

Chemia środowiska A

- laboratorium -

II rok Chemii

Studia stacjonarne I stopnia

Specjalność: chemia

ĆWICZENIE 1

OZNACZANIE STOPNIA ZAPYLENIA POWIETRZA ATMOSFERYCZNEGO

1. Uwagi wstępne

Zanieczyszczenia pyłowe, obok gazowych zalicza się do głównych zanieczyszczeń powietrza atmosferycznego. Pył definiuje się jako układ dwufazowy, dyspersyjny, w którym fazą rozpraszającą jest gaz (powietrze), a fazą rozproszoną cząstki stałe.

Antropogenicznymi źródłami zanieczyszczeń pyłowych są: energetyka zawodowa, energetyka przemysłowa, technologie przemysłowe, transport, procesy wykorzystania i unieszkodliwiania odpadów oraz lokalne obiekty wytwarzające energię, jak kotłownie i ciepłownie oraz paleniska domowe.

Emitowane z wymienionych źródeł zanieczyszczenia pyłowe charakteryzują się różną wielkością ziaren oraz różnym składem chemicznym i mineralogicznym. Ziarna pyłu o średnicy większej od 20 μm stosunkowo szybko opadają na powierzchnie ziemi. Na ziarna pyłu o średnicy mniejszej od 20 μm działają za małe siły ciężkości niezbędne do pokonania oporu ośrodka, w którym się znajdują i w związku z tym będą w nim pozostawały podobnie jak zanieczyszczenia lotne.

Pył o wymiarze ziaren mniejszym od 20 μm określa się mianem pyłu zawieszonego. Pomiary stopnia zapylenia powietrza atmosferycznego dotyczą tego właśnie pyłu.

Ilościową miarą zapylenia atmosfery jest jego stężenie S wyrażające się stosunkiem masy lub objętości cząstek stałych do objętości lub rzadziej masy powietrza, w którym występują te cząstki:

$$S = \frac{\text{ilość pyłu (masa, objętość)}}{\text{ilość powietrza (objętość, masa)}} \quad (1)$$

Podstawowymi jednostkami stężeń zanieczyszczeń stałych (pyłów zawieszonych) powietrza atmosferycznego są $\mu\text{g}/\text{m}^3$ lub mg/m^3 . W $\mu\text{g}/\text{m}^3$ są podawane wartości dopuszczalne stężeń (NDS).

W celu oceny stopnia zanieczyszczenia powietrza pyłami należy przeprowadzić:

- pomiary stężenia pyłu zawieszonego w powietrzu,
- porównać zmierzone stężenia zanieczyszczeń pyłowych z dopuszczalnymi wartościami tych stężeń w powietrzu.

Podstawę prawną do oceny stanu zanieczyszczenia powietrza stanowi Rozporządzenie Ministra Środowiska z dn. 6.06.2002 r. w sprawie dopuszczalnych poziomów niektórych substancji w powietrzu, alarmowych poziomów niektórych substancji w powietrzu oraz marginesów tolerancji dla dopuszczalnych poziomów niektórych substancji (Dz.U.2002 Nr 87, poz.796) .

2. Pomiary zapylenia powietrza atmosferycznego

Wartość stężeń zanieczyszczeń w powietrzu uzależniona jest głównie od wielkości i warunków emisji (parametrów technicznych źródeł emisji, parametrów termicznych i dynamicznych gazów wylotowych, itp.), warunków meteorologicznych i topograficznych decydujących o intensywności wymiany zanieczyszczeń w atmosferze oraz od wielkości opadania pyłu na powierzchnię ziemi. Pomiary zapylenia przeprowadza się w trzech wyraźnie zróżnicowanych fazach:

2.1. Faza emisji.

2.2. Faza imisji (rozprzestrzeniania się w powietrzu).

2.3. Faza osiadania (sedymentacji).

2.1 Faza emisji – pomiary zapylenia gazów przemysłowych

Celem pomiarów zapylenia gazów przemysłowych w punkcie emisji jest:

- a) ocena skuteczności działania urządzeń odpylających,
- b) ustalenie parametrów potrzebnych przy doborze odpylaczy,
- c) ustalenie stopnia zapylenia gazów przemysłowych emitowanych do powietrza przez dany zakład przemysłowy.

Metody pomiarów zapylenia gazów przemysłowych dzieli się generalnie na metody bezpośrednie i pośrednie.

Pomiar metodami bezpośrednimi składa się z następujących etapów:

- a) pomiar wydatku gazu przepływającego przewodem Q w Nm^3/h ,
- b) zassanie ze strumienia przepływającego gazu próbki zapyłonego gazu,
- c) pomiar objętości zassanego powietrza V w Nm^3 ,
- d) wydzielenie z zassanej próbki gazu zawartego w niej pyłu,
- e) określenie masy wydzielonego pyłu m oraz charakterystyki tego pyłu.

Znając wyniki pomiarów można obliczyć stężenie zapylenia S :

$$S = \frac{m}{V} \quad (2)$$

Z kolei wykorzystując stężenie zapylenia S i wydatek gazu w przewodzie Q można obliczyć parametry charakteryzujące źródło emisji:

- a) **unos pyłu U** definiowany jako stosunek ilości pyłu powstającego w trakcie procesu technologicznego do czasu trwania tego procesu

$$U = \frac{\text{ilość pyłu (masa)}}{\text{czas}} \quad (3)$$

$$U = S \cdot Q$$

- b) **emisję pyłu E** rozumianą jako ilość pyłu kierowanego do powietrza wraz z gazami przemysłowymi w określonym czasie po przejściu tych gazów przez urządzenia odpylające

$$E = \frac{\text{ilość pyłu (masa)}}{\text{czas}} \cdot (1 - \eta)$$
$$E = Q \cdot S \cdot (1 - \eta) \quad (4)$$

gdzie: η - sprawność urządzeń oczyszczających.

Pomiar zapylenia gazów przemysłowych wykonuje się najczęściej za pomocą sond pyłowych (pyłomierzy o działaniu bezpośrednim), które umożliwiają równoczesne wykonanie pomiaru natężenia przepływu zapyłonego gazu w przewodzie oraz pomiaru stężenia pyłu.

2.2. Pomiar stopnia zapylenia w fazie emisji (w powietrzu atmosferycznym)

Cząstki stałe lub ciekłe zawieszone w powietrzu atmosferycznym są określane mianem aerozolu atmosferycznego. Obecność ich w powietrzu jest spowodowana nie tylko bezpośrednią emisją, lecz także przemianami fizykochemicznymi zachodzącymi w atmosferze. W tym drugim przypadku mówimy, że są to zanieczyszczenia wtórne.

Ze względu na proces tworzenia i wielkość, cząstki aerozolu można podzielić na 2 główne grupy:

- a) cząstki bardzo małe o promieniu mniejszym niż 0,5-1,0 μm , które powstają przez kondensację i koagulację,
b) cząstki większe powstające przez podział cząstek jeszcze większych.

Na aerozole działa siła grawitacji tzn., że czas trwania cząstek w układzie jest określony przez ich prędkość opadania v :

$$v = \frac{2 r^2 \rho_p g}{9 \mu} \quad (5)$$

gdzie: r – promień cząstek stałych,
 ρ_p – gęstość cząstek pyłu,
 g – przyspieszenie ziemskie,
 μ – współczynnik lepkości dynamicznej gazu.

Metody pomiaru stężenia pyłu zawieszonego w powietrzu atmosferycznym można podzielić na:

- a) manualne - stosowana jest **metoda reflektometryczna** polegająca na zaczernieniu bibuły filtracyjnej po przepuszczeniu przez nią określonej objętości badanego powietrza oraz **metoda wagowa** wg PN-84/Z-04030/02;
- b) automatyczne - wykonywane są za pomocą analizatorów stacjonarnych na stacjach pomiarowych lub zainstalowanych w ambulansach pomiarowych imisji.

Biorąc za podstawę podziału zasadę działania urządzeń pomiarowych metody te można podzielić na:

- a) bezpośrednie - pomiar zapylenia polega na wydzieleniu pyłu zawartego w badanym powietrzu przy wykorzystaniu zjawisk: sedymentacji (konimetry), termodyfuzji (pyłomierze termodyfuzyjne) oraz filtracji (filtry miernicze), a następnie na określeniu jego ilości;
- b) pośrednie – np. pyłomierze, gdzie dla określenia zawartości pyłu w powietrzu wykorzystuje się wtórne zjawiska wywołane przez pył: absorpcję lub rozproszenie światła, spadek napięcia elektrycznego, osłabienie wiązki promieniowania beta przez masę osadzonego pyłu, zmianę częstości drgań elementu sprężystego pod wpływem zmiany masy osadzonego na filtrze pyłu, itp.

Metoda filtracyjna pomiaru stopnia zapylenia powietrza

Okresem porównawczym w pomiarach zapylenia powietrza jest 1 doba, stąd częste zastosowanie w technice pomiarowej tych zanieczyszczeń znajdują filtry miernicze. Wykonuje się je z celulozy, włókna szklanego i kwarcu. Przez zastosowanie odpowiedniego filtru można wydzielać z powietrza ziarna do $0,01 \mu\text{m}$. Dla zwiększenia dokładności pomiaru ilość wydzielonego na filtrze pyłu powinna wynosić min. 50 mg, co oznacza, że przez filtr należy przepuścić (w zależności od przyrządu pomiarowego) $10\text{-}3300 \text{ m}^3$ powietrza ($0,3\text{-}130 \text{ m}^3/\text{h}$).

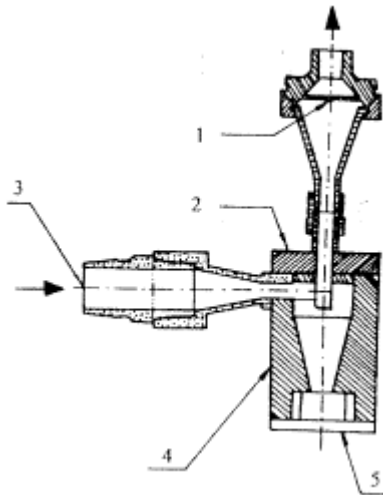
Przed pomiarem zapylenia powietrza przy zastosowaniu metody filtracyjnej do wydzielenia pyłu i metody wagowej do określenia jego ilości należy wysuszyć filtr do stałej masy i wyznaczyć jego masę z dokładnością do $0,1 \text{ mg}$. Tak samo należy postąpić po zassaniu próbki badanego powietrza.

W celu przewidzenia skutków, jakie może wywołać obecność cząstek aerozolowych w powietrzu, nie wystarczy wyłącznie pomiar pyłu zawieszonego ogółem (całkowitego). Dodatkowo należy określić ilościowy udział poszczególnych frakcji ziarnowych tego pyłu. Krótko mówiąc trzeba przeprowadzić separację aerozolu atmosferycznego na frakcje mniejsze od $10 \mu\text{m}$ (PM10) i pozostałe. Ważnych informacji co do szkodliwości pyłu dostarczają również wyniki analiz chemicznych i mineralogicznych, wydzielonego z badanego powietrza, pyłu.

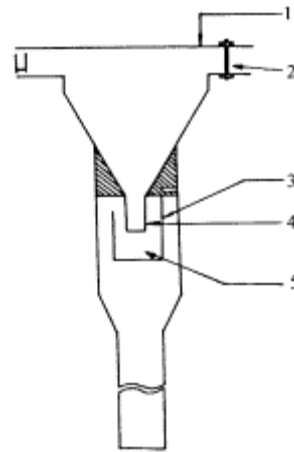
Metody separacji aerozolu atmosferycznego

Do oddzielenia frakcji gruboziarnistej ($>10 \mu\text{m}$) służą cyklony oraz płytki do osadzania cząstek pokryte substancjami lepкими. Cyklony są bardzo łatwe w obsłudze i mają prostą konstrukcję. Służą one do wstępnego rozdziału cząstek z pobranej próbki powietrza.

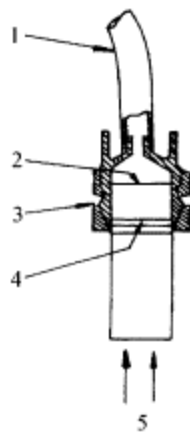
Duże zastosowanie w oddzielaniu frakcji pyłowych mają również impaktory kaskadowe, które najczęściej są konstruowane w układzie wielostopniowym. W impaktorach kaskadowych o małej wydajności efektywność rozdziału zwiększa się dzięki pokryciu powierzchni filtrów substancjami lepкими. Bardziej skomplikowane pod względem budowy i droższe niż cyklony i impaktory są próbniki dychotomiczne. Jeden z tego rodzaju przyrządów – próbnik dwufiltrowy wyposażony jest w filtr wstępny o dużych porach wydzielający frakcje gruboziarniste oraz w filtr o odpowiedniej charakterystyce służący do gromadzenia cząstek drobnoziarnistych. Schematy przykładowych przyrządów przedstawiono na rys.1-4.



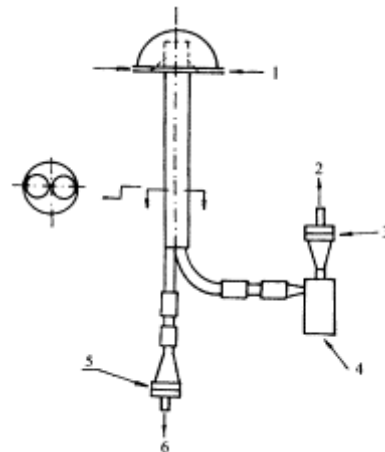
Rys. 1. Cyklon do poboru i separacji aerozolu atmosferycznego (1 – filtr końcowy; 2 – pokrywa; 3 – wlot; 4 – korpus; 5 – podstawa).



Rys. 2. Impaktor typu UMLBL do poboru i separacji aerozolu atmosferycznego (1 – przykrycie dyszy impaktora; 2 – rozpórka; 3 – drut podtrzymujący; 4 – dysza impakcyjna; 5 – naczynie impakcyjne).



Rys. 3. Próbnik dwufiltrowy do poboru i separacji aerozolu atmosferycznego (1 – wąż odprowadzający powietrze do pompki; 2 – filtr dla cząstek drobnych; 3 – oprawka do filtrów 47 mm; 4 – filtr dla cząstek grubych; 5 – wlot aerozolu atmosferycznego).



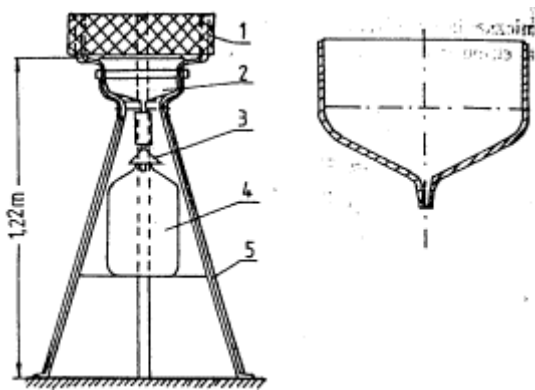
Rys. 4. Układ pomiarowy do poboru prób pyłu składających się z filtra i cyklonu (1 – wlot; 2, 6 – odprowadzenie powietrza do pompy; 3 – filtr końcowy; 4 – cyklon; 5 – filtr frakcji całkowitej).

2.3. Pomiar opadu pyłu

Opad pyłu definiuje się jako ilość pyłu opadającego na jednostkę powierzchni w jednostce czasu. Jednostką stosowaną w normach jest $Mg/(km^2 \cdot rok)$. Pomiar wartości opadu pyłu sprowadza się więc do określenia masy, powierzchni i czasu. Przyrządy stosowane do pomiaru opadu pyłu można podzielić na 3 grupy:

- a) mierniki opadu pyłu,
- b) płytki miernicze,
- c) pyłomierze kierunkowe

Klasyczny miernik opadu pyłu przedstawia rys.5. Czas ekspozycji urządzenia wynosi 1 miesiąc. Zebrany w słoju pył wraz z opadem atmosferycznym przesącza się na bibule filtracyjnej, suszy i waży. W wyniku tych czynności otrzymuje się masę pyłu nierozpuszczalnego w wodzie. Po odparowaniu przesączonej wody i zważeniu pozostałego osadu otrzymuje się masę substancji rozpuszczalnych w wodzie. Otrzymane osady poddaje się jakościowej i ilościowej analizie chemicznej oraz rozdziałowi frakcyjnemu. Znając pole otworu słoja i masę pyłu oraz czas ekspozycji miernika można określić wartość opadu pyłu.



Rys. 5. Miernik opadu pyłu (1 - siatka druciana, 2 - lej szklany, 3 - gumowa rurka, 4 - butla na wodę opadową, 5 - stojak)

WYKONANIE ĆWICZENIA

Na podstawie otrzymanych danych o zawartości pyłu zawieszonego ze stacji monitoringu zanieczyszczeń powietrza należy:

1. Przedstawić na wykresie punktowym wartości stężeń w poszczególnych dniach miesiąca.
2. Porównać uzyskane wyniki z normami dobowymi oraz przedstawić na wykresie rozkład częstości występowania stężeń w następujących przedziałach:

0,00 D_{24} – 0,25 D_{24}

0,25 D_{24} – 0,50 D_{24}

0,50 D_{24} – 1,00 D_{24}

1,00 D_{24} – 2,00 D_{24}

powyżej 2,00 D_{24}

Norma dobowa zawartości pyłu zawieszonego PM10 wynosi $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$

3. Obliczyć średnią wartość miesięczną.

ĆWICZENIE 2

KWAŚNY OPAD ATMOSFERYCZNY JAKO CZYNNIK PRZYSPIESZAJĄCY PROCESY KOROZJI

Korozja obejmuje wszystkie reakcje powierzchni podłoża tworzyw konstrukcyjnych i powłokowych z otaczającym je środowiskiem. Zjawisko to polega na naturalnej słonności przechodzenia metali, stopów i związków chemicznych do stanu równowagi z otoczeniem. W wyniku korozyjnego oddziaływania środowiska następuje głównie niszczenie metali, niekiedy zachodzi również niszczenie tworzyw niemetalicznych takich, jak materiały budowlane i tworzywa sztuczne.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się ze skutkiem występowania kwaśnych opadów atmosferycznych, jakim jest zjawisko korozji metali.

Odczynniki i roztwory: stężony H_2SO_4 , HNO_3 , HCl i H_3PO_4 , gwoździe żelazne, NaCl , NaNO_2 , KSCN , $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, Pozostałe roztwory:

1. Tiocyjanian potasu (KSCN), 20% roztwór. Przygotowujemy 200 mL 20% wodnego roztworu zakwaszonego kwasem solnym do wartości $\text{pH} = 2,0$.
2. Kwas solny, roztwór 2 mol/L.
3. Roztwór podstawowy żelaza(III): 1 mg Fe/ml. Odważamy 8,6350 g siarczanu(VI) amonu i żelaza(II) $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ i rozpuszczamy w wodzie z dodatkiem 5 mL stężonego H_2SO_4 , po czym mieszając, rozcieńczamy roztwór w kolbie miarowej do obj. 1 L.

Sprzęt laboratoryjny: zlewka o poj. 100 mL (1 szt.), lejek (1 szt.), pipety jednomiarowe o poj. 50 mL (7 szt.), pipety wielomiarowe o poj. 1 mL (1 szt.), 2 mL (1 szt.), 5 mL (9 szt.) i 10 mL (1 szt.), zlewki poj. 250 mL (7 szt.), papier ścierny, kolby miarowe o poj. 50 ml (13 szt.), o poj. 100 mL (1 szt.).

Aparatura pomiarowa: spektrofotometr SPECOL.

SPOSÓB WYKONANIA

Doświadczenie 1. *pH opadów atmosferycznych*

Pobrać próbkę wody opadowej o takiej wielkości, aby po przesączeniu objętość roztworu wynosiła nie mniej niż 30 mL. Po przesączeniu próbki wstawić do niej termometr, a w tym samym czasie skalibrować pehametr. Do kalibracji T wziąć wartość odczytaną z termometru. Zmierzyć pH badanej próby.

Doświadczenie 2. *Badanie wpływu środowiska korozyjnego na szybkość przebiegu procesu korozji*

Przygotujemy 21 gwoździ, które po oczyszczeniu papierem ściernym i odtłuszczeniu acetonem zanurzamy w zlewkach zawierających odpowiednio 50 mL:

- 1) wodnego roztworu H_2SO_4 o $\text{pH}=4,5$;
- 2) wodnego roztworu HNO_3 o $\text{pH}=4,5$;
- 3) wodnego roztworu HCl o $\text{pH}=4,5$;
- 4) 3% wodnego roztworu NaCl ;
- 5) 3% wodnego roztworu NaNO_2 ;
- 6) wody wodociągowej;
- 7) wody destylowanej.

Wartości pH stosowanych kwasów odpowiadają średniej wartości pH opadu atmosferycznego rejestrowanego na terenie naszego kraju. Z kolei obserwujemy zachodzące w próbkach zmiany co 30 min (po 30 i 60 min) od momentu zanurzenia w roztworze. Następnie pobieramy po 5 mL roztworu i oznaczamy w nim zawartości żelaza metodą tiocyjanianową (rodankową) – doświadczenie 3, pkt. b).

Doświadczenie 3. *Oznaczanie zawartości żelaza metoda tiocyjanianową (rodankowa)*

a) Sporządzenie krzywej wzorcowej

Przygotować 100 mL **roztworu roboczego** Fe(III) o stężeniu $1 \cdot 10^{-2}$ mg/mL przez rozcieńczenie **roztworu podstawowego** Fe(III) o stężeniu 1 mg P/mL.

Do 6 kolbek miarowych o pojemności 50 mL wprowadzić odpowiednio 0,0 (ślepa próba) 0,1; 0,5; 2,5; 5,0; 7,0 mL roztworu roboczego Fe(III) , 5 ml roztworu tiocyjanianu potasu (1), 2 mL 2 mol/L HCl (2) i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Po wymieszaniu mierzymy absorbancję barwnego roztworu przy długości fali $\lambda = 495$ nm, stosując roztwór ślepej próby jako odnośnik.

b) Oznaczanie Fe(III) w badanej próbce (z doświadczenia 2)

Do 7 kolb miarowych o pojemności 50 mL wprowadzić 5 mL badanego roztworu, 5 mL roztworu tiocyjanianu potasu (1), 2 mL 2 mol/L HCl (2) i uzupełniamy wodą destylowaną do kreski. Po wymieszaniu mierzymy absorbancję barwnego roztworu przy długości fali $\lambda = 495$ nm, stosując roztwór ślepej próby jako odnośnik.

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Notujemy wyniki obserwacji i podajemy wytłumaczenie zaobserwowanych zjawisk. Sporządzamy wykresy krzywej wzorcowej oznaczania żelaza oraz zależności stężenia żelaza w roztworze w funkcji czasu dla stosowanych środowisk korozyjnych. Notujemy dokonane spostrzeżenia.

ĆWICZENIE 3

WPLYW KWAŚNEGO OPADU ATMOSFERYCZNEGO NA ROŚLINNOŚĆ

UWAGA: Doświadczenie 1. WYKONUJEMY TYDZIEŃ PRZED PLANOWANYM WYKONANIEM ĆWICZENIA. PRZYNOSIMY ZIELONE LIŚCIE KWIATÓW BĄDŹ DRZEW !!!

Opady atmosferyczne to produkty kondensacji i krystalizacji pary wodnej występującej w atmosferze, które opadając na powierzchnię Ziemi pod wpływem sił grawitacji, pochłanianą gazowe składniki atmosfery i wypłukują zawieszony w niej pyły, aerozole atmosferyczne). Na obszarach prawie całej Europy występują opady, których wartość pH zawiera się w przedziale wartości 4-4,5. Oznacza to, że są one około dziesięciokrotnie bardziej kwaśne niż tzw. normalny deszcz. Zagadnienie kwaśnych opadów atmosferycznych zaliczane jest do najtrudniejszych problemów związanych z przenikaniem do atmosfery zanieczyszczeń. Kwaśne opady powodują m.in. szereg negatywnych następstw w ekosystemach leśnych.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z zagadnieniem wpływu kwaśnego opadu atmosferycznego na roślinność.

Odczynniki i roztwory: rozcieńczone roztwory kwasów nieorganicznych (H_2SO_4 , HNO_3 , HCl) imitujące składniki kwaśnego opadu atmosferycznego; aceton.

Sprzęt laboratoryjny: moździerz porcelanowy lub parowniczkę (4 szt.), kolby stożkowe o poj. 50 mL (4 szt.), zlewki o poj. 100 mL (4 szt.), szalki Petriego (4 szt.), tygiel Schotta G-4, zestaw do sączenia pod próżnią, cylinder o poj. 25 mL (2 szt.), łyżeczka plastikowa.

Aparatura pomiarowa: spektrofotometr SPECOL.

SPOSÓB WYKONANIA

Doświadczenie 1. *Przygotowanie próbek roślin w warunkach symulujących działanie kwaśnego opadu atmosferycznego*

Przyniesiony materiał odważamy na 4 równe porcje (np. 1g) i umieszczamy je odpowiednio w zlewkach do których wprowadzamy odpowiednio po 25 mL roztworów H_2SO_4 , HNO_3 , HCl i wodę destylowaną. Tak przygotowany materiał przykrywamy szalkami Petriego i przechowujemy w szafie do następnych ćwiczeń.

Doświadczenie 2. *Przygotowanie próbek do przeprowadzenia oznaczenia zawartości chlorofilu*

Próbki wyjmujemy z roztworów i osuszamy bibułą bądź ręcznikiem. Następnie odpowiednio umieszczamy je w moździerzach porcelanowych, gdzie dodajemy do nich po 10 mL wody destylowanej i rozcieramy je aż do uzyskania jednolitej papki. Tak przygotowany materiał przenosimy ilościowo do kolb Erlenmayera o poj. 50 mL, zalewamy 20 ml acetonu, po czym wytrząsamy przez 3-5 min. Otrzymane roztwory odsączamy na tyglu typu Schotta G-4, przenosimy odpowiednio do zlewek, następnie oznaczamy w nim zawartość chlorofilu.

Doświadczenie 3. *Oznaczanie zawartości chlorofilu*

Próbkę roztworu otrzymanego po odsączeniu wprowadzamy do kuwety pomiarowej, po czym umieszczamy ją w okienku pomiarowym spektrofotometru i dokonujemy pomiaru absorbancji barwnego roztworu przy długości fali $\lambda=666$ nm. Jako odnośnik stosujemy aceton.

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Po wykonaniu zadań sporządzamy sprawozdanie, w którym opisujemy dokonane spostrzeżenia i zamieszczamy wyniki pomiarów wraz z komentarzem.

ĆWICZENIE 4

ZANIECZYSZCZENIA POWIETRZA POWSTAJĄCE PODCZAS SPALANIA SYNTETYCZNYCH POLIMERÓW ORGANICZNYCH

Większość znanych i będących w powszechnym użyciu tworzyw sztucznych, po zakończeniu cyklu życia trafia na składowiska odpadów. Znaczne ilości odpadowych tworzyw sztucznych poddaje się spalaniu. Proces ten, gdy jest realizowany w odpowiednich instalacjach z jednoczesnym wykorzystaniem powstałej energii cieplnej określa się mianem recyklingu energetycznego. Tworzywa sztuczne zawierają wiele rozmaitych dodatków, które są uwalniane podczas spalania, powodując zanieczyszczenie środowiska (atmosfery, wód powierzchniowych i gleby). W wyniku niekontrolowanego przebiegu procesu spalania mogą tworzyć się rozmaite toksyczne substancje, a wśród nich niezwykle toksyczne dioksyny. Produkty spalania syntetycznych polimerów stanowią substraty wtórnych aerozoli atmosferycznych i kwaśnych opadów atmosferycznych.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z problemem spalania odpadów tworzyw sztucznych i sposobami unieszkodliwiania produktów ich spalania.

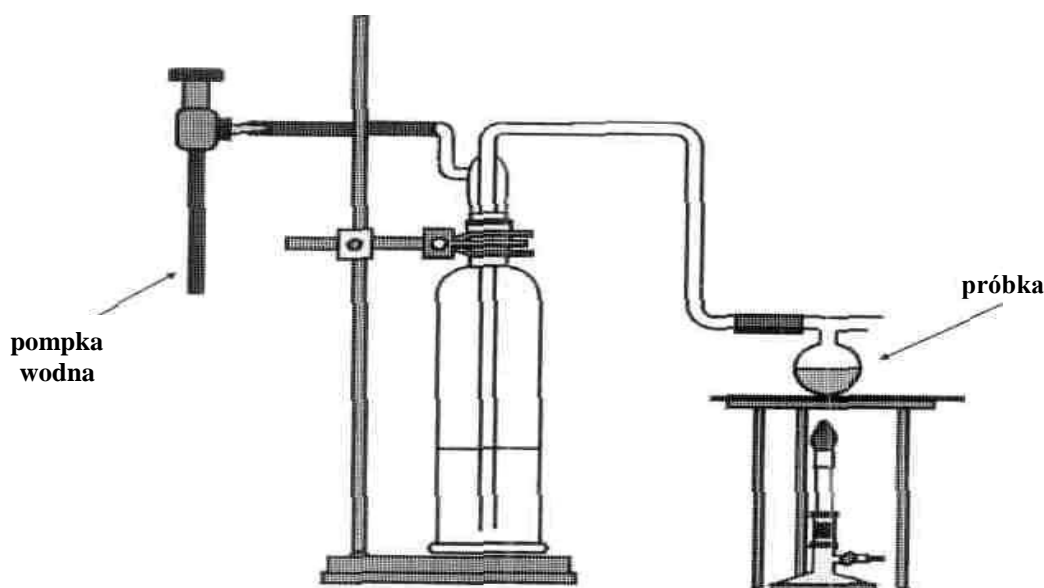
Odczynniki i roztwory: próbka polichlorku winylu (PVC); 0,05 M AgNO_3 ; 1 M NaOH; 0,2 M HNO_3 ; K_2CrO_4 ; fenoloftaleina, marmur (CaCO_3), wstążka Mg, kolorowy papier, nylon.

Sprzęt laboratoryjny: statyw z probówkami (ok. 5 probówek), pipeta jednomiarowa o poj. 25 mL (1 szt.), pipeta wielomiarowa o poj. 5 mL (1 szt.), kolba stożkowa o poj. 250 mL (3 szt.), cylinder o poj. 100 mL (1 szt.), bagietki szklane (1 szt.), biureta, łapa drewniana, zestaw do spalania PVC.

SPOSÓB WYKONANIA

Doświadczenie 1. Spalanie polichlorku winylu (PVC)

Zmontuj pod dygestorium zestaw do przeprowadzenia spalania zgodnie z rys. 1. Próbkę PVC kroimy na drobne kawałki, odważamy do zlewki 1g a następnie przenosimy do kolby okrągłodennej. Do płuczki wprowadzamy 100 mL wody destylowanej. Po uruchomieniu próżniowej pompki wodnej ogrzewamy palnikiem próbkę polichlorku winylu PVC, doprowadzając do jej zapalenia. Ogrzewanie kontynuujemy do chwili ustania wydzielania się dymu (ok. 5 min).



Rys. 1. Zestaw do oznaczania, ilości wydzielonego HCl w wyniku spalania PVC

Doświadczenie 2. Oznaczanie wydzielonego HCl metodą miareczkowania argentometrycznego

Miareczkowanie przeprowadza się w roztworze obojętnym lub lekko alkalicznym (pH 6,5÷10). 25 mL badanego roztworu przenieść do kolby stożkowej o pojemności 250 mL. Jeśli badany roztwór ma odczyn kwaśny (sprawdzić papierkiem wskaźnikowym), dodać kilka kropeł fenoloftaleiny i wprowadzać kroplami 1 M roztwór NaOH, dopóki nie wystąpi różowe zabarwienie. Następnie dodać kroplami 0,2 M HNO₃ aż do zupełnego zniknięcia zabarwienia fenoloftaleiny. Wówczas dodać 1 kroplę (małą) K₂CrO₄ i powoli miareczkować 0,1 M roztworem AgNO₃ do pojawienia się pierwszego zabarwienia o odcieniu czerwono-brunatnym pochodzącym od powstającego osadu Ag₂CrO₄ na tle białego osadu AgCl. Miareczkowanie należy wykonać w 3 powtórzeniach.

Doświadczenie 3. *Badanie rodzaju wydzielonego gazu i jego działania na wybrane materiały*

Powstały w płuczce roztwór stosujemy do przeprowadzenia następujących prób:

- 1) pomiaru wartości pH roztworu,
- 2) do probówki wprowadzamy 3 mL badanego roztworu i dodajemy kilka kropeł roztworu AgNO_3 ,
- 3) w probówkach umieszczamy odpowiednio kawałek marmuru, wstążkę Mg i dodajemy do każdej z nich po 5 mL badanego roztworu i ogrzewamy łagodnie palnikiem, obserwując zachodzące zmiany,
- 4) badanie działania pobranego z płuczki roztworu na kolorowy papier i nylon.

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Po wykonaniu zadań opisujemy dokonane spostrzeżenia oraz podajemy wyniki przeprowadzonych oznaczeń. Zapisujemy równania zachodzących reakcji i przedstawiamy wszystkie obliczenia. Zawartość wydzielonego HCl podczas spalania 1 g PVC podajemy w %.

ĆWICZENIE 5

OZNACZANIE OGÓLNEGO WĘGLA ORGANICZNEGO (OWO)

METODĄ MIARECZKOWANIA

UWAGA: DO WYKONANIA TEGO ĆWICZENIA NIEZBĘDNA JEST PRÓBKA WODY RZECZNEJ !!!

Pod pojęciem OWO rozumie się sumaryczną zawartość węgla organicznego, pochodzącą z materii rozpuszczonej oraz zawieszanej w próbce. Pomiar ogólnego węgla organicznego to badanie niespecyficzne, co oznacza, że za jego pomocą nie zostaną oznaczone konkretne związki chemiczne (większość próbek to złożone mieszaniny zawierające tysiące różnych organicznych związków węgla). Zamiast tego OWO pozwala określić całkowitą ilość węgla organicznego wchodzącego w skład tych związków.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z pomiarem ogólnego węgla organicznego w próbkach środowiskowych.

Odczynniki i roztwory: 0,05 M roztwór $K_2Cr_2O_7$; mieszanina stężonych kwasów $H_3PO_4+H_2SO_4$ (1+5); roztwór soli Mohra; roztwór dwufenyloaminy; st. H_2SO_4 ; st. H_3PO_4 .

Sprzęt laboratoryjny: pipeta wielomiarowa o poj. 25 mL (1 szt.), kolba stożkowa o poj. 250 mL (3 szt.), biureta, cylinder o poj. 100 mL (1 szt.), kamyczki wrzenne.

SPOSÓB WYKONANIA

Doświadczenie 1. *Oznaczenie stężenia roztworu $K_2Cr_2O_7$*

Do trzech kolb stożkowych dodać 10 mL roztworu $K_2Cr_2O_7$ o nieznanym stężeniu, roztwór rozcieńczyć do ok. 50 mL i zakwasić 10 mL mieszaniny stężonych kwasów $H_3PO_4+H_2SO_4$ (1+5). Roztwór miareczkować roztworem soli Mohra do zaniku żółtej barwy jonów dwuchromianowych po czym dodać 3 krople dwufenyloaminy jako wskaźnika i miareczkować dalej do zmiany zabarwienia z niebiesko-zielonego (fioletowo-zielonego) do zielonego (zmiana barwy jest wyraźnie widoczna i powstaje od jednej kropli titranta).

Doświadczenie 2. *Wykonanie oznaczenia*

Butelkę zawierającą badaną wodę mocno wstrząsnąć, następnie do 3 kolb stożkowych o poj. 250 mL odmierzyć cylindrem po 100 mL badanej wody, dodać po 2,5 mL stężonego H_2SO_4 oraz 20 mL roztworu $K_2Cr_2O_7$ o znanym stężeniu (wyznaczonym w doświadczeniu 1). Kolby ustawić bezpośrednio na płytce elektrycznej (zimnej!), wrzucić do roztworu 2 kamyczki wrzenne, wstawić do szyjek kolb lejki i nastawić płytkę na 5-ty stopień ogrzewania. Zawartość kolby ogrzać do wrzenia i w stanie lekkiego wrzenia utrzymywać jeszcze ok. 20 min (aż wszystkie substancje organiczne zostaną rozłożone - zanik brunatnego zabarwienia zwęglonych cząstek). Należy unikać nadmiernego odparowania cieczy, ponieważ w zbyt stężonym roztworze kwasu siarkowego może nastąpić częściowy rozpad kwasu chromowego. Po całkowitym rozłożeniu substancji, zawartość kolb oziębnić i odmiareczkować nadmiar $K_2Cr_2O_7$. W tym celu do kolb dodać 2,5 mL stężonego H_3PO_4 , i miareczkować roztworem soli Mohra. Pod koniec miareczkowania dodać 3 krople dwufenyloaminy (tak jak w przepisie w doświadczeniu 1).

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Obliczyć stężenie roztworu dwuchromianu potasu, jeżeli stężenie soli Mohra wynosi $0,2 \text{ mol/dm}^3$.

Ilość węgla organicznego w badanej wodzie obliczyć przyjmując, że:

1 mol $K_2Cr_2O_7$ „spala” 36 g czystego węgla.

Według zarządzenia Ministra ilość węgla organicznego w ściekach odprowadzanych do wód nie może przekraczać 40 mgC/L. Zawartość OWO w wodach naturalnych nie jest limitowana.