

T7TVO 04 ROZBOR SUSPENZE TECHNOLOGICKÉHO KALU. GRAVIMETRICKÉ STANOVENÍ VEŠKERÝCH, ROZPUŠTĚNÝCH A NEROZPUŠTĚNÝCH LÁTEK, SUŠINA, ZTRÁTA ŽÍHÁNÍM

ÚVOD

Abychom mohli hodnotit řadu vlastností kalu, je nutno vzhledem k jeho obsahu vody stanovovat pevný podíl, na který se vztahuje v řadě definic určitá hodnota nebo vlastnost kalu.

Sušina kalu je množství látek zbylých po vysušení vzorku do konstantní hmotnosti. Diference celkové hmotnosti vzorku a jeho sušiny určuje vodný podíl, protože obsah látek (organických i minerálních) těkajících při teplotě stanovení je zpravidla zanedbatelný. Podle druhu vázané vody (kapilární, volná, vázaná sorpcí apod.) na pevnou fázi je třeba k uvolnění molekul vody různé energie, dané teplotou vysušení. Při teplotě 105 °C se odpaří voda, která je na pevnou složku vázána nejvýše molekulárními silami. Tato voda tvoří podstatný podíl z jejího celkového množství.

Ztráta žíháním.

Velmi často je třeba znát nejen sušinu analyzovaného kalu, ale i jeho organický podíl, protože řada stanovení se vztahuje na tuto část (např. pro sledování aktivity kalu). Ztráta žíháním je množství látek v sušině, které těkají nebo se spalují při teplotě do 550 °C. Minerální látky jsou do této teploty převážně rezistentní.

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Přístroje a pomůcky:

1. Analytické váhy *s přesností na 0,1 mg*
2. Elektrická pec *s možností natavit teplotu na 550 °C*
3. Sušárna *s možností natavit teplotu na 105 °C*
4. Filtrační papír (červená páska), *vysušený*
5. Vakuové filtrační zařízení
6. Porcelánové kelímky 3 ks, *vyžíhané, zvážené*
7. Koželužské misky, *vysušené do konstantní hmotnosti při 105 °C, zvážené, 6 ks*
8. Pipeta 10 ml 3ks, pipeta 5 ml 1ks
9. Dělicí nálevka na zásobní roztok kalu
10. Exsikátor *s vysušeným silikagelem*
11. Pinzeta

12. Elektromagnetická míchačka
13. Laboratorní kleště
14. Petriho misky, vysušené

Veškeré látky VL₁₀₅ a ztráta žíháním ZŽ₅₅₀

Princip:

Vhodné množství důkladně homogenizovaného nefiltrovaného vzorku se vysuší v sušárně při 105 °C do konstantní hmotnosti. Zbytek po žíhání se získá žíháním vysušeného vzorku při teplotě 550 °C do konstantní hmotnosti. Ztráta žíháním se vypočítá jako rozdíl stanovených hodnot sušeného a žíhaného odparku.

Postup stanovení veškerých látek VL₁₀₅

Do předem vyžíhaného a zváženého porcelánového kelímku (uloženo v exsikátoru) se odměří 5ml homogenizovaného vzorku. Vzorek se suší v sušárně při 105 °C do konstantní hmotnosti. Po ochlazení na laboratorní teplotu v exsikátoru se zváží a stanoví se VL veškeré látky.

Postup stanovení ztráty žíháním ZŽ₅₅₀

Vysušený zbytek na kelímku se vyžihá při teplotě 550°C do konstantní hmotnosti (2 hodiny). Kelímek s vyžíhaným vzorkem se nechá v exsikátoru ochladit na laboratorní teplotu, zváží se a stanoví zbytek po žíhání. Stanovení se provede 3x vedle sebe.

Výpočet:

$$VL_{105} = \frac{1000 \cdot (m_2 - m_1)}{V_0} \text{ (g.l}^{-1}\text{)}$$

$$Z\check{Z}_{550} = \frac{100 \cdot (m_2 - m_3)}{m_2 - m_1} \text{ (\%)}$$

kde je:

VL₁₀₅ - hmotnostní koncentrace veškerých látek v g.l⁻¹

ZŽ₅₅₀ - ztráta žíháním v %

m₁ - hmotnost porcelánového kelímku (g)

m₂ - hmotnost porcelánového kelímku s odparkem (g)

m₃ - hmotnost porcelánového kelímku se zbytkem po žíhání (g)

V₀ - objem vzorku použitý pro stanovení (ml)

Gravimetrické stanovení nerozpuštěných látek NL₁₀₅

Princip:

Filtračním zařízením se na filtru (červená páska) zachytí nerozpuštěné látky z přesně odměřeného množství homogenizovaného vzorku. Hodnota nerozpuštěných látek se získá vysušením filtru v sušárně teplotě 105 °C do konstantní hmotnosti.

Postup:

Připraví se filtr předem vysušený v sušárně při 105°C (uloženo v exsikátoru) a zváží se na analytických vahách. Z příslušného homogenizovaného vzorku (aktivovaný aerobní kal, přesycený roztok CaSO₄, přesycený roztok NaCl) se odebere pipetou 10 ml vzorku. Při odebírání vzorků přesyceného roztoku chloridu sodného a síranu vápenatého je nutno homogenizovat mícháním na elektromagnetickém míchadle, v případě aerobního kalu odebírat vzorek přímo z dělicí nálevky za současného provzdušňování čerpadlem. Filtr se upne do filtračního zařízení a za sníženého tlaku se vzorek přefiltruje. Filtr s nerozpuštěnými látkami se umístí na Petriho misku, přenesení (po krátkém osušení na vzduchu) do sušárny s nastavenou teplotou na 105 °C a suší do konstantní hmotnosti (obvykle stačí 2 hodiny). Po vyrovnání teploty v exsikátoru se vysušený filtr zváží. Výsledky se obvykle vyjadřují v g.l⁻¹ nebo mg.l⁻¹. Stanovení se provede 3x vedle sebe.

Výpočet:

$$NL_{105} = \frac{1000 \cdot (m_2 - m_1)}{V_0} \quad (\text{g.l}^{-1})$$

kde je:

NL₁₀₅ - hmotnostní koncentrace nerozpuštěných látek v g.l⁻¹

m₁ - hmotnost filtru (g)

m₂ - hmotnost filtru s nerozpuštěnými látkami po vysušení (g)

V₀ - objem vzorku použitý pro stanovení (ml)

Rozpuštěné látky RL

Princip:

Stanovení spočívá v odpaření filtrátu známého množství vzorku po stanovení nerozpuštěných látek.

Postup:

Připraví se koželužské misky vysušené v sušárně při teplotě 105°C do konstantní hmotnosti a zvážené na analytických vahách (uloženo v exsikátoru). Do takto

přípravených misek dávkujeme filtráty vzorku síranu vápenatého a chloridu sodného (vždy 3x vedle sebe pro každý vzorek). Množství filtrovaného vzorku se volí tak, aby hmotnost výsledného odparku byla 20 mg až 250 mg, aby byla zaručena dostatečná přesnost stanovení. Pro stanovení rozpuštěných látek roztoku chloridu sodného použijte 5ml filtrátu, u stanovení rozpuštěných látek CaSO₄ 10 ml filtrátu. Filtráty se vysuší při 105 °C do konstantní hmotnosti a zvaží.

Výpočet:

$$RL_{105} = \frac{1000 \cdot (m_2 - m_1)}{V_0} \text{ (g.l}^{-1}\text{)}$$

kde je:

RL₁₀₅ - hmotnostní koncentrace rozpuštěných látek v g.l⁻¹

m₁ - hmotnost prázdné vysušené kádinky (g)

m₂ - hmotnost kádinky s odparkem (g)

V₀ - objem vzorku použitý pro stanovení (ml)

Zadání:

1. Stanovte sušinu aerobního kalu podle metodiky pro stanovení nerozpuštěných látek NL₁₀₅. Použijte papírový filtr červená páska a pipetujte 10 ml kalu.
2. Stanovte veškeré látky VL₁₀₅ a ztrátu žíháním ZZ₅₅₀ aerobního kalu podle metodiky stanovení VL₁₀₅ a ZZ₅₅₀ (v keramických kelímcích). Porovnejte sušinu kalu dle bodu 1 a stanovení veškerých látek (sušinu) dle bodu 2.
3. Stanovte nerozpuštěné NL₁₀₅ a rozpuštěné látky RL₁₀₅ u vzorků přesycených roztoků NaCl a CaSO₄. Porovnejte naměřené hodnoty rozpuštěných látek roztoků NaCl a CaSO₄ s hodnotami rozpustnosti z chemických tabulek.

Literatura

1. Horáková J.: Analytika vody, VŠCHT Praha 2000, ISBN 80-7080-391-6