

Εργαστηριακή Άσκηση 1

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΟΙΟΤΙΚΩΝ ΠΑΡΑΜΕΤΡΩΝ (pH, αγωγιμότητα, αλκαλικότητα, θολότητα) και ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΙΖΗΜΑΤΟΠΟΙΗΣΗΣ

ΓΕΝΙΚΑ

Οι μετρήσεις για προσδιορισμό των χαρακτηριστικών του νερού γίνονται με κατάλληλο εργαστηριακό εξοπλισμό. Τα όργανα που χρησιμοποιούνται βελτιώνονται με την πάροδο του χρόνου αλλά παράλληλα γίνονται και πιο απαιτητικά για την καλή τους λειτουργία. Πολλές φορές τα αποτελέσματα των μετρήσεων φαίνονται ασαφή αφού δεν είναι προφανή τα βήματα που ακολουθούνται καθώς και οι αρχές λειτουργίας στις οποίες στηρίζονται. Για να αποφεύγονται πιθανά προβλήματα θα πρέπει τόσο οι χειριστές των οργάνων όσο και εκείνοι που χρησιμοποιούν τα αποτελέσματα των αναλύσεων να είναι όσο το δυνατό πιο ενήμεροι για τα πιθανά λάθη που είναι δυνατό να συμβούν στις εργαστηριακές μετρήσεις και αναλύσεις. Ο **Μηχανικός** που σχεδιάζει εγκαταστάσεις επεξεργασίας νερού κάνει υπολογισμούς και εκτιμήσεις με βάση τα στοιχεία εργαστηριακών μετρήσεων για τα χαρακτηριστικά του νερού και είναι σημαντικό να γνωρίζει τον τρόπο με τον οποίο αποκτώνται τα στοιχεία αυτά.

Σε αυτήν την εργαστηριακή άσκηση θα χρησιμοποιηθούν όργανα για την μέτρηση του pH, της αγωγιμότητας και της θολότητας και θα γίνει τιτλοδότηση για προσδιορισμό της αλκαλικότητας.

pH

Το pH είναι μέτρο της συγκέντρωσης των ελεύθερων υδρογονοϊόντων και αποτελεί μια σημαντική παράμετρο (χαρακτηριστικό) για την ποιότητα του νερού.

Η μέτρηση του pH γίνεται με τη χρησιμοποίηση οργάνων που ονομάζονται πεχάμετρα και είναι εξοπλισμένα με κατάλληλα ηλεκτρόδια. Τα ηλεκτρόδια είναι δύο τύπων τα απλά ηλεκτρόδια και τα ηλεκτρόδια συνδυασμού. Όταν γίνεται μέτρηση με απλό ηλεκτρόδιο απαιτείται παράλληλα και ένα ηλεκτρόδιο αναφοράς, ενώ όταν γίνεται μέτρηση με ηλεκτρόδιο συνδυασμού δεν απαιτείται ηλεκτρόδιο αναφοράς αφού το ηλεκτρόδιο αυτό είναι ενσωματωμένο.

Τα ηλεκτρόδια είναι ευαίσθητα στις θερμοκρασιακές μεταβολές και όλα τα δείγματα που μετρώνται θα πρέπει να βρίσκονται στην ίδια θερμοκρασία με τα διαλύματα σταθερού pH ή ρυθμιστικά διαλύματα που χρησιμοποιούνται για τη βαθμονόμηση των ενδείξεων των ηλεκτροδίων. Μερικά ηλεκτρόδια φέρουν ενσωματωμένες διατάξεις μέτρησης της θερμοκρασίας και σε άλλες περιπτώσεις χρησιμοποιούνται ανεξάρτητα αισθητήρια για μέτρηση της θερμοκρασίας.

Θα πρέπει να διαβάζονται προσεκτικά οι οδηγίες λειτουργίας του πεχάμετρου καθώς και οι οδηγίες χρήσης του ηλεκτροδίου. Για την αξιόπιστη λειτουργία του ηλεκτροδίου επί όσο χρονικά διάστημα αναφέρεται από τις προδιαγραφές του κατασκευαστή θα πρέπει να λαμβάνεται μέριμνα για τα παρακάτω:

- ✓ βήματα προετοιμασίας για αρχική τοποθέτηση του ηλεκτροδίου σε λειτουργία
- ✓ διάλυμα πλήρωσης του ηλεκτροδίου και συχνότητα αλλαγής του
- ✓ συνθήκες αποθήκευσης του ηλεκτροδίου για τις περιόδους που δε χρησιμοποιείται
- ✓ απαιτούμενη προετοιμασία του δείγματος στο οποίο θα μετρηθεί το pH
- ✓ απαιτήσεις για το ηλεκτρόδιο αναφοράς

Οι μετρητικές διατάξεις του pH θα πρέπει να ελέγχονται ως προς τη ρύθμισή τους κάθε ημέρα που χρησιμοποιούνται.

Αγωγιμότητα

Η αγωγιμότητα του νερού είναι μια σημαντική παράμετρος αφού σχετίζεται με τα ολικά διαλυτά στερεά στο νερό σύμφωνα με την σχέση:

$$(\text{Ολικά διαλυτά στερεά}) = (\text{Αγωγιμότητα}) \cdot f$$

Οι μονάδες για τα ολικά διαλυτά στερεά είναι mg/L, για την αγωγιμότητα είναι $\mu\text{S}/\text{cm}$ και η τιμή του συντελεστή f στα φυσικά νερά έχει βρεθεί να κυμαίνεται στην περιοχή 0,54 έως 0,76 (συνήθως λαμβάνεται τιμή ίση με 0,64)

Η αγωγιμότητα είναι το αντίστροφο της ηλεκτρικής αντίστασης και εκφράζεται σε μονάδες $\text{mhos}/\text{cm} = \text{Siemens}/\text{cm}$ (S/cm).

Αλκαλικότητα

Η αλκαλικότητα του φυσικού νερού οφείλεται κυρίως στο ρυθμιστικό σύστημα ανθρακικών. Ο προσδιορισμός της γίνεται με μια πρώτη τιτλοδότηση με θειικό οξύ 0,02N μέχρι τιμής pH 8,3 [αλκαλικότητα φαινολοφθαλεΐνης, κατανάλωση οξέος P ή V_{ph} (mL)] και συνεχίζεται με τιτλοδότηση στο ίδιο δείγμα μέχρι τελικού pH 4,3-4,9 [ολική αλκαλικότητα: συνολική κατανάλωση οξέος $T = V_{\text{ph}} + V_{\text{mo}}$ (mL), $\text{ph} \rightarrow \text{phenolphthalein}$, mo methyl orange (ηλιανθίνη)]. Ο υπολογισμός των διαφόρων μορφών αλκαλικότητας γίνεται με βάση τις τιμές P και T του όγκου του οξέος που καταναλώθηκε για τις δύο τιτλοδοτήσεις.

Με τον όρο **τιτλοδότηση** εννοούμε την διαδικασία κατά την οποία γίνεται προσθήκη με τη βοήθεια **προχοΐδας** διαλύματος αντιδραστηρίου που έχει γνωστή συγκέντρωση σε έναν προκαθορισμένο όγκο δείγματος μέχρι το **ισοδύναμο σημείο** ή το σημείο εκείνο που συμβαίνει αλλαγή η οποία υποδηλώνει πλήρη αντίδραση μεταξύ του δείγματος και του προστιθέμενου αντιδραστηρίου. Από τον όγκο και τη συγκέντρωση του αντιδραστηρίου που προστίθεται καθώς και τον όγκο του δείγματος, υπολογίζεται η συγκέντρωση του δείγματος στην παράμετρο για την οποία γίνεται η τιτλοδότηση.

Για τον προσδιορισμό του ισοδύναμου σημείου κατά την τιτλοδότηση βάσης με οξύ χρησιμοποιείται συνήθως ένα πεχάμετρο και σχεδιάζεται η **καμπύλη τιτλοδότησης** με τιμές όγκου προστιθέμενου αντιδραστηρίου από την προχοΐδα στον άξονα των x και αντίστοιχες μετρούμενες τιμές pH στον άξονα των y . Το σημείο τέλους της τιτλοδότησης προσδιορίζεται σε αρκετές περιπτώσεις με τη βοήθεια δεικτών. Οι δείκτες που χρησιμοποιούνται στις τιτλοδοτήσεις τύπου οξέων-βάσεων είναι οργανικά οξέα που περιέχουν μία ή περισσότερες θέσεις απ' όπου είναι δυνατόν να γίνει ιοντική διάσπαση με απώλεια υδρογονοϊόντων. Η μοριακή μορφή και η διασπασμένη μορφή του δείκτη χαρακτηρίζονται από διαφορετικά χρώματα. Αφού λοιπόν η όξινη ή η βασική μορφή εξαρτώνται από την συγκέντρωση των υδρογονοϊόντων του διαλύματος στο οποίο έχει προστεθεί ο δείκτης, η αλλαγή χρώματος του δείκτη μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την ένδειξη της τιμής του pH του διαλύματος. Η συμπεριφορά ενός δείκτη μπορεί να παρασταθεί από την παρακάτω σχέση:



όπου: HIn είναι το ουδέτερο μόριο του δείκτη και In^- είναι το ανιόν που αντιστοιχεί στην ιοντική διάσπαση του δείκτη

Στην παρούσα άσκηση θα χρησιμοποιηθούν δύο δείκτες. Ο ένας είναι ο δείκτης **φαινολοφθαλεΐνης** που αλλάζει χρώμα σε περιοχή pH 8,2-8,3 (σε υψηλές τιμές pH το χρώμα του δείκτη είναι **ροζ** και σε τιμές pH κάτω από την περιοχή 8,2-8,3 ο δείκτης γίνεται **άχρωμος**). Ο άλλος είναι ο δείκτης **ηλιανθίνης**. Ο δείκτης ηλιανθίνης μέχρι pH 4,4 έχει χρώμα **κίτρινο** και κάτω από αυτήν την τιμή pH παίρνει χρώμα **πορτοκαλί-κόκκινο**. Οι δύο παραπάνω δείκτες χρησιμοποιούνται για τον προσδιορισμό των διαφόρων μορφών αλκαλικότητας στο νερό.

Θολότητα

Με τον όρο θολότητα εννοούμε την απουσία διαύγειας σε ένα δείγμα νερού που οφείλεται σε διάφορα σωματίδια (κυρίως κολλοειδή) οργανικού και ανόργανου υλικού τα οποία είναι διασπαρμένα στην υγρή φάση. Οι πρώτες προσπάθειες για τον ποσοτικό προσδιορισμό της θολότητας χρονολογούνται στις αρχές του προηγούμενου αιώνα με χρήση του διαφανόμετρου ή θολερόμετρου Jackson με φλόγα κεριού (candle turbidimeter).

Το θολερόμετρο Jackson αποτελείται από μια ειδική βάση όπου στηρίζεται ένα κεριό με τέτοιο τρόπο ώστε η φλόγα να είναι σε σταθερό ύψος (το κεριό βρίσκεται μέσα σε κατάλληλη θήκη η οποία στη βάση της φέρει ελατήριο και στο πάνω μέρος της στένωση για παρεμπόδιση αλλαγής της θέσης του τηκόμενου άνω άκρου του κεριού). Η μέτρηση της θολότητας γίνεται με αργή απόχυση δείγματος μέσα στο γυάλινο σωλήνα μέχρι να σταματήσει να διαχωρίζεται το είδωλο της φλόγας καθώς κοιτάζουμε από πάνω. Το είδωλο της φλόγας παύει να διακρίνεται με το μάτι όταν η ένταση του σκεδαζόμενου φωτός από τα σωματίδια γίνεται ίση με την ένταση του διερχόμενου φωτός δια μέσου της στήλης του υγρού δείγματος. Στο σημείο αυτό κάθε στοιχειώδης όγκος του δείγματος μέσα στο γυάλινο σωλήνα φαίνεται να έχει την ίδια φωτεινότητα. Ένας βαθμονομημένος γυάλινος σωλήνας έχει μικρό μήκος και χρησιμοποιείται για δείγματα που έχουν μεγάλη θολότητα και ένας άλλος είναι αρκετά μακρύτερος και χρησιμοποιείται για δείγματα με μικρή θολότητα. Η θολότητα που μετριέται με τον παραπάνω τρόπο εκφράζεται σε μονάδες θολότητας Jackson (Jackson Turbidity Units, JTU).

Η θολότητα ενός δείγματος είναι στην ουσία ένα χαρακτηριστικό που σχετίζεται με την οπτική του συμπεριφορά να προκαλεί εξασθένηση της ευθύγραμμης μετάδοσης φωτεινής ακτινοβολίας λόγω φαινομένων κυρίως σκέδασης αλλά και απορρόφησης. Η μέτρηση της θολότητας με βάση την ένταση της σκεδαζόμενης ακτινοβολίας αποτελεί την αρχή λειτουργίας των νεφελομετρικών θολερομέτρων.

Η μέτρηση θολότητας με θολερόμετρο Jackson αποτελεί πρότυπη μέθοδο. Όμως η χαμηλότερη τιμή θολότητας που μπορεί να μετρηθεί με το όργανο αυτό είναι 25 JTU. Η θολότητα του πόσιμου νερού είναι στο μεγαλύτερο αριθμό των περιπτώσεων μικρότερη από 1 μονάδα θολότητας και έτσι είναι απαραίτητη η χρήση νεφελομετρικών διατάξεων (θολερομέτρων). Σήμερα τα νεφελομετρικά θολερόμετρα είναι τα όργανα που χρησιμοποιούνται για την πρότυπη χαμηλών τιμών θολότητας.

ΔΕΙΓΜΑΤΑ ΝΕΡΟΥ

Στην εργαστηριακή αυτή άσκηση γίνεται μέτρηση του pH, της αγωγιμότητας, της θολότητας και της αλκαλικότητας πραγματικών δειγμάτων νερού τα οποία έχουν παραληφθεί από την περιοχή της Πανεπιστημιούπολης Πατρών. Τα δείγματα αυτά είναι τα παρακάτω:

Νερό βρύσης

Πρόκειται για νερό από το δίκτυο ύδρευσης της Πανεπιστημιούπολης Πατρών. Το νερό αυτό αντλείται από τον υπόγειο υδροφόρα της περιοχής και χρησιμοποιείται χωρίς κάποια άλλη επεξεργασία εκτός από χλωρίωση (για διασφάλιση της καλής του μικροβιολογικής κατάστασης).

Νερό από τον Χειμάρρο Σέλεμνο

Ο χειμάρρος Σέλεμνος βρίσκεται στα όρια της Πανεπιστημιούπολης προς την πλευρά του Κάτω Καστριτίσιου. Το σημείο δειγματοληψίας είναι ακριβώς πίσω από την Εγκατάσταση Επεξεργασίας Λυμάτων της Πανεπιστημιούπολης Πατρών. Το δείγμα λαμβάνεται σε περιόδους που η ροή του χειμάρρου παρουσιάζει θολότητα.

Επεξεργασμένα λύματα από την Εγκατάσταση της Πανεπιστημιούπολης Πατρών

Η εγκατάσταση αυτή είναι τύπου παρατεταμένου αερισμού με διαμόρφωση οξειδωτικής τάφρου και επεξεργάζεται τα λύματα που προκύπτουν από όλες τις δραστηριότητες στην Πανεπιστημιούπολη Πατρών.

Νερό από την Θάλασσα

Λαμβάνεται δίπλα από την εκβολή του χειμάρρου Σέλεμνου στην περιοχή της παραλίας Δημορηγόπουλου.

Αποσταγμένο νερό

Όταν γίνεται μέτρηση του pH σε αποσταγμένο νερό γίνεται και προσθήκη δύο σταγόνων κορεσμένου διαλύματος KI.

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΙ και ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΙΖΗΜΑΤΟΠΟΙΗΣ

Προσδιορισμοί

Γίνεται προσδιορισμός του pH, της αγωγιμότητας, της θολότητας και της αλκαλικότητας.

Πειραματική Μελέτη

Χρησιμοποιείται εργαστηριακός αναδευτήρας 6 θέσεων με κουπιά και φωτεινή βάση (6-Paddle Variable Speed Stirrer, model 302, Phipps & Bird, Inc.) να βρεθεί η βέλτιστη δόση χημικών (Fe^{3+}) για την ιζηματοποίηση ενός θολού ποταμίσιο νερού.

- Γεμίζονται έξι γυάλινα ποτήρια ζέσης του ενός λίτρου με 0,9 L θολό ποταμίσιο νερό το καθένα, και τοποθετούνται στη διάταξη.
- Με τη βοήθεια σιφωνίου μεταφέρονται σε πλαστικά δισκία διαφορετικοί όγκοι διαλύματος τριχλωριούχου σιδήρου [$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,21 g/L] έτσι ώστε να προστεθούν δόσεις Fe^{3+} στην περιοχή 0,25 έως 2,00 mg/L ως εξής:

<u>Θέση 1</u>	<u>Θέση 2</u>	<u>Θέση 3</u>	<u>Θέση 4</u>	<u>Θέση 5</u>	<u>Θέση 6</u>
0,9 mL	1,8 mL	2,7 mL	3,6 mL	5,4 mL	7,2 mL

- Τοποθετείται σε λειτουργία η διάταξη ανάδευσης με ταχύτητα περιστροφής των κουπιών 100 rpm, προστίθεται το κροκιδωτικό κατά το δυνατόν ταυτόχρονα και στα 6 ποτήρια και ακολουθεί ανάμιξη για 1 min, στη συνέχεια γίνεται βραδεία ανάμιξη με 30 rpm για 30 min. Μόλις τελειώσει ο χρόνος της βραδείας ανάμιξης τίθεται εκτός λειτουργίας το σύστημα ανάδευσης και ανασύρονται τα κουπιά από τα ποτήρια.
- Το θρομβωμένο νερό καθίζανει για 30 min και παράλληλα παρακολουθείται και αξιολογείται η καθίζηση των θρόμβων.
- Μετά το πέρας της καθίζησης λαμβάνονται προσεκτικά δείγματα από την περιοχή της επιφάνειας των ποτηριών και προσδιορίζεται η θολότητα, το pH και η αλκαλικότητα.
- Αναλύονται τα αποτελέσματα και προσδιορίζεται η βέλτιστη δόση.

Ιζηματοποιητικό

Για τη μελέτη της ιζηματοποίησης χρησιμοποιείται διάλυμα τριχλωριούχου σιδήρου (1,210 g/L $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

Καταγραφή Αποτελεσμάτων – Υποβολή Έκθεσης

Τα εργαστηριακά δεδομένα και τα αποτελέσματα των μετρήσεων καταγράφονται στον πίνακα που δίνεται στην επόμενη σελίδα. Οι φοιτητές υποβάλλουν εντός 15 ημερών έκθεση στην οποία παρουσιάζουν και αναλύουν τα αποτελέσματα των μετρήσεων.

Προσδιορισμοί σε μελέτη ιζηματοποίησης για αφαίρεση θολότητας

Θέση	mL νερού	mL ιζηματοποιητικού*	mg Fe ³⁺ /L	pH	Θολότητα		Αλκαλικότητα		Παρατηρήσεις
					JTU	NTU	mL διαλ. οξέος 0,02N	mg/L σαν CaCO ₃	
α**	-	-	-	-	-		-	-	Ομοιογενοποιημένο νερό
β**	-	-	-						Νερό μετά από καθίζηση 30 min
1	900	0,90	0,25						
2	900	1,80	0,50						
3	900	2,70	0,75						
4	900	3,60	1,00						
5	900	5,40	1,50						
6	900	7,20	2,00						

*Χρησιμοποιείται διάλυμα ιζηματοποιητικού (1,210 g FeCl₃·6H₂O /L, 250 mg Fe₃⁺/1000 mL). Προσθήκη 0,9 mL από αυτό το διάλυμα ανά 900 mL νερού που υποβάλλεται σε ιζηματοποίηση αντιστοιχεί σε 0,25 mg Fe₃⁺/L.

**Στις θέσεις α και β που βρίσκονται εκτός της διάταξης ανάδευσης δε γίνεται προσθήκη ιζηματοποιητικού