

Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο (COD)

Το χημικά απαιτούμενο οξυγόνο (COD) αντιστοιχεί στην ποσότητα του οξυγόνου που απαιτείται για την οξείδωση των συστατικών ενός υγρού αποβλήτου από ισχυρά χημικά οξειδωτικά πχ. MnO_4 , ή $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ σε όξινο περιβάλλον. Σήμερα χρησιμοποιείται αποκλειστικά το διχρωμικό κάλιο λόγω του υψηλότερου δυναμικού σε σχέση με το υπερμαγγανικό.

Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο (COD)

Για τον προσδιορισμό του COD επικρατέστερη μέθοδος είναι η πρότυπη ή μακρομέθοδος όπου η αντίδραση οξείδωσης εξελίσσεται χρησιμοποιώντας οξειδωτικό μέσο διχρωμικό κάλιο ($K_2Cr_2O_7$) σε όξινο περιβάλλον (H_2SO_4) και παρουσία καταλύτη (Ag_2SO_4).

Χρόνος αντίδρασης: 120 λεπτά

Θερμοκρασία αντίδρασης: $148^\circ C$

Μετά το τέλος της αντίδρασης υπολογίζουμε το COD από την ποσότητα του υπολειμματικού διχρωμικού καλίου μέσω ογκομετρικής ανάλυσης με διάλυμα θεικού εναμμώνιου σιδήρου γνωστής συγκέντρωσης.

Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο (COD)

ΒΗΜΑΤΑ

Βήμα 1: Προσθήκη 2,5 mL δείγμα,

2,5 mL διάλυμα ($K_2Cr_2O_7$) συγκέντρωσης 0,1 N και

5 mL θειικό οξύ (H_2SO_4)

Η προσθήκη των παραπάνω γίνεται σε κλειστά φιαλίδια στα οποία λαμβάνει χώρα η αντίδραση οξείδωσης. Απαιτείται και η δημιουργία ενός διαλύματος αναφοράς ή αλλιώς τυφλού δείγματος το οποίο περιέχει:

2,5 mL απιονισμένο νερό,

2,5 mL $K_2Cr_2O_7$ και

5 mL H_2SO_4 .

Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο (COD)

ΒΗΜΑΤΑ

Βήμα 2: Ακολουθεί ανάδευση των δειγμάτων σε αναδευτήρα Vortex και τοποθέτηση τους σε ειδικό προθερμασμένο φούρνο χώνευσης (148°C). Η παραμονή τους στο φούρνο ρυθμίζεται στις 2 ώρες.



Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο (COD)

ΒΗΜΑΤΑ

Βήμα 3: Ο προσδιορισμός του COD πραγματοποιείται με ογκομέτρηση του εναπομένοντος διχρωμικού καλίου, αφού προηγουμένως αφήσουμε τα δείγματα να έρθουν σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.

Για την **ογκομέτρηση χρησιμοποιούνται:**

1) FAS ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\text{H}_2\text{O}$ – Θεικός Εναμμώνιος Σίδηρος 0,02 N

2) Δείκτης Φεροΐνης

Το FAS τοποθετείται σε βαθμονομημένη προχοΐδα από το 0-50 mL. Καταγράφουμε την αρχική ένδειξη που μας δείχνει πόσο όγκο καταλαμβάνει το FAS στην προχοΐδα. Το διάλυμα μας τοποθετείται σε ποτήρι ζέσεως και προσθέτουμε 2 σταγόνες δείκτη φεροΐνης. Καθώς προσθέτουμε το FAS στο ποτήρι ζέσεως απαιτείται συγχρόνως ανάδευση. Όταν το χρώμα του διαλύματος γίνει ελαφρύ πορτοκαλί σταματάμε την προσθήκη του FAS.

Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο (COD)



Διαδικασία παρασκευής δειγμάτων COD

Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο (COD)

ΒΗΜΑΤΑ

Βήμα 4: Για τον υπολογισμό του COD καταγράφουμε το σημείο στο οποίο βρίσκεται το ύψος του FAS στην προχοΐδα με το τέλος της ογκομέτρησης. Αφαιρώντας την αρχική τιμή υπολογίζεται η ποσότητα FAS που χρειάστηκε για την αντίδραση (κατανάλωση FAS). Υπολογίζοντας με τον ίδιο τρόπο την κατανάλωση του FAS για το τυφλό δείγμα η συγκέντρωση COD σε mg/L προκύπτει από τη σχέση:

$$\text{COD (mg/L)} = (8000 / (\text{mL δείγματος}) \times (\text{V}_{\text{τυφλού}} - \text{V}_{\text{δείγματος}}) \times 0,02$$

όπου

$V_{\text{τυφλού}}$ = ο όγκος του FAS που καταναλώθηκε στο τυφλό δείγμα

$V_{\text{δείγματος}}$ = ο όγκος του FAS που καταναλώθηκε στο προς ανάλυση δείγμα

8000 = σταθερά

Το 0,02 αντιστοιχεί στη κανονικότητα του FAS.



Προσδιορισμός των ολικών αιωρούμενων στερεών (MLSS)

Αν πρόκειται για δείγματα που διηθούνται εύκολα ακολουθείται η σταθμική μέθοδος, ενώ αν διηθούνται δύσκολα προτιμάται η φυγοκεντρική μέθοδος.

Υλικά



Προσδιορισμός των ολικών αιωρούμενων στερεών (MLSS)



Συσκευή διήθησης δειγμάτων

Προσδιορισμός των ολικών αιωρούμενων στερεών (MLSS)



Κλίβανος ρυθμισμένος στους 105 °C



Ξηραντήρας

Προσδιορισμός των ολικών αιωρούμενων στερεών (MLSS)

Σταθμική μέθοδος: Το δείγμα διηθείται από φίλτρο ινών ύαλου που έχει ξηραθεί και προζυγιστεί

Εξοπλισμός

Αντλία κενού

Κωνική φιάλη για διήθηση

Φίλτρο διαμέτρου 47mm και πορώδους 0,45 μm

Αναλυτικός ζυγός

Κλίβανος ξήρανσης με θερμοστάτη στους 105 °C

Πυριαντήριο με θερμοστάτη στους 550 °C



Προσδιορισμός των ολικών αιωρούμενων στερεών (MLSS)

Βήματα

Βήμα 1: Το φίλτρο εισάγεται σε φούρνο στους 105 °C. Η παραμονή του στο φούρνο διαρκεί 60 min.

Βήμα 2: Ακολουθεί η τοποθέτηση του στον ξηραντήρα για 15-20 min ώστε να απομακρυνθεί η υγρασία από το φίλτρο.

Βήμα 3: Μετά την έξοδό του από τον ξηραντήρα το φίλτρο ζυγίζεται και καταγράφουμε το αρχικό του βάρος.

Βήμα 4: Τοποθετούμε το φίλτρο στην αντλία διήθησης υπό κενό και ακολουθεί η διήθηση τους δειγματος (συνήθως 5-20 mL).

Βήμα 5: Με την ολοκλήρωση της διεργασίας, το φίλτρο τοποθετείται ξανά στο φούρνο για 1 h ώστε να ξεραθεί.

Βήμα 6: Τοποθετούμε το φίλτρο στο ξηραντή για 15-20 min.

Βήμα 7: Στη συνέχεια το φίλτρο ζυγίζεται με τη βοήθεια αναλυτικού ζυγού εκ νέου και καταγράφουμε την τιμή που αντιστοιχεί στη μάζα του φίλτρου και στερεών (gr).

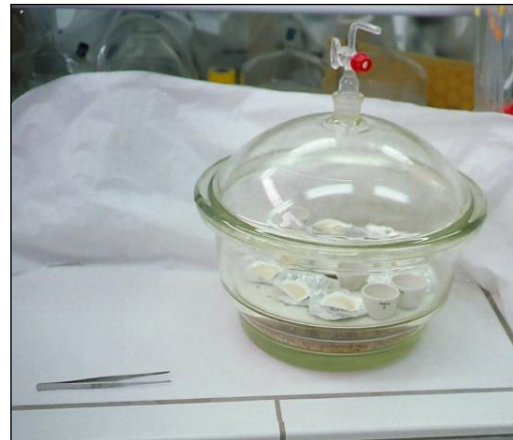
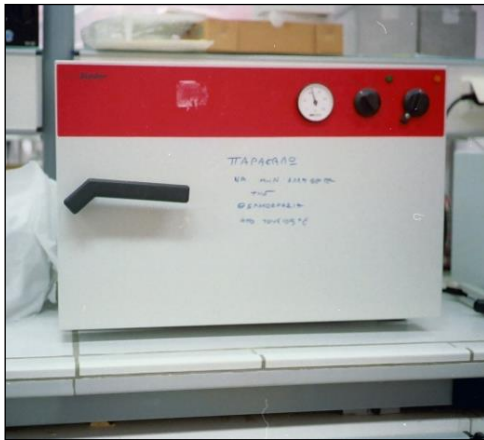
Προσδιορισμός των ολικών αιωρούμενων στερεών (MLSS)

Βήμα 8: Ο υπολογισμός των αιωρούμενων στερεών γίνεται από την αφαίρεση των δύο τιμών:

Μάζα (φίλτρου + στερεών) - Μάζα (φίλτρου)

Από τον τύπο προκύπτει η μάζα των αιωρούμενων στερεών (gr) ανά όγκο δείγματος (mL) την οποία ανάγουμε σε συγκέντρωση σε mg/L.

$$SS = [(Μάζα (φίλτρου + στερεών) - Μάζα (φίλτρου)) / mL \text{ δείγματος}] \times 10^6 \text{ (mg/L)}$$



Προσδιορισμός των πτητικών αιωρούμενων στερεών (MLVSS)

Για τον προσδιορισμό των πτητικών αιωρούμενων στερεών χρησιμοποιούμε:

- 1) Κάψα
- 2) Κλίβανο ρυθμισμένο στους 550 °C



Βήματα

Βήμα 1: Η κάψα τοποθετείται σε φούρνο στους 105 °C για 1 h

Βήμα 2: Η κάψα τοποθετείται σε ξηραντήρα για να φύγει η υγρασία για 15-20 min.

Βήμα 3: Η κάψα ζυγίζεται και καταγράφεται η τιμή του αρχικού της βάρους (απόβαρο).

Προσδιορισμός των πτητικών αιωρούμενων στερεών (MLVSS)

Βήματα

Βήμα 4: Το διηθημένο φίλτρο που υπέστη ξήρανση τοποθετείται μέσα στην κάψα και ακολουθεί κάψιμο στους 550 °C για τουλάχιστον 30 min.

Βήμα 5: Βγάζουμε με προσοχή την κάψα από τον φούρνο και την τοποθετούμε σε ξηραντήρα για 20-25 min για να φύγει η υγρασία.

Βήμα 6: Ζυγίζουμε την κάψα με το εναπομείναν ίζημα, αφού σταθεροποιηθεί η τιμή της στο ζυγό, και καταγράφουμε την τελική του τιμή.

Υπολογισμός:

Ίζημα = [(Τελικό Βάρος Κάψας – Αρχικό Βάρος Κάψας) / mL δείγματος] x 10⁶ (mg/L)

VSS = MLSS – ίζημα (mg/L)