сточных вод. Приложение к отчету комиссии за время с 30 октября 1910 г. по 1 ноября 1912 г. Книга 1-я. Том II, стр. 124—125. М. 1913 г.
17. А. Р. Кизель, Практическое руководство по биохимии растений 1934 г.
18. Н. А. Комарова, Применение объемного метода определения гумуса к исследованию различных форм в почвах. Труды Ленинградского отделения ВИА, вып. 17. 1933 г.

19. Е. Ф. Константинова, Определение растворенного кислорода в присутствии активного ила. Труды совещания по очистке сточных вод. Юбилейный сборник, № 12, М. 1930 г.
20. Е. Ф. Константинова, К методике определения биохимической потребности в кислороде в жидкости из аэротанков. Архив лаборатории Люблинского комбината. 1939 г.
21. Е. Ф. Константинова, Определение сухого вещества активного ила на развернутом фильтре. Архив лаборатории Люблинского комбината. 1938 г.
22. А. Н. Лебединцев, Колориметрическое определение нитратов в воде и водных почвенных вытяжках по способу Грандвалля-Ляжу. Гидрохимические материалы, том 1. 1915 г.
23. А. П. Лидов, Курс газового анализа. 1931 г.
24. Lumb, Some Development in Sewage works Analysis. Surveyor, April 3, 1936.
25. Т. И. Могилевская, Аппарат системы ВТИ для полного газового анализа. „Известия теплотехнического института“ № 7. 1932 г.
26. W. Ohlmüller und O. Spitta, Die Untersuchung und Beurteilung des Wassers und des Abwassers.
27. Е. С. Попова, Оценка различных методов определения органического вещества в сточных водах. Архив лаборатории Люберецких полифильтрации. 1939 г.
28. Н. М. Попова, Объемный метод определения влажности осадка. Архив Люберецкой лаборатории. 1932 г.
29. В. Г. Савич, Измерение окислительно-восстановительного потенциала, как метод автоматического контроля аэротанка. 1940 г.
30. Б. А. Скопинцев и Ф. Я. Варфоломеева, Об одометрическом определении активного хлора в водах, содержащих нитриты и соли окиси железа. Журн. „Прикладная химия“ № 1, 1932 г.
31. Н. Славинский, Определение азотной кислоты в водах по методу Грандвалля и Ляжу. Гидрохимические материалы, том 1. 1915 г.
32. Стандартные методы исследования питьевых и сточных вод. Издание Постоянного бюро всесоюзных водопроводных и санитарно-технических съездов № 75, М. 1927 г.
33. Standard Methods for the examination of water and sewage Eighth edition 1936 г.
34. E. J. Theriault, The oxygen demand of polluted waters. Public Health Bulletin № 173 — 1927 г.
35. E. J. Theriault, The determination of the dissolved oxygen by the Winkler method. Public Health Bulletin № 15/1, 1925 г.
36. H. A. Thomas, The slope method of evaluating the constants of the first stage biochemical oxygen demand curve. Sewage Works Journal Vol. IX/, № 35, 1937 г.
37. Дж. Горп и М. Уайтли, Практическое руководство по органическому анализу. 1937 г.
38. М. Н. Тульчинский, Замена сегнетовой соли глицерином при определении сахара методом Бертраана. Журн. „Прикладная химия“ № 4, т. XI, стр. 706, 1938 г.
39. И. В. Тюрин, Органическое вещество почв. 1937 г.
40. C. J. Schollenberger, Determination of Soil Organic Matter. Soil Science Vol. XXXI, № 1, 1931, p. 4-3.
41. M. Fair Gordon, The log-difference method of estimating the constants of the first-stage biochemical oxygen demand curve. Sewage Works Journal, Vol. VIII № 3 — 1936 г.
42. Fyleman, Journ. Amer. Chem. Soc. 1924 V. 43, p. 142.

Форма № 1

Лаборатория треста Мосочиствод

Проба взята: 19—г., —мес., —числа, —день недели, час (0—24)
 из — (водоема, установки, стока и т. д.)

Адрес —

Протокол анализа воды № —

Температура (°C) — Степень прозрач. (см) — Реакция (pH) —

Объем осадка (мг/л) — Характер взвеш. веществ и осадка —

| | мг/л | | мг/л |
|-------------------------------|------|---------------------------------|------|
| Взвеш. вещ. при 105°C | | Фосфаты (P_2O_5) | |
| „ „ после прокалив. | | Углерод органич. (C) | |
| „ „ потеря при прок. | | Окисляемость (O) | |
| Плотн. ост. при 105°C | | Кислород растворенный (O_2) | |
| „ „ после прокалив. | | БПК ₅ | |
| „ „ потеря при прок. | | „ „ | |
| Хлориды (Cl) | | Стойкость в %/о | |
| Азот (N) общий | | „ „ | |
| „ „ аммон. солей | | „ „ | |
| „ „ нитратов | | Число бактерий на МПА | |
| „ „ нитритов | | „ „ на среде Эндо | |
| Сульфаты (SO_4) | | „ „ | |

Отметка о времени выполнения анализа — месяц — число

Анализ произвели —

Зав. лабораторией —

Примечание:

Шрифтъ Снеллена 1,0.

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1,0.

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1,0.

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1,0.

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1,0.

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1.0.

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1.0

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1.0.

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1.0.

Для опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

Шрифтъ Снеллена 1.0

опредѣленія степени прозрачности воды
разсматриваютъ черезъ слой ея то, что
напечатано здѣсь.

5 4 1 7 8 3 0 9 2 6

ОГЛАВЛЕНИЕ

| | Стр. |
|--|------|
| Предисловие | 3 |
| Глава первая. Постановка производственного контроля на очистных сооружениях и водоемах | 5 |
| I. Технический учет при эксплуатации очистных сооружений | 5 |
| II. Контроль технологического процесса очистки сточных вод | 6 |
| Схема I. Контроль работы полей орошения, полей фильтрации и очистных прудов | 7 |
| Схема II. Контроль работы станций интенсивной очистки | 8 |
| Схема III. Контроль состояния водоема-приемника сточных вод | 10 |
| Глава вторая. Перечень и объем контрольных анализов жидкости, ила, осадка и газа | 10 |
| I. Анализы, принятые на полях орошения и полях фильтрации | 11 |
| Схема I. Полный химический анализ сточных очищенных вод и вод водоемов | 11 |
| Схема II. Сокращенный анализ сточных и очищенных вод и вод водоемов | 12 |
| II. Анализы, принятые в качестве контроля на сооружениях интенсивной очистки | 12 |
| Схема III. Анализы на сооружениях предварительной очистки и обработки осадка | 12 |
| Схема IV. Анализы на аэрационных сооружениях | 14 |
| Глава третья. Методы взятия проб при производственном контроле | 15 |
| I. Набор проб | 15 |
| II. Хранение и консервирование проб | 19 |
| III. Подготовка проб к анализу | 20 |
| Глава четвертая. Методы химического анализа сточных вод (стандартные методы) | 22 |
| I. Сточная жидкость: | 22 |
| 1. Температура (22). 2. Окраска (23). 3. Запах (23). | |
| 4. Прозрачность (23). 5. Активная реакция (24). 6. Азот аммонийный (25). 7. Нитриты по Гриссу (31). 8. Нитраты (32). | |
| 9. Азот общий по Кьельдалю (37). 10. Окисляемость по Кубелю (38). 11. Растворенный кислород (40). 12. Растворенный кислород в присутствии активного ила (50). 13. Биохимическая потребность в кислороде (52). 14. Относительная стабильность (56). 15. Осадок по объему (58). 16. Осадок по весу | |

| | |
|--|-----|
| (58). 17. Взвешенные вещества и потеря при прокаливании (58). 18. Плотный остаток (60). 19. Хлориды (61). 20. Потребность в хлоре (64). 21. Свободный хлор (65). 22. Фосфаты (67). 23. Сульфаты (68). 24. Железо (69). | |
| II. Иловая жидкость | 71 |
| 1. Активная реакция (71) 2. Летучие жирные кислоты и щелочность (71). 3. Масляная кислота (по Файелману) (73). 4. Муравьиная кислота (по Блекаддеру) (75). 5. Азот аммонийных солей (по Краппивину) (76). | |
| III. Активный ил и осадок сточных вод | 76 |
| 1. Скорость оседания ила (76). 2. Иловый индекс (77). 3. Сухое вещество активного ила и зольность (77). 4. Влажность (78). 5. Гигроскопическая влажность (79). 6. Зольность и потеря при прокаливании (80). 7. Жиры (81). 8. Углеводы (81). 9. Азот общий (п. Ф. Кьельдаля) (87). 10. Углерод органический. Хромовый метод (по Тюришу) (89). 11. Объемный вес осадка (91). 12. Механический анализ осадка и песка (91) | |
| IV. Газ | 93 |
| 1. Сероводород (94). 2. Углекислота и кислород (95). 3. Водород и метан (95). | |
| V. Выражение результатов химических анализов | 96 |
| Глава пятая. Методы бактериологического анализа сточных вод | 98 |
| I. Подготовительные работы | 98 |
| 1. Подготовка стерильной посуды (98). 2. Приготовление питательной среды (99). 3. Приготовление стерилизованного раствора для разведения исследуемых объектов (104). | |
| II. Выемка проб и доставка их в лабораторию | 105 |
| III. Производство бактериологического анализа | 105 |
| 1. Подготовка к анализу сточной и очищенной жидкости (105). 2. Посев на мясо-пептонный агар (106). 3. Посев на среду Эндо (107). 4. Форма записи результатов анализа (108). 5. Анализ хлорированной сточной или очищенной жидкости (109). 6. Подсчет результатов анализа (III). | |
| Глава шестая. Нестандартные методы анализа сточных вод | 113 |
| 1. Определение цветности жидкости методом цветометрии (113). 2. Определение мутности сточной жидкости фотозлектронным компаратором (114). 3. Определение активной реакции при помощи сурьмяных электродов (116) 4. Определение "коллаидов" в сточной жидкости (119). 5. Определение нитратов по А. С. Васильеву (120). 6. Определение окисляемости хромовым методом (121). 7. Определение окисляемости иловой жидкости методом Бенсона и Хикса (124). 8. Определение растворенного кислорода по щелочно-гипохлоритной модификации метода Винклера (125). 9. Определение биохимической потребности в кислороде хлорированных вод (127). 10. Определение сульфидов в сточной жидкости (129). 11. Определение меди в сточной жидкости (129). 12. Определение фосфатов в осадке и активном иле (по Лоренцу) (130). | |

| | |
|---|-----|
| Глава седьмая. Организация лаборатории на очист-
ных сооружениях | 132 |
| Глава восьмая. Оценка результатов контрольных оп-
ределений | 137 |
| Список использованной литературы | 141 |
| Приложения: 1. Образцы бланков для записи результатов
анализов | 143 |
| 2. Шрифт Снеллена. | 145 |

~~18884~~

РЕСПУБЛИКАНСКАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА БССР

~~30934~~

РЕСПУБЛИКАНСКАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА БССР

Редактор Н. П. Ермолов

Л106245 Тир. 3000 экз. Под. к печ. 15/ХП 1944 г.
Печ. 9 1/2 Уч-изд. 10,7л. Знаков в 1 п. л. 46260

РУ № 3, Москва, Хохловский, 7. Зак. 418