

SPOSÓB WYKONANIA OZNACZEŃ

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 zielonkawo-niebieskiego 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.

Stężenie zawiesiny – metoda pośrednia

- ✓ zważyć dwa puste krystalizatory,
- ✓ przesączyć badaną wodę/ścieki,
- ✓ do jednego krystalizatora odmierzyć 50 cm³ przesączu – 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: $X_3 = X_1 - X_2$

Uwodnienie osadu

- ✓ zważyć pusty krystalizator,
- ✓ badany osad przenieść do krystalizatora, zważyć krystalizator z osadem,
- ✓ suszyć krystalizator w suszarce w 105 °C,
- ✓ oziębic krystalizator w eksykatorze i zważyć.

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

gdzie:

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

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 KMnO₄ zużytego na zmiareczkowanie próbki, cm³,
b – ilość 0,0125 n r-r KMnO₄ zużytego na utlenienie związków organicznych zawartych w 100 cm³ wody destylowanej, cm³,
V – objętość próbki wody/ścieków użyta do oznaczenia,
0,1 – przelicznik, 1 cm³ 0,1 molowego HCl odpowiada 0,1 mmol/dm³.

Tlen rozpuszczony – metoda Winklera

- ✓ napełnić tlenówkę badaną wodą/ściekami,
- ✓ dodać 1 cm³ MnSO₄,
- ✓ dodać 2 cm³ KJ,
- ✓ zamknąć szczelnie butelkę korkiem i wymieszać (zwrócić uwagę, aby pod korkiem nie było powietrza),
- ✓ odstawić do ciemnego miejsca do opadnięcia osadu,
- ✓ dodać 1 cm³ stężonego H₂SO₄ i wymieszać do rozpuszczenia osadu,
- ✓ do kolby odmierzyć 100 cm³ r-r z butelki,
- ✓ miareczkować r-r tiosiarczanu sodu (Na₂S₂O₃) do jasnosłomkowego zabarwienia,
- ✓ dodać 1 cm³ 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.

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

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 .

Azot amonowy

- ✓ do cylindra Nesslera odmierzyć 100 cm^3 badanej wody/ścieków,
- ✓ dodać 1 cm^3 soli Siegnetta,
- ✓ dodać 1 cm^3 odczynnika Nesslera,
- ✓ po upływie 10 min wynik odczytać na spektrofotometrze lub porównując ze skalą wzorców.

Azot azotynowy

- ✓ do cylindra Nesslera odmierzyć 100 cm^3 badanej wody/ścieków,
- ✓ dodać 1 cm^3 kwasu sulfanilowego,
- ✓ po 5 min dodać 1 cm^3 α -naftyloaminy,
- ✓ po upływie 10 min wynik odczytać na spektrofotometrze lub porównując ze skalą wzorców.

Azot azotanowy

- ✓ próbkę wody/ścieków przelać do parownicy,
- ✓ odparować na łaźni wodnej,
- ✓ ostudzić,
- ✓ dodać 1 cm³ kwasu fenolodisulfonowego i rozetrzeć bagietką do rozpuszczenia osadu,
- ✓ przelać zawartość parownicy do cylindra Nesslera przepłukując wodą destylowaną,
- ✓ dodawać 10% r-r NaOH do wystąpienia utrzymującego się żółtego zabarwienia,
- ✓ uzupełnić wodą destylowaną do 100 cm³
- ✓ wynik odczytać na spektrofotometrze lub porównując ze skalą wzorców.

Źródło:

Zarządzanie Jakością I Systemami Oczyszczania Wód i Ścieków, Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych TOŚ I stopień,
Politechnika Wroclawska