

dr inż. Martyna Wiśniewska
(ćwiczenia: 2, 5, 6)

dr Henryk Wasąg
(ćwiczenia: 1, 3, 4)



Laboratorium TECHNOLOGII WODY I ŚCIEKÓW

III rok studiów stacjonarnych I-go stopnia – 30 godz.

Nr ćwiczenia	Wykaz ćwiczeń
	Zajęcia wstępne. Przepisy i zasady BHP w laboratorium Technologii Wody i Ścieków. Powtórka z wybranych technik laboratoryjnych.
1	Dekarbonizacja wody
2	Odżelazianie wody
3	Koagulacja objętościowa
4	Koagulacja powierzchniowa
5	Badanie zdolności natleniającej złoża biologicznego
6	Zmiękczenie wody metodą jonowymienną
	Zajęcia zaliczeniowe

Ćwiczenie 1

DEKARBONIZACJA WODY

Zakres obowiązującego materiału (do zaliczenia przed wykonaniem ćwiczenia)

1. Istota i znaczenie procesu zmiękczenia wody.
2. Metody dekarbonizacji i zmiękczenia wody.
3. Dekarbonizacja wody wapnem:
 - istota procesu,
 - sposoby prowadzenia,
 - dobór dawki wapna,
 - kontrola przebiegu procesu,
 - urządzenia do dekarbonizacji wody.
4. Inne chemiczne strąceniowe metody zmiękczenia wody.

LITERATURA

1. Akty prawne: Aktualne rozporządzenie dotyczące jakości wody do picia i na potrzeby gospodarcze.
2. Chojnacki A.: Technologia wody i ścieków. PWN, Warszawa 1972.
3. Kowal A. L., Świdorska – Bróż M., Oczyszczanie wody, PWN Warszawa- Wrocław 1996.
4. Kowal A. L., Maćkiewicz J., Świdorska – Bróż M., Podstawy projektowe systemów oczyszczania wód, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1996.
5. Montusiewicz A., Anasiewicz- Sompór E., Projektowanie stacji uzdatniania wody i oczyszczalni ścieków.
6. Gomółka B. i E., Technologia wód przemysłowych z ćwiczeniami, Wydawnictwo Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1994.
7. Praca zbiorowa pod redakcją Dojlido J., Fizyczno-chemiczne badanie wody i ścieków, Arkady, Warszawa 1999.
8. Praca zbiorowa pod redakcją Wierzbickiego T.L., Technologia wody i ścieków. Ćwiczenia laboratoryjne. Wydawnictwo Politechniki Białostockiej, Białystok 1996.

1. Cel i zakres ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z procesem dekarbonizacji wody prowadzonej za pomocą mleka wapiennego, jako podstawowej i najtańszej metody usuwania twardości węglanowej.

Prowadzone w ramach ćwiczenia badania technologiczne mają na celu ustalenie optymalnej dawki CaO i ocenę uzyskiwanych w tych warunkach efektów usunięcia twardości węglanowej. Dodatkowo ćwiczenie ma na celu zapoznanie się ze sposobem kontroli prawidłowości przebiegu procesu dekarbonizacji wody.

Zakres ćwiczenia obejmuje:

- wykonanie analiz wody poddawanej procesowi dekarbonizacji,
- obliczenie teoretycznej dawki CaO wymaganej do dekarbonizacji wody,
- przeprowadzenie procesu zmiękczenia dla zmiennych dawek CaO,
- wykonanie analiz wody po procesie zmiękczenia,
- opracowanie uzyskanych wyników.

2. Sposób wykonania ćwiczenia

1. W próbce wody przeznaczonej do dekarbonizacji wykonać następujące oznaczenia:
 - twardość ogólna,
 - twardość wapniowa,
 - twardość magnezowa,
 - zasadowość ogólna,
 - zawartość wolnego CO₂.
2. Na podstawie uzyskanych rezultatów obliczyć teoretyczną dawkę CaO niezbędną do przeprowadzenia procesu dekarbonizacji według poniższego wzoru:

$$D_{\text{CaO}} = 28(tw_{\text{wzgl.}} + \text{CO}_2) \quad (\text{mgCaO/dm}^3)$$

w którym:

D_{CaO} - teoretyczne zapotrzebowanie na chemicznie czysty CaO, (mg/dm³);

$tw_{\text{wzgl.}}$ - twardość węglanowa wody, (mval/dm³);

CO₂ - stężenie wolnego dwutlenku węgla w dekarbonizowanej wodzie, (mval/dm³);

28 - równoważnik CaO.

3. Badaną wodę poddać procesowi dekarbonizacji stosując dawki CaO wynoszące 70%, 90%, 110%, 130% obliczonej dawki teoretycznej. W tym celu:
 - do 4 zlewek o pojemności 1 dm³ każda odmierzyć za pomocą cylindra miarowego po 1 dm³ dekarbonizowanej wody,
 - do tak przygotowanych próbek wody kolejno dodać obliczone ilości CaO w postaci 5% zawiesiny mleka wapiennego,
 - po zadozowaniu CaO zawartość zlewek dokładnie mieszać przez okres około 3 minut, po czym pozostawić na około 30 minut do sedimentacji wytrąconego osadu,
 - następnie każdą z próbek zdekarbonizowanej wody przesączyć przez sączonek bibułowy do kolb stożkowych o pojemności 500 cm³.

4. Z przesączonych próbek zdekarbonizowanej wody wykonać następujące oznaczenia:
 - twardość ogólna,
 - twardość wapniowa,
 - twardość magnezowa,
 - zasadowość ogólna m i zasadowość alkaliczna p.

5. Po zakończeniu ćwiczenia umyć szkło laboratoryjne i uporządkować stanowisko.

3. Dekarbonizacja wody- metodyka kontroli analitycznej

A. Wykonanie oznaczenia twardości ogólnej wody

Twardość ogólną oznacza się kompleksometrycznie za pomocą wersenianu disodowego wobec czerni eriochromowej T jako wskaźnika. Jony wapnia i magnezu w roztworze wodnym o pH około 10 tworzą z dodanym wskaźnikiem związki kompleksowe o czerwonym zabarwieniu. Kompleksy te są mniej trwałe niż kompleksy jonów wapnia i magnezu z wersenianem disodowym. Podczas miareczkowania, po związaniu wszystkich jonów wapnia i magnezu przez wersenian, wskaźnik zostaje uwolniony i zmienia się barwa roztworu z czerwonej na niebieską, co jest podstawą do wizualnego wyznaczenia punktu końcowego miareczkowania. Na podstawie ilości zużytego roztworu wersenianu disodowego wylicza się twardość ogólną wody.

Odczynniki i roztwory

- Chlorowodorek hydroksyloaminy ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) cz.d.a., roztwór 1-procentowy
- Czerń eriochromowa T – wskaźnik,
- Siarczek sodu ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$) cz.d.a., roztwór 10-procentowy
- Bufor amonowy o pH 10
- Wersenian disodu (sol disodowa kwasu etylenodiaminotertaocowego $\text{Na}_2\text{H}_{14}\text{C}_{10}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) cz.d.a. roztwór mianowany 0,02 m.

Wykonanie oznaczenia

Do kolby stożkowej o pojemności 300 cm^3 pobrać badaną próbkę wody w takiej ilości, aby objętość roztworu wersenianu disodowego zużyta na zmiareczkowanie nie była mniejsza niż 5 cm^3 i nie większa niż 25 cm^3 . Dla wód o twardości $2,0 - 10,0 \text{ mval/ dm}^3$ miareczkowaniu poddaje się próbki o objętości 100 cm^3 . W celu wyeliminowania wpływu czynników przeszkadzających do pobranej do miareczkowania próbki dodaje się po 1 cm^3 roztworów siarczku sodu i chlorowodoru hydroksyloaminy. Następnie do kolby stożkowej z tak pobraną i przygotowaną próbką należy dodać roztworu buforu amonowego w ilości 5 cm^3 na każde 50 cm^3 badanej wody oraz około $0,05 \text{ g}$ czerni erichromowej T. Miareczkować natychmiast roztworem wersenianu disodu do zmiany zabarwienia z czerwonego na niebieskie. Pod koniec miareczkowania w momencie pojawienia się zabarwienia fioletowego roztwór wersenianu disodu należy dodawać ostrożnie kroplami, mieszając energicznie zawartość kolby po dodaniu każdej kropli.

Obliczanie i podawanie wyników

Twardość ogólną badanej wody (T_{og}) obliczyć w mval/ dm^3 według wzoru:

$$T_{og} = \frac{V_1 \cdot c \cdot 1000}{V} \cdot 2$$

w którym:

V_1 – objętość wersenianu disodu zużyta na miareczkowanie próbki, cm^3 ;

V – objętość próbki wody pobranej do oznaczania, cm^3 ;

c – miano roztworu wersenianu disodu mol/ dm^3 .

Za wynik końcowy należy przyjąć średnia arytmetyczną wyników dwóch równoległe wykonanych oznaczeń różniących się między sobą objętością wersenianu disodu użytego na miareczkowanie nie więcej niż $0,1 \text{ cm}^3$.

B. Wykonanie oznaczenia twardości wapniowej

Twardość wapniową oznacza się kompleksometrycznie za pomocą wersenianu disodu wobec kalcesu jako wskaźnika. Jony wapnia w roztworze wodnym o pH około 13 tworzą z kalcesem czerwono zabarwiony związek kompleksowy. Kompleks ten jest mniej trwały od kompleksu wapnia z wersenianem. Podczas miareczkowania, po związaniu przez wersenian wszystkich jonów wapnia, wskaźnik przechodzi do niebiesko zabarwionej postaci wolnej. Wywołana tym faktem zmiana zabarwienia roztworu miareczkowanego z czerwonej na niebieską jest podstawą identyfikacji końcowego punktu miareczkowania.

W warunkach oznaczania, czyli przy pH badanego roztworu około 13, całkowita zawartość jonów magnezu obecnych w wodzie ulega wytrąceniu do trudno rozpuszczalnego wodorotlenku, który nie reaguje z wersenianem disodu. Tak więc zużyta na miareczkowanie ilość roztworu wersenianu pozwala na obliczenie twardości wapniowej wody.

Odczynniki i roztwory

- Chlorowodorek hydroksyloaminy ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) cz.d.a., roztwór 1-procentowy
- Kalces (sol sodowa kwasu 2-hydroksy-1[2-hydroksy-4-sulfo-1-naftyloazol-3-naftoesowego] – wskaźnik,
- Roztwór alkalicujący: w kolbie miarowej pojemności 500 cm^3 rozpuścić w 300 cm^3 wody destylowanej 120 g wodorotlenku potasu cz.d.a. po ostudzeniu objętość roztworu uzupełnić do kreski i wymieszać. Roztwór przechowywać w naczyniu z niebarwionego polietylenu,
- Siarczek sodu ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9 \text{ H}_2\text{O}$) cz.d.a., roztwór 10-procentowy,
- Wersenian disodu (sól disodowa kwasu etylenodiaminotertaocowego $\text{Na}_2\text{H}_{14}\text{C}_{10}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) cz.d.a. roztwór mianowany 0,02 m.

Wykonanie oznaczenia

Objętość próbki wody przeznaczonej do miareczkowania zależy od wartości twardości wapniowej badanej wody i dobiera się ją tak, aby objętość roztworu wersenianu disodu zużyta na miareczkowanie nie była mniejsza od 5 cm^3 i nie większa niż 25 cm^3 . Dla wód o twardości w granicach od 2 mval/ dm^3 do 10 mval/ dm^3 używa się próbki o objętości 100 cm^3 . Podobnie jak przy oznaczaniu twardości ogólnej wpływ większości czynników przeszkadzających usuwa się za pomocą chlorowodoru hydroksyloaminy i siarczku sodu.

W celu oznaczenia twardości wapniowej do kolby stożkowej o pojemności 300 cm³ pobrać stosowną objętość próbki wody przeznaczonej do badania, dodać 3 cm³ roztworu alkalizującego i po 1 cm³ roztworów siarczku sodu i chlorowodoru hydroksyloaminy oraz około 0,02g kalcesu. Po dodaniu wymienionych odczynników próbkę należy wymieszać i miareczkować roztworem wersenianu disodu do zmiany zabarwienia z czerwonego na niebieskie. Pod koniec miareczkowania titrant dodawać kroplami, a po wprowadzeniu każdej następnej kropli zawartość kolby energicznie mieszać.

Obliczanie i podawanie wyników

Twardość wapniową badanej wody (T_{Ca}) obliczyć w mval/ dm³ stosując wzór:

$$T_{Ca} = \frac{V_1 \cdot c \cdot 1000}{V} \cdot 2$$

w którym:

V_1 – objętość wersenianu disodu zużyta na miareczkowanie próbki, cm³;

V – objętość próbki wody pobranej do miareczkowania, cm³;

c – miano roztworu wersenianu disodu mol/ dm³.

Za wynik końcowy należy przyjąć średnia arytmetyczną wyników dwóch równolegle wykonanych oznaczeń różniących się między sobą objętością wersenianu disodu użytego na miareczkowanie nie więcej niż 0,1 cm³.

C. Określenie twardości magnezowej wody

Twardość magnezową oznacza się najczęściej metodą pośrednią po uprzednim oznaczeniu wartości twardości ogólnej i twardości wapniowej badanej próbki wody. Ponieważ twardość ogólna jest sumą twardości wapniowej i twardości magnezowej, więc twardość magnezową oblicza się jako różnicę pomiędzy twardością ogólną (T_{og}) i twardością wapniową (T_{Ca}):

$$T_{Mg} = T_{og} - T_{Ca}$$

D. Wykonanie oznaczenia zasadowości

Oznaczanie zasadowości wody, zarówno zasadowości p, jak i zasadowości m wykonuje się metodą alkacymetryczną poprzez miareczkowanie roztworem kwasu solnego wobec odpowiednich wskaźników – zasadowość alkaliczną p wobec fenoloftaleiny, a zasadowość ogólną m wobec oranżu metyloвого. Oznaczanie zasadowości zaleca się wykonywać niezwłocznie po pobraniu próby.

Odczynniki i roztwory:

- Kwas solny, cz.d.a., roztwór 0,1 m;
- Fenoloftaleina wskaźnik, roztwór alkoholowy 1% zubożony 0,1 m roztworem wodorotlenku sodu;
- Oranż metylowy, roztwór 1%

Wykonanie oznaczenia

Do kolby stożkowej o pojemności 250-300 cm³ odmierzyć 100 cm³ badanej próbki, a następnie dodać 3-4 krople roztworu fenoloftaleiny.

Jeżeli woda nie zabarwi się na różowo, oznacza to, że zasadowość p badanej wody równa jest zero, jeżeli zaś różowe zabarwienie pojawi się należy oznaczyć zasadowość p. Zasadowość p oznaczyć miareczkując badaną próbkę 0,1 m roztworem kwasu solnego, przy ciągłym mieszaniu, do zaniku różowego zabarwienia.

Zasadowość m oznacza się, dodając do próbki po oznaczeniu zasadowości p 5 kropli oranżu metylowego i mieszając zawartość kolby miareczkuje się 0,1 m roztworem kwasu solnego do pierwszej zmiany zabarwienia z żółtego na żółto-różowe (cebulkowe).

Obliczanie i podawanie wyników

Wartość zasadowości p i zasadowości m obliczyć w mval/dm³ korzystając z poniższych wzorów:

$$p = \frac{V_1 \cdot c \cdot 1000}{V}$$

$$m = \frac{V_2 \cdot c \cdot 1000}{V}$$

w których:

V₁ – objętość 0,1 m HCl zużyta na zmiareczkowanie próbki wobec fenoloftaleiny, cm³;

V₂ – całkowita objętość 0,1 m kwasu solnego zużyta na zmiareczkowanie próbki wobec fenoloftaleiny i oranżu metylowego, cm³;

V - objętość próbki wody użyta do oznaczania, cm³;

c- miano roztworu kwasu solnego, mol/dm³

Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z trzech równoległych wykonanych oznaczeń.

E. Wykonanie oznaczenia zawartości wolnego CO₂

Oznaczanie wolnego ditlenku węgla pokrywa się w praktyce z oznaczaniem kwasowości ogólnej wody i polega na miareczkowaniu obu postaci wolnego di tlenku węgla (jako gazowy rozpuszczony w wodzie i jako słaby kwas węglowy) wodorotlenkiem sodowym wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika. Przy pH próbki około 8,3 roztwór miareczkowany zabarwia się na kolor różowy, co świadczy o osiągnięciu punktu końcowego miareczkowania.

Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodu cz.d.a., roztwór 0,05 m;
- Fenoloftaleina, wskaźnik, roztwór 1%;
- Winian sodu-potasu cz.d.a., roztwór 30%.

Wykonanie oznaczenia

Do butelki o pojemności 150cm³ z doszlifowanym korkiem zlewarować 100 cm³ badanej wody, umieszczając lewar na dnie butelki. W celu wyeliminowania przeszkadzającego wpływu żelaza i podwyższonej twardości do próbki dodaje się 2 cm³ roztworu winianu sodu-potasu (zanurzając koniec pipety w cieczy). Następnie dodać 1 cm³ roztworu fenoloftaleiny, po czym miareczkować roztworem wodorotlenku sodu do wystąpienia lekko różowego zabarwienia, utrzymującego się krócej niż 3 minuty. Podczas miareczkowania za każdym razem po dodaniu porcji roztworu wodorotlenku sodu, butelkę należy zamknąć i skłócić jej zawartość. Miareczkowanie należy powtórzyć na drugiej identycznie pobranej i przygotowanej próbce, dodając od razu porcję wodorotlenku sodowego w ilości o 0,1 cm³ mniejszej niż zużyto w pierwszym miareczkowaniu. Butelkę zamknąć korkiem, skłócić jej zawartość i próbkę miareczkować dalej do wystąpienia różowego zabarwienia utrzymującego się krócej niż 3 minuty. Przy obliczaniu wyniku należy brać pod uwagę tylko objętość roztworu wodorotlenku sodu zużytego w drugim miareczkowaniu.

Obliczanie wyniku oznaczenia

Zawartość ditlenku węgla (X) obliczyć w mg/dm³ według poniższego wzoru:

$$X = \frac{V_1 \cdot 2.2 \cdot 1000}{V}$$

w którym:

V₁ – objętość 0,05 m roztworu NaOH zużyta na miareczkowanie próbki, cm³;

V – objętość próbki wody użytej do oznaczania, cm³;

2,2 – liczba miligramów wolnego ditlenku węgla odpowiadająca 1 cm³ 0,05 m roztworu wodorotlenku sodu.

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnia arytmetyczną wyników równoległe wykonanych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 2,2 mg CO₂/dm³.

4. Wyniki i wnioski

Z przeprowadzonego ćwiczenia każdy student **indywidualnie i samodzielnie** sporządza sprawozdanie. Sprawozdanie z ćwiczeń powinno zawierać:

- cel i zakres ćwiczenia,
- opis sposobu wykonania ćwiczenia,
- zestawienie wyników pomiarów i analiz,
- omówienie uzyskanych rezultatów ze szczególnym uwzględnieniem jakości dekarbonizowanej wody i wody po procesie dekarbonizacji,
- ocenę prawidłowości przebiegu procesu dekarbonizacji na podstawie warunku $2p = m$,
- próbę oszacowania dokładnej wartości dawki CaO wymaganej do przeprowadzenia procesu dekarbonizacji badanej wody,
- podsumowanie i wnioski końcowe.

5. Zalecany sposób zestawienia wyników

W sprawozdaniu należy przedstawić sposób i tok obliczeń związanych z wyznaczeniem dawek CaO i objętości 5% zawiesiny mleka wapiennego użytych do przeprowadzenia dekarbonizacji wody. Otrzymane wyniki analiz zestawień w formie tabeli zgodnie z poniższym wzorem:

Wskaźnik jakości wody	Woda do dekarbonizacji	Woda po procesie dekarbonizacji za pomocą dawki CaO (mg/dm ³)			
	
Twardość ogólna (mval/dm ³)					
Twardość wapniowa (mval/dm ³)					
Twardość magnezowa (mval/dm ³)					
Zasadowość „p” (mval/dm ³)					
Zasadowość „m” (mval/dm ³)					

**POLITECHNIKA LUBELSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII ŚRODOWISKA**

**LABORATORIUM
TECHNOLOGII WODY I ŚCIEKÓW**

**ĆWICZENIE NR 1
DEKARBONIZACJA WODY**

Rok akademicki

Grupa

Grupa ćwiczeniowa

Prowadzący:

Osoby wykonujące ćwiczenie:

- 1.
- 2.
- 3.

Osoba sporządzająca sprawozdanie:

Ćwiczenie 2

ODŻELAZIANIE WODY

LITERATURA

1. Akty prawne: Aktualne rozporządzenie dotyczące jakości wody do picia i na potrzeby gospodarcze.
2. Chojnacki A.: Technologia wody i ścieków. PWN, Warszawa 1972.
3. Hermanowicz W., Dojlido J., (red): Fizyczno - chemiczne badanie wody i ścieków. Wydawnictwo Arkady, Warszawa, 1999.
4. Kowal A., Świdzka – Bróż M.: Oczyszczanie wody. PWN, Warszawa – Wrocław, 2007.
5. Montusiewicz A., Anasiewicz-Sompor E.: Projektowanie stacji uzdatniania wody i oczyszczalni ścieków. Projektowanie stacji uzdatniania wody. Skrypt Wyd. Politechniki Lubelskiej, Lublin 1992.
6. Nawrocki J., Biłozor S. (red): Uzdatnianie wody. Procesy chemiczne i biologiczne. Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa Poznań 2000.
7. Wierzbicki T. L. (red): Technologia wody ścieków. Ćwiczenia laboratoryjne. Wydawnictwo Politechniki Białostockiej 1996.

Zakres wiadomości obowiązujących do zaliczenia przed przystąpieniem do wykonania ćwiczenia:

1. Występowanie żelaza i manganu.
2. Dopuszczalne stężenie żelaza i manganu w wodzie do picia i na potrzeby gospodarcze.
3. Metody usuwania żelaza z wody oraz warunki i zakresy ich stosowania:
 - usuwanie żelaza występującego w związkach nieorganicznych
 - usuwanie żelaza występującego w połączeniach ze związkami organicznymi
 - inne metody usuwania żelaza
4. Od jakich czynników zależy dobór metody odżelaziania?
5. Wymagania dotyczące zawartości żelaza w wodzie przeznaczonej do celów produkcyjnych.
6. Sposoby napowietrzania wody uzdatnianej.
7. Charakterystyka procesu napowietrzania

1. CEL I ZAKRES ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest ustalenie wpływu natężenia przepływu wody na efekt usuwania żelaza metodą napowietrzania i filtracji.

Zakres ćwiczenia obejmuje:

- A. Wykonanie analizy wody przeznaczonej do odżelaziania
 - pH,
 - barwa,
 - zasadowość,
 - żelazo ogólne.
- B. Przeprowadzenie procesu napowietrzania wody przeznaczonej do odżelaziania
- C. Przeprowadzenie procesu filtracji wody dla zadanych przez prowadzącego wartości natężenia przepływu.
- D. Wykonanie analizy wody uzdatnionej
 - pH,
 - barwa,
 - zasadowość,
 - żelazo ogólne.

2. WYKONANIE ĆWICZENIA

Sposób wykonania ćwiczenia podano w punktach oraz na schemacie umieszczonym na końcu instrukcji:

1. W odżelazionej wodzie należy oznaczyć pH, barwę, zasadowość oraz żelazo ogólne.
2. Wodę przeznaczoną do uzdatniania napowietrzać w czasie ustalonym przez prowadzącego ćwiczenia, po czym skierować ją na model laboratoryjny filtra do odżelaziania.
3. Przeprowadzenie procesu filtracji wody dla zadanych przez prowadzącego wartości natężenia przepływu.
4. Pierwszą porcję przesączu (500 ml) odrzucić, w następnej wykonać oznaczenia podane w zakresie ćwiczenia (pkt D).
5. Postępowanie powtórzyć dla każdej z zadanych wartości natężenia przepływu wody.
6. Uzyskane wyniki zestawić w formie tabelarycznej.
7. Dokładnie uporządkować swoje stanowisko pracy.
8. Opracować sprawozdanie z wykonania ćwiczenia.

3. METODYKA KONTROLI ANALITYCZNEJ

Wykonanie oznaczenia odczynu

Pomiar pH za pomocą papierków wskaźnikowych

1. W próbce wody zanurzyć po jednym papierku wskaźnikowym
2. Po 3 sekundach odczytać wynik, porównując kolor papierka ze wzorcową skalą na opakowaniu

Pomiar pH za pomocą pH-metru

Pod nadzorem osoby prowadzącej ćwiczenia wykonać pomiar pH badanej wody.

1. Przepłukać naczynko pH- metru wodą otrzymaną do badania.
2. Napełnić naczynko pH- metru badaną wodą i zanurzyć w niej elektrodę pH- metru.
3. Włączyć przyrząd i odczytać na ekranie wskazanie pH- metru.

Wykonanie oznaczenia barwy

1. Odmierzyć do cylindra Nesslera 100 cm³ wody.
2. Określić barwę przez porównanie ze skalą wzorców. W tym celu należy umieścić cylinder z badaną próbką w statywie nad świecą lampą jarzeniową (ewentualnie inne jasne tło). Po obu stronach ustawia się dwa sąsiednie wzorce najbardziej zbliżone do barwy badanej próbki. Barwę określa się patrząc z góry na słup cieczy.

UWAGA: Jeżeli barwa badanej próbki przekracza 80 mg Pt/dm³ należy wykonać oznaczenie z mniejszej ilości wody w następujący sposób: odmierzyć do cylindra Nesslera odpowiednią ilość wody badanej, dopełnić wodą destylowaną do objętości 100 cm³, wymieszać i określić barwę. Rozcieńczenie należy dobierać tak aby barwa mieściła się w skali wzorców. Stopień rozcieńczenia należy uwzględnić przy obliczaniu wyników. Wynik podać w mgPt/dm³.

Oznaczanie zasadowości wody

Wykonanie oznaczenia zasadowości P i M

1. Do trzech kolb stożkowych o pojemności 200- 300 cm³ pobrać pipetą jednomiarową po 100 cm³ wody.
2. Dodać po 3-5 kropli fenoloftaleiny.
3. Miareczkować przy pomocy biurety 0,1 m HCl do odbarwienia roztworu.
4. Odczytać i zanotować objętość zużytego roztworu HCl.

5. Dodać 2-3 krople oranżu metylowego i kontynuować miareczkowanie tym samym kwasem do zmiany barwy z żółtej na cebulkową.
6. Odczytać i zanotować objętość zużytego roztworu HCl.
7. Zasadowość P i M obliczyć wg wzoru:

$$P = \frac{V_1 \cdot n}{V_w} \cdot 1000 \quad \text{mval / dm}^3$$

$$M = \frac{V_2 \cdot n}{V_w} \cdot 1000 \quad \text{mval / dm}^3$$

V_1 - objętość zużytego roztworu 0.1 m HCl na zmiareczkowanie próbki wody wobec fenoloftaleiny, [cm³]

V_2 - objętość zużytego roztworu 0.1 m HCl na zmiareczkowanie próbki wody wobec oranżu metylowego, [cm³]

n - normalność roztworu HCl – 0,1 m

V_w - objętość próbki wody użytej do analizy, [cm³]

UWAGA: Jako wynik podać średnią arytmetyczną z 3 oznaczeń.

Wykonanie oznaczenia żelaza ogólnego metodą kolorymetryczną z tiocyjanianem

1. Do kolby stożkowej o pojemności 200 - 300 cm³ pobrać pipetą jednomicową 100 cm³ wody.
2. Dodać cylinderkiem miarowym 10 cm³ rozcieńczonego roztworu HCl (1:1).
3. Dodać pipetą wielomicową 3 cm³ 3% roztworu H₂O₂ i wymieszać.
4. Po upływie 5 minut dodać pipetą wielomicową 5 cm³ 5% roztworu NH₄CNS.
5. Całość starannie wymieszać.
6. Przygotować roztwór zerowy (porównawczy) w sposób analogiczny jak próbkę, używając zamiast wody badanej- wodę destylowaną.
7. Wykonać oznaczenie spektrofotometryczne. Zmierzyć absorbancję przy długości fali 480 nm., stosując jako odnośnik roztwór zerowy.
8. Zawartość żelaza odczytać z krzywej wzorcowej zawartości żelaza, wynik podać w mg/dm³.

UWAGA: po dokonaniu pomiaru należy bezzwłocznie opróżnić i umyć kuwety.

2. ZESTAWIENIE WYNIKÓW I WNIOSKI

Wyniki badań należy zestawić w tabelach (przykładowe tabele – tab.1 i 2). Przedstawić graficznie zależności uzyskanych wyników od natężenia przepływu wody.

W sprawozdaniu należy podać wnioski dotyczące:

- charakterystyki wody otrzymanej do badania,
- oceny skuteczności odżelaziania wody metodą napowietrzania i filtracji,
- charakterystyki wody uzdatnionej i możliwości jej zastosowania,
- propozycji dotyczących zmian w zastosowanej metodzie odżelaziania, o ile wyniki otrzymane nie będą zgodne z założeniami.

Tab. 1. Zestawienie wyników odżelaziania metodą napowietrzania i filtracji

Oznaczenia	Jednostka	Woda surowa	Woda po procesie uzdatniania		
			V ₁	V ₂	V ₃
Żelazo ogólne	mg/dm ³				
Zasadowość M	mval/dm ³				
Zasadowość P	mval/dm ³				
Barwa	mgPt/dm ³				
Odczyn					

Tab. 2. Stopień redukcji uzyskany przy odżelazianiu metodą napowietrzania i filtracji

Oznaczenia	Jednostka	Woda po procesie uzdatniania		
		Stopień redukcji R		
		V ₁	V ₂	V ₃
Zawartość żelaza	%			
Barwa	%			

Poniżej, przedstawiono sposób obliczania stopnia redukcji zawartości żelaza. Stopień redukcji pozostałych wskaźników jakości wody należy obliczyć analogicznie.

$$R = \frac{Z_s - Z_u}{Z_s} \cdot 100 \%$$

gdzie:

R - stopień redukcji zawartości żelaza [%]

Z_s - zawartość żelaza [mg/dm^3] w wodzie przeznaczony do uzdatniania,
 Z_u - zawartość żelaza [mg/dm^3] w wodzie po procesie uzdatniania.

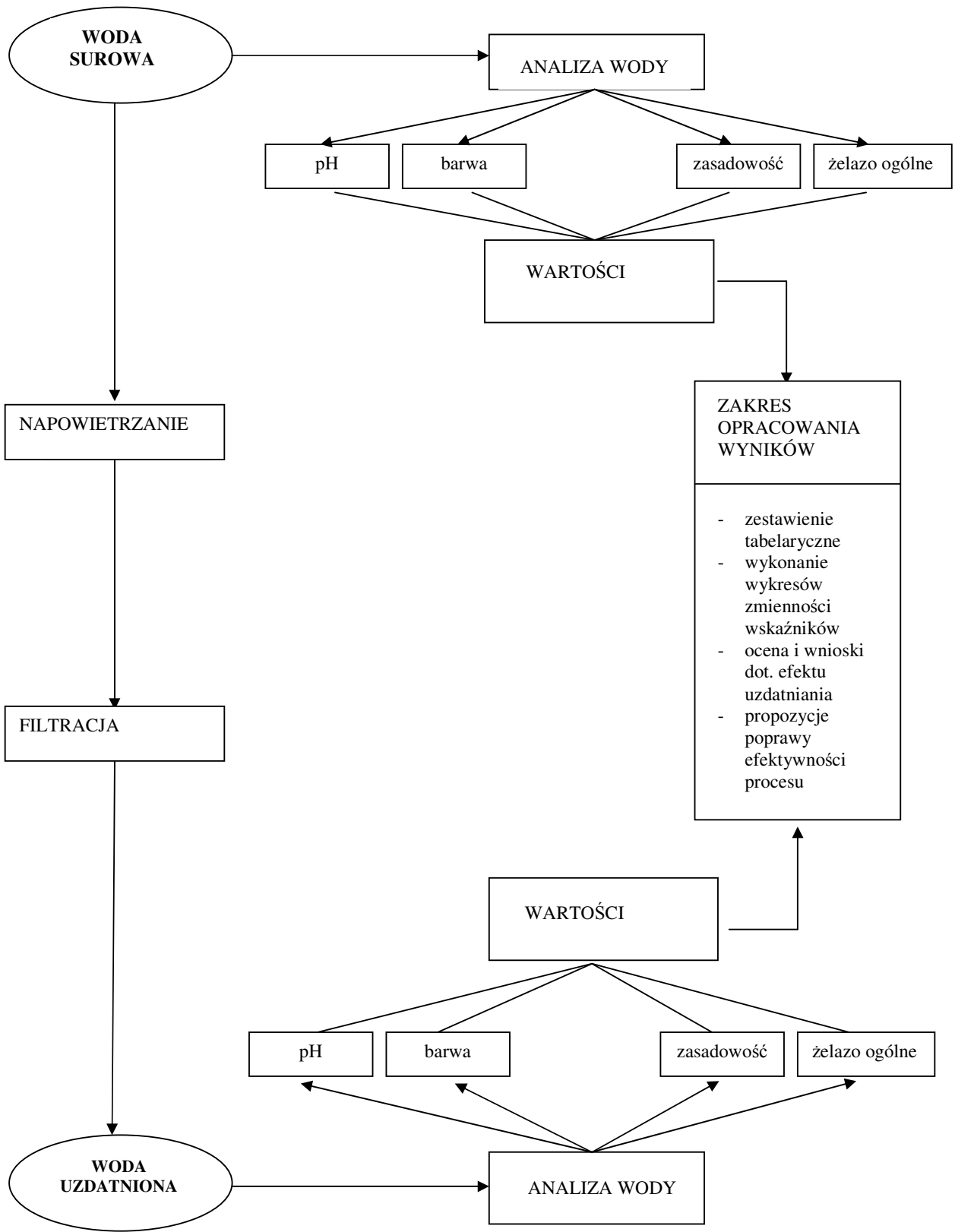
Dane do ćwiczenia: (podaje prowadzący zajęcia)

Czas napowietrzania	t..... min
Natężenie przepływu wody	
$v_1 =$	ml/min
$v_2 =$	ml/min
$v_3 =$	ml/min

gdzie:

v – natężenie przepływu wody [ml/min]

t - czas napowietrzania [min]



Schemat ćwiczenia:
 BADANIE SKUTECZNOŚCI ODŻELAZIANIA
 WODY METODĄ NAPOWIETRZANIA I
 FILTRACJI

**POLITECHNIKA LUBELSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII ŚRODOWISKA**

**LABORATORIUM
TECHNOLOGII WODY I ŚCIEKÓW**

**ĆWICZENIE NR 2
ODŻELAZIANIE WODY**

Rok akademicki
Grupa ćwiczeniowa
Data wykonania ćwiczenia

Prowadzący
.....

Osoby wykonujące ćwiczenia

1.
2.
3.

Ćwiczenie 3

KOAGULACJA OBJĘTOŚCIOWA

Zakres obowiązującego materiału (do zaliczenia przed wykonaniem ćwiczenia)

1. Budowa i właściwości koloidów.
2. Koloidalne zanieczyszczenia wody.
3. Koagulacja - mechanizm procesu i zjawiska przebiegające podczas koagulacji.
4. Zastosowanie koagulacji w oczyszczaniu wód i ścieków.
5. Stosowane koagulanty - ich właściwości i dawki.
6. Chemizm koagulacji.
7. Wpływ różnych czynników na przebieg procesu koagulacji.
8. Substancje wspomagające koagulację.
9. Sposoby prowadzenia koagulacji - koagulacja objętościowa i powierzchniowa.
10. Zasada działania filtra kontaktowego.

LITERATURA

1. Akty prawne: Aktualne rozporządzenie dotyczące jakości ścieków odprowadzanych do odbiorników.
2. Chojnacki A. , Technologia wody i ścieków, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 1972.
3. Kowal, A.L., Świdorska – Bróz M., Oczyszczanie wody, PWN Warszawa- Wrocław 1996.
4. Praca zbiorowa pod redakcją Dojlido J., Fizyczno-chemiczne badanie wody i ścieków, Arkady, Warszawa 1999.
5. Praca zbiorowa pod redakcją Wierzbickiego T.L., Technologia wody i ścieków. Ćwiczenia laboratoryjne. Wydawnictwo Politechniki Białostockiej 1996.

1. Cel i zakres ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z procesem koagulacji objętościowej, jako podstawowej metody usuwania z wody i ścieków zanieczyszczeń o charakterze koloidalnym. Prowadzone w ramach ćwiczenia badania technologiczne mają na celu ustalenie optymalnej dawki koagulantu albo też porównanie skuteczności wybranych koagulantów najczęściej stosowanych w procesach oczyszczania wody i ścieków. Dodatkowo przeprowadzone analizy

i obserwacje pozwalają na ocenę wpływu pH i zasadowości uzdatnianej wody bądź oczyszczanych ścieków na przebieg procesu koagulacji objętościowej.

Zakres ćwiczenia obejmuje:

- wykonanie analiz ścieków poddawanych procesowi koagulacji,
- ustalenie dawki stosowanego środka koagulującego,
- ocenę konieczności stosowania środków alkalizujących,
- przeprowadzenie procesu koagulacji dla zmiennych dawek wybranego koagulantu, lub dla ustalonych dawek różnych koagulantów,
- wykonanie analiz próbek ścieków po procesie koagulacji,
- opracowanie uzyskanych wyników.

2. Sposób wykonania ćwiczenia

1. W próbce uzdatnianej wody lub oczyszczanych ścieków wykonać oznaczenia:
 - zasadowości ogólnej,
 - barwy,
 - pH.
2. Korzystając z odpowiednich zestawień tabelarycznych lub zależności empirycznych ustalić dawkę koagulantu. Dla przykładu w przypadku stosowania siarczanu glinu orientacyjnie wielkość dawki można ustalić na podstawie wzoru:

$$D = 6\sqrt{B}$$

gdzie :

D- dawka siarczanu glinu $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$, (mg/dm^3),

B- barwa wody lub ścieków, (mgPt/dm^3).

Wartości dawek i rodzaj stosowanych koagulantów podaje prowadzący ćwiczenia.

3. Ustalić czy pH uzdatnianej wody lub oczyszczanych ścieków mieści się w zakresie optymalnych wartości pH dla danego środka koagulującego. Wartości te dla najczęściej stosowanych koagulantów zestawiono w poniższej tabeli:

Koagulant	Zakres optymalnego pH dla koagulacji
siarczan glinu $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$	5,5 - 7,5
siarczan żelaza(II) $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$	9,0 - 11,0
siarczan żelaza(II) chlorowany $6\text{FeSO}_4 + 3 \text{Cl}_2$	5,0 - 7,0 i 9,0 - 9,6
siarczan żelaza(III) $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$	5,0- 7,0 i 9,0 - 9,6
chlorek żelaza(III) $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$.	5,0 - 7,0 i powyżej 8,5

4. Na podstawie zależności na minimalną wartość zasadowości wymaganej dla przebiegu koagulacji określić czy wymagana jest alkalizacja badanej wody lub ścieków, a jeżeli tak to jaką dawką środka alkalizującego. Dla przypomnienia:

Do właściwego przebiegu hydrolizy koagulantów będących solami mocnych kwasów i słabych zasad niezbędna jest naturalna zasadowość wody, którą wyznacza się z równania:

$$\text{Zas. } m_{\min} = W \cdot D + (0,7-1,0) \leq \text{zas. } m$$

Współczynnik W określa jednostkowe zużycie zasadowości naturalnej wody w procesie hydrolizy koagulanta (wartość liczona ze stechiometrii reakcji hydrolizy). Składnik 0,7-1,0 oznacza nadmiar zasadowości (w stosunku do stechiometrycznej) warunkujący całkowitą hydrolizę. Gdy zasadowość koagulowanej wody jest mniejsza od zas. m_{\min} należy zwiększyć zasadowość dodając do wody przed koagulacją wapno bądź inną zasadę. Jeżeli w tym celu stosuje się wapno, to jego dawkę wyznacza się ze wzoru:

$$D_{\text{CaO}} = 28(W \cdot D + (0,7-1,0) - \text{zas. } m)$$

5. Do szeregu zlewek o pojemności 1 dm^3 każda odmierzyć za pomocą cylindra miarowego po 1 dm^3 badanej wody lub ścieków.
6. W odmierzonych próbkach, jeżeli wymaga tego sytuacja, przeprowadzić korektę pH zgodnie ze wskazówkami prowadzącego. Jeżeli zaś zachodzi konieczność alkalizacji należy do próbek dodać uprzednio określone ilości środka alkalizującego (po dodaniu dokładnie wymieszać).

7. Do tak przygotowanych próbek dodać wcześniej określone ilości środka koagulującego, a następnie próbki poddać szybkiemu mieszaniu przez 3 minuty, a potem wolnemu mieszaniu przez okres 5 minut. Zawartość zlewek przelać do lejów Imhoffa i przez pół godziny co 5 minut odczytywać objętość wytrąconego osadu (przed odczytem należy delikatnie obrócić lej wokół własnej osi, aby zapobiec gromadzeniu się osadu na ściankach).
8. W próbkach wody lub ścieków po procesie koagulacji wykonać następujące oznaczenia:
 - barwa,
 - pH,
 - zasadowość ogólna,
 - utlenialność (ChZT met. manganianową).
9. Dodatkowo należy wykonać oznaczenie utlenialności dla próbki wody lub ścieków nie poddawanej procesowi koagulacji.
10. Po zakończeniu ćwiczenia uporządkować stanowisko laboratoryjne.

3. Koagulacja objętościowa - metodyka kontroli analitycznej

A. Wykonanie oznaczenia utlenialności (CHZT met. manganianową)

Oznaczanie utlenialności w środowisku kwaśnym polega na utlenianiu manganianem(VII) potasu zakwaszonej próbki wody lub ścieków w temperaturze wrzącej łąźni wodnej w czasie 30 minut i określeniu ilości zużytego utleniacza metodą miareczkową. Za wynik oznaczania przyjmuje się ilość KMnO_4 zużytą na utlenienie próbki w przeliczeniu na tlen.

Aparatura i przyrządy

- Łąźnia wodna
- Kolby stożkowe o pojemności 250-300cm³.

Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór (1+3);
- Szcawian sodu cz.d.a. roztwór 0,0125 m;
- Manganian(VII) potasu cz.d.a., mianowany roztwór 0,0125 m.

Wykonanie oznaczenia

Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć 10 cm³ ścieków i 90 cm³ wody destylowanej. Dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+3), a następnie odmierzyć za pomocą pipety jednomiarowej 10 cm³ roztworu dmanganianu(VII) potasu. Kolbę, po wymieszaniu jej zawartości, natychmiast zanurzyć we wrzącej łaźni wodnej tak, aby powierzchnia wody w łaźni była nieco powyżej powierzchni roztworu w kolbie i ogrzewać przez 30 minut utrzymując łaźnię w stanie wrzenia. Jeżeli roztwór w kolbie odbarwi się w czasie ogrzewania, należy oznaczenie powtórzyć z mniejszą objętością próbki, do której należy dodać taką ilość wody destylowanej, ażeby objętość roztworu w kolbie wynosiła zawsze 100 cm³. Po wyjęciu kolby z łaźni natychmiast odmierzyć do niej pipetą jednomiarową 10 cm³ roztworu szczawianu sodu, zawartość kolby wymieszać i po odbarwieniu miareczkować na gorąco roztworem nadmanganianu potasowego do uzyskania słabo różowego zabarwienia utrzymującego się przez 0,5 minuty. Jeżeli na miareczkowanie próbki zużywa się mniej niż 2 cm³ roztworu manganianu(VII) potasu, to oznaczenie należy powtórzyć stosując większą objętość próbki nie przekraczającą jednak 100 cm³. W przypadku zużycia objętości roztworu manganianu(VII) potasu większej od 6 cm³ badanie należy powtórzyć, biorąc do oznaczania mniejszą objętość wody lub ścieków. Do oznaczania utlenialności nie powinno się odmierzać jednorazowo mniejszej objętości próbki niż 5 cm³. W przypadku takiej konieczności należy zastosować wstępne rozcieńczenie.

Równoległe z oznaczaniem utlenialności badanej wody lub ścieków należy oznaczyć utlenialność wody destylowanej użytej do rozcieńczenia próbki. W tym celu do kolby stożkowej o pojemności 300 cm³ odmierzyć 100 cm³ tej wody, dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+3), a następnie pipetą jednomiarową odmierzyć 10 cm³ roztworu manganianu(VII) potasu i postępować dalej w uprzednio podany sposób.

Obliczanie wyników

Utlenialność badanej próbki wody lub ścieków oznaczaną w środowisku kwaśnym obliczyć w mgO₂/dm³ według wzoru:

$$Utl. = \frac{n \cdot (V_1 - V_2) \cdot 1000}{V}$$

w którym:

n- miano roztworu manganianu potasu, mg O₂/cm³,

V₁ – objętość roztworu zużyta na zmiareczkowanie badanej próbki, cm³,

V₂ – objętość roztworu zużyta na zmiareczkowanie objętości wody destylowanej, jaką dodano do oznaczanej próbki, cm³,

V - objętość wody lub ścieków użyta do oznaczania, cm^3 ,

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną, co najmniej dwóch równoległe wykonanych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

B. Wykonanie oznaczenia barwy

Do oznaczania barwy stosuje się:

- metodę porównawczą – z wykorzystaniem skali wzorcowych roztworów platynowo-kobaltowych lub dichromianowo-kobaltowych;
- metodę opisową charakteryzującą jakościowo rodzaj zabarwienia i ilościowo jego intensywność przez oznaczanie liczby progowej barwy.

Metoda porównawcza ma zastosowanie przy badaniu wód naturalnych lub ścieków o barwie identycznej lub bardzo zbliżonej do barwy roztworów wzorcowych. Metodę opisową stosuje się przy badaniu wód o zabarwieniu odbiegającym od barwy roztworów wzorcowych wykorzystywanych w metodzie porównawczej oraz przy badaniu ścieków.

Przed przystąpieniem do oznaczania barwy próbkę wody lub ścieków należy przesączyć przez sączek bibułowy o średniej gęstości w celu usunięcia zawiesiny. Pierwsze 30 cm^3 przesączu należy odrzucić.

Oznaczanie barwy metoda porównawczą

Oznaczanie polega na wizualnym porównaniu barwy badanej próbki wody w świetle białym z wzorcami przygotowanymi według skali platynowo-kobaltowej lub dichromianowo-kobaltowej i określeniu jej intensywności w mg Pt/dm^3 .

Aparatura i przyrządy

- Cylindry Nesslera z jednakowego szkła, typ wysoki, każdy pojemności 100 cm^3 (do kreski);
- Komparator do cylindrów Nesslera.

Odczynniki i roztwory

- Skala wzorców barwy dichromianowo-kobaltowa.

Wykonanie oznaczenia

Do cylindra Nesslera odmierzyć 100 cm³ badanej wody lub ścieków, cylinder umieścić w środkowym otworze komparatora, a w bocznych otworach wzorce skali najbardziej zbliżone do intensywności barwy badanej próbki. Komparator trzymać nad białym tłem i określić barwę, patrząc z góry przez słup cieczy.

Jeżeli badana próbka ma barwę wyższą niż 70 mg Pt/dm³, należy wykonać oznaczenie z mniejszą objętością próbki rozcieńczonej wodą destylowaną do 100 cm³. Rozcieńczenie dobrać tak, aby barwa mieściła się w zakresie skali wzorców.

Obliczanie wyniku oznaczenia

Wynik oznaczenia barwy (X) obliczyć w mg Pt/ dm³ (jednostkach Hazena) wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{V}$$

w którym:

a- barwa odczytana ze skali wzorców, mg Pt/dm³;

V- objętość próbki użyta do oznaczania, cm³.

Wynik końcowy oznaczenia należy podać z dokładnością według poniższej tabeli:

Barwa badanej wody mg Pt/dm ³	Dokładność podawania wyników, mg Pt/ dm ³
1 ÷ 40	2
41 ÷ 100	5
Powyżej 100	10

Oznaczanie barwy w wodzie i ściekach metodą opisową

Oznaczanie polega na wizualnym i opisowym scharakteryzowaniu rodzaju barwy badanej wody lub ścieków oraz określeniu liczby progowej barwy.

Aparatura i przyrządy

- Cylindry Nesslera z jednakowego szkła, typ wysoki, każdy pojemności 100 cm³ (do kreski);
- Komparator do cylindrów Nesslera.

Oznaczanie liczby progowej (L_p) barwy

Do pięciu cylindrów Nesslera odmierzyć: do pierwszego 100 cm³ wody destylowanej stanowiącej próbkę porównawczą, do następnych badałą wodę lub ścieki, uzupełnić do kreski wodą destylowaną i wymieszać. Objętość próbek jakie należy odmierzyć podano w tabeli w pozycjach 1; 4; 7; 10; 13.

Pozycja	Objętość badanej próbki (cm ³)	Liczba progowa (L_p)
1	0	-
2	1	100
3	1,5	67
4	2	50
5	3	33
6	4	25
7	6	17
8	8	12
9	12	8
10	20	5
11	33	3
12	50	2
13	100	1

W środkowym otworze komparatora umieścić cylinder zawierający wodę destylowaną, a w bocznych otworach kolejno pozostałe cylindry. Trzymając komparator nad białym tłem i patrząc z góry na słup cieczy określić, przy którym rozcieńczeniu po raz pierwszy wystąpi barwa. Rozcieńczenie to odpowiada przybliżonej wartości liczby progowej. W celu ustalenia dokładnego wyniku, próbkę o tym rozcieńczeniu należy przygotować powtórnie, a ponadto dwie próbki o rozcieńczeniach większych i jedna o rozcieńczeniu mniejszym, np. jeżeli przybliżoną wartość liczby progowej oznaczono dla rozcieńczenia podanego w tabeli w poz. 7, to w czterech cylindrach Nesslera przygotować próbki o rozcieńczeniach podanych w poz. 5, 6, 7, 8,. Po wymieszaniu określić, przy którym rozcieńczeniu po raz pierwszy wystąpi barwa. Istnieje możliwość, że przy oznaczaniu liczby progowej rozcieńczenia podane w tabeli są zbyt małe. Należy wówczas wstępnie rozcieńczyć badałą próbę i następnie oznaczyć liczbę progowa barwy, postępując w sposób uprzednio podany. W takim przypadku wartość

liczby progowej odczytaną w tabeli należy pomnożyć przez wielokrotność wstępnego rozcieńczenia.

Podawanie wyniku oznaczania

Przy podawaniu wyników należy podać w sposób opisowy rodzaj oznaczonej barwy oraz wartość liczby progowej (L_p).

C. Wykonanie oznaczenia zasadowości ogólnej

Oznaczanie zasadowości ogólnej m wody lub ścieków wykonuje się metodą alkacymetryczną poprzez miareczkowanie roztworem kwasu solnego wobec wskaźnika jakim jest oranż metylowy.

Odczynniki i roztwory:

- Kwas solny, cz.d.a., roztwór 0,1 m;
- Oranż metylowy, roztwór 1%.

Wykonanie oznaczenia

Do kolby stożkowej o pojemności 250-300 cm³ odmierzyć 100 cm³ badanej próbki, a następnie dodać 3-5 kropli roztworu oranżu metylowego. Mieszając zawartość kolby próbkę miareczkuje się 0,1 m roztworem kwasu solnego do pierwszej zmiany zabarwienia z żółtego na żółto-różowe (cebulkowe).

Obliczanie i podawanie wyników

Wartość zasadowości m obliczyć w mval/dm³ korzystając z poniższego wzoru:

$$m = \frac{V_1 \cdot c \cdot 1000}{V}$$

w którym:

V_1 – objętość 0,1 m HCl zużyta na zmiareczkowanie próbki wobec oranżu metylowego, cm³;

V - objętość próbki wody użyta do oznaczania, cm³;

c - miano roztworu kwasu solnego, mol/dm³

Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z trzech równoległe wykonanych oznaczeń.

D. Wykonanie oznaczenia pH

Do oznaczania pH wody i ścieków najczęściej stosuje się metodę elektrometryczną zgodnie z normą PN-C-04540-01:1990. Oznaczanie pH tą metodą polega na pomiarze siły elektromotorycznej ogniwa w układzie elektroda odniesienia (najczęściej elektroda kalomelowa), roztwór badany (próbka wody lub ścieków), elektroda pomiarowa (elektroda szklana). Obecnie używa się najczęściej elektrody szklanej kombinowanej, będącej połączeniem kalomelowej elektrody odniesienia i szklanej elektrody pomiarowej.

Metodę stosuje się do oznaczania pH w wodzie i ściekach w zakresie wartości od 1 do 14.

Aparatura i przyrządy

- Pehametr laboratoryjny o zakresie pH 1-14;
- Elektroda szklana kombinowana.

Zarówno pehametr, jak i szklaną elektrodę kombinowaną należy przygotować do pracy zgodnie z instrukcją obsługi podaną przez producenta.

Wykonanie oznaczenia

Badaną próbkę przed pomiarem dobrze wymieszać. Jeżeli pehametr nie jest wyposażony w automatyczny kompensator temperatury, należy zmierzyć temperaturę próbki i ustawić termoregulację pehametru. Przed pomiarem elektrodę i czujnik temperatury dokładnie przemyć wodą destylowaną, a następnie niewielką ilością badanej próbki.

Elektrodę pehametru i czujnik temperatury zanurzyć w naczynku z badaną próbką i po ustaleniu się wskazania na stałym poziomie odczytać wartość pH. Pomiar należy przeprowadzić trzykrotnie, po czym elektrodę i czujnik temperatury wyjąć z badanej próbki, przemyć wodą destylowaną i przechowywać zgodnie z zaleceniami producenta podanymi w instrukcji obsługi.

Wynik końcowy oznaczenia

Za wynik końcowy oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną trzech odczytów pH obliczoną z dokładnością nie mniejszą niż 0,1.

4. Wyniki i wnioski

Z przeprowadzonego ćwiczenia każdy student **indywidualnie i samodzielnie** sporządza sprawozdanie. Sprawozdanie z ćwiczeń powinno zawierać:

- cel i zakres ćwiczenia,
- opis sposobu wykonania ćwiczenia,
- zestawienie wyników pomiarów i analiz,
- obliczenia związane z określeniem dawki koagulanta i wartości minimalnej zasadowości wymaganej do przebiegu procesu koagulacji,
- omówienie otrzymanych rezultatów ze szczególnym uwzględnieniem wpływu dawki lub rodzaju koagulanta na przebieg procesu koagulacji i uzyskiwane efekty oczyszczania,
- próbę oszacowania optymalnej wielkości dawki środka koagulującego,
- podsumowanie i wnioski końcowe.

5. Zalecany sposób zestawienia wyników

W sprawozdaniu należy przedstawić sposób i tok obliczeń związanych z wyznaczeniem dawki koagulanta i minimalnej zasadowości wymaganej do przebiegu procesu koagulacji. Otrzymane wyniki analiz zestawić w formie tabeli zgodnie z poniższym wzorem:

Wskaźnik jakości wody	Woda lub ścieki poddawane oczyszczaniu	Woda lub ścieki po koagulacji – zastosowany koagulant i jego dawka (mg/dm ³)			
	
Zasadowość ogólna (mval/dm ³)					
pH					
Barwa (mg Pt/dm ³)					
Utlenialność (mg O ₂ /dm ³)					

Obserwacje z przebiegu procesu sedymentacji zestawić w formie tabeli zgodnie z poniższym wzorem, a dodatkowo przedstawić w formie graficznej jako krzywe sedymentacji obrazujące objętość wytrąconego osadu w zależności od czasu sedymentacji.

Czas sedymentacji (min)	Objętość wytrąconego osadu (cm ³ /dm ³)			
	Zastosowany koagulant i jego dawka (mg/dm ³)			

5				
10				
15				
20				
25				
30				

**POLITECHNIKA LUBELSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII ŚRODOWISKA**

**LABORATORIUM
TECHNOLOGII WODY I ŚCIEKÓW**

**ĆWICZENIE NR 3
KOAGULACJA OBJĘTOŚCIOWA**

Rok akademicki

Grupa

Grupa ćwiczeniowa

Prowadzący:

Osoby wykonujące ćwiczenie:

- 1.
- 2.
- 3.

Sprawozdanie wykonał:

Ćwiczenie 4

KOAGULACJA POWIERZCHNIOWA

Zakres obowiązującego materiału (do zaliczenia przed wykonaniem ćwiczenia)

1. Budowa i właściwości koloidów.
2. Koloidalne zanieczyszczenia wody.
3. Koagulacja - mechanizm procesu i zjawiska przebiegające podczas koagulacji.
4. Zastosowanie koagulacji w oczyszczaniu wód i ścieków.
5. Stosowane koagulanty - ich właściwości, dawki, chemizm koagulacji.
6. Wpływ różnych czynników na przebieg procesu koagulacji.
7. Substancje wspomagające koagulację.
8. Sposoby prowadzenia koagulacji - koagulacja objętościowa i powierzchniowa.
9. Zasada działania filtra kontaktowego.

LITERATURA

1. Akty prawne: Aktualne rozporządzenie dotyczące jakości ścieków odprowadzanych do odbiorników.
2. Chojnacki A. , Technologia wody i ścieków, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 1972.
3. Kowal, A.L., Świdorska – Bróz M., Oczyszczanie wody, PWN Warszawa- Wrocław 1996.
4. Praca zbiorowa pod redakcją Dojlido J., Fizyczno-chemiczne badanie wody i ścieków, Arkady, Warszawa 1999.
5. Praca zbiorowa pod redakcją Wierzbickiego T.L., Technologia wody i ścieków. Ćwiczenia laboratoryjne. Wydawnictwo Politechniki Białostockiej 1996.

1. Cel i zakres ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z procesem koagulacji powierzchniowej przebiegającej na złożu filtra kontaktowego.

Prowadzone w ramach ćwiczenia badania technologiczne mają na celu ustalenie wpływu szybkości filtracji i dawki koagulantu na przebieg procesu koagulacji i uzyskiwane efekty redukcji wskaźników jakości wody lub ścieków związanych z obecnością zanieczyszczeń o charakterze koloidalnym. Dodatkowo prowadzone w ramach ćwiczenia analizy powinny uwzględniać wpływ pH i zasadowości uzdatnianej wody bądź oczyszczanych ścieków na przebieg procesu koagulacji powierzchniowej.

Zakres ćwiczenia obejmuje:

- wykonanie analiz ścieków poddawanych procesowi koagulacji,
- ustalenie dawki stosowanego środka koagulującego,
- ocenę konieczności stosowania środków alkalizujących,
- przeprowadzenie procesu koagulacji powierzchniowej dla zmiennych dawek koagulantu przy ustalonej szybkości filtracji, bądź dla zmiennych szybkości filtracji przy stosowaniu stałej dawki środka koagulującego.
- wykonanie analiz próbek ścieków po procesie koagulacji,
- opracowanie uzyskanych wyników.

2. Sposób wykonania ćwiczenia

1. W próbce uzdatnianej wody lub oczyszczanych ścieków wykonać oznaczenia:
 - zasadowości ogólnej,
 - barwy,
 - pH.

2. Ustalenie warunków prowadzenia procesu koagulacji powierzchniowej

Wartości dawek, rodzaj stosowanego środka koagulującego i szybkości filtracji odaje prowadzący ćwiczenia.

3. Sporządzić roztwór środka koagulującego zawierający w 1 cm³ 1 mg stosowanego koagulantu. W tym celu do kolby miarowej na 0,5 dm³ odpipetować 5 cm³ podstawowego 10% roztworu koagulantu, rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski, a następnie zakorkować i dokładnie wymieszać.
4. Ustalić czy pH uzdatnianej wody lub oczyszczanych ścieków mieści się w zakresie optymalnych wartości pH dla danego środka koagulującego. Wartości te dla najczęściej stosowanych koagulantów zestawiono w poniższej tabeli:

Koagulant	Zakres optymalnego pH dla koagulacji
siarczan glinu $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$	5,5 - 7,5
siarczan żelaza(II) $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$	9,0 - 11,0
siarczan żelaza(II) chlorowany $6\text{FeSO}_4 + 3 \text{Cl}_2$	5,0 - 7,0 i 9,0 - 9,6
siarczan żelaza(III) $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$	5,0- 7,0 i 9,0 - 9,6
chlerek żelaza(III) $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$.	5,0 - 7,0 i powyżej 8,5

5. Na podstawie zależności na minimalną wartość zasadowości wymaganej dla przebiegu koagulacji określić czy wymagana jest alkalizacja badanej wody lub ścieków, a jeżeli tak to jaką dawką środka alkalizującego. Dla przypomnienia:

Do właściwego przebiegu hydrolizy koagulantów będących solami mocnych kwasów i słabych zasad niezbędna jest naturalna zasadowość wody, którą wyznacza się z równania:

$$\text{Zas. } m_{\min} = W \cdot D + (0,7-1,0) \leq \text{zas. } m$$

Współczynnik W określa jednostkowe zużycie zasadowości naturalnej wody w procesie hydrolizy koagulanta (wartość liczona ze stechiometrii reakcji hydrolizy). Składnik 0,7-1,0 oznacza nadmiar zasadowości (w stosunku do stechiometrycznej) warunkujący całkowitą hydrolizę. Gdy zasadowość koagulowanej wody jest mniejsza od zas. m_{\min} należy zwiększyć zasadowość dodając do wody przed koagulacją wapno bądź inną zasadę. Jeżeli w tym celu stosuje się wapno, to jego dawkę wyznacza się ze wzoru:

$$D_{\text{CaO}} = 28(W \cdot D + (0,7-1,0) - \text{zas. } m)$$

6. Jeżeli wymaga tego sytuacja, przeprowadzić korektę pH zgodnie ze wskazówkami prowadzącego. Jeżeli zaś zachodzi konieczność alkalizacji należy do próbek dodać uprzednio określone ilości środka alkalizującego (po dodaniu wodę lub ścieki dokładnie wymieszać).
7. Tak przygotowaną próbkę poddać procesowi koagulacji powierzchniowej. W tym celu należy:
- Podawać oczyszczaną wodę lub ścieki z odpowiednią szybkością za pomocą pompy perystaltycznej na filtr kontaktowy. Jednocześnie za pomocą drugiej pompy należy na filtr podawać przygotowany uprzednio roztwór środka koagulującego.

Ustawienia pomp dozujących podaje prowadzący ćwiczenia.

- Od momentu załączenia pomp dozujących prowadzić pomiar czasu prowadzenia procesu, a filtrat opuszczający złożę kontaktowe zbierać do naczynia o pojemności 5 – 10 dm³.
- Po przepuszczeniu około 5 dm³ należy dodatkowo zebrać 1 dm³ oczyszczonej wody lub ścieków do odrębnego naczynia np. zlewki szklanej o pojemności 1 dm³.
- Wyłączyć pompy dawkujące i zanotować czas prowadzenia procesu.
- Określić objętość zużytego koagulanta – na podstawie ubytku ilości roztworu (podawanego przez pompę na filtr).

- f) Określić sumaryczną objętość oczyszczonych ścieków.
 - g) Obliczyć wielkość zastosowanej dawki środka koagulującego (w mg/dm^3) poprzez określenie objętości zużytego roztworu kaolulanta w przeliczeniu na 1 dm^3 oczyszczanej wody lub ścieków.
 - h) Obliczyć szybkość filtracji (w m/h poprzez podzielenie objętościowego natężenia przepływu w $\text{m}^3/\text{godz.}$ przez pole przekroju poprzecznego filtra kontaktowego wyrażonego w m^2).
 - i) W celu przeprowadzenia kolejnego procesu koagulacji powierzchniowej przy innej wartości szybkości filtracji należy zmienić ustawienie na pompie podającej wodę lub ścieki na filtr. Jeżeli zaś proces ma być prowadzony za pomocą innej dawki koagulanta wówczas należy zmienić ustawienie na pompie podającej roztwór środka koagulującego. Załączyć pompy i powtórzyć powyżej opisane czynności.
8. W próbkach wody lub ścieków po procesie koagulacji (dla tych zebranych do naczyń o pojemności 1 dm^3) wykonać następujące oznaczenia:
- a. barwa,
 - b. pH,
 - c. zasadowość ogólna,
 - d. utlenialność (ChZT met. manganianową).
9. Dodatkowo należy wykonać oznaczenie utlenialności dla próbki wody lub ścieków nie poddawanej procesowi koagulacji.
10. Po zakończeniu ćwiczenia uporządkować stanowisko laboratoryjne.

3. Koagulacja objętościowa - metodyka kontroli analitycznej

A. Wykonanie oznaczenia utlenialności (CHZT met. manganianową)

Oznaczanie utlenialności w środowisku kwaśnym polega na utlenianiu manganianem(VII) potasu zakwaszonej próbki wody lub ścieków w temperaturze wrzącej łąźni wodnej w czasie 30 minut i określeniu ilości zużytego utleniacza metodą miareczkową. Za wynik oznaczania przyjmuje się ilość KMnO_4 zużyta na utlenienie próbki w przeliczeniu na tlen.

Aparatura i przyrządy

- Łażnia wodna
- Kolby stożkowe o pojemności $250\text{-}300\text{cm}^3$.

Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór (1+3);
- Szczawian soducz.d.a. roztwór 0,0125 m;
- Manganian(VII) potasu cz.d.a., mianowany roztwór 0,0125 m.

Wykonanie oznaczenia

Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć 10 cm³ ścieków i 90 cm³ wody destylowanej. Dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+3), a następnie odmierzyć za pomocą pipety jednomiarowej 10 cm³ roztworu manganianu(VII) potasu. Kolbę, po wymieszaniu jej zawartości, natychmiast zanurzyć we wrzącej łaźni wodnej tak, aby powierzchnia wody w łaźni była nieco powyżej powierzchni roztworu w kolbie i ogrzewać przez 30 minut utrzymując łaźnię w stanie wrzenia. Jeżeli roztwór w kolbie odbarwi się w czasie ogrzewania, należy oznaczenie powtórzyć z mniejszą objętością próbki, do której należy dodać taką ilość wody destylowanej, ażeby objętość roztworu w kolbie wynosiła zawsze 100 cm³. Po wyjęciu kolby z łaźni natychmiast odmierzyć do niej pipetą jednomiarową 10 cm³ roztworu szczawianu sodu, zawartość kolby wymieszać i po odbarwieniu miareczkować na gorąco roztworem manganianu(VII) potasu do uzyskania słabo różowego zabarwienia utrzymującego się przez 0,5 minuty. Jeżeli na miareczkowanie próbki zużywa się mniej niż 2 cm³ roztworu manganianu(VII) potasu, to oznaczenie należy powtórzyć stosując większą objętość próbki nie przekraczającą jednak 100 cm³. W przypadku zużycia objętości roztworu manganianu(VII) potasu większej od 6 cm³ badanie należy powtórzyć, biorąc do oznaczania mniejszą objętość wody lub ścieków. Do oznaczania utlenialności nie powinno się odmierzać jednorazowo mniejszej objętości próbki niż 5 cm³. W przypadku takiej konieczności należy zastosować wstępne rozcieńczenie.

Równoległe z oznaczaniem utlenialności badanej wody lub ścieków należy oznaczyć utlenialność wody destylowanej użytej do rozcieńczenia próbki. W tym celu do kolby stożkowej o pojemności 300 cm³ odmierzyć 100 cm³ tej wody, dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+3), a następnie pipetą jednomiarową odmierzyć 10 cm³ roztworu manganianu(VII) potasu i postępować dalej w uprzednio podany sposób.

Obliczanie wyników

Utlenialność badanej próbki wody lub ścieków oznaczaną w środowisku kwaśnym obliczyć w mgO₂/dm³ według wzoru:

$$Utl. = \frac{n \cdot (V_1 - V_2) \cdot 1000}{V}$$

w którym:

- n- miano roztworu manganianu(VII) potasu, mg O₂/cm³,
- V₁ – objętość roztworu zużyta na zmiareczkowanie badanej próbki, cm³,
- V₂ – objętość roztworu zużyta na zmiareczkowanie objętości wody destylowanej, jaką dodano do oznaczanej próbki, cm³,
- V - objętość wody lub ścieków użyta do oznaczania, cm³,

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną, co najmniej dwóch równoległe wykonanych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

B. Wykonanie oznaczenia barwy

Do oznaczania barwy stosuje się:

- metodę porównawczą – z wykorzystaniem skali wzorcowych roztworów platynowo-kobaltowych lub dichromianowo-kobaltowych;
- metodę opisową charakteryzującą jakościowo rodzaj zabarwienia i ilościowo jego intensywność przez oznaczanie liczby progowej barwy.

Metoda porównawcza ma zastosowanie przy badaniu wód naturalnych lub ścieków o barwie identycznej lub bardzo zbliżonej do barwy roztworów wzorcowych. Metodę opisową stosuje się przy badaniu wód o zabarwieniu odbiegającym od barwy roztworów wzorcowych wykorzystywanych w metodzie porównawczej oraz przy badaniu ścieków.

Przed przystąpieniem do oznaczania barwy próbkę wody lub ścieków należy przesączyć przez sączek bibułowy o średniej gęstości w celu usunięcia zawiesiny. Pierwsze 30 cm³ przesączu należy odrzucić.

Oznaczanie barwy metoda porównawczą

Oznaczanie polega na wizualnym porównaniu barwy badanej próbki wody w świetle białym z wzorcami przygotowanymi według skali platynowo-kobaltowej lub dichromianowo-kobaltowej i określeniu jej intensywności w mg Pt/dm³.

Aparatura i przyrządy

- Cylindry Nesslera z jednakowego szkła, typ wysoki, każdy pojemności 100 cm³ (do kreski);
- Komparator do cylindrów Nesslera.

Odczynniki i roztwory

- Skala wzorców barwy dichromianowo-kobaltowa.

Wykonanie oznaczenia

Do cylindra Nesslera odmierzyć 100 cm³ badanej wody lub ścieków, cylinder umieścić w środkowym otworze komparatora, a w bocznych otworach wzorce skali najbardziej zbliżone do intensywności barwy badanej próbki. Komparator trzymać nad białym tłem i określić barwę, patrząc z góry przez słup cieczy.

Jeżeli badana próbka ma barwę wyższą niż 70 mg Pt/dm³, należy wykonać oznaczenie z mniejszą objętością próbki rozcieńczonej wodą destylowaną do 100 cm³. Rozcieńczenie dobrać tak, aby barwa mieściła się w zakresie skali wzorców.

Obliczanie wyniku oznaczania

Wynik oznaczania barwy (X) obliczyć w mg Pt/ dm³ (jednostkach Hazena) wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{V}$$

w którym:

a- barwa odczytana ze skali wzorców, mg Pt/dm³;

V- objętość próbki użyta do oznaczania, cm³.

Wynik końcowy oznaczenia należy podać z dokładnością według poniższej tabeli:

Barwa badanej wody mg Pt/dm ³	Dokładność podawania wyników, mg Pt/ dm ³
1 ÷ 40	2
41 ÷ 100	5
Powyżej 100	10

Oznaczanie barwy w wodzie i ściekach metodą opisową

Oznaczanie polega na wizualnym i opisowym scharakteryzowaniu rodzaju barwy badanej wody lub ścieków oraz określeniu liczby progowej barwy.

Aparatura i przyrządy

- Cylindry Nesslera z jednakowego szkła, typ wysoki, każdy pojemności 100 cm³ (do kreski);
- Komparator do cylindrów Nesslera.

Oznaczanie liczby progowej (L_p) barwy

Do pięciu cylindrów Nesslera odmierzyć: do pierwszego 100 cm³ wody destylowanej stanowiącej próbkę porównawczą, do następnych badaną wodę lub ścieki, uzupełnić do kreski wodą destylowaną i wymieszać. Objętość próbek jakie należy odmierzyć podano w tabeli w pozycjach 1; 4; 7; 10; 13.

Pozycja	Objętość badanej próbki (cm ³)	Liczba progowa (L_p)
1	0	-
2	1	100
3	1,5	67
4	2	50
5	3	33
6	4	25
7	6	17
8	8	12
9	12	8
10	20	5
11	33	3
12	50	2
13	100	1

W środkowym otworze komparatora umieścić cylinder zawierający wodę destylowaną, a w bocznych otworach kolejno pozostałe cylindry. Trzymając komparator nad białym tłem i patrząc z góry na słup cieczy określić, przy którym rozcieńczeniu po raz pierwszy wystąpi barwa. Rozcieńczenie to odpowiada przybliżonej wartości liczby progowej. W celu ustalenia

dokładnego wyniku, próbkę o tym rozcieńczeniu należy przygotować powtórnie, a ponadto dwie próbki o rozcieńczeniach większych i jedna o rozcieńczeniu mniejszym, np. jeżeli przybliżoną wartość liczby progowej oznaczono dla rozcieńczenia podanego w tabeli w poz. 7, to w czterech cylindrach Nesslera przygotować próbki o rozcieńczeniach podanych w poz. 5, 6, 7, 8,. Po wymieszaniu określić, przy którym rozcieńczeniu po raz pierwszy wystąpi barwa. Istnieje możliwość, że przy oznaczaniu liczby progowej rozcieńczenia podane w tabeli są zbyt małe. Należy wówczas wstępnie rozcieńczyć badaną próbę i następnie oznaczyć liczbę progowa barwy, postępując w sposób uprzednio podany. W takim przypadku wartość liczby progowej odczytaną w tabeli należy pomnożyć przez wielokrotność wstępnego rozcieńczania.

Podawanie wyniku oznaczania

Przy podawaniu wyników należy podać w sposób opisowy rodzaj oznaczonej barwy oraz wartość liczby progowej (L_p).

C. Wykonanie oznaczenia zasadowości ogólnej

Oznaczanie zasadowości ogólnej m wody lub ścieków wykonuje się metodą alkacymetryczną poprzez miareczkowanie roztworem kwasu solnego wobec wskaźnika jakim jest oranż metylowy.

Odczynniki i roztwory:

- Kwas solny, cz.d.a., roztwór 0,1 m;
- Oranż metylowy, roztwór 1%.

Wykonanie oznaczenia

Do kolby stożkowej o pojemności 250-300 cm³ odmierzyć 100 cm³ badanej próbki, a następnie dodać 3-5 kropli roztworu oranżu metylowego. Mieszając zawartość kolby próbkę miareczkuje się 0,1 m roztworem kwasu solnego do pierwszej zmiany zabarwienia z żółtego na żółto-różowe (cebulkowe).

Obliczanie i podawanie wyników

Wartość zasadowości m obliczyć w mval/dm³ korzystając z poniższego wzoru:

$$m = \frac{V_1 \cdot c \cdot 1000}{V}$$

w którym:

V_1 – objętość 0,1 m HCl zużyta na zmiareczkowanie próbki wobec oranżu metylowego, cm^3 ;

V - objętość próbki wody użyta do oznaczania, cm^3 ;

c - miano roztworu kwasu solnego, mol/dm^3

Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z trzech równoległe wykonanych oznaczeń.

D. Wykonanie oznaczenia pH

Do oznaczania pH wody i ścieków najczęściej stosuje się metodę elektrometryczną zgodnie z normą PN-C-04540-01:1990. Oznaczanie pH tą metodą polega na pomiarze siły elektromotorycznej ogniwa w układzie elektroda odniesienia (najczęściej elektroda kalomelowa), roztwór badany (próbka wody lub ścieków), elektroda pomiarowa (elektroda szklana). Obecnie używa się najczęściej elektrody szklanej kombinowanej, będącej połączeniem kalomelowej elektrody odniesienia i szklanej elektrody pomiarowej.

Metodę stosuje się do oznaczania w wodzie i ściekach pH w zakresie wartości od 1 do 14.

Aparatura i przyrządy

- Pehametr laboratoryjny o zakresie pH 1-14;
- Elektroda szklana kombinowana.

Zarówno pehametr, jak i szklaną elektrodę kombinowaną należy przygotować do pracy zgodnie z instrukcją obsługi podaną przez producenta.

Wykonanie oznaczenia

Badaną próbkę przed pomiarem dobrze wymieszać. Jeżeli pehametr nie jest wyposażony w automatyczny kompensator temperatury, należy zmierzyć temperaturę próbki i ustawić termoregulację pehametru. Przed pomiarem elektrodę i czujnik temperatury dokładnie przemyć wodą destylowaną, a następnie niewielką ilością badanej próbki.

Elektrodę pehametru i czujnik temperatury zanurzyć w naczynku z badaną próbką i po ustaleniu się wskazania na stałym poziomie odczytać wartość pH. Pomiar należy przeprowadzić trzykrotnie, po czym elektrodę i czujnik temperatury wyjąć z badanej próbki, przemyć wodą destylowaną i przechowywać zgodnie z zaleceniami producenta podanymi w instrukcji obsługi.

Wynik końcowy oznaczenia

Za wynik końcowy oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną trzech odczytów pH obliczoną z dokładnością nie mniejszą niż 0,1.

4. Wyniki i wnioski

Z przeprowadzonego ćwiczenia każdy student indywidualnie i samodzielnie sporządza sprawozdanie. Sprawozdanie z ćwiczeń powinno zawierać:

- cel i zakres ćwiczenia,
- opis sposobu wykonania ćwiczenia,
- zestawienie wyników pomiarów i analiz,
- obliczenia związane z określeniem dawki koagulanta, szybkości filtracji i wartości minimalnej zasadowości wymaganej do przebiegu procesu koagulacji,
- omówienie otrzymanych rezultatów ze szczególnym uwzględnieniem wpływu dawki lub szybkości filtracji na przebieg procesu koagulacji i uzyskiwane efekty oczyszczania,
- próbę porównania uzyskiwanych efektów oczyszczania i zużycia koagulanta (jeżeli student na poprzednich zajęciach prowadził proces koagulacji objętościowej),
- podsumowanie i wnioski końcowe.

5. Zalecany sposób zestawienia wyników

W sprawozdaniu należy przedstawić sposób i tok obliczeń związanych z obliczeniem wielkości dawki koagulanta i minimalnej zasadowości wymaganej do przebiegu procesu koagulacji. Otrzymane wyniki analiz zestawić w formie tabeli zgodnie z poniższym wzorem:

Wskaźnik jakości wody	Woda lub ścieki poddawane oczyszczaniu	Woda lub ścieki po koagulacji:	
		dawka (mg/dm^3)	szybkość filtracji ($\text{m}/\text{godz.}$)
	
	
Zasadowość ogólna (mval/dm^3)			
pH			
Barwa ($\text{mg Pt}/\text{dm}^3$)			
Utlenialność ($\text{mg O}_2/\text{dm}^3$)			

**POLITECHNIKA LUBELSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII ŚRODOWISKA**

**LABORATORIUM
TECHNOLOGII WODY I ŚCIEKÓW**

**ĆWICZENIE NR 4
KOAGULACJA POWIERZCHNIOWA**

Rok akademicki

Grupa

Grupa ćwiczeniowa

Prowadzący:

Osoby wykonujące ćwiczenie:

- 1.
- 2.
- 3.

Sprawozdanie wykonał:

Ćwiczenie 5

BADANIE ZDOLNOŚCI NATLENIAJĄCEJ ZŁOŻA BIOLOGICZNEGO

LITERATURA

1. Akty prawne:
 - Aktualne rozporządzenie dotyczące warunków wprowadzania ścieków do wód lub do ziemi.
 - Aktualne rozporządzenie dotyczące jakości wody do picia i na potrzeby gospodarcze.
2. Chojnacki A.: Technologia wody i ścieków. PWN, Warszawa 1972.
3. Dymaczewski Z., Oleszkiewicz J. A., Sozański M. M., (red): Poradnik eksploatatora oczyszczalni ścieków. PZLiTS, Poznań, LEM s.c., Kraków, 1997.
4. Gańczarczyk I.: Technologia ścieków miejskich. Arkady, Warszawa 1989.
5. Hermanowicz W., Dojlido J., (red): Fizyczno - chemiczne badanie wody i ścieków. Wydawnictwo Arkady, Warszawa, 1999.

Zakres wiadomości obowiązujących do zaliczenia przed przystąpieniem do wykonania ćwiczenia:

1. Budowa i zasada działania złóż biologicznych.
2. Klasyfikacja złóż biologicznych.
3. Rodzaje wypełnienia złóż biologicznych.
4. Procesy zachodzące na błonie biologicznej.
5. Funkcje wypełnienia w złożu biologicznym.
6. Warunki odpowiedniej pracy złoża.
7. Parametry złóż.
8. Sposoby napowietrzania złóż.
9. Pojęcie deficytu tlenowego.

1. CEL I ZAKRES ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie w warunkach laboratoryjnych zdolności natleniającej złoża biologicznego w zależności od rodzaju wypełnienia i obciążenia hydraulicznego powierzchni złoża.

Zakres ćwiczenia obejmuje:

- oznaczenie zawartości tlenu metodą Winklera w wodzie przeznaczonej do natleniania,
- przeprowadzenie procesu natleniania wody na złożach o różnym wypełnieniu dla zadanych wartości natężenia przepływu,
- oznaczenie zawartości tlenu w wodzie natlenionej.

2. WYKONANIE ĆWICZENIA

1. W wodzie przeznaczonej do natleniania należy oznaczyć zawartość tlenu rozpuszczonego (metodą Winklera).
2. Przeprowadzić proces natleniania wody na modelach złoż biologicznych (z wypełnieniem naturalnym i sztucznym) z natężeniem przepływu podanym przez prowadzącego zajęcia.
3. Pobrać próbki wody po przepływie przez złoża i wykonać oznaczenie zawartości tlenu rozpuszczonego.
4. Postępowanie powtórzyć dla każdej z zadanych wartości natężenia przepływu.
5. Uzyskane wyniki zestawić w formie sprawozdania.

3. METODYKA KONTROLI ANALITYCZNEJ

A. Oznaczenie zawartości rozpuszczonego tlenu metodą Winklera

1. Do butelki inkubacyjnej o pojemności 300 cm³ nalać do pełna badanej wody.
2. Do butelki dodać 2 cm³ roztworu siarczanu(VI) manganu(II) MnSO₄ (wprowadzając koniec pipety pod powierzchnię cieczy) i 2 cm³ alkalicznego roztworu jodku potasu (KI + NaOH).
3. Zamknąć butelkę korkiem (ostrożnie tak aby nie został pęcherzyk powietrza).
4. Wymieszać i odstawić na 20 minut.
5. Dodać 2 cm³ stężonego kwasu siarkowego(VI) H₂SO₄ (wprowadzając koniec pipety pod powierzchnię cieczy).
6. Zamknąć butelkę korkiem i dokładnie wymieszać, aż do rozpuszczenia osadu.
7. Do trzech kolb stożkowych o pojemności 200 - 300 cm³, pobrać z butelki za pomocą pipety jednomiarowej po 100 cm³ cieczy.

8. Miareczkować roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (tiosiarczan sodu) do jasnożółtego zabarwienia, następnie dodać 1 cm^3 roztworu skrobi i kontynuować miareczkowanie do odbarwienia roztworu.

UWAGA: powtórnego zabarwienia próbki nie bierze się pod uwagę.

9. Odczytać objętość zużytego roztworu tiosiarczanu sodu i obliczyć zawartość rozpuszczonego tlenu.
10. Jako wynik podać średnią arytmetyczną z 3 oznaczeń.

4. OBLICZENIA

1) Zawartość tlenu rozpuszczonego

$$Z_o = \frac{0,1 \cdot V \cdot a \cdot 1000}{(V - b) \cdot 100} \quad [\text{mg O}_2/\text{d m}^3]$$

Z_o - zawartość rozpuszczonego tlenu [mg/dm^3]

V - pojemność butelki inkubacyjnej [cm^3]

a - objętość roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ zużytego do miareczkowania [cm^3]

b - objętości dodawanych roztworów MnSO_4 i $\text{KI} + \text{NaOH}$, [cm^3]

2) Obliczenie obciążenia hydraulicznego złoża

$$V_h = \frac{V_p}{t \cdot f} \quad [\text{m}^3/\text{m}^2 \text{ h}]$$

V_h - obciążenie hydrauliczne powierzchni złoża, [$\text{m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$]

V_p - objętość przepływającej wody, [m^3]

t - czas przepływu wody, [h]

f - powierzchnia przekroju złoża, [m^2]

$$f = \frac{\pi \cdot d^2}{4} \quad [\text{m}^2]$$

d - średnica złoża, [m]

3) Obliczenie zdolności natleniającej złoża

$$Z_n = V_h \cdot \Delta O_2 \cdot f \cdot 24 \quad [\text{g O}_2/\text{d}]$$

Z_n - zdolność natleniająca złoża, [g O₂/ d]

V_h - obciążenie hydrauliczne powierzchni złoża, [m³/ m² h]

f - powierzchnia złoża, [m²]

ΔO_2 - przyrost zawartości tlenu między punktem początkowym, a końcowym procesu

4) Obliczenie deficytu tlenowego

$$D = C_n - C \quad [\text{g O}_2/\text{m}^3]$$

D - deficyt tlenowy, [g O₂/ m³]

C_n - zawartość tlenu w wodzie przy pełnym nasyceniu (wg Tabeli 1), [gO₂/ m³]

C - zawartość tlenu w wodzie w punkcie końcowym natleniania, [gO₂/ m³]

5. ZESTAWIENIE WYNIKÓW I WNIOSKI

Otrzymane wyniki należy zestawić w formie tabelarycznej (Tabela 2)

W sprawozdaniu należy podać wnioski dotyczące:

- oceny zdolności natleniającej złoża biologicznego w zależności od rodzaju wypełnienia i obciążenia hydraulicznego złoża.
- propozycji dotyczących zmian w zastosowanej metodzie, o ile wyniki otrzymane nie będą zgodne z oczekiwaniami.

Tabela 1. Rozpuszczalność* tlenu w zależności od temperatury

Temperatura wody [°C]	Rozpuszczalność tlenu [mg O ₂ /dm ³]	Temperatura wody [°C]	Rozpuszczalność tlenu [mg O ₂ /dm ³]	Temperatura wody [°C]	Rozpuszczalność tlenu [mg O ₂ /dm ³]
0	14,62	11	11,08	21	8,99
1	14,23	12	10,83	22	8,83
2	13,84	13	10,60	23	8,63
3	13,48	14	10,37	24	8,53
4	13,13	15	10,15	25	8,38
5	12,80	16	9,95	26	8,22
6	12,48	17	9,74	27	8,07
7	12,17	18	9,54	28	7,92
8	11,87	19	9,35	29	7,77
9	11,59	20	9,17	30	7,63
10	11,33				

*Ilość tlenu w mg potrzebna do nasycenia 1 dm³ wody destylowanej o temperaturze t°C stykającej się z powietrzem o zawartości 20,9 % tlenu pod ciśnieniem 1013 hPa

Tabela 2. Zawartość tlenu rozpuszczonego w wodzie w zależności od obciążenia hydraulicznego złoża biologicznego

Rodzaj wypełnienia złoża	Obciążenie hydrauliczne [m ³ /m ² h]	Zawartość tlenu w wodzie [mg O ₂ /dm ³]		Deficyt tlenowy %
		na dopływie do złoża	w odpływie ze złoża	

**POLITECHNIKA LUBELSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII ŚRODOWISKA**

**LABORATORIUM
TECHNOLOGII WODY I ŚCIEKÓW**

ĆWICZENIE NR 5

BADANIE ZDOLNOŚCI NATLENIAJĄCEJ ZŁOŻA BIOLOGICZNEGO

Rok akademicki
Grupa ćwiczeniowa
Data wykonania ćwiczenia

Prowadzący
.....

Osoby wykonujące ćwiczenia
5.
6.
7.

Ćwiczenie 6

ZMIĘKCZANIE WODY METODĄ JONOWYMIENNĄ

LITERATURA

1. Akty prawne: Aktualne rozporządzenie dotyczące jakości wody do picia i na potrzeby gospodarcze.
2. Chojnacki A.: Technologia wody i ścieków. PWN, Warszawa 1972.
3. Hermanowicz W., Dojlido J., (red): Fizyczno - chemiczne badanie wody i ścieków. Wydawnictwo Arkady, Warszawa, 1999.
4. Kowal A., Świdzka – Bróż M.: Oczyszczanie wody. PWN, Warszawa – Wrocław, 2007.
5. Montusiewicz A., Anasiewicz-Sompór E.: Projektowanie stacji uzdatniania wody i oczyszczalni ścieków. Projektowanie stacji uzdatniania wody. Skrypt Wyd. Politechniki Lubelskiej, Lublin 1992.
6. Nawrocki J., Biłozor S. (red): Uzdatnianie wody. Procesy chemiczne i biologiczne. Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa Poznań 2000.
7. Wierzbicki T. L. (red): Technologia wody ścieków. Ćwiczenia laboratoryjne. Wydawnictwo Politechniki Białostockiej 1996.
8. Gomółka B., Gomółka E.: Technologia wód przemysłowych z ćwiczeniami. Skrypt Wyd. Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1994.
9. Pawłowski L., Hefty J., M.: Dobór i kontrola jonitów w przemysłowych procesach oczyszczania wody i ścieków. Nowa technika w inżynierii sanitarnej. Zeszyt nr 15. Arkady, Warszawa 1982.
10. Magrel L., Ciupa R.: Badania laboratoryjne nad przydatnością jonitów do usuwania związków azotowych z wody. Materiały konferencyjne. Zielona Góra 1990.

Zakres wiadomości obowiązujących do zaliczenia przed przystąpieniem do wykonania ćwiczenia:

1. Definicja jonitów
2. Zasada wymiany jonowej
3. Klasyfikacja wymiennaczy jonowych: rodzaje, budowa, właściwości
4. Czynniki wpływające na przebieg wymiany jonowej

5. Charakterystyka procesu wymiany jonowej
6. Pojęcie i rodzaje zdolności wymiennej jonitów
7. Krzywa wymiany jonowej
8. Punkt przebicia kolumny jonitowej
9. Całkowite wyczerpanie kolumny jonitowej
10. Eksploatacja wymienników jonitowych
 - budowa przemysłowych wymienników jonitowych
 - cykl pracy wymiennika.
11. Charakterystyka procesu zmiękczenia na kationicie w formie sodowej

1. CEL I ZAKRES ĆWICZENIA

Badanie ma na celu ustalenie w skali laboratoryjnej przydatności kationitu w formie sodowej do procesu zmiękczenia wody.

Zakres ćwiczenia obejmuje:

- A. Przygotowanie złoża jonitowego do procesu zmiękczenia wody
- B. Wykonanie analizy wody przeznaczonej do zmiękczenia
 - twardość ogólna,
 - pH,
 - zasadowość,
- C. Ustawienie żądanego natężenia przepływu wody przez wymiennik jonitowy
- D. Przeprowadzenie zmiękczenia na jonicie do uzyskania punktu przebicia – kontrola efektu zmiękczenia wody na bieżąco w kolejnych porcjach zmiękczonej wody
- E. Wykonanie analizy wody po osiągnięciu punktu przebicia wymiennika jonitowego
 - twardość ogólna,
 - pH,
 - zasadowość.
- F. Przeprowadzenie regeneracji kationitu.

2. WYKONANIE ĆWICZENIA

1. W wodzie przeznaczonej do zmiękczenia należy oznaczyć pH, twardość ogólną, zasadowość M i P.

2. Przepuszczać wodę przez wymiennik kationitowy z natężeniem przepływu podanym przez prowadzącego zajęcia.
3. Pierwszą porcję zmiękczonej wody, w ilości odpowiadającej podwójnej objętości złoża, należy odrzucić.
4. Następnie, wodę zmiękczoną należy zbierać porcjami po 400 cm³. W każdej porcji oznaczyć twardość, zasadowość i pH. Oznaczenia należy wykonać w dwóch powtórzeniach. Wyniki przedstawić w formie tabelarycznej oraz na wykresie przedstawiającym zmiany twardości wody podczas procesu zmiękczenia w funkcji objętości zmiękczonej wody.
5. Ćwiczenie kontynuować do momentu przebicia kolumny. Mianem przebicia kolumny określa się punkt w którym stężenie roztworu odprowadzanego z kolumny przekroczy wartość dopuszczalną (zależną od przeznaczenia wody).
6. Po uzyskaniu punktu przebicia - kationit należy poddać regeneracji.
7. Wyniki opracować w formie sprawozdania.

3. METODYKA KONTROLI ANALITYCZNEJ

A. Wykonanie oznaczenia twardości ogólnej wody

1. Do 3 kolb stożkowych o pojemności 200 – 300 cm³ pobrać pipetą jednomiarową po 100 ml wody. UWAGA: w przypadku oznaczania twardości wody po procesie zmiękczenia – oznaczenie wykonać w dwóch powtórzeniach.
2. Do każdej kolby dodać po 5 cm³ roztworu buforu amonowego, 2 cm³ 1% roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 1 cm³ 5% roztworu siarczku sodu Na₂S,
3. Do każdej kolby wsypać (bezpośrednio przed miareczkowaniem) szczyptę czerni eriochromowej T,
4. Miareczkować roztworem wersenianu disodu EDTA do zmiany zabarwienia z czerwono-fioletowego na niebieskie,
5. Odczytać objętość zużytego roztworu EDTA i obliczyć twardość ogólną wg poniższego wzoru:

$$T_{og} = \frac{1000 \cdot n \cdot V_{EDTA}}{V_{pr}} \cdot 2 \quad [\text{mval/dm}^3]$$

gdzie: V_{EDTA} – objętość zużytego roztworu EDTA, cm^3

n - miano EDTA, $n = 0,025 \text{ N}$

V_{pr} – objętość próbki wody użytej do analizy, 100 cm^3

B. Wykonanie oznaczenia zasadowości

Wykonanie oznaczenia zasadowości P i M

1. Do trzech kolb stożkowych o pojemności 200 - 300 cm^3 pobrać pipetą jednomiarową po 100 cm^3 wody.

UWAGA: w przypadku oznaczania zasadowości wody po procesie zmiękczenia – oznaczenie wykonać w dwóch powtórzeniach.

2. Dodać 3-5 kropli fenoloftaleiny.

3. Miareczkować przy pomocy biurety 0,1 m HCl do odbarwienia roztworu.

4. Odczytać i zanotować objętość zużytego roztworu HCl.

5. Dodać 2-3 krople oranżu metylowego i kontynuować miareczkowanie tym samym kwasem do zmiany barwy z żółtej na cebulkową.

6. Odczytać i zanotować objętość zużytego roztworu HCl.

7. Zasadowość P i M obliczyć wg wzoru:

$$P = \frac{V_1 \cdot n}{V_w} \cdot 1000 \quad \text{mval} / \text{dm}^3$$

$$M = \frac{V_2 \cdot n}{V_w} \cdot 1000 \quad \text{mval} / \text{dm}^3$$

V_1 - objętość zużytego roztworu 0,1 m HCl na zmiareczkowanie próbki wody wobec fenoloftaleiny,
[cm^3]

V_2 - objętość zużytego roztworu 0,1 m HCl na zmiareczkowanie próbki wody wobec oranżu metylowego, [cm^3]

n - normalność roztworu HCl – 0,1 m

V_w - objętość próbki wody użytej do analizy, [cm^3]

C. Wykonanie oznaczenia odczynu

Pomiar pH za pomocą papierków wskaźnikowych

1. W próbce wody zanurzyć po jednym papierku wskaźnikowym.
2. Po 3 sekundach odczytać wynik, porównując kolor papierka ze wzorcową skalą na opakowaniu.

4. ZESTAWIENIE WYNIKÓW I WNIOSKI

Wyniki badań przedstawić tabelarycznie. Na podstawie uzyskanych wyników narysować wykres przedstawiający zmiany twardości wody podczas procesu zmiękczenia w funkcji objętości zmiękczonej wody. W sprawozdaniu należy podać wnioski dotyczące:

- charakterystyki wody otrzymanej do badania,
- oceny skuteczności zmiękczenia wody metodą wymiany jonowej,
- oceny przydatności kationity sodowego do procesu zmiękczenia wody,
- charakterystyki wody uzdatnionej i możliwości jej zastosowania,
- propozycji dotyczących zmian w zastosowanej metodzie zmiękczenia, o ile wyniki otrzymane nie będą zgodne z założeniami.

5. REGENERACJA KATIONITU SODOWEGO

Przed przystąpieniem do regeneracji należy spulchnić złożę jonitowe w kolumnie. Spulchnione złożę należy zregenerować przepuszczając przez nie z góry do dołu 100 cm³ roztworu NaCl o stężeniu 5 – 15 % z szybkością przepływu około 3 m/h. Podczas regeneracji przywrócona zostaje jonitowi forma sodowa, zaś jony Ca²⁺, Mg²⁺ przechodzą z fazy jonitu do roztworu. Roztwór regeneracyjny jest następnie wypierany z wymiennika wodą płuczącą. Płukanie prowadzi się wodą w ilości 300 cm³ o jakości nie gorszej niż jakość wody do zmiękczenia. Szybkość przepływu wody płuczącej powinna wynosić około 10 m/h.

POLITECHNIKA LUBELSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII ŚRODOWISKA

LABORATORIUM
TECHNOLOGII WODY I ŚCIEKÓW

ĆWICZENIE NR 6
ZMIĘKCZANIE WODY METODĄ JONOWYMIENNĄ

Rok akademicki
Grupa ćwiczeniowa
Data wykonania ćwiczenia

Prowadzący
.....

Osoby wykonujące ćwiczenia
12.
13.
14.