



Politechnika Wroclawska

KATEDRA TECHNOLOGII OCZYSZCZANIA WODY I ŚCIEKÓW

INSTRUKCJE DO ĆWICZEŃ LABORATORYJNYCH

Zarządzanie jakością i systemami oczyszczania wód i ścieków

TOŚ I stopień

SPIS TREŚCI

Ćwiczenie 1	str. 2
Analiza skuteczności procesu sedymentacji w oczyszczaniu wody i ścieków	
Ćwiczenie 2	str. 6
Doświadczalne określenie skuteczności usuwania zanieczyszczeń z wody powierzchniowej w procesie filtracji pospiesznej na złożu piaskowym	
Ćwiczenie 3	str. 9
Efektywność usuwania związków żelaza i manganu w procesie filtracji na złożu katalitycznym	
Ćwiczenie 4	str. 12
Wykorzystanie procesu koagulacji w systemach oczyszczania wody i ścieków	
Ćwiczenie 5	str. 16
Dobór optymalnej dawki polielektrolitu - właściwości filtracyjne osadów ściekowych	
Ćwiczenie 6	str. 24
Wyznaczenie parametrów projektowych zagęszczacza - grawitacyjne zagęszczanie osadów ściekowych	
Sposób wykonania oznaczeń	str. 30

Wrocław 2018

Opracowanie:
dr inż. Agnieszka Urbanowska
mgr inż. Aleksandra Klimonda
mgr inż. Katarzyna Rucka

Ćwiczenie 1

Analiza skuteczności procesu sedymentacji w oczyszczaniu wody i ścieków

WSTĘP TEORETYCZNY

Jednym z podstawowych procesów wykorzystywanych zarówno w oczyszczaniu wody jak i ścieków jest proces sedymentacji. Służy on do usuwania cząstek stałych o ciężarze właściwym większym od ciężaru właściwego cieczy. Opadająca cząstka podlega działaniu siły ciężkości oraz siły wyporu i oporu ośrodka. Od wzajemnego stosunku tych sił zależy prędkość opadania cząstki. Do czasu zrównoważenia sił ciężkości i oporu, cząstka opada ruchem jednostajnie przyspieszonym, a następnie ruchem jednostajnym. Poza tym, zjawisko opadania cząstek zależy również od ich stężenia, wymiarów, kształtu, gęstości i temperatury oraz od kierunku przepływu wody.

Klasyczne prawa sedymentacji opierają się na następujących założeniach:

- sedymentacja przebiega w warunkach statycznych, bez jakichkolwiek zaburzeń,
- zawiesiny mają kształt kulisty,
- zawiesiny są duże w porównaniu z drobinami cieczy,
- podczas opadania cząsteczki nie oddziałują na siebie,
- prędkość opadania jest mała.

W zależności od charakteru i ilości zawiesin wyróżnia się:

- opadanie cząstek ziarnistych,
- opadanie cząstek kłaczkowatych.

Ze względu na warunki hydrauliczne wyróżnić można:

- opadanie swobodne,
- opadanie skupione.

Opadanie swobodne zachodzi przy małej liczbie cząsteczek. Wówczas każda cząstka opada oddzielnie, nie oddziałując na cząstki sąsiadujące i nie zmieniając właściwości fizycznych. Takie opadanie zachodzi w przypadku zawiesin ziarnistych, występujących w względnie małych stężeniach.

Przy znacznym zagęszczeniu cząstek, występuje opadanie skupione, podczas którego cząstki nawzajem oddziałują na siebie i przez wzajemne zderzanie tworzą aglomeraty. W wyniku tego zakłócone są prawa rządzące opadaniem cząstki pojedynczej. Na skutek aglomeracji cząstek, ich prędkość opadania zwiększa się wraz z głębokością osadnika, a trajektoria opadania jest krzywą, a nie prostą tak jak ma to miejsce w przypadku opadania cząstek ziarnistych.

Urządzenia, w których prowadzi się proces sedymentacji noszą nazwę osadników. W przypadku oczyszczania wody ich miejsce w układzie technologicznym zależy od jakości oczyszczanej wody, a więc od rodzaju i kolejności stosowanych procesów jednostkowych. W razie konieczności usunięcia zawiesin łatwo opadających z wody przed jej dalszym oczyszczaniem, osadniki znajdują się na początku układu urządzeń. Jeżeli natomiast w układzie technologicznym uzdatniania wody stosuje się koagulację lub procesy chemicznego strącania, to miejsce osadników jest po urządzeniach, w których zachodzą procesy prowadzące do powstawania zawiesin sedymentujących. Woda z osadników kierowana jest zwykle na filtry zapewniające dalsze usuwanie zawiesin.

Z uwagi na kierunek przepływu wody, osadniki można podzielić na osadniki o przepływie poziomym, pionowym i poziomo-pionowym. Ponadto, do oczyszczania wody stosowane mogą być osadniki odśrodkowe i wielostrumieniowe. Specjalną odmianą osadnika o przepływie pionowym są osadniki kontaktowe z warstwą osadu zawieszzonego lub z osadem zawracanym oraz osadniki zespolone z komorą reakcji.

W przypadku oczyszczania ścieków, w zależności od miejsca w układzie technologicznym, osadniki można podzielić na wstępne, pośrednie i wtórne. Natomiast ze względu na rozwiązania techniczne, osadniki dzieli się na osadniki o przepływie poziomym (podłużne, promieniste, wielolejowe), pionowym, pionowo-poziomym oraz Imhoffa.

Wytyczne do projektowania wszystkich typów osadników stanowi wartość obciążenia hydraulicznego (przy występowaniu tylko zawiesiny ziarnistej, przy wyraźnej przewodze zawiesiny ziarnistej lub gdy w ściekach występuje zawiesina całkowicie lub w znacznym stopniu skłaczkowana) bądź obciążenie hydrauliczne i

czas przetrzymania (gdy ścieki zawierają zawieszinę mieszaną lub zawieszinę nie w pełni skłaczkową, a w układzie nie ma wstępnej flokulacji).

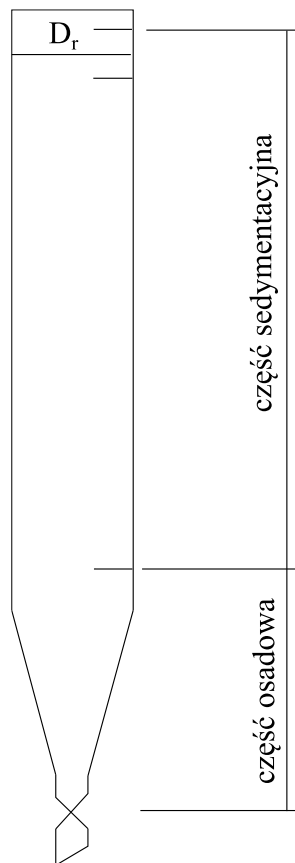
Miarą skuteczności działania osadników jest zawartość zawieszin w wodzie lub w ściekach po procesie sedymentacji. Sprawność sedymentacji zależy od rodzaju cząsteczek sedymentujących oraz od czasu sedymentacji.

CEL ĆWICZENIA:

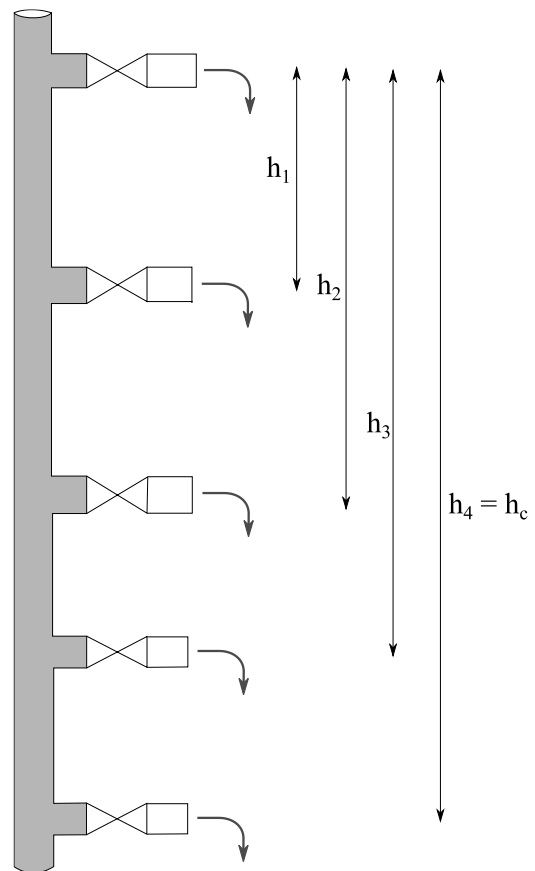
- analiza zmian stężenia zawieszin ziarnistych usuwanych z wody powierzchniowej w osadniku o przepływie poziomym,
- analiza zmian stężenia zawieszin kłaczkowatych usuwanych ze ścieków w czasie, na różnych głębokościach osadnika wstępnego.

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

Schematy stanowisk laboratoryjnych przedstawiono na Rysunkach 1 i 2.



Rysunek 1. Schemat cylindra Spillnera służącego do przeprowadzenia procesu sedymentacji zawieszin ziarnistych



Rysunek 2. Schemat układu do przeprowadzenia procesu sedymentacji zawieszin kłaczkowatych

W przypadku oczyszczania wody pobrać próbkę wody modelowej zawierającej zawiesziny ziarniste i po jej dokładnym wymieszaniu napęlić nią 5 cylindrów Spilnera do kreski ograniczającej część sedymentacyjną cylindra (objętość cylindra 540 cm^3 , wysokość 432 mm). W wodzie surowej oznaczyć zawartość zawieszin ogólnych (mg/dm^3) metodą pośrednią. Po upływie czasów sedymentacji 6, 12, 18, 24 i 36 min z części osadowej

cylindrów pobrać kolejno po 50 cm³ wody wraz z osadem i we wszystkich próbach oznaczyć wagowo masę osadu (mg). Następnie obliczyć masę zawiesin, które opadły z części sedymentacyjnej poszczególnych cylindrów do części osadowej.

W przypadku oczyszczania ścieków, badania kinetyki sedymentacji zawiesiny kłaczkowatej należy prowadzić w 4 kolumnach sedymentacyjnych zaopatrzonych w umieszczone na różnych wysokościach kurki do poboru prób. Rury 1 - 4 symulują zjawiska zachodzące podczas przepływu ścieków przez osadnik poziomy. Oddalenie porcji ścieków od wlotu do osadnika uzależnione jest tu od czasu przepływu. W tym celu do 4 rur wlać dobrze wymieszane ścieki do wysokości górnego przelewu. W ściekach surowych oznaczyć zawartość zawiesin ogólnych (mg/dm³). Po upływie 15 min od momentu napełnienia pobrać próby z rury nr 1 rozpoczynając od górnego poziomu. Próby należy pobierać opróżniając do zlewki całą objętość danej strefy. Tak samo postępować kolejno z rurami nr 2, 3 i 4 po czasach odpowiednio 30, 60 i 120 min. W pobranych próbach oznaczyć stężenie zawiesiny ogólną metodą pośrednią. Zawartość substancji rozpuszczonych oznaczyć dla jednej, dowolnie wybranej próby.

OPRACOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Tabele pomiarowe

Usuwanie zawiesin ziarnistych z wody

Nazwa krystalizatora							
Czas sedymentacji, min	woda surowa	przesącz	6	12	18	24	36
Masa krystalizatora, g							
Masa krystalizatora po odparowaniu, g							
Sucha pozostałość w krystalizatorze, g							
Masa osadu, g		-					
Procentowa masa osadu, %	100%	-					
Masa pozostałej zawiesiny, %	0,00	-					
Prędkość opadania, m/s	-	-					

Usuwanie zawiesin kłaczkowatych ze ścieków

Numer kolumny	Ścieki surowe	Przesącz	1				2				3				4			
Czas sedymentacji; min			15				30				60				120			
Numer poziomu			h ₁	h ₂	h ₃	h ₄	h ₁	h ₂	h ₃	h ₄	h ₁	h ₂	h ₃	h ₄	h ₁	h ₂	h ₃	h ₄
Opis krystalizatorów																		
Masy krystalizatorów, g	A. „czysty”																	
	B. „po wysuszeniu”																	
Różnica B-A, g																		
Sucha pozostałość, g/m³																		
Ciała rozpuszczone, g/m³																		
Zawiesina, g/ m³																		
Objętość strefy sedymentacji, m³		---																
Skuteczność usuwania zawiesiny η, %		---																

Analizując proces sedymentacji zawiesin ziarnistych sporządzić wykresy następujących zależności:

- zawiesiny usunięte z wody (%) w funkcji czasu sedymentacji (min),
- zawiesiny usunięte z wody (%) w funkcji prędkości sedymentacji (mm/s),
- zawiesiny pozostałe w wodzie (%) w funkcji prędkości sedymentacji (mm/s).

Odczytać z wykresu prędkość sedymentacji zawiesin dla założonej skuteczności ich usuwania (np. 75%) i obliczyć obciążenie hydrauliczne osadnika o przepływie poziomym ($\text{m}^3/\text{m}^2\text{d}$) dla przyjętego współczynnika efektywnego czasu sedymentacji (np. 3). Znając wartość obciążenia hydraulicznego osadnika o przepływie poziomym obliczyć jego wymiary dla założonego natężenia przepływu wody powierzchniowej (np. $10\,000\text{ m}^3/\text{d}$).

Interpretując proces sedymentacji zawiesin kłaczkowatych obliczyć stopień usunięcia zawiesiny ogólnej w poszczególnych strefach sedymentacji w zależności od czasu prowadzenia procesu $\eta = f(t)$ i sporządzić wykres. Obliczenia wykonać należy zgodnie z poniższymi wzorami:

$$\eta^{H_1} = \frac{c_0 - c_1}{c_0} = 1 - \frac{c_1}{c_0}$$

$$\eta^{H_2} = 1 - \frac{c_1V_1 + c_2V_2}{c_0(V_1 + V_2)}$$

$$\eta^{H_3} = 1 - \frac{c_1V_1 + c_2V_2 + c_3V_3}{c_0(V_1 + V_2 + V_3)}$$

$$\eta^{H_4} = 1 - \frac{c_1V_1 + c_2V_2 + c_3V_3 + c_4V_4}{c_0(V_1 + V_2 + V_3 + V_4)}$$

gdzie:

- c_0 – stężenie początkowe zawiesiny ogólnej w ściekach przed sedymentacją, g/m^3
- c_i – stężenie zawiesiny ogólnej w poszczególnych strefach sedymentacji ($i = 1..4$), g/m^3
- V_i – objętość poszczególnych stref sedymentacji ($i = 1..4$), m^3

Zakładając określony stopień usunięcia zawiesiny ogólnej, z wykresu odczytać niezbędny czas sedymentacji, jakiemu należy poddać ścieki w osadniku o głębokości $H_C = H_4$. Przyjmując określone natężenie dopływu ścieków obliczyć objętość osadnika (m^3), powierzchnię osadnika (m^2) oraz obciążenie hydrauliczne powierzchni osadnika ($\text{m}^3/\text{m}^2\cdot\text{h}$).

LITERATURA

- [1] A. L. Kowal, M. Świdorska-Bróz: Oczyszczanie wody. Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa–Wrocław 1996
- [2] A. L. Kowal, M. M. Sozański: Podstawy doświadczalne systemów oczyszczania wód (sedymentacja, koagulacja i filtracja). Skrypt, Politechnika Wrocławska, Wrocław 1977
- [3] B. Cywiński i in., Oczyszczanie ścieków miejskich t. II, Arkady, Warszawa 1972
- [4] J. Łomotowski, A. Szpindor, Nowoczesne systemy oczyszczania ścieków, Arkady. Warszawa 2002
- [5] Oczyszczanie wody i wybrane zagadnienia z oczyszczania wody. Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych. ZWUŚiO III rok, TWS IV rok, Politechnika Wrocławska
- [6] Oczyszczanie ścieków. Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych. ZWUŚiZO I stopień IV rok, Politechnika Wrocławska

Ćwiczenie 2

Doświadczalne określenie skuteczności usuwania zanieczyszczeń z wody powierzchniowej w procesie filtracji pospiesznej na złożu piaskowym

WSTĘP TEORETYCZNY

Filtracja jest procesem zapewniającym usuwanie z oczyszczanej cieczy cząstek o średnicy $> 0,1 \mu\text{m}$. Proces ten realizowany jest w urządzeniach zwanych filtrami. Ze względu na warunki pracy oraz rodzaj złoż filtracyjnych, filtry można podzielić na:

- grawitacyjne i ciśnieniowe,
- powolne i pospieszne,
- jedno- i wielowarstwowe,
- otwarte i zamknięte,
- ze złożem niskim i wysokim.

Istota procesu filtracji polega na przepływie wody w określonym kierunku i z odpowiednią prędkością przez złoż filtracyjne, który stanowi materiał porowaty. Droga jaką pokonuje woda podczas przechodzenia przez złoż filtracyjne nie jest odcinkiem prostym, więc określenie rzeczywistej długości drogi oraz prędkości przepływu nie jest możliwe. W praktyce przyjmuje się zatem uproszczenie: wartość prędkości filtracji to iloraz objętości przepływającej wody w czasie do całkowitego przekroju złoża filtracyjnego, natomiast długość drogi przyjmuje się równą wysokości złoża. W filtrach pospiesznych stosowanych w układach oczyszczania wody przeznaczonych do spożycia przez ludzi stosuje się najczęściej prędkość filtracji w granicach $5 - 10 \text{ m/h}$. W Polsce zwykle dla wód po procesach koagulacji i sedymentacji przyjmuje się prędkość filtracji:

- dla złoż jednowarstwowych $\leq 7,5 \text{ m/h}$,
- dla złoż dwuwarstwowych $\leq 10 \text{ m/h}$,
- dla złoż trójwarstwowych $\leq 12 \text{ m/h}$.

Najczęściej stosowanymi materiałami filtracyjnymi są: piasek kwarcowy, węgiel antracytowy i granulowany węgiel aktywny. Rzadziej stosowane są materiały spiekane jak na przykład keramzyt lub materiały kruszone, m. in. granit oraz tworzywa sztuczne o gęstości mniejszej od gęstości wody. Materiały filtracyjne spełniają swoje zadanie, wówczas, gdy charakteryzują się właściwym uziarnieniem, porowatością, gęstością, wytrzymałością mechaniczną na ścieranie i kruszenie oraz składem chemicznym. Nie bez znaczenia pozostaje również ich czystość, tzn. brak możliwości ługowania z nich zanieczyszczeń przez przepływającą wodę.

Przydatność materiału filtracyjnego ocenia się na podstawie średnicy czynnej d_{10} (definiowana jako średnica, która wraz z ziarnami mniejszymi stanowi 10% masy próbki materiału filtracyjnego i jest medianą zbioru wszystkich ziarn złoża) i współczynnika równomierności złoża WR równego d_{60}/d_{10} (d_{60} to średnica, która wraz z mniejszymi stanowi 60% masy próbki materiału filtracyjnego). Skład granulometryczny materiału ziarnistego do filtracji określa się wykonując analizę sitową.

W filtrach pospiesznych stosuje się złoża jednowarstwowe (np. piaskowe), dwuwarstwowe (np. piaskowo-antracytowe) oraz trójwarstwowe (np. granulowany węgiel aktywny-antracytowo-piaskowe). Stosowanie złoż wielowarstwowych zapewnia lepsze wykorzystanie pojemności złoża na zanieczyszczenia na całej ich wysokości, wydłuża cykl filtracji ze względu na wolniejszy przyrost strat ciśnienia hydraulicznego oraz pozwana na eksploatację filtrów przy większej prędkości filtracji.

Cyklem filtracji nazywamy czas pracy złoża filtracyjnego między kolejnym jego płukaniem. Zależy on przede wszystkim od parametrów złoża (uziarnienia), prędkości filtracji i poziomu zanieczyszczenia wody dopływającej na filtry. Przeciętną długość cyklu filtracji przyjmuje się równą 24 h (w skrajnych przypadkach nie mniej niż 8 h). Za koniec cyklu filtracji przyjmuje się moment osiągnięcia dopuszczalnej straty ciśnienia lub pogorszenie się jakości filtratu ponad wymagane wartości. Płukanie złoża filtracyjnego ma także na celu jego odpowietrzenie.

Złoża filtrów pospiesznych mogą być płukane wodą lub wodą i powietrzem. Czynniki płuczące podczas płukania złoża przepływają od dołu do góry złoża filtracyjnego wypłukując zatrzymane w złożu zanieczyszczenia. Przy płukaniu wodą należy dobrać tak intensywność płukania, aby uzyskać 30 – 50% ekspansji złoża filtracyjnego. Ekspansja złoża jest parametrem określającym przyrost wysokości złoża w trakcie

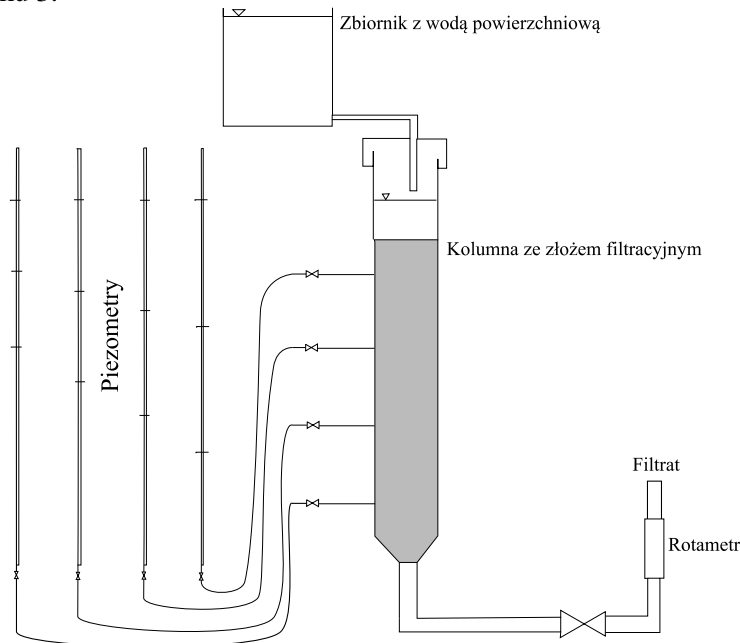
płukania. Przy płukaniu wodno-powietrznym ekspansja nie jest wymagana i zwykle jest mniejsza niż 10%. Intensywność płukania wodą zależy od gęstości i uziarnienia materiału filtracyjnego oraz od temperatury wody płuczącej.

CEL ĆWICZENIA:

- doświadczalne określenie przebiegu płukania złoża filtracyjnego,
- wyznaczenie efektywności usuwania zanieczyszczeń z wody powierzchniowej w procesie filtracji pospiesznej na jednowarstwowym, piaskowym złożu filtracyjnym przy stałej prędkości filtracji.

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

Schemat stanowiska laboratoryjnego do badania procesu filtracji pospiesznej na złożu jednowarstwowym przedstawiono na Rysunku 3.



Rysunek 3. Schemat stanowiska badawczego do przeprowadzenia procesu filtracji pospiesznej na złożu jednowarstwowym

W wodzie surowej należy oznaczyć:

- pH,
- barwę,
- mętność,
- zasadowość,
- utlenialność.

Zmierzyć średnicę i wysokość złoża filtracyjnego w stanie spoczynku.

Ćwiczenie należy rozpocząć od wypłukania złoża filtracyjnego wodą wodociągową z trzema intensywnościami płukania złoża, określając je na przelewie filtru poprzez pomiar czasu, przy którym zostanie pobrana do cylindra miarowego określona objętość wody. W tym celu ustawić położenia zaworów na modelu filtru pospiesznego w pozycji do płukania. Płukanie złoża przeprowadzić utrzymując je na trzech wysokościach, przy czym dla każdej wysokości złoża w ekspansji:

$$EXP = (H_{exp} / H_{zł} - 1) \cdot 100\%, \%$$

gdzie:

- EXP – ekspansja złoża, %
- H_{exp} – wysokość złoża podczas płukania, m
- $H_{zł}$ – wysokość złoża w czasie spoczynku, m

wyznaczyć intensywność płukania złoża:

$$J_{pt} = V / (t \cdot F), \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}, \text{ dm}^3/\text{m}^2\text{s}$$

gdzie:

- J_{pt} - intensywność płukania, $\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$ lub $\text{dm}^3/\text{m}^2\text{s}$
- V - objętość wody do płukania, m^3 lub dm^3
- t - czas płukania, h lub s
- F - pole przekroju złoża filtracyjnego, m^2

jako średnią z 3 pomiarów.

Po wypłukaniu złoża filtracyjnego położenia zaworów przestawić w pozycje do filtracji wody. Włączyć dopływ wody do filtru, otworzyć zawór regulacyjny na odpływie filtratu i określić prędkość filtracji (m/h) dla stałego wskazania rotometru. Proces filtracji prowadzić przy stałej prędkości. W odstępach 10 - 15 min pobierać próbki filtratu oraz odczytywać wskazania piezometrów kontrolując przyrost strat ciśnienia na filtrze. W poszczególnych filtratach oznaczyć mętność, barwę, zasadowość, pH i utlenialność wody. Po zakończonym ćwiczeniu przeprowadzić powtórnie płukanie złoża filtracyjnego.

OPRACOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Wysokość złoża w spoczynku:

Średnica złoża:

Tabele pomiarowe

Płukanie złoża

Wysokość złoża w ekspansji, m									
Nr pomiaru	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Czas płukania, s									
Objętość wody, dm^3									
Intensywność płukania, $\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$	<i>(średnia)</i>			<i>(średnia)</i>			<i>(średnia)</i>		

Filtracja wody

Filtrat	Mętność, NTU	Barwa, g Pt/ m^3	Zasadowość, mol/m^3	pH	Utlenialność, $\text{g O}_2/\text{m}^3$
0					
1					
2					
3					
4					

Zmiany wartości poszczególnych wskaźników jakości wody nanieść na wykres w funkcji czasu filtracji. Na podstawie otrzymanych wyników określić skuteczność procesu filtracji pospiesznej oraz wyznaczyć graficznie zależność ekspansji złoża filtracyjnego podczas płukania od intensywności płukania złoża.

LITERATURA

- [1] A. L. Kowal, M. Świdorska-Bróz: Oczyszczanie wody. Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa–Wrocław 1996
- [2] A. L. Kowal, M. M. Sozański: Podstawy doświadczalne systemów oczyszczania wód (sedymentacja, koagulacja i filtracja). Skrypt, Politechnika Wrocławska, Wrocław 1977
- [3] Oczyszczanie wody i wybrane zagadnienia z oczyszczania wody. Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych. ZWUŚiO III rok, TWS IV rok, Politechnika Wrocławska

Ćwiczenie 3

Efektywność usuwania związków żelaza i manganu w procesie filtracji na złożu katalitycznym

WSTĘP TEORETYCZNY

Problem usuwania żelaza i manganu dotyczy głównie oczyszczania wód podziemnych i infiltracyjnych. Wody podziemne mogą zawierać żelazo w ilościach od śladowych do 100 g Fe/m³, natomiast mangan od 0 do 10 g Mn/m³. Również w wodach infiltracyjnych mogą występować ponadnormatywne stężenia żelaza i manganu. W związku z powyższym, w świetle obowiązujących przepisów, koniecznym jest usuwanie żelaza i manganu z wód przeznaczonych do spożycia i na potrzeby gospodarcze.

Proces odżelaziania wody polega na utlenianiu jonów żelaza (II) do żelaza (III) i usuwaniu wytrąconych związków Fe(OH)₃ z oczyszczanej wody w procesie sedymentacji i filtracji. O doborze metody usuwania żelaza z wody decyduje forma jego występowania w wodzie surowej. Jeżeli żelazo występuje jako Fe(HCO₃)₂, to stosuje się następujący układ oczyszczania wody:

napowietrzanie → sedymentacja (przy znacznych ilościach Fe(OH)₃) → odżelazianie (filtracja pospieszna)

Jeżeli żelazo występuje również w postaci FeSO₄, wówczas do powyższego układu należy włączyć proces alkalizacji, który zapewni neutralizację H₂SO₄ powstającego podczas hydrolizy FeSO₄.

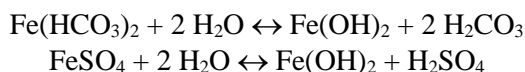
W sytuacji, gdy żelazo występuje w połączeniu ze związkami organicznymi najczęściej wymaganym procesem jest koagulacja.

Do wytrącenia trudno rozpuszczalnego wodorotlenku żelaza konieczne jest spełnienie następujących warunków:

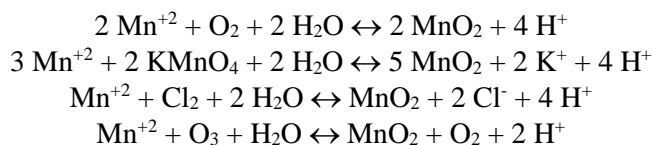
- 1) zapewnienie hydrolizy związków żelaza,
- 2) utlenienie jonów Fe(II) do Fe(III),
- 3) wytworzenie i aglomeracja koloidalnych cząsteczek Fe(OH)₃,
- 4) usunięcie wytrąconego wodorotlenku żelazowego.

O efektywności procesu odżelaziania decydują następujące procesy jednostkowe: hydroliza, utlenianie, flokulacja koloidalnych cząsteczek Fe(OH)₃ oraz ich sorpcja przez tlenki żelaza pokrywające ziarna złoża filtracyjnego. Na przebieg tych procesów ma wpływ skład chemiczny oczyszczanej wody (wartość pH, *Eh*, stężenie wolnego CO₂ i tlenu rozpuszczonego, zasadowość wody) oraz rodzaju zastosowanych procesów technologicznych i urządzeń (sposób odkwaszania wody, stosowany rodzaj utleniacza w przypadku utleniania jonów Fe(II) do Fe(III), czas kontaktu pomiędzy procesem utleniania a filtracją, rodzaj złoża filtracyjnego, rodzaj układu odżelaziania – grawitacyjny czy ciśnieniowy).

Hydroliza najczęściej występujących w wodach związków żelaza (II) przebiega zgodnie z reakcjami:



Proces odmanganiania wody polega na utlenianiu jonów Mn(II) do Mn(IV) i wytrąceniu ich w postaci MnO₂ · x H₂O. Skuteczne utlenianie Mn(II) do Mn(IV) przy użyciu różnych utleniaczy przebiega w środowisku alkalicznym według reakcji:



Związki manganu(II) w wodach podziemnych są bardziej trwałe i nie ulegają tak łatwo hydrolizie jak sole żelaza(II). Skuteczne odmanganianie wody poprzez utlenienie tlenem związków Mn(II) do Mn(IV) jest możliwe w warunkach odczynu obojętnego dzięki zastosowaniu filtracji przez wpracowane złoża filtracyjne, którego ziarna pokryte są dwutlenkiem manganu lub przez złożo z brausztynu (rudę manganowej). Proces

przebiega w wyniku sorpcji katalitycznej. Kinetyka odmanganiania ciągle nie została wyjaśniona. Przyjmuje się, że mangan jest sorbowany na powierzchni ziaren złoża w postaci wodorotlenków. Skład chemiczny wytrąconych powłok zależy od składu chemicznego wody oraz od rodzaju dawkowanych do niej chemikaliów przed procesem ultrafiltracji.

Do innych metod usuwania żelaza i manganu z wody należy zaliczyć:

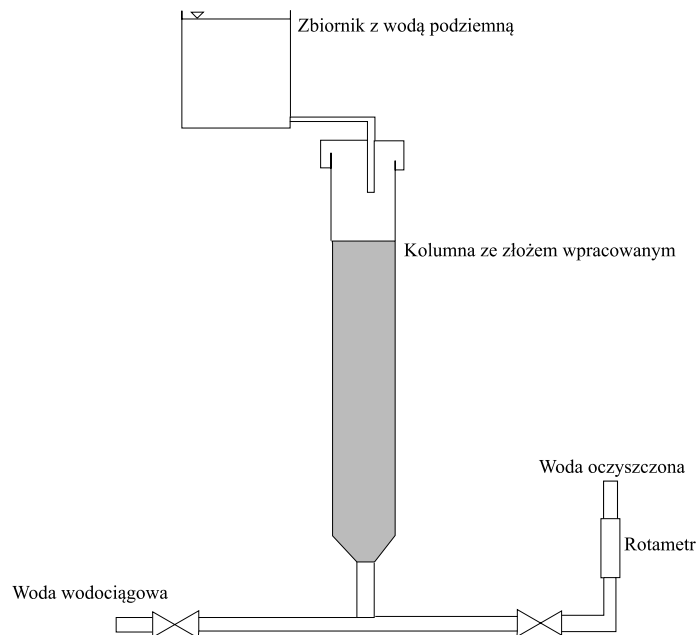
- utlenianie w warstwie wodonośnej,
- wymiana jonowa na kationitach,
- sorpcja jonów Mn(II) na wodorotlenku żelazowym,
- filtracja przez złożo z minerałów manganowych.

CEL ĆWICZENIA:

- zapoznanie się z procesem usuwania z wody żelaza i manganu w procesie filtracji przez złożo wpracowane,
- określenie wpływu prędkości filtracji na skuteczność procesu.

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

Schemat stanowiska laboratoryjnego do badania procesu odżelaziania i odmanganiania wody przedstawiono na Rysunku 4.



Rysunek 4. Schemat stanowiska laboratoryjnego do badania procesu odżelaziania i odmanganiania wody

W wodzie surowej należy oznaczyć:

- stężenie Fe(II) i Fe_{og},
- stężenie Mn,
- pH,
- zasadowość,
- barwę,
- mętność.

Zmierzyć średnicę i wysokość złoża filtracyjnego.

Ustalić z prowadzącym dwie wartości prędkości filtracji, przy których będzie prowadzony proces usuwania żelaza i manganu z wody, a następnie obliczyć wartości strumienia objętości filtratu odpowiadające każdej z zadanych prędkości.

Złoże filtracyjne, przed przystąpieniem do realizacji ćwiczenia, należy przepłukać wodą wodociągową w kierunku od dołu do góry. Następnie, przy użyciu wody wodociągowej, wywzorcować rotametr ustalając takie położenie zaworu na odpływie filtratu, aby strumień objętości filtratu odpowiadał przyjętym prędkościom filtracji. Strumień ten ustalić metodą objętościową mierząc czas, po którym zebrano określoną objętość wody do naczynia pomiarowego.

Po wykonanych czynnościach wstępnych przystąpić do wykonania ćwiczenia. W tym celu, należy wyłączyć dopływ wody wodociągowej, doprowadzić do filtru wodę surową i kontrolując prędkość przepływu wody przez złoże filtracyjne prowadzić proces filtracji utrzymując położenie zwierciadła wody na wysokości przelewu kolumny filtracyjnej. Pierwszą porcję filtratu (odpowiadającą dwóm objętościom kolumny filtracyjnej) odrzucić. Następnie po 15 i 30 min pobierać filtrat (po ok. 500 cm³) i oznaczyć: stężenie Fe(II), F_{og}, Mn, pH, zasadowość ogólną, barwę i mętność.

Po pobraniu drugiej próbki filtratu wyłączyć dopływ wody surowej do filtru i płukać złoże filtracyjne przez 5 minut wodą wodociągową. Następnie wyłączyć dopływ wody wodociągowej, doprowadzić wodę surową do filtru i prowadzić proces oczyszczania wody przy drugiej prędkości filtracji, postępując zgodnie z procedurą opisaną powyżej.

Po zakończeniu ćwiczenia wypłukać filtr wodą wodociągową.

OPRACOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Wysokość złoża: m

Średnica złoża: m

Tabela pomiarowa

Wskaźniki zanieczyszczenia	Woda surowa	Prędkość filtracji	
		... m/h	... m/h
Barwa, g Pt/m ³			
Mętność, NTU			
Odczyn, pH			
Utlenialność, g O ₂ /m ³			
Zasadowość, mol/m ³			
Żelazo ogólne, g Fe/m ³			
Żelazo(II), g Fe/m ³			
Mangan, g Mn/m ³			

Wyniki analiz oraz obliczone stopnie zmniejszenia stężenia żelaza i manganu oraz zmiany wartości pH, zasadowości, barwy oraz mętności zestawić tabelarycznie oraz przedstawić na wykresach. Z uwagi na fakt, iż odstępy czasu pomiędzy kolejnymi poborami próbek filtratu są stosunkowo niewielkie, wartości uzyskane przy jednej prędkości filtracji uśredniać. Ponadto, przeprowadzić dyskusję uzyskanych wyników, omawiając wpływ prędkości filtracji wody przez złoże katalityczne na zmianę wartości analizowanych parametrów fizyczno-chemicznych wody.

LITERATURA

- [1] A.L. Kowal, M. Świdorska-Bróz; Oczyszczanie wody, Wydawnictwo PWN, Warszawa 1996
- [2] A.L. Kowal, J. Maćkiewicz, M. Świdorska-Bróz, Podstawy projektowe systemów oczyszczania wód, Oficyna Wydawnicza PWR, Wrocław, 1996
- [3] Uzdatnianie wody. Procesy chemiczne i biologiczne, pod red. J. Nawrockiego i S. Biłozora, Wydawnictwo PWN, Warszawa, 2000
- [4] M. Świdorska-Bróz, Mikrozanieczyszczenia w środowisku wodnym, Wydawnictwo PWR, Wrocław, 1993
- [5] Odnowa wody. Podstawy teoretyczne procesów, pod red. A.L. Kowala, Oficyna Wydawnicza PWR., Wrocław, 1996
- [6] Oczyszczanie wody i wybrane zagadnienia z oczyszczania wody. Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych. ZWUŚiO III rok, TWS IV rok, Politechnika Wrocławska

Ćwiczenie 4

Wykorzystanie procesu koagulacji w systemach oczyszczania wody i ścieków

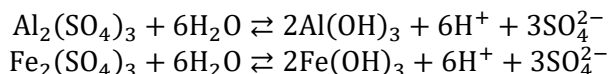
WSTĘP TEORETYCZNY

Proces koagulacji stosowany jest powszechnie w systemach oczyszczania wód powierzchniowych. Istotą procesu jest zmniejszenie stopnia dyspersji układu koloidalnego, w efekcie czego pojedyncze cząstki fazy rozproszonej łączą się, tworząc aglomeraty, których rozmiar i ciężar jest znacznie większy od rozmiaru i ciężaru pojedynczych cząstek. W technologii oczyszczania wody, proces ten stosowany jest w celu obniżenia barwy, mętności, zawartości związków organicznych, a także do usuwania jonów metali ciężkich oraz drobno zdyspergowanych zawiesin. Koagulacja jest procesem dwuetapowym. W pierwszym etapie (faza destabilizacji, szybkie mieszanie) dochodzi do zneutralizowania ujemnego ładunku powierzchniowego koloidów. Drugi etap (faza aglomeracji, wolne mieszanie) polega na łączeniu się cząstek w agregaty. Usunięcie aglomeratów z roztworu możliwe jest w procesach sedymentacji/flotacji i filtracji, będących kolejnymi procesami jednostkowymi w ciągu technologicznym.

Na przebieg i skuteczność koagulacji wpływają m.in. następujące parametry:

- dawka i rodzaj koagulantu,
- parametry roztworu (odczyn, siła jonowa, zasadowość, właściwości substancji organicznych, np. ładunek elektryczny),
- obecność substancji wspomagających (np. polielektrolitów),
- czas kontaktu, intensywność mieszania.

Najczęściej stosowanymi koagulantami są sole glinu i żelaza, a także wapno. Związki te ulegają dysocjacji, a następnie hydrolizie. Przebieg reakcji dysocjacji i hydrolizy soli glinu i żelaza przedstawiają równania:



Koagulacja może podwyższyć efektywność mechanicznego oczyszczania ścieków. Dawkowanie koagulantów przed osadnikiem wstępnym wpływa na poprawę właściwości sedymentacyjnych osadów. Porównanie skuteczności obniżania wybranych wskaźników zanieczyszczenia ścieków miejskich w osadniku wstępnym w procesie klasycznej sedymentacji oraz w sedymentacji wspomaganiej koagulantem przedstawiono w poniższej tabeli.

Zanieczyszczenie/wskaźnik zanieczyszczenia	Sedymentacja klasyczna	Sedymentacja wspomaganą koagulantem
zawiesiny ogólne	60-70%	do 90%
BZT ₅	20-30%	do 75%
azot ogólny	5-10%	do 25%
fosfor ogólny	5-10%	do 90%

CEL ĆWICZENIA:

- zapoznanie się z procesem koagulacji,
- określenie wpływu koagulacji jako jednostkowego procesu na zmianę parametrów oczyszczanej wody i ścieków oraz na przebieg mechanicznego oczyszczania ścieków w procesie sedymentacji,
- ocena wpływu dawki koagulantu na parametry oczyszczanej wody i ścieków.

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

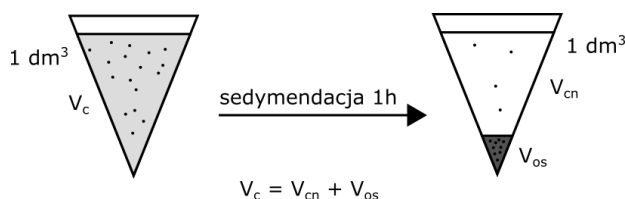
3 zlewki napełnić po 1 dm³ dobrze wymieszanych ścieków komunalnych; kolejne 3 zlewki napełnić po 1 dm³ wody powierzchniowej. Umieścić zlewki na koagulatorze, uruchomić mieszadła (ok. 150 obr/min). Następnie dawkować pipetą do zlewek koagulant glinowy (PAX XL3 o zawartości 5,23% Al, rozcieńczenie 1:50), w dawkach podanych przez prowadzącego (dawki podane będą po przeliczeniu w cm³). Proces szybkiego mieszania realizować przez 2-3 min, następnie zmniejszyć obroty mieszadeł do 20 obr/min; wolne mieszanie prowadzić przez 20 min. Wyłączyć mieszadła.

3 zlewki z wodą pozostawić na 60 min sedymentacji. Następnie z każdej z nich pobrać próbki wody oczyszczonej i wykonać oznaczenia jej jakości. Analizy wykonać także dla wody surowej.

Zawartość zlewek ze ściekami przelać do trzech lei Imhoffa, gdzie przez 60 min należy prowadzić obserwację przyrostu objętości zawiesiny w czasie (Rysunek 5). W trakcie obserwacji, notować objętość osadu gromadzącego się w na dnie leja w interwałach czasowych podanych przez prowadzącego.

W celach porównawczych należy także 1 dm³ dobrze wymieszanych ścieków bez dodatku koagulantu przelać do kolejnego leja i prowadzić obserwacje, jak w pozostałych przypadkach. Następnie z każdego leja (także z leja po sedymentacji ścieków bez dodatku koagulantu) pobrać ciecz nadosadową i wykonać oznaczenia jej jakości. Analizy wykonać także dla wymieszanych ścieków surowych.

- w wodzie surowej i oczyszczonej: pH, zasadowość, barwę, mętność, utlenialność,
- w ściekach surowych i oczyszczonych: pH, zasadowość, utlenialność, BZT₅, mętność.



Rysunek 5. Ideowy schemat przebiegu sedymentacji osadów ściekowych w leju Imhoffa

OPRACOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Tabele pomiarowe

Przebieg sedymentacji w leju Imhoffa (1 dm³ ścieków):

Czas sedymentacji; min.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30	45	60
Objętość osadu, cm ³ ścieki oczyszczone 0															
Objętość osadu, cm ³ ścieki oczyszczone 1															
Objętość osadu, cm ³ ścieki oczyszczone 2															
Objętość osadu, cm ³ ścieki oczyszczone 3															

Analizy ścieków

Nazwa próby	pH	Zasadowość M, mol/m ³	Mętność, NTU	Utlonialność, g O ₂ /m ³	BZT ₅ , g O ₂ /m ³
Ścieki surowe					
Ścieki oczyszczone 0					
Ścieki oczyszczone 1					
Ścieki oczyszczone 2					
Ścieki oczyszczone 3					

Analizy wody

Nazwa próby	pH	Zasadowość M, mol/m ³	Mętność, NTU	Barwa, g Pt/m ³
Woda surowa				
Woda oczyszczona 1				
Woda oczyszczona 2				
Woda oczyszczona 3				

Wiedząc, że w testach stosowano koagulant PAX XL3 o stężeniu glinu 5,23%, gęstości 1222 kg/m³ i rozcieńczeniu 1:50, obliczyć rzeczywiste dawki koagulantu w g Al/m³.

Wyniki analiz oraz obliczone stopnie zmniejszenia barwy, mętności, utlenialności BZT₅ oraz zmianę wartości zestawień tabelarycznie oraz przedstawić na wykresach. Stopnie zmniejszania obliczyć według wzoru:

$$\eta_x = \frac{x_s - x_o}{x_s} \cdot 100, \%$$

gdzie:

- x_s - wartość wskaźnika zanieczyszczenia wody surowej, ścieków surowych,
- x_o - wartość wskaźnika zanieczyszczenia wody oczyszczonej, ścieków oczyszczonych.

Ponadto, przeanalizować zmiany pH i zasadowości: przedyskutować uzyskane wartości tych wskaźników pod kątem dalszych procesów technologicznych (dla wody pH, dla ścieków – zasadowość).

Obliczyć jednostkowe efekty oczyszczania dla poszczególnych dawek i na tej podstawie wybrać najlepszy wariant procesu. W tym celu należy obliczyć, ile w poszczególnych wariantach 1 g Al obniża (lub podnosi) wartość poszczególnych wskaźników:

- ścieki: zasadowość, utlenialność, BZT₅;
- woda: barwa, mętność, pH.

Obliczenia prowadzić według wzoru:

$$\eta = \frac{\Delta C}{D}$$

gdzie:

- D - dawka koagulantu (g/m³)
- ΔC - zmiana wartości wskaźnika

Sporządzić wykres przyrostu objętości zawiesin opadających (cm³/dm³) w funkcji czasu sedymentacji i ocenić wpływ dawki koagulantu na właściwości sedymentacyjne zawiesin w badanych ściekach.

LITERATURA:

- [1] B. Cywiński i in., Oczyszczanie ścieków miejskich t. II, Arkady, Warszawa 1972
- [2] J. Łomotowski, A. Szpindor, Nowoczesne systemy oczyszczania ścieków, Arkady. Warszawa 2002
- [3] A.L.Kowal, M.Świdorska-Bróz; Oczyszczanie wody, Wyd. PWN, Warszawa 1996
- [4] B.G.Gomółkowie, Ćwiczenia laboratoryjne z chemii wody, Oficyna Wyd.PWr., Wrocław, 1996
- [5] Oczyszczanie ścieków. Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych. ZWUŚiZO I stopień IV rok, Politechnika Wrocławsk
- [6] Oczyszczanie wody i wybrane zagadnienia z oczyszczania wody. Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych. ZWUŚiO III rok, TWS IV rok, Politechnika Wrocławska

Ćwiczenie 5

Dobór optymalnej dawki polielektrolitu – właściwości filtracyjne osadów ściekowych

WSTĘP TEORETYCZNY

W procesach oczyszczania ścieków mamy do czynienia z powstawaniem różnych rodzajów osadów ściekowych na poszczególnych etapach oczyszczania. W procesie sedymentacji w osadnikach wstępnych otrzymuje się osad wstępny, w osadnikach wtórnych wydzielany jest osad wtórny, który stanowią osady wytworzone w procesie biologicznego/ biologiczno-chemicznego oczyszczania ścieków.

Wydzielone osady surowe charakteryzują się znacznym uwodnieniem (zawartością wody), co wpływa na ich znaczną objętość oraz masę. Ponadto, surowe osady są materiałem niestabilnym, wykazującym zdolność do zagniwania, co w konsekwencji prowadzi do powstawania odorów i uciążliwości zapachowej.

Działania gospodarki osadowej współczesnych oczyszczalni ścieków koncentrują się więc na dwóch zasadniczych celach:

- stabilizacji osadów w celu zlikwidowania ich podatności na zagniwanie,
- odwodnienia osadów w celu zmniejszenia ich masy i objętości.

Koszty instalacji do przeróbki osadów ściekowych sięgają nawet do 50% kosztów całej oczyszczalni ścieków, zatem pożądane jest dobranie jak najefektywniejszych i najtańszych metod stabilizacji oraz odwadniania osadów.

Procesy odwadniania realizuje się poprzez usunięcie różnych rodzajów wody zawartej w osadach, co powoduje zmniejszenie zarówno ich masy, jak i objętości, umożliwiając tym samym zmniejszenie niezbędnej kubatury urządzeń wykorzystywanych do ich stabilizacji czy ostatecznego zagospodarowania. W wyniku odwadniania osadu zmienia się także jego struktura z płynnej do stałej, co ma znaczenie dla niektórych operacji przetwarzania osadów i ich transportu.

W osadach ściekowych występują następujące rodzaje wody:

- woda wolna – występuje w większych przestrzeniach międzycząsteczkowych, zależna jest od sił grawitacji i ciśnienia atmosferycznego. Jest to część wody, jaką najłatwiej oddzielić jest od osadu metodami grawitacyjnego zagęszczania ewentualnie przez działanie mechaniczne. Ten rodzaj wody stanowi w osadach zazwyczaj 75% ogólnej jej ilości, a jej wydzielenie umożliwia nawet 10-krotne zmniejszenie objętości wyjściowej osadów;
- woda związana w koloidach jest znacznie trudniejsza do wydzielenia, gdyż jest związana siłami napięcia powierzchniowego. Można ją usuwać poprzez działanie mechaniczne, zmiany temperatury (ściananie wymrażanie koloidów);
- woda kapilarna – związana siłami kohezji i adhezji. Oddzielać ją można poprzez połączenie metod chemicznych i mechanicznych, np. koagulację a następnie wirowanie.
- woda molekularna i higroskopijna związana biologicznie lub chemicznie, są bardzo trudne do usunięcia i wymaga to znacznych nakładów energii w procesach suszenia czy spalania.

Uwodnienie osadu jest istotnym parametrem determinującym jego masę i objętość. Uwodnienie osadu wyznaczyć można według wzoru:

$$W = \frac{m_0 - m_s}{m_0} \cdot 100\%$$

gdzie:

- W - uwodnienie osadu, %
m₀ - masa osadu uwodnionego (mokrego), g
m_s - sucha masa osadu, g

Zależności pomiędzy zmianami uwodnienia a zmianami objętości osadu można zapisać wzorem:

$$\frac{V_0(100 - W_0)}{100} = \frac{V_1(100 - W_1)}{100}$$

gdzie:

- V_0 – objętość początkowa osadu, m^3
- V_1 – objętość osadu po odwodnieniu, m^3
- W_0 – uwodnienie początkowe osadu, %
- W_1 – uwodnienie końcowe osadu (po odwodnieniu), %

Właściwości filtracyjne osadów ściekowych, czyli zdolność osadu do odwadniania ocenia się ilością przesączu otrzymanego w procesie odwadniania określonej objętości osadu w przeliczeniu na jednostkę powierzchni i czasu. Do odwadniania osadu w tego typu badaniach można wykorzystywać warstwę piasku, sącdek bibułowy, lejek Buchnera z przegrodą filtracyjną lub zestaw z płytką filtracyjną (w zależności od projektowanego sposobu odwadniania osadów). W przypadku odwadniania na prasach filtracyjnych i filtrach próżniowych ruch cieczy w ośrodku porowatym opisują równania Poiseuille'a i Darcy'ego. Do filtracji osadów równania te zostały przystosowane przez Rutha, Carmana i Leva. Podczas filtracji pod stałym ciśnieniem podstawowe równanie filtracji ma postać:

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu \cdot r \cdot \rho}{2p \cdot A^2} \cdot V + \frac{\mu \cdot r_m}{p \cdot A}$$

gdzie:

- t – czas filtracji, s
- V – objętość filtratu, cm^3
- r – opór właściwy osadu, cm/g
- r_m – opór właściwy przegrody filtracyjnej, $1/cm$
- μ – lepkość filtratu (przyjmuje się jak dla wody 0,001 Pa·s, w temperaturze 20 °C)
- p – ciśnienie filtracji, Pa
- A – powierzchnia filtracji, cm^2
- ρ – stężenie substancji stałych, g/cm^3

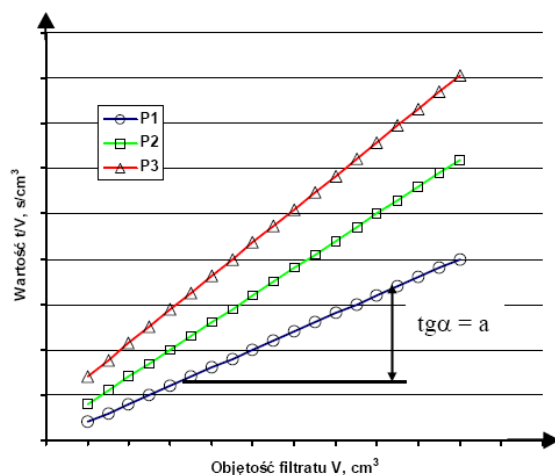
$$\rho = \frac{1}{\frac{W_0}{100 - W_0} - \frac{W_1}{100 - W_1}}, g/cm^3$$

gdzie:

- W_0 – uwodnienie początkowe (przed filtracją), %
- W_1 – uwodnienie końcowe (po filtracji), %

Najważniejszym miernikiem właściwości filtracyjnych osadów jest opór właściwy, który jest jednocześnie jednostką porównawczą właściwości filtracyjnych różnych osadów. Opór właściwy osadu obliczyć można na podstawie ilości przesączu w czasie filtracji oraz uwodnienia osadu przed i po filtracji. Opór właściwy osadu (r) i przegrody filtracyjnej (r_m) wyznacza się z powyższych równań metodą analityczno-graficzną.

W tym celu można posłużyć się metodą pomiaru czasu filtracji polegającej na pomiarach objętości filtratu (V) w funkcji czasu filtracji (t) przy stałym ciśnieniu (p). Wyniki nanosi się na wykres (Rysunek 6), w którym oś rzędnych $y = t/V$ (s/cm^3), a oś odciętych $x = V$ (cm^3).



Rysunek 6. $t/V=f(V)$ dla trzech wartości ciśnienia

Równanie Poiseuille'a i Darcy'ego przystosowane przez Rutha, Carmana i Leva, w omawianym układzie współrzędnych jest linią prostą ($y = ax+b$).

Współczynnik kierunkowy prostej ($a = \operatorname{tg} \alpha$), jest zatem równy:

$$a = \frac{\mu \cdot r \cdot \rho}{2p \cdot A^2}; \text{ s/cm}^6$$

a wyraz wolny (b) jest równy:

$$b = \frac{\mu \cdot r_m}{p \cdot A}; \text{ s/cm}^3$$

Na podstawie powyższych równań można obliczyć opór właściwy osadu (r) i opór przegrody filtracyjnej (r_m):

$$r = \frac{2a \cdot p \cdot A^2}{\mu \cdot \rho_1}; \text{ cm/g}$$

$$r_m = \frac{b \cdot p \cdot A}{\mu}; \text{ 1/cm}$$

Wyprowadzenie jednostek:

$$r: \frac{\text{s/cm}^6 \cdot \text{Pa} \cdot \text{cm}^4}{\text{Pa} \cdot \text{s} \cdot \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} = \frac{\text{cm}}{\text{g}}$$

Wartości oporu właściwego osadów wyznaczone doświadczalnie na lejku Büchnera mogą służyć do obliczania pras filtracyjnych. Nie mogą być natomiast wykorzystywane do wymiarowania filtrów próżniowych ze względu na znaczne różnice pomiędzy procesem rzeczywistym a procesem w warunkach laboratoryjnych.

Ścisłość osadu

Wartość oporu właściwego osadu zależy od ciśnienia filtracji zgodnie z empirycznym równaniem:

$$r_1 = r_0 \left(\frac{p_1}{p_0} \right)^s$$

gdzie:

- r_0 i r_1 – opór właściwy osadu przy ciśnieniu filtracji, odpowiednio p_0 i p_1 .
- s – współczynnik ścisłości osadu

Wartość współczynnika ściśliwości osadu można wyznaczyć na podstawie powyższego równania wykorzystując metodę analityczno-graficzną. Przekształcając odpowiednio równanie otrzymuje się:

$$\log r = s \log \left(\frac{p}{p_0} \right) + \log r_0$$

Równanie to, w odpowiednim układzie współrzędnych, jest linią prostą ($y = ax+b$) o współczynniku kierunkowym $a = \operatorname{tg} \alpha = s$. Dla osadu nieściśliwego $s = 0$ i wówczas opór właściwy jest stały i niezależny od ciśnienia. Większość osadów ściekowych jest osadami ściśliwymi i opór właściwy wzrasta wraz ze wzrostem ciśnienia filtracji. Wartość oporu właściwego jest charakterystyczna dla danego osadu i jednocześnie określa jego podatność na odwadnianie mechaniczne. Im wartość oporu właściwego jest większa, tym mniej efektywne jest odwadnianie mechaniczne.

Wprowadzono następujące kryteria podatności osadów na odwadnianie:

- Łatwe odwadnianie mechaniczne

$$r < 5 \cdot 10^9 \text{ m/g}, s \approx 0,55$$

- Przeciętne odwadnianie mechaniczne:

$$5 \cdot 10^9 \text{ m/g} < r < 10 \cdot 10^9 \text{ m/g}, s \approx 0,65$$

- Trudne odwadnianie mechaniczne:

$$r > 10 \cdot 10^9 \text{ m/g}, s > 0,75$$

W osadach trudno odwadnianych zmniejszenie oporu właściwego można uzyskać w procesie tzw. kondycjonowania osadu przez:

- wprowadzenie koagulantów mineralnych lub organicznych (**polielektrolity**), najczęściej w ilościach od 1 do 5 g/kg sm osadu,
- ogrzewanie lub wymrażanie osadu,
- przemywanie ściekami oczyszczonymi,
- zmianę uziarnienia osadów przez wprowadzenie popiołów, trocin itp.

Polielektrolity to wodne roztwory polimerów. W technologii oczyszczania ścieków służą m.in. do kondycjonowania osadów ściekowych - ich cenną właściwością jest zdolność do wspomagania agregacji cząstek, zwiększającej podatność osadów na odwadnianie. Tworzenie wielkocząsteczkowych agregatów sprzyja procesom odwadniania np. na prasach do odwadniania osadów.

CEL ĆWICZENIA:

- wyznaczenie właściwości filtracyjnych osadów ściekowych (zdolności osadu do odwadniania).
- wyznaczenie optymalnej dawki polielektrolitu.

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

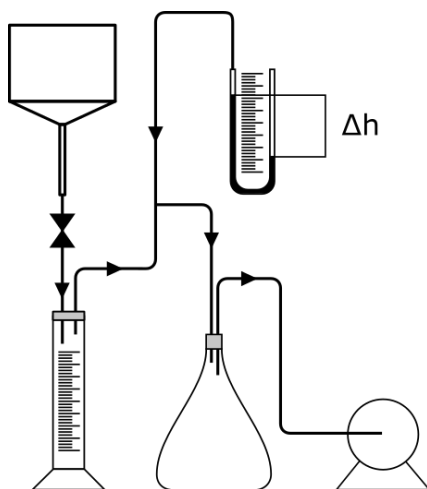
Podczas pierwszej części ćwiczenia (Etap I) określony zostanie opór właściwy badanego osadu. W drugiej części (Etap II) zostaną wykonane trzy niezależne testy, na podstawie których określona zostanie optymalna dawka polielektrolitu umożliwiająca efektywne odwadnianie osadu.

ETAP I

Metodą wagową, z próbki 50 cm³ dobrze wymieszanego osadu surowego wyznaczyć uwodnienie początkowe badanego osadu. W tym celu należy oznaczyć masę krystalizatora suchego, z próbą osadu surowego i po wysuszeniu w 105 °C). Obliczyć uwodnienie według wzoru:

$$W = \frac{m_0 - m_s}{m_0} \cdot 100, \%$$

Następnie, z wykorzystaniem stanowiska badawczego (Rysunek 7) przeprowadzić test czasu filtracji.



Rysunek 7. Schemat stanowiska laboratoryjnego do wyznaczania oporu właściwego osadu

Testom należy poddawać 50 cm³ osadów ściekowych. Badania powtórzyć dla trzech wartości ciśnienia filtracji, tj. około 100, 200 i 300 mm Hg.

Eksperyment przeprowadzać w etapach:

1. wylać z cylindra resztki przesączu (wody) z mycia układu lub z poprzedniego etapu filtracji,
2. połączyć szczelnie elementy stanowiska, zamykając jednocześnie zawór odcinający,
3. precyzyjnie umieścić wycięty sączek na lejku filtracyjnym i delikatnie zwilżyć go wodą,
4. uruchomić pompę próżniową i ustalić wymagane ciśnienia filtracji na manometrze różnicowym.

Uwaga! – brak możliwości ustalenia stałego ciśnienia na manometrze świadczyć może o nieszczelnym połączeniu elementów układu lub o niedomknięciu zaworu filtracyjnego.

5. Ostrożnie wlać 50cm³ osadu do lejka filtracyjnego. Przy wlewaniu osad kierować na środek bibułowego sączka, co zapobiega jego przemieszczeniu, tym samym pozwala uniknąć powstania nieszczelności przegrody filtracyjnej.

6. Proces filtracji należy rozpocząć otwierając zawór odcinający. Od tego momentu obserwować i zapisywać należy czas, po jakim uzyskano kolejne 5 cm³ filtratu (wody z odwadnianego osadu) rozpoczynając od 10 cm³, według tabeli:

Etap zakończyć, gdy zaobserwowany zostanie nagły spadek wskazań manometru, świadczący o pęknięciu placka filtracyjnego lub gdy przyrost objętości filtratu w czasie przestanie być zauważalny.

Po wyłączeniu układu należy oznaczyć uwodnienie uzyskanego placka filtracyjnego i przygotować układ do kolejnego etapu filtracji (przy kolejnym podciśnieniu).

ETAP II

W celu wyznaczenia dawki polielektrolitu zostaną przeprowadzone następujące testy:

- opadalności osadu,
- czasu filtracji,
- czasu ssania kapilarnego (CSK).

Działania przygotowawcze

Przygotować około 600-800 cm³ dobrze wymieszanego osadu takiego jak w etapie I. Do 6 zakręcanych pojemników (0-5) przelać po 100 cm³ osadu. Pojemnik oznaczony jako „0” jest osadem bez dodatku polielektrolitu, do pozostałych dodać kolejne dawki polielektrolitu ustalone z prowadzącym. Wszystkie pojemniki zakręcić oraz dokładnie wymieszać.

Test 1 - Opadalność osadu

Z wcześniej przygotowanych zakręcanych pojemników, wlać do 6 cylindrów po 100 cm³ dobrze wymieszanego osadu. Odczytywać objętość osadu po 5, 10, 15, 20 i 25 minutach i wpisać do formularza poniżej. Po wykonaniu testu, osad wymieszać i ponownie przelać do zakręcanych pojemników.

Test 2 - Czas filtracji

Dla przygotowanych próbek osadu z polielektrolitem (oraz kontrolnie bez) wyznaczyć czas filtracji na stanowisku jak w etapie I. Ustawić właściwe ciśnienie – podane przez prowadzącego. Wylać 50cm³ dobrze wymieszanego osadu oraz uruchomić urządzenie zgodnie z instrukcją dla etapu I. Notować odsączenia się 10, 20 oraz 30 cm³, (w przypadku dobrego odsączania się osadu zanotować również czas dla 40 cm³). Powyższe działania wykonać dla wszystkich przygotowanych prób.

Test 3 - Czas ssania kapilarnego (CSK)

Czas ssania kapilarnego (CSK) określa szybkość oddawania cieczy odpadowej przez badany osad. Im CSK jest mniejszy, tym badany osad łatwiej wydziela wchodzącą w jego skład ciecz.

Test rozpocząć od położenia sączka na podstawie urządzenia. Następnie przykryć pokrywą z elektrodami upewniając się, że wszystkie trzy elektrody dotykają sączka. Kolejnym etapem jest umieszczenie w otworze roboczym tulei do testów osadowych (wariant wysoki). Uruchomić urządzenie, następnie wypełnić w pełni tuleję dobrze wymieszanym osadem. Odczytać wartości CSK (s) ze wskaźnika zegara rejestrującego. Powyższe działania wykonać dla wszystkich przygotowanych próbek.

OPRACOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Średnica sączka: mm

Powierzchnia filtracji:cm²

Tabele pomiarowe

Test czasu filtracji – osad surowy

Lp.	Ciśnienie filtracji, mm Hg	Czas uzyskania danej objętości filtratu								
		5 cm ³	10 cm ³	15 cm ³	20 cm ³	25 cm ³	30 cm ³	35 cm ³	40 cm ³	45 cm ³
1	100									
2	200									
3	300									

Test opadalności osadu

Lp.	Opis próby		Opadalność osadu [cm ³]					
	Próba	Kondycjonowanie	5 minut	10 minut	15 minut	20 minut	25 minut	30 minut
1	Osad surowy	-						
2	Dawka 1	+						
3	Dawka 2	+						
4	Dawka 3	+						
5	Dawka 4	+						
6	Dawka 5	+						

Test czasu filtracji – osad kondycjonowany

Lp.	Ciśnienie filtracji, mm Hg	Próba	Czas uzyskania danej objętości filtratu			
			10 cm ³	20 cm ³	30 cm ³	40 cm ³
1		Dawka 1				
2		Dawka 2				
3		Dawka 3				
4		Dawka 4				
5		Dawka 5				

Test czasu ssania kapilarnego

Lp.	Opis próby		Czas ssania kapilarnego (CSK), s	
	Próba	Kondycjonowanie	Powtórzenie 1	Powtórzenie 2
1	Osad surowy	-		
2	Dawka 1	+		
3	Dawka 2	+		
4	Dawka 3	+		
5	Dawka 4	+		
6	Dawka 5	+		

Wyznaczanie oporu właściwego i współczynnika ścisłości osadu

Lp.	Opis próby		Opis krystalizatora	Masy krystalizatorów, g			Uwodnienie osadu	Stężenie substancji stałych	Współczynnik kierunkowy α	Opór właściwy osadu r	Współczynnik ścisłości s
	Ciśnienie filtracji, Pa	Kondycjonowanie		Czysty	Osad mokry	Osad suchy					
				m_c	m_0	m_s					
						%	g/cm ³	s/cm ⁶	10 ⁹ m/g	-	
0	Osad surowy										-----
1		-									
2		-									
3		-									
Osad kondycjonowany											
4		+									X
5		+									
6		+									
7		+									
8		+									

Na podstawie wykonanych eksperymentów, przedstawić na jednym wykresie zależność objętości uzyskiwanego filtratu od czasu filtracji dla trzech rozpatrywanych ciśnień filtracji, dla osadu niekondycjonowanego, a na drugim - tożsame zależności dla osadu kondycjonowanego. W próbach obliczyć także uwodnienie i stężenie substancji stałych. Na podstawie uzyskanych wyników dla każdego badanego ciśnienia filtracji należy wyznaczyć wartości oporu właściwego osadu surowego i kondycjonowanego, a następnie metodą graficzną lub analityczną wyznaczyć wartość współczynnika ścisłości s . Na podstawie wykonanych obliczeń ocenić rodzaj badanego osadu (ściśliwy/nieściśliwy) oraz ocenić jego podatność na odwadnianie

Ponadto, ocenić pisemnie wpływ ciśnienia filtracji i dodatku polielektrolitu na czas i skuteczność odwadniania osadu.

Sporządzić wykres zależności uwodnienia końcowego osadu od zastosowanego ciśnienia filtracji (na wspólnym wykresie dla osadu kondycjonowanego i niekondycjonowanego).

LITERATURA:

- [1] A. Piotrowska Cyplik, Z. Czarnecki, Pomiar czasu ssania kapilarnego (CSK) jako metoda wyznaczania optymalnej dawki flokulantów do wspomagania procesu odwadniania komunalnego osadu ściekowego, Journal of Research and Applications in Agricultural Engineering, 50 (1), 2005
- [2] J.B. Bień, Osady ściekowe. Teoria i praktyka, Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2002
- [3] Oczyszczanie ścieków. Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych. ZWUŚiZO I stopień IV rok, Politechnika Wroclawska

Ćwiczenie 6

Wyznaczenie parametrów projektowych zagęszczacza – grawitacyjne zagęszczanie osadów ściekowych

WSTĘP TEORETYCZNY

Grawitacyjne zagęszczanie osadów ściekowych pełni rolę wstępnego zmniejszania objętości osadów przed kolejnymi etapami gospodarki osadowej (np. przed odwadnianiem mechanicznym), który pozwala zmniejszyć koszty inwestycyjne, jak i eksploatacyjne. W procesach zagęszczania, na skutek usunięcia wody wolnej, osad zmniejsza swoją objętość, nie tracąc płynnej konsystencji.

Proces zagęszczania grawitacyjnego dotyczy zagęszczania osadów wstępnych i pozwala na osiągnięcie uwodnienia osadu na poziomie 92-94%. Zagęszczanie, w zależności od sposobu prowadzenia procesu, można podzielić na:

- grawitacyjne,
- flotacyjne,
- mechaniczne.

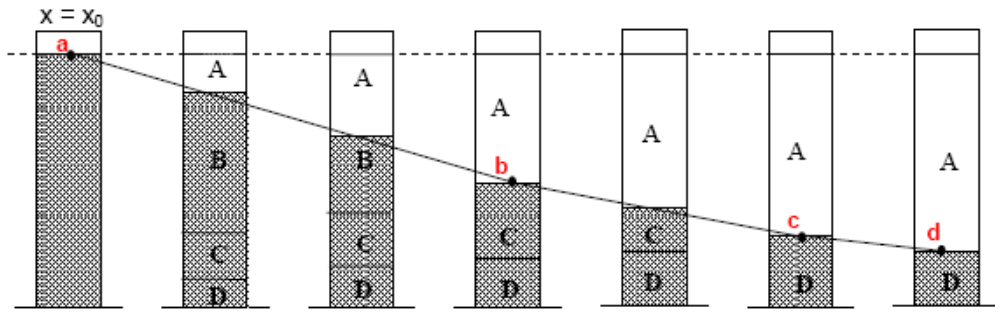
Grawitacyjne zagęszczanie realizowane może być w sposób okresowy lub ciągły. W pierwszym przypadku, w miarę upływu czasu cząstki opadają, a ciecz osadowa przemieszcza się w górę, przy czym całkowita ilość cieczy pozostaje ta sama. W zagęszczaniu ciągłym występuje natomiast stały dopływ osadu oraz równoczesny odpływ cieczy osadowej przez przelew górny i osadu zagęszczonego z dna zbiornika. Konstrukcja zagęszczaczy grawitacyjnych jest podobna do konstrukcji osadników pionowych lub poziomych radialnych. Na Rysunku 8 przedstawiono zagęszczacz grawitacyjny znajdujący się na Wrocławskiej Oczyszczalni Ścieków.



Rysunek 8. Zagęszczacz grawitacyjny pracujący w sposób ciągły (Wrocławska Oczyszczalnia Ścieków)

Mechanizm zagęszczania osadu oparty jest na zjawiskach sedymentacji cząstek osadu oraz ich kompresji pod wpływem działania siły ciężkości. Podczas procesu zagęszczania zachodzi zjawisko sedymentacji strefowej, podczas której zawarte w ściekach zawiesiny kłaczkowate łączą się, tworząc warstwę o wyraźnej granicy z cieczą sklarowaną.

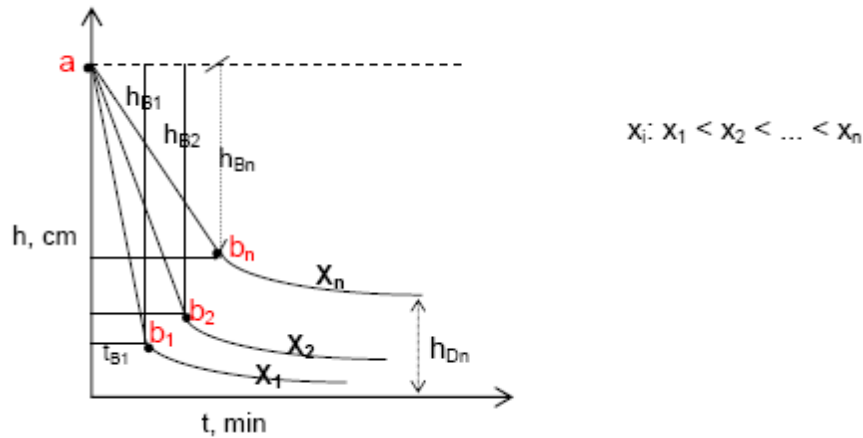
Przebieg sedymentacji charakterystyczny dla **zagęszczania okresowego** charakteryzuje się strefami: opadania, przejściową i zagęszczania. Strefy te można obserwować podczas sedymentacji prowadzonej w cylindrze w warunkach statycznych. W pierwszym etapie cząstki opadają ze stałą prędkością, która zależy od wyjściowego stężenia zawiesin (strefa opadania). W miarę postępu procesu cząstki łączą się (lepkość i gęstość cieczy rośnie), a prędkość ich opadania maleje (strefa przejściowa). W strefie zagęszczania cząstki opadające są mechanicznie podtrzymywane przez cząstki, które opadły wcześniej. Stężenie osadu w tej warstwie zależy od grubości warstwy osadu i czasu zalegania osadu. Większość osadów ściekowych osiada puszystą warstwą, której górna powierzchnia stanowi powierzchnię rozdziału ciecz-osad (Rysunek 9).



A – strefa sklarowana, B – strefa stałego stężenia osadu, C – strefa zagęszczona, D – strefa osadu zagęszczonego,

Rysunek 9. Przebieg sedymentacji strefowej w procesie zagęszczania okresowego

Zmianę położenia granicy ciecz-osad w czasie dla różnych stężeń badanego osadu ($X_1 \dots X_n$) przedstawia Rysunek 10.



Rysunek 10. Zmiana położenia granicy ciecz-osad w czasie dla różnych stężeń badanego osadu

W pierwszej fazie procesu powierzchnia rozdziału przemieszcza się w dół ze stałą szybkością v (Rys.2 odcinek a-b) przy odpowiadającym jej stałym stężeniu X_0 (strefa stałego stężenia osadu - B). Z czasem strefa stałego stężenia osadu zanika (Rys.2 punkt b), warstwa osadu zagęszczonego rośnie, a prędkość opadania powierzchni rozdziału maleje (Rys.2 odcinek b-c). W końcowej fazie procesu obserwujemy kompresję osadu zagęszczonego (Rys.2 odcinek c-d). Odcinek b-d krzywej przedstawia sedymentację ze zmniejszającą się szybkością - faza ta nazywana jest właściwym zagęszczaniem osadu.

Prędkość opadania zawiesin w strefie B dla różnych stężeń osadu wynosi:

$$v_i = h_i/t_i, \text{ m/h}$$

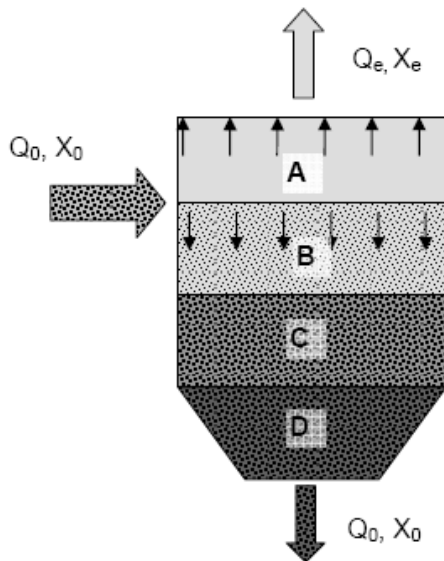
a strumień osadu sedymentującego:

$$G_s^i = v_i \cdot x_i, \text{ kg}_{sm}/\text{hm}^2$$

gdzie:

- v_i – szybkość sedymentacji zawiesin w warstwie B dla osadu o stężeniu x_i ,
- h_i – zmiana położenia wysokości granicy rozdziału stref A i B (Rysunek 3. prostoliniowy odcinek krzywej: a-b),
- t_i – czas zmiany położenia wysokości granicy rozdziału stref A i B.

W procesie **zagęszczania ciągłego**, oprócz strumienia sedymentacyjnego osadu, obserwuje się strumień konwekcyjny – dodatkowy strumień osadu porywanego ze strefy zagęszczonej (C) na skutek odprowadzania osadu zagęszczonego (zależność liniowa). W związku z tym z leja zagęszczacza odprowadzany jest strumień sumaryczny: sedymentacyjny i konwekcyjny) – Rysunek 11.



Przy wyznaczeniu powierzchni zagęszczacza przyjmuje się, że w strumieniu cieczy osadowej $X_e = 0$.

Rysunek 11. Bilans ładunków w procesie zagęszczania grawitacyjnego w procesie ciągłym

Parametry wpływające na proces zagęszczania:

- obciążenie hydrauliczne powierzchni zagęszczacza O_h ,
- pionowa prędkość przepływu cieczy osadowej,
- stężenie substancji stałych w strumieniu doprowadzonym do urządzenia,
- prędkość mieszania,
- ściśliwość osadu,
- natężenie odpływu osadu zagęszczonego.

Dwa pierwsze czynniki dotyczą wyłącznie procesu przepływowego.

Przy zagęszczaniu osadów obowiązuje bilans masy i objętości osadów, który można zapisać następująco:

$$Q_0 \cdot X_0 = Q_u \cdot X_u + Q_e \cdot X_e,$$

gdzie:

Q_0, X_0 - natężenie przepływu i stężenie substancji stałych strumienia doprowadzanego do zagęszczacza,

Q_u, X_u - natężenie przepływu i stężenie substancji stałych strumienia osadu zagęszczonego odprowadzanego z zagęszczacza,

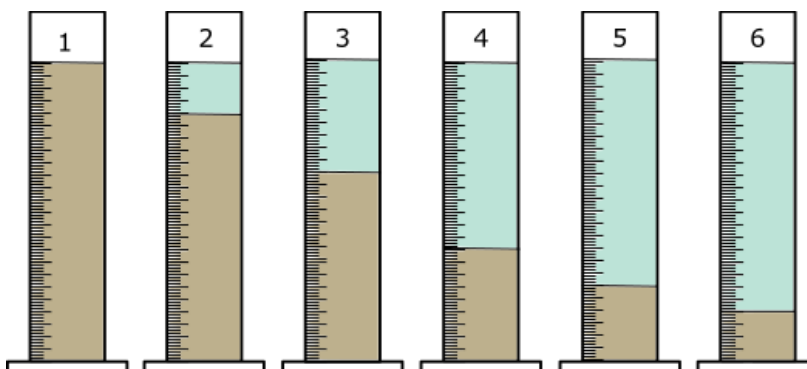
Q_e, X_e - natężenie przepływu i stężenie substancji stałych strumienia cieczy osadowej odprowadzanej z zagęszczacza.

CEL ĆWICZENIA:

- zapoznanie się z procesem grawitacyjnego zagęszczania osadów ściekowych
- wyznaczenie parametrów zagęszczacza

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

Skalowane cylindry o objętości 1 dm³ należy napęlnić osadami o stężeniach X_1, X_2, \dots, X_6 wlewając do kolejnych cylindrów 1000, 800, 600, 400, 300, 200 cm³ osadu oraz uzupełniając wodą do 1 dm³ (Rysunek 12).



Rysunek 12. Schemat stanowiska badawczego

Po dokładnym wymieszaniu zawartości w ustalonych odstępach czasu należy odczytywać wysokość położenia granicy podziału stref: ciecz sklarowana – osad. Odczyt prowadzić w czasie 1,5h w odstępach czasowych podanych przez prowadzącego. Po skończonych pomiarach wymieszać zawartość każdego cylindra i dla każdego oznaczyć stężenie zawieszin metodą pośrednią.

OPRACOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Tabele pomiarowe

Przebieg zagęszczania w cylindrach (1 dm³ osadów):

Czas zagęszczania, min		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	14	16	18
Nr cylindra	1														
	2														
	3														
	4														
	5														
	6														
Czas zagęszczania, min		18	20	25	30	35	40	45	50	55	60	70	80	90	
Nr cylindra	1														
	2														
	3														
	4														
	5														
	6														

Oznaczenie zawiesin

Nazwa próby		Objętość, cm ³	Masy krystalizatorów, g			Stężenie, g/m ³		
			Opis krystalizatora	M ₀ (pusty)	M _s (wysuszony)	Sucha pozostałość	Substancje rozpuszczone	Zawiesiny
Substancje rozpuszczone	„Przesącz”	50						
Sucha pozostałość	1	50						
	2	50						
	3	50						
	4	50						
	5	50						
	6	50						

Dla każdego z cylindrów sporządzić wykres zależności wysokości warstwy osadu od czasu sedymentacji $h = f(t)$ (Rysunek 13). Na podstawie sporządzonego wykresu należy wyznaczyć odcinek prostoliniowy (do punktu b) i obliczyć prędkość opadania zawiesin w strefie B:

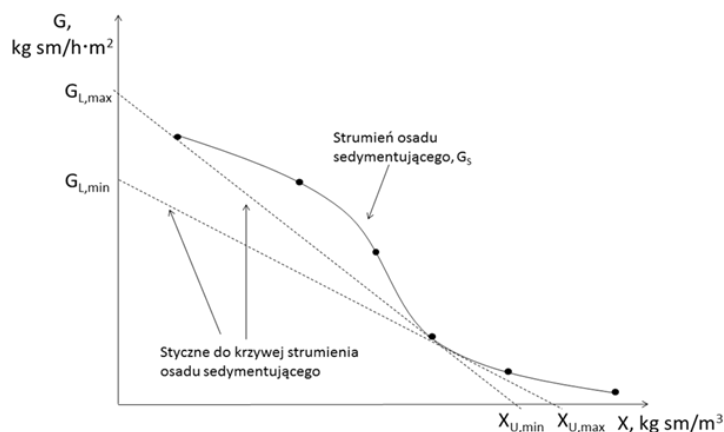
$$V_i = \frac{h_{Bi}}{t_{Bi}}$$

Na podstawie obliczonych prędkości należy obliczyć strumień osadu sedymentującego:

$$G_s^i = V_i \cdot X_i$$

Oraz sporządzić wykres strumienia sedymentującego od stężenia zawiesin ($G_s=f(X_i)$).

Według Rysunku 13., wyznaczyć strumień limitujący G_L , poprzez wykreślenie stycznej do krzywej strumienia osadu sedymentującego z punktu na osi odciętych, odpowiadającego żadanemu stężeniu osadu zagęszczonego X_U . Należy przyjąć dwie różne wartości żadanego stężenia osadu zagęszczonego ($X_{U,min}$ i $X_{U,max}$, wartości z zakresu $\pm 30\%$ stężenia osadu w próbie nierozcieńczonej) i dla każdej z nich wyznaczyć strumień limitujący ($G_{L,max}$, $G_{L,min}$)



Rysunek 13. Wyznaczenie granicznego strumienia cząstek (obciążenia) dla zagęszczania ciągłego

Obliczyć pole powierzchni (A) zagęszczacza dla obydwu wartości strumienia limitującego ($G_{L,max}$, $G_{L,min}$), zgodnie ze wzorem:

$$G_L = X_0 \frac{Q_d}{A}$$

Do obliczeń przyjmując:

- natężenie dopływu osadu Q_d z zakresu 1000÷5000 m³/d
- stężenie osadu X_0 z zakresu 40-60% stężenia osadu w próbie nierozcieńczonej

Określić wymagane strumienie konwekcyjne (G_K): dla żądanych stężeń osadu zagęszczonego i odpowiadających im wartości strumienia limitującego wykreślić proste przechodzącą przez punkt (0,0) oraz przez punkty o współrzędnych ($X_{U,max}; G_{L,min}$) i ($X_{U,min}; G_{L,max}$) (według Rysunku 14.).

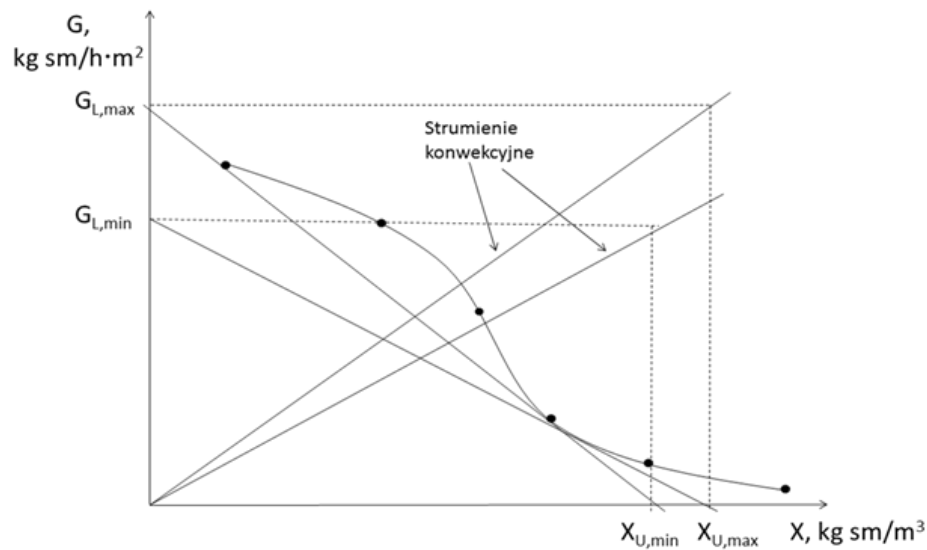
Wiedząc, że:

$$G_{K,i} = X_i \frac{Q_{zag}}{A}$$

gdzie:

- Q_{zag} – natężenie odpływu osadu zagęszczonego, m³/d
 A – pole powierzchni zagęszczacza, m²

obliczyć wymagane natężenie przepływu osadu zagęszczonego wykorzystując obliczone pole powierzchni zagęszczacza. Obliczenia przeprowadzić dla obydwu przypadków.



Rysunek 14. Wyznaczenie strumieni konwekcyjnych

LITERATURA

- [1] J. B. Bień, Osady ściekowe. Teoria i praktyka, Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2002
- [2] E. Szwabowska, Projektowanie procesów odwadniania osadów ściekowych, Politechnika Śląska, Gliwice 1994
- [3] B. Cywiński i in., Oczyszczanie ścieków miejskich t. II, Arkady, Warszawa 1972
- [4] Oczyszczanie ścieków. Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych. ZWUŚiZO I stopień IV rok, Politechnika Wroclawska

SPOSÓB WYKONANIA OZNACZEŃ

Barwa

Oznaczenie przy użyciu spektrofotometru przy długości fali 410 nm. Wyniki wyrażane są w g Pt /m³.

Mętność

- ✓ wymieszać próbkę badanej wody/ścieków,
- ✓ napęlić butelkę, zakręcić i ponownie wymieszać,
- ✓ wstawić butelkę do mętnościomierza,
- ✓ odczytać wynik w NTU.

Zasadowość

Zasadowość F

- ✓ do kolby stożkowej odmierzyć 100 cm³ badanej wody/ścieków ($V_{\text{próbki}}$),
- ✓ dodać 5 kropli wskaźnika fenoloftaleiny,
- ✓ miareczkować kwasem solnym o stężeniu 0,1 mol/dm³ (C_{HCl}) do zaniku różowego zabarwienia.

Zasadowość wobec fenoloftaleiny, $Zas F = C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{zużytego HCl}} \cdot 1000 / V_{\text{próbki}}$, mmol/dm³

Zasadowość ogólna (M)

- ✓ do roztworu zachowanego po oznaczaniu zasadowości wobec fenoloftaleiny (lub do kolby stożkowej o pojemności 250 cm³ odmierzyć 100 cm³ próbki ($V_{\text{próbki}}$) jeśli wykonujemy tylko zasadowość ogólną),
- ✓ dodać 5 - 10 kropli wskaźnika: zielen bromokrezolowa - czerwien metylowa,
- ✓ miareczkować kwasem solnym o stężeniu 0,1 mol/dm³ (C_{HCl}) do zmiany zabarwienia z zielonkawoniebieskiego na szare.

Zasadowość ogólna, $Zas M = C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{zużytego HCl}} \cdot 1000 / V_{\text{próbki}}$, mmol/dm³

Uwaga: w przypadku oznaczania Zas M po oznaczeniu Zas F należy pamiętać, że $V_{\text{zużytego HCl}}$ jest sumą objętości roztworu HCl zużytego podczas miareczkowania próbki wobec fenoloftaleiny i zieleni bromokrezolowej - czerwieni metylowej.

Mangan

- ✓ do kolby stożkowej odmierzyć 100 cm³ wody/ścieków,
- ✓ dodać 5 cm³ odczynnika specjalnego,
- ✓ wstawić do kosza grzewczego i zagotować,
- ✓ kolbę zdjęć z kosza,
- ✓ dodać płaską łyżeczkę nadsiarczanu amonu, zamieszać,
- ✓ wstawić do kosza i gotować ok. 1 min,
- ✓ odstawić do ostygnięcia,
- ✓ przelać do cylindra i uzupełnić wodą destylowaną do 100 cm³,
- ✓ wynik odczytać na spektrofotometrze przy długości fali 525 nm.

Żelazo

Żelazo ogólne

- ✓ do cylindra o pojemności 100 cm³ odmierzyć 50 cm³ wody/ścieków,
- ✓ dodać 1 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy i dokładnie wymieszać,
- ✓ dodać 2 cm³ roztworu buforu octanowego,
- ✓ dodać 2 cm³ roztworu 1,10 fenantroliny i wymieszać,
- ✓ umieścić na 15 min w ciemnym,
- ✓ wynik odczytać na spektrofotometrze przy długości fali 510 nm.

Żelazo (II)

- ✓ do cylindra o pojemności 100 cm³ odmierzyć 50 cm³ wody/ścieków,
- ✓ dodać 2 cm³ roztworu buforu octanowego,
- ✓ dodać 2 cm³ roztworu 1,10 fenantroliny i wymieszać,
- ✓ umieścić na 15 min w ciemnym miejscu,
- ✓ wynik odczytać na spektrofotometrze przy długości fali 510 nm.

Stężenie zawiesiny – metoda pośrednia

- ✓ zważyć dwa puste krystalizatory,
- ✓ przesączyć badaną wodę/ścieki,
- ✓ do jednego krystalizatora odmierzyć 50 cm³ przesącza – oznaczenie stężenia ciał rozpuszczonych,
- ✓ do drugiego krystalizatora odmierzyć 50 cm³ dobrze wymieszanej wody/ścieków – oznaczenie suchej pozostałości,
- ✓ odparować próbki w łaźni wodnej,
- ✓ suszyć krystalizatory w suszarce przez 1 h w 105 °C,
- ✓ oziębnić krystalizator w eksykatorze i zważyć.

Sucha pozostałość (X_1), ciała rozpuszczone (X_2):

$$X_1, X_2 = (a - b) \cdot 1000 / V, \text{ g/m}^3$$

gdzie:

- a – masa krystalizatora po wysuszeniu, mg
- b – masa pustego krystalizatora, mg
- V – objętość badanej wody/ścieków, cm³.

Stężenie zawiesin ogólnych: $X_3 = X_1 - X_2$

Utlenialność

- ✓ z kolby, w której uprzednio wykonano oznaczenie utlenialności wylać zawartość, nie płukać,
- ✓ do wytrawionej kolby stożkowej odmierzyć 100 cm³ wody/ścieków,
- ✓ dodać 10 cm³ H₂SO₄ (1+3),
- ✓ dodać 10 cm³ KMnO₄,
- ✓ ogrzewać w łaźni wodnej przez 30 min,
- ✓ po wyjęciu z łaźni dodać 10 cm³ kwasu szczawowego (H₂C₂O₄) i mieszać zawartość kolby do odbarwienia próby,
- ✓ po odbarwieniu miareczkować na gorąco KMnO₄ do wystąpienia słabo różowego zabarwienia.

$$\text{Utlenialność} = (a - b) \cdot 0,1 \cdot 1000 / V, \text{ g O}_2/\text{m}^3$$

gdzie:

- a – ilość 0,0125 n r-r KMnO_4 zużytego na zmiareczkowanie próbki, cm^3 ,
- b – ilość 0,0125 n r-r KMnO_4 zużytego na utlenienie związków organicznych zawartych w 100 cm^3 wody destylowanej, cm^3 ,
- V – objętość próbki wody/ścieków użyta do oznaczenia,
- 0,1 – przelicznik, 1 cm^3 0,1 molowego HCl odpowiada $0,1 \text{ mmol}/\text{dm}^3$.

Tlen rozpuszczony – metoda Winklera

- ✓ napełnić tlenówkę badaną wodą/ściekami,
- ✓ dodać 1 cm^3 MnSO_4 ,
- ✓ dodać 2 cm^3 KJ ,
- ✓ zamknąć szczelnie butelkę korkiem i wymieszać (zwrócić uwagę, aby pod korkiem nie było powietrza),
- ✓ odstawić do ciemnego miejsca do opadnięcia osadu,
- ✓ dodać 1 cm^3 stężonego H_2SO_4 i wymieszać do rozpuszczenia osadu,
- ✓ do kolby odmierzyć 100 cm^3 r-ru z butelki,
- ✓ miareczkować r-r tiosiarczanu sodu ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) do jasnosłomkowego zabarwienia,
- ✓ dodać 1 cm^3 r-r skrobi i miareczkować do odbarwienia.

$$\text{Tlen rozpuszczony} = a \cdot 0,2 \cdot 1000 / V, \text{ g O}_2/\text{m}^3$$

gdzie:

- a – ilość r-r tiosiarczanu sodu ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) zużytego na zmiareczkowanie próbki, cm^3 ,
- V – objętość próbki wody/ścieków użyta do oznaczenia,
- 0,2 – ilość tlenu odpowiadająca 1 cm^3 0,025 n $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Biochemiczne Zapotrzebowanie Tlenu (BZT) – metoda rozcieńczeń

- ✓ badaną wodę/ścieki rozcieńczyć wodą do rozcieńczeń w cylindrach 500 cm^3 ,
- ✓ przygotowanym rozcieńczeniem napełnić dwie butelki tlenówki,
- ✓ jedną tlenówkę odstawić do inkubacji, w drugiej oznaczyć tlen rozpuszczony,
- ✓ jednocześnie przygotować dwie butelki z wodą do rozcieńczeń, jedną odstawić do inkubacji, w drugiej oznaczyć tlen rozpuszczony,
- ✓ po inkubacji w próbach oznaczyć stężenie tlenu.

$$\text{BZT} = [(a - b) - (c - d) \cdot M / 1000] \cdot 1000 / m, \text{ g}/\text{m}^3$$

gdzie:

- a – zawartość tlenu rozpuszczonego w rozcieńczonej próbce przed inkubacją, $\text{g O}_2/\text{m}^3$,
- b – zawartość tlenu rozpuszczonego w rozcieńczonej próbce po inkubacji, $\text{g O}_2/\text{m}^3$,
- c – zawartość tlenu rozpuszczonego w wodzie do rozcieńczeń przed inkubacją, $\text{g O}_2/\text{m}^3$,
- d – zawartość tlenu rozpuszczonego w wodzie do rozcieńczeń po inkubacji, $\text{g O}_2/\text{m}^3$,
- M – ilość wody do rozcieńczeń zawartej w 1 dm^3 rozcieńczenia, cm^3 ,
- m – ilość badanej próbki zawartej w 1 dm^3 rozcieńczenia, cm^3 .

Przykład obliczeniowy doboru rozcieńczenia do oznaczenia oraz obliczenie wartości BZT₅

Biochemiczne zapotrzebowanie tlenu (BZT₅) wyraża ilość tlenu potrzebną do utlenienia związków organicznych zawartych w wodzie i ściekach na drodze przemian biochemicznych w warunkach tlenowych. Całkowite utlenienie związków organicznych zawartych w wodzie i ściekach wymaga długiego czasu – około 20 dni. Jednak najintensywniejsze procesy przebiegają w ciągu pierwszych pięciu dni. Dlatego też jako wskaźnik obciążenia wody i ścieków substancjami organicznymi przyjęto BZT₅. Oznaczenie BZT₅ polega na określeniu zużycia tlenu przez próbkę wody lub ścieków na procesy biochemicznego utleniania związków organicznych w okresie 5-dobowej inkubacji próbki w ściśle określonych warunkach (w temperaturze 293 K, bez dostępu powietrza i światła). BZT₅ stanowi zatem różnicę między zawartością tlenu rozpuszczonego na początku i po 5 dobach inkubacji.

Zawartość tlenu rozpuszczonego w ściekach zwykle nie wystarcza na pokrycie procesów biochemicznego utleniania (w trakcie inkubacji zużywany jest tlen), dlatego w celu oznaczania BZT₅ w ściekach, stosowana jest metoda rozcieńczeń.

Metoda rozcieńczeń oparta jest na oznaczeniu stężenia tlenu rozpuszczonego w rozcieńczonych próbach ścieków. Istotnym etapem w oznaczaniu BZT tą metodą jest ustalenie odpowiedniego rozcieńczenia, które zagwarantuje, że w trakcie inkubacji podaż tlenu do utleniania związków organicznych będzie wystarczająca.

Dobór rozcieńczenia

Dobór rozcieńczeń należy rozpocząć od oznaczenia stężenia tlenu rozpuszczonego w wodzie do rozcieńczeń (jest to woda natleniona, specjalnie preparowana i przeznaczona do oznaczania tlenu rozpuszczonego). Oznaczenie wykonać trzykrotnie, jeśli wyniki są zbliżone – przyjąć średnią wartość. Skrajne wyniki odrzucić. Przykładowo, uzyskano wartości 8,3, 8,4 i 8,2 gO₂/m³ – przyjąć należy stężenie średnie, tj. 8,3 gO₂/m³.

Rozcieńczenie dobierane jest na podstawie utlenialności ścieków. Zakłada się, że BZT₅ ścieków jest średnio trzykrotnie wyższe od utlenialności. Jeśli w badanych ściekach oznaczono utlenialność równą 80 g O₂/m³, należy przyjąć:

$$\text{BZT}_{5 \text{ teoretyczne}} = 3 \cdot 80 = 240 \text{ g O}_2/\text{m}^3$$

Należy założyć, że w trakcie 5 dniowej inkubacji około połowa tlenu w próbce zostanie zużyta na procesy biochemiczne - po 5-dniowym okresie inkubacji, stężenie tlenu rozpuszczonego w próbce wynosić będzie około 4 g O₂/m³. Zatem, przy takim założeniu pozostanie około 4,3 g O₂/m³ (8,3 - 4 = 4,3) na utlenienie substancji organicznych w ciągu 5 dób. Jest to ilość, która musi wystarczyć do utlenienia substancji organicznych.

Zatem, rozcieńczenie obliczamy dzieląc BZT_{5 teoretyczne} przez dostępną ilość tlenu:

$$\frac{240}{4,3} = 55,8 \Rightarrow \text{rozcieńczenie } 1:56$$

Należy przyjąć dwie wartości rozcieńczeń: większą i mniejszą od wartości obliczonej. W przypadku oznaczania BZT₇, w celu zapewnienia dostępnej ilości tlenu podczas 7-dniowej inkubacji, należy przyjmować większe rozcieńczenia – gwarantujące dostępność tlenu podczas 7-dniowej inkubacji (np. 1:50 i 1:100).

Rozcieńczenia prób przygotowuje się w cylindrach miarowych o pojemności 500 cm³. Przygotowując rozcieńczenie 1:50 należy odmierzyć do cylindra 10 cm³ ścieków i uzupełnić **wodą do rozcieńczeń** do poziomu 500. Analogicznie, w przypadku rozcieńczenia 1:100, odmierzyć należy 5 cm³ ścieków i uzupełnić **wodą do rozcieńczeń** do poziomu 500. Alternatywna metoda: rozcieńczenie 1:50 rozcieńczyć dwukrotnie. Po przygotowaniu rozcieńczonych prób, napełnić każdą z nich po dwie butelki tlenówki i opisać w następujący sposób: „1:50 inkubacja”, „1:100 inkubacja”, „1:50 na bieżąco”, „1:100 na bieżąco”. 2 butelki pozostawić do inkubacji na 5 dni, w dwóch pozostałych oznaczyć tlen rozpuszczony metodą Winklera.

Obliczenie BZT₅

Przykładowa tabela pomiarowa:

Nazwa próby	Rozcieńczenie	Rodzaj oznaczenia	Przebieg miareczkowania	Stężenie g O ₂ /m ³	Stężenie uśrednione g O ₂ /m ³
Woda do rozcieńczeń	0	„Na bieżąco 1”	4,2	8,4	8,5
		„Na bieżąco 2”	4,2	8,4	
		„Na bieżąco 3”	4,3	8,6	
		„Po inkubacji 1”	3,9	7,8	7,8
		„Po inkubacji 2”	3,9	7,8	
Ścieki surowe	1:100	„Na bieżąco”	4,1	8,2	
		„Po inkubacji”	1,8	3,6	
Ścieki oczyszczone	1:20	„Na bieżąco”	4,3	8,6	
		„Po inkubacji”	2,7	5,4	

Przykład obliczeniowy dla ścieków surowych (rozcieńczenie 1:100)

$$BZT_5 = \left[(a - b) - \frac{(c - d) \cdot M}{1000} \right] \cdot \frac{1000}{m}, \text{ g/m}^3$$

gdzie:

- a – zawartość tlenu rozpuszczonego w rozcieńczonej próbce przed inkubacją, g O₂/m³,
- b – zawartość tlenu rozpuszczonego w rozcieńczonej próbce po inkubacji, g O₂/m³,
- c – zawartość tlenu rozpuszczonego w wodzie do rozcieńczeń przed inkubacją, g O₂/m³,
- d – zawartość tlenu rozpuszczonego w wodzie do rozcieńczeń po inkubacji, g O₂/m³,
- M – ilość wody do rozcieńczeń zawartej w 1 dm³ rozcieńczenia, cm³,
- m – ilość badanej próbki zawartej w 1 dm³ rozcieńczenia, cm³.

W omawianym przypadku (1:100), ilość wody do rozcieńczeń w 1 dm³ rozcieńczenia wynosi 990 cm³, a ilość badanej próbki – 10 cm³. Zatem:

$$BZT_5 = \left[(8,2 - 3,6) - \frac{(8,5 - 7,8) \cdot 990}{1000} \right] \cdot \frac{1000}{10} = 390,7 \text{ g/m}^3$$

Przykład obliczeniowy dla ścieków oczyszczonych (rozcieńczenie 1:20)

$$BZT_5 = \left[(8,6 - 5,4) - \frac{(8,5 - 7,8) \cdot 950}{1000} \right] \cdot \frac{1000}{50} = 16,5 \text{ g/m}^3$$