

SUCHA POZOSTAŁOŚĆ SZYBCIEJ WYGODNIEJ ZA POMOCĄ WAGOSUSZARKI



Sucha pozostałość i substancje rozpuszczalne to parametry, które jeszcze niedawno należały do grupy wskaźników charakteryzujących jakość wody do spożycia, wód powierzchniowych oraz ścieków odprowadzanych do wód i gleby. Obecnie znaczenie prawne tych parametrów wyraźnie zmalało. Normatywy suchej pozostałości lub substancji rozpuszczalnych na określone zaledwie w kilku aktach prawnych.

Niniejszy artykuł został opublikowany w pierwszym numerze 2010 roku Kwartalnika Analityka w dziale Praktyka. Autorami artykułu są Marzena Trojanowska, Marta Sikora, Ewelina Figarska oraz Ryszard Świetlik. Firma RADWAG jest partnerem technicznym w zakresie pomiarów wykorzystujących wagosuszarki w ramach współpracy z Katedrą Ochrony Środowiska Politechniki Radomskiej im. K. Pułaskiego.



**RADWAG WAGI ELEKTRONICZNE - LABORATORIUM BADAWCZE
/ KONSULTACJE I WSPARCIE TECHNICZNE /**

26-600 RADOM, ul. Bracka 28
tel.(0-48) 38 48 800 wew. 536, tel./fax. (0-48) 385 00 10
<http://www.radwag.pl>

Sucha pozostałość i substancje rozpuszczalne to parametry, które jeszcze niedawno należały do grupy wskaźników charakteryzujących jakość wody do spożycia, wód powierzchniowych oraz ścieków odprowadzanych do wód i gleby. Obecnie znaczenie prawne tych parametrów wyraźnie zmalało. Normatywy suchej pozostałości lub substancji rozpuszczalnych na określone załedwie w kilku aktach prawnych.

W Rozporządzeniu Ministra Środowiska w sprawie sposobu klasyfikacji stanu jednolitych części wód powierzchniowych z 20 sierpnia 2008 r. określono wartości graniczne substancji rozpuszczalnych dla wód płynących jedynie dla klasy I -500 mg/l i klasy drugiej – 800 mg/l, natomiast w Rozporządzeniu Ministra Zdrowia w sprawie naturalnych wód mineralnych, naturalnych wód źródlanych i wód stołowych zawartość substancji mineralnych oznaczana jako sucha pozostałość jest podstawą klasyfikacji wód mineralnych:

- Wody niskomineralizowane < 500 mg/l
- Wody średniminerlizowane 500 – 1000 mg/l
- Wody wysokomineralizowane >1500 mg/l

Jednym z parametrów dopuszczających odpady do składowania na składowiskach określonej kategorii jest wartość stężenia substancji rozpuszczalnych w ekstraktach wodnych uzyskiwanych w znormalizowanych badaniach wymywalności. Zakres wartości granicznych jest bardzo szeroki od 2500 mg/kg do 100 000 mg/kg odpadu.

Z drugiej strony nawet pobieżny przegląd stron internetowych laboratoriów działających w obszarze badań środowiskowych prowadzi do przekonania, że nadal istnieje zapotrzebowanie na oznaczanie suchej pozostałości i substancji rozpuszczonej. Laboratoria wykonują te oznaczenia wg uchylonej normy PN-78 C-04541 lub procedur własnych.

Zgodnie z Polską Normą oznaczanie polega na odparowaniu w parownicy, wysuszonej do stałej masy, takiej objętości wody, aby pozostałość po odparowaniu mieściła się w granicach 10 – 250 mg, a następnie wysuszeniu jej do stałej masy w temp. 105 °C.

Jeżeli pH ścieku jest niższe niż 4,3 lub bardziej alkaliczne niż 10, przed przystąpieniem do badania należy skorygować jego odczyn. Procedura przewiduje stopniowe wprowadzanie próbki analitycznej do parownicy. Inne metodyki, np. opublikowane w wydawnictwach uznanych organizacji (US EPA lub Standards Methods) podają podobne warunki oznaczania, wyjątkiem jest wyższa temperatura suszenia (180 °C) dla oznaczania substancji rozpuszczonych, w przypadku oznaczania suchej pozostałości, temperatura suszenia wynosi 105°C. Długotrwały i dość żmudny tok wagowego oznaczania suchej pozostałości i jednocześnie niewygórowane wymagania odnośnie dokładności i precyzji tych oznaczeń, skierowały naszą uwagę w stronę wykorzystania do tego celu dostępnych na rynku wagosuszarek.

Wagosuszarki są laboratoryjnymi urządzeniami pomiarowymi służącymi do określania masy suchej jak również zawartości wilgoci w wielu rodzajach materiałów. Oznaczanie tych właściwości odbywa się na podstawie pomiaru start masy próbki w czasie jej ogrzewania. Urządzenie precyzyjnie określa początkową masę próbki i zapewnia ciągły pomiar masy podczas intensywnego ogrzewania próbki lampą halogenową. W zależności od struktury próbki, jej wielkości i przepuszczalnej zawartości wilgoci proces suszenia można realizować według wybranego profilu temperaturowego. Wykorzystanie tych użytkowych cech wagosuszarki do wagowego oznaczenia suchej pozostałości wydawało się więc zadaniem możliwym i obiecującym. Doprowadzenie na wstępie naczynka pomiarowego do stałej masy oraz napełnienie go próbką wody, studzenie jej w eksykatorze i ważenie. Urządzenie po odparowaniu próbki wody, utrzymuje zaprogramowaną temperaturę suszenia, aż do osiągnięcia stabilnej masy osadu – odpowiednia informacja pojawi się na wyświetlaczu przyrządu.

W badaniach użyto wagosuszarke MAC 50/1 produkcji RADWAG Wagi Elektroniczne Witold Lewandowski. Urządzenie, którym dysponowaliśmy, miało nośność zwiększoną z 50g do 75g, co umożliwiło korzystanie z typowego szkła laboratoryjnego (szalki Petriego), odparowywanie próbek wody o objętości do 30ml. Stosowano standardowy profil temperaturowy.

Oznaczenia suchej pozostałości przeprowadzana dla próbek sześciu dostępnych w handlu wód mineralnych (Cisowianka, Carrefour, kryniczanka, Muszynianka, Wielka Pieniawa i Źródła Muszyny), wody wodociągowej i roztworu wzorcowego chlorku sodu

$c(\text{NaCl}) = 2000 \text{ mg/l}$. Głównym składnikiem we wszystkich wodach jest anion wodorowęglanowy (500 mg/l – 14000 mg/l). Stężenie siarczanu zmienia się od kilku do 30 mg/l, natomiast stężenie chlorku jest zwykle 2 – 3 razy mniejsze. Stężenie Ca^{2+} w wodzie Wielka Pieniawa nawet 10 razy. Spośród kationów jednowartościowych, stężenie Na^+ utrzymuje się na poziomie kilkudziesięciu mg/l, a stężenie K^+ na poziomie kilku mg/l.

Dla porównania wykonano oznaczenie suchej pozostałości również wg PN-78 C-04541. Całość wyników zebrano w tabeli 1.

Tabela 1. Wyniki oznaczania suchej pozostałości w próbkach wód mineralnych i wody wodociągowej

Rodzaj próbki	Sucha pozostałość [mg/L]	
	PN-78 C-04541	MAC-analizator
Cisowianka	445,3 (SD = 4,6)	486 (SD = 46)
Carrefour	1215 (SD = 22)	1208 (SD = 21)
Kryniczanka	1521 (SD = 39)	1549 (SD = 16)
Muszynianka	1148 (SD = 14)	1189 (SD = 36)
Wielka Pieniawa	904 (SD = 4)	911 (SD = 65)
Źródła Muszyny	1196 (SD = 24)	1225 (SD = 73)
Woda wodociągowa	579 (SD = 12)	537 (SD = 21)
Roztwór $c(\text{NaCl})=2000\text{mg/L}$	2007 (SD = 15)	2020 (SD = 26)

Wyniki oznaczeń uzyskanych według metodyki z udziałem wagosuszarki nie różnią się statystycznie od wartości otrzymanych według procedury odniesienia. Precyzja oznaczeń mieści się w granicach 10%, chociaż wyniki uzyskane za pomocą wagosuszarki charakteryzują się zwykle nieco gorszą precyzją.

Średni odzysk dla roztworu wzorcowego NaCl wynosił 101,0% (100,4% dla procedury wg. PN-78 C-04541). Niewątpliwą zaletą użycia wagosuszarki jest skrócenie czasu oznaczania z 6h do 3h i znacznie mniejsza pracochłonność m. In. Poprzez eliminację 2-3 krotnego studzenia próbki w eksykatorze i ważenia. Czynnikiem ograniczającym użyteczność wagosuszarki jest możliwość jedynie jednorazowego dozowania próbki wody, co eliminuje możliwość oznaczania substancji rozpuszczonych w wodach o niewielkiej mineralizacji (<300 mg/l). Według naszej opinii poszerzenie wyposażenia seryjnych wagosuszarek o specjalne naczynko umożliwiające badanie próbek wody o objętości do 50 ml, stworzyłoby wygodne narzędzie dla laboratoriów wykonujących rutynowe oznaczanie suchej pozostałości z akceptowalną dokładnością i precyzją oraz granicą oznaczalności wystarczającą do badania większości spotykanych wód.

Odpowiadając na sugestie pracowników Politechniki Radomskiej, RADWAG w trakcie badań zastosował aluminiowe szalki, w których mieści się około 50ml wody (wyższe). Dzięki temu, zwiększanie nośności wagosuszarki nie jest konieczne (nie używa się stosunkowo „ciężkich” szalek Petriego). Dlatego badanie można wykonywać na seryjnych urządzeniach, bez konieczności modyfikacji ich do potrzeb konkretnych klientów. Zwiększenie objętości próbki wody podczas badania spowodowało także zwiększenie precyzji oznaczania suchej pozostałości, oraz powtarzalności badań (zwiększenie masy suchej pozostałości po wyparowaniu większej ilości badanej wody).