

ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΑΠΟΒΛΗΤΟΥ ΧΗΜΙΚΕΣ ΑΝΑΛΥΣΕΙΣ

ΕΛΕΝΗ ΔΗΜΗΤΡΙΟΥ ΓΕΩΡΓΙΟΥ

ΧΗΜΙΚΟΣ 1^{ης} ΤΑΞΗΣ

Εργ. Περιβαλλοντικής

Χημείας ΙΙ και Ελέγχου Αποβλήτων

ΓΕΝΙΚΟ ΧΗΜΕΙΟ

Σκόπος είναι η

- Αναφορά στις μεθόδους
- Χειρισμός δειγμάτων
- Επισήμανση σημαντικών σημείων
- Έλεγχος Ποιότητας αποτελεσμάτων

↓
Σωστά αποτελέσματα

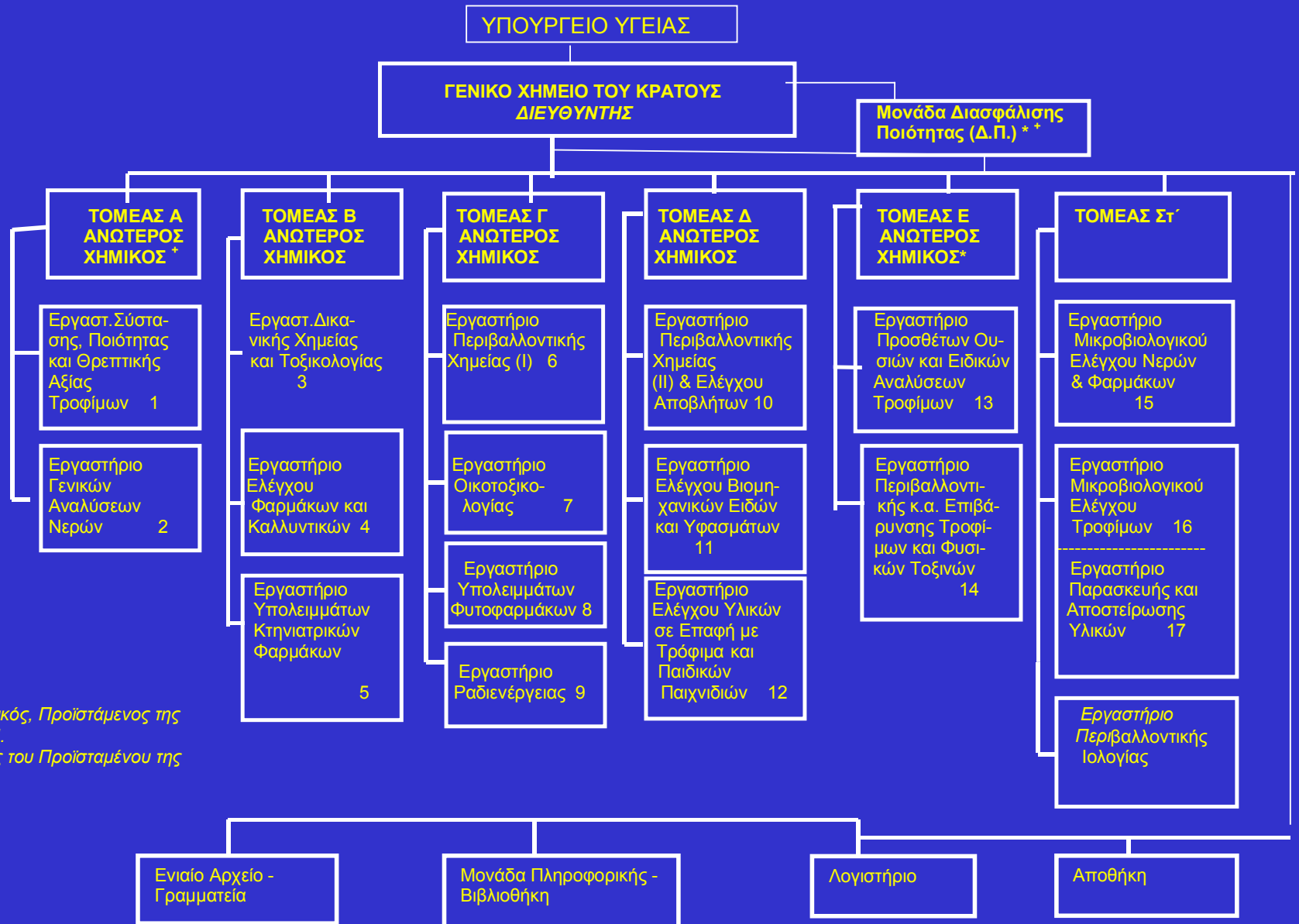
↓
Σωστές αποφάσεις

↓
Λήψη μέτρων

ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΥΓΕΙΑΣ



ΓΕΝΙΚΟ ΧΗΜΕΙΟ



* Ανώτερος Χημικός, Προϊστάμενος της Μονάδας Δ. Π.
 † Αντικαταστάτης του Προϊσταμένου της Μονάδας Δ. Π.

;

Στόχοι του ΓΧΚ.

- Πρόληψη και επίλυση προβλημάτων ασφάλειας και ποιότητας τροφίμων, περιβάλλοντος, φαρμάκων και υδάτινων πόρων.
- Παροχή αξιόπιστων αποτελεσμάτων .
- Συμμόρφωση με την Νομοθεσία.

Συνεργασίες

- Κυβερνητικά Τμήματα
- Υπηρεσίες
- Οργανισμούς
- Ιδιωτικό Τομέα

Συνεργασία με το Τμήμα Αναπτύξεως Υδάτων

- Εφαρμογή προγραμμάτων ελέγχου λειτουργίας Βιολογικών Σταθμών

Εργαστήριο Περιβαλλοντικής Χημείας II και Ελέγχου Αποβλήτων

Στόχος

- Ορθά Αξιόπιστα Αποτελέσματα

Παράγοντες

- Ανθρώπινο Δυναμικό
- Περιβαλλοντικές Συνθήκες
- Μέθοδοι Δοκιμών
- Εξοπλισμός
- Δειγματοληψία και χειρισμός δειγμάτων

Απόβλητα Δευτεροβάθμιας και Τριτοβάθμιας Επεξεργασίας

Βασικές Παράμετροι Ελέγχου

BOD₅

COD

Αιωρούμενα Στερεά (SS)

pH

Conductivity

Ανιόντα

Μέταλλα

Άζωτο

Βόριο

Επομένως σημαντικό είναι να γίνεται:

- σωστή δειγματοληψία
- σωστή διαχείριση του δείγματος
- εφαρμογή πρότυπων ή επικυρωμένων μεθόδων
- εφαρμογή συστήματος ελέγχου ποιότητας
 - εσωτερικό ή και
 - εξωτερικό

DETERMINATION	CONTAINER	PRESERVATION	MAXIMUM STORAGE RECOMMENDED
BOD	P,G	REFRIGERATE	6hr
COD	P,G	ANALYZE AS SOON AS POSSIBLE OR ADD H ₂ SO ₄ TO pH<2, REFRIGERATE	7d
CHLORIDE	P,G	NONE REQUIRED	NS
METALS	P(A),G(A)	ADD HNO ₃ TO pH<2	6months
NITRATE	P,G	ANALYZE AS SOON AS POSSIBLE REFRIGERATE	48hr
NITROGEN-KJELDAHL	P,G	ADD H ₂ SO ₄ TO pH<2, REFRIGERATE	7d
TOTAL PHOSPHOROUS	P,G	ADD H ₂ SO ₄ TO pH<2, REFRIGERATE	28d
SOLIDS	P,G	REFRIGERATE	7d

BOD₅ -Βιοχημικά Απαιτούμενο Οξυγόνο

Είναι το βιοχημικά απαιτούμενο οξυγόνο το οποίο απαιτείται, κάτω από ειδικές συνθήκες επώασης, για την βιοχημική διάσπαση της οργανικής ύλης από μικροοργανισμούς και το οξυγόνο το οποίο χρησιμοποιείται για την οξείδωση ανόργανων ουσιών όπως θειούχων, δισθενούς σιδήρου και μορφών αζώτου.

Εκφράζεται σαν BOD₅ O₂ mg/L.

CBOD₅ -Carbonaceous BOD₅

- Προσθήκη Nitrogen Inhibitor
Παρεμπόδιση της Οξείδωσης μορφών
αζώτου

BOD₅ (1)

Δειγματοληψία

- Φυάλη πλήρης
- Διατήρηση στους $<4^{\circ}\text{C}$
- Ανάλυση εντός 24hr

Διαδικασία

- Δείγμα $\rightarrow 20\pm 1^{\circ}\text{C}$
 $\rightarrow \text{pH } 6.5-7.5$
- Νερό αραιώσεως $20\pm 3^{\circ}\text{C}$
- Φυάλες BOD₅ $\rightarrow 300\text{ml}$
- Μέτρηση διαλυμένου οξυγόνου
- Αεροστεγώς
- Επώαση στους $20\pm 1^{\circ}\text{C}$ για 5 μέρες $\pm 2\text{h}$

BOD₅ (2)

Νερό αραιώσεως

- Απεσταγμένο νερό και προσθήκη
- θρεπτικών συστατικών
 - MgSO₄
 - CaCl₂
 - FeCl₃
- ρυθμιστικό διάλυμα pH 7.2
- μικροοργανισμών
- εμπλουτισμός με οξυγόνο

BOD₅ (3)

Σημαντικά σημεία

- Παρουσία υπολειμματικού χλωρίου
- Καθαριότητα φυάλων
- Παρουσία αιωρούμενων στερεών
- Έλεγχος θερμοκρασιών
 - Δείγματος $20\pm 1^{\circ}\text{C}$
 - Νερού αραιώσεως $20\pm 3^{\circ}\text{C}$
 - Επωαστήρα $20\pm 1^{\circ}\text{C}$
 - Καθαρισμός ηλεκτροδίου

BOD₅ (4)

Έλεγχος Ποιότητας

- Λευκά (νερό αραιώσεως)
- Standard Check Solution: μείγμα γλουταμικού οξέος και γλυκόζης
- Πιστοποιημένα διαλύματα αναφοράς
- Συμμετοχή σε προγράμματα διεργαστηριακού ελέγχου π.χ Aquacheck

COD- Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο

Χημικά απαιτούμενο οξυγόνο ορίζεται ως η ποσότητα οξειδωτικού το οποίο αντιδρά με το δείγμα κάτω από συγκεκριμένες συνθήκες και οξειδώνει οργανικές και ανόργανες ουσίες.

Η ποσότητα η οποία χρησιμοποιείται εκφράζεται ως οξυγόνο O_2 mg/L.

COD (1)

Δειγματοληψία

Το δείγμα αναλύεται το συντομότερο δυνατόν μετά την δειγματοληψία. Αν αυτό δεν είναι εφικτό οξινίζεται ($\text{pH} < 2$) και μπορεί να διατηρηθεί στο ψυγείο έως 5 μέρες .

COD (2)

Διαδικασία

- Δείγμα

και προσθήκη

- θειϊκού οξέως
- θειϊκού υδραργύρου
- Προτύπου διαλύματος διχρωμικού καλλίου
- Θέρμανση open Reflux 2ώρες
- Τιτλοδότηση περίσσειας διχρωμικού καλλίου

COD (3)

Παρουσία χλωριούχων

Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται σε δείγματα τα οποία περιέχουν στο στάδιο της ανάλυσης χλωριούχα $<2000\text{mg/L}$.

Προστίθεται HgSO_4 για την δέσμευση των χλωριούχων αλλά αυτό δεν μπορεί να χρησιμοποιηθεί σε αναλογία μεγαλύτερη

$\text{HgSO}_4:\text{Cl}^-$ 10:1

COD (4)

Έλεγχος Ποιότητας

- Πρότυπο διάλυμα Potassium Hydrogen Phthalate
- Πιστοποιημένο διάλυμα αναφοράς
- Συμμετοχή σε πρόγραμμα Διεργαστηριακού Ελέγχου Ποιότητας (Aquacheck)

Ολικά Αιωρούμενα Στερεά (SS)

Αρχή της μεθόδου

Το δείγμα φιλτράρεται μέσω φίλτρου glass-fiber και το υπόλειμμα στο φίλτρο ξηραίνεται σε σταθερό βάρος στους 103-105°C

Ολικά Αιωρούμενα Στερεά (1)

Διαδικασία

- Φίλτρο Glass Fiber, μέγεθος πόρου 1.2 μm
 - ξεπλένεται
 - 103-105°C
 - ζυγίζεται σε σταθερό βάρος
- Δείγμα
 - αναδεύεται
 - φιλτράρεται γνωστό μέρος του υπό συνεχή ανάδευση δείγματος
 - ξεπλένεται με απεσταγμένο νερό 3 φορές (10 ml)
 - ξήρανση (103-105°C)
 - ζυγίζεται σε σταθερό βάρος

Ολικά Αιωρούμενα Στερεά (2)

Σημαντικά σημεία

- Ποιότητα φίλτρων
- Παρουσία πολλών στερεών
- Ζυγός

Ολικά Αιωρούμενα Στερεά (3)

Έλεγχος Ποιότητας

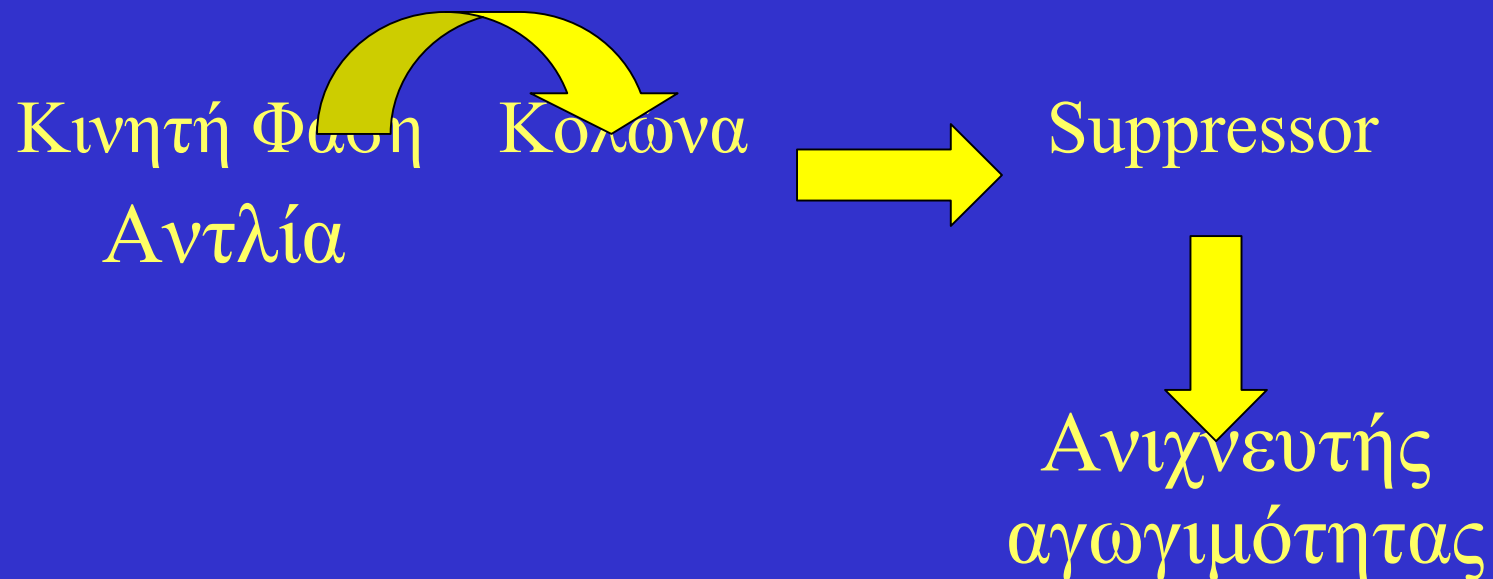
- Ανάλυση διπλών δειγμάτων 10%
- Συμμετοχή σε πρόγραμμα διεργαστηριακού ελέγχου ποιότητα (Aquacheck).

Ανιόντα (1)

Ιοντική χρωματογραφία

Αρχή λειτουργίας

Δείγμα



Ανιόντα (2)

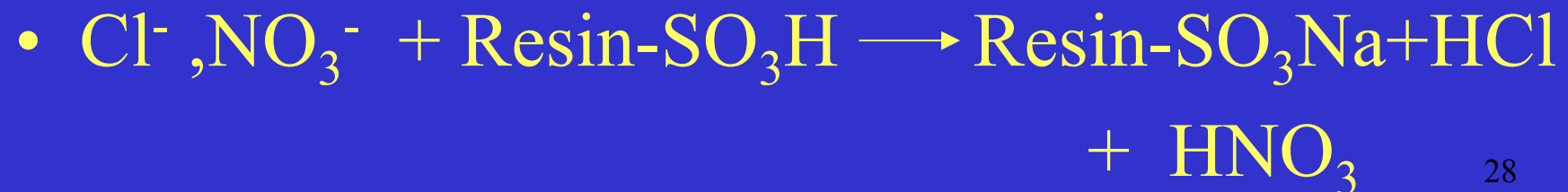
Χρωματογραφική κολώνα :υλικό πλήρωσεως ion exchanger-alkyl quaternary ammonium

Suppressor

Κινητή Φάση



Ανιόντα



Ανιόντα (3)

Έλεγχος Ποιότητας

- Χρήση πιστοποιημένων διαλυμάτων αναφοράς
- Συμμετοχή σε πρόγραμμα διεργαστηριακού ελέγχου ποιότητας

Ανιόντα (4)

Σημαντικά σημεία

- Συντήρηση κολώνας
- Απομάκρυνση αιωρούμενων στερεών
- Ψηλά επίπεδα ανιόντων
Επιβάρυνση κολώνας

Προσδιορισμός Μετάλλων (1)

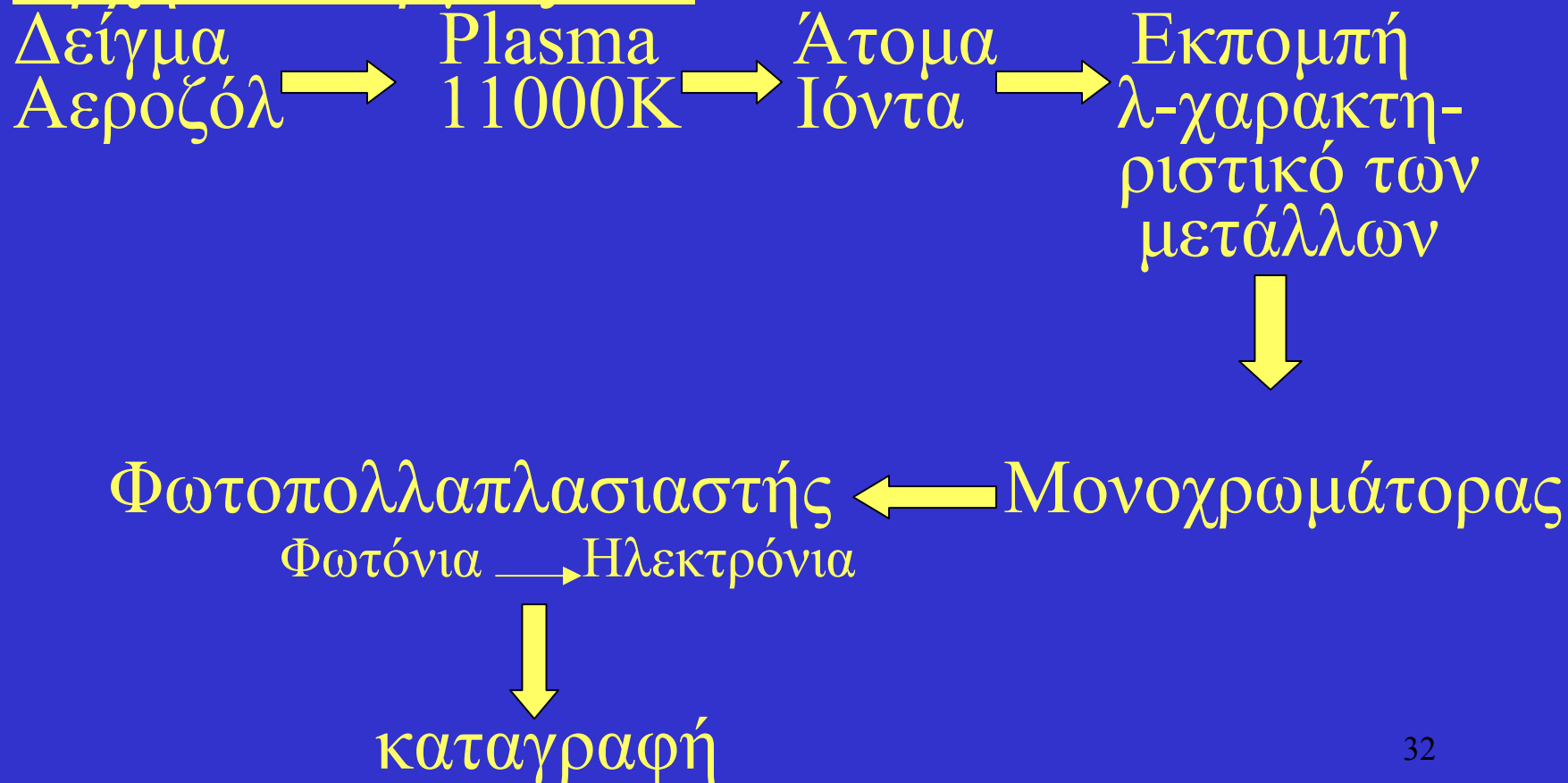
- Επεξεργασία

Δείγμα \longrightarrow χώνευση με πυκνό νιτρικό
οξύ

- Μέτρηση \longrightarrow ICP

Προσδιορισμός Μετάλλων (2)

Αρχή λειτουργίας ICP



Προσδιορισμός Μετάλλων (3)

Τι είναι plasma

Είναι μείγμα ιόντων αργού και ηλεκτρονίων τα οποία βρίσκονται σε ψηλή θερμοκρασία (11000K) και δημιουργούνται με την συνεχή ροή αργού μέσα σε ένα RF magnetic field.

Η κίνηση των ιόντων και ηλεκτρονίων στο μαγνητικό πεδίο έχει σαν αποτέλεσμα την αύξηση της θερμοκρασίας

Προσδιορισμός Μετάλλων (4)

Το δείγμα εισάγεται σε μορφή αεροζόλ.
Δημιουργούνται ιόντα τα οποία εκπέμπουν
ενέργεια συχνότητας χαρακτηριστικής του
μετάλλου.

Προσδιορισμός Μετάλλων (5)

Διαδικασία

- Επεξεργασία δείγματος
Χώνευση
- Βαθμονόμηση του ICP
- Έλεγχος Ποιότητας

Προσδιορισμός Μετάλλων (6)

Σημαντικά Σημεία

- καθαρότητα οξέος
- καθαρισμός γυαλικών

Έλεγχος Ποιότητας

- Λευκά -reagent blanks
- Διπλά δείγματα
- Χρήση πιστοποιημένων διαλυμάτων αναφοράς

N-Kjeldahl (1)

Protein-N



Αμμωνία

+Βάση(NaOH)
απόσταξη NH₃

Boric Acid

Back titration με πρότυπο
διάλυμα υδροχλωρικού
οξέος

N-Kjeldahl (2)

Αρχή της μεθόδου

Στην παρουσία πυκνού θειϊκού οξέος, θειϊκού καλλίου και καταλύτη το πρωτεϊνικό άζωτο και η ελεύθερη αμμωνία μετατρέπονται σε θειϊκό αμμώνιο. Μετά την προσθήκη βάσης η αμμωνία αποστάζεται και συλλέγεται σε βορικό οξύ.

Ακολούθως τιτλοδοτείται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος

N-Kjeldahl (3)

Σημαντικά σημεία

- Προσοχή στην χώνευση
 - Ψηλά επίπεδα αλάτων
 - Θερμοκρασία $>400^{\circ}\text{C}$
 - Απώλειες

Για αποφυγή αύξηση της θερμοκρασίας γίνεται προσθήκη περισσότερου θειϊκού.

Ολικός Φωσφόρος (1)

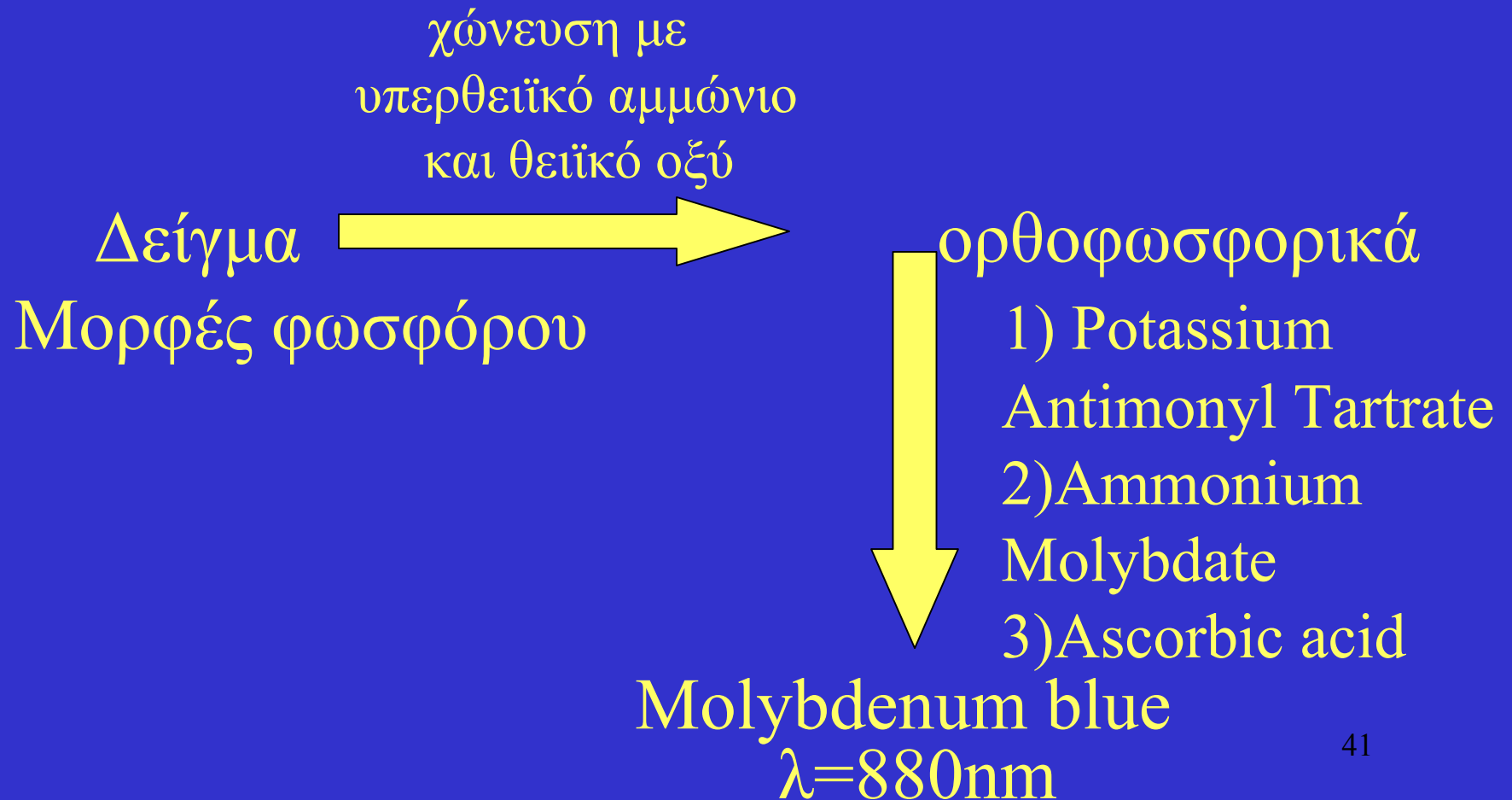
Ολικός φωσφόρος περιλαμβάνει μορφές φωσφόρου οι οποίες υπάρχουν διαλυμένες στο δείγμα ή στα αιωρούμενα στερεά όπως:

- πολυφωσφορικά
- οργανοφωσφορικά
- ορθοφωσφορικά
- πυροφωσφορικά

Ολικός Φωσφόρος (2)

Αρχή της μεθόδου

Διαδικασία



Ολικός Φωσφόρος (3)

Έλεγχος Ποιότητας

1) Δείγμα → Λευκά → Πιστοποιημένο



2) Διεργαστηριακό πρόγραμμα ελέγχου ποιότητας