

Karoliina Anttila

KOAGULAATIO-OLOSUHTEIDEN VAIKUTUS HUMUKSEN
POISTOON

Kemiantekniikan koulutusohjelma
2016

KOAGULAATIO-OLOSUHTEIDEN VAIKUTUS HUMUKSEN POISTOON

Anttila, Karoliina
Satakunnan ammattikorkeakoulu
Kemiantekniikan koulutusohjelma
Toukokuu 2016
Ohjaaja: Hannelius, Timo
Sivumäärä: 28
Liitteitä: 3

Asiasanat: koagulaatio, vedenpuhdistus, orgaaninen aines, humus

TIIVISTELMÄ

Tässä työssä testattiin koagulaatio-olosuhteiden vaikutusta humuksen poistoon. Koagulointi suoritettiin vertaamalla pH:n, koagulointiajan ja koagulointiliuoksen vaikutuksia koagulaation onnistumiseen. Koagulointi tehtiin käyttämällä rautakoagulanttia eli kidevedellisen rauta(III)sulfaatin vesiliuosta. pH-säädöt tehtiin käyttämällä lipeää, jota lisäämällä koagulantin happamaksi tekemä vesi voitiin säätää neutraalimmalle pH-alueelle. Koaguloinnin jälkeen näytteistä mitattiin rautapitoisuus käyttämällä liekkitekniikalla toimivaa atomiabsorptiospektrofotometriä (FAAS). Koaguloituista näytteistä määritettiin myös kemiallinen hapenkulutus COD_{Mn} , joka kuvastaa veden sisältämien orgaanisten aineiden määrää, eli tässä tapauksessa sitä, kuinka paljon humusta on koaguloitu pois vedestä. Happamasta jäännösvedestä poistettiin rautaa saostamalla sitä poltetulla kalkilla CaO. Kalkkisaostuksen jälkeen analysoitiin jälleen rautapitoisuus kalkkisaostuksen tehokkuuden määrittämiseksi. Muuttujina käytettiin koagulantin määrää, pH:ta sekä koagulointiaikaa. Tulosten mukaan parhaiten humusta ja rautaa poistui vedestä säätämällä pH alueelle 5-6. Todettiin, että liuoksen pH-lukua säätämällä humusta saatiin poistettua vedestä todella hyvin. Jos pH:ta ei säädetty ennen koagulointia, saattoi se laskea jopa tasolle 3, jopa hieman alle. Koagulointi oli huomattavasti hitaampaa veden jäädessä sameaksi pitkäksi aikaa. Veden esialkalointi parantaa selvästi humuksen erottumista ja mahdollistaa myös pienempien kalkkimäärien käytön jäännösraudan saostuksessa.

THE EFFECT OF COAGULATION CONDITIONS ON HUMUS REMOVAL

Anttila, Karoliina

Satakunnan ammattikorkeakoulu, Satakunta University of Applied Sciences

Degree Programme in Chemical Engineering

May 2016

Supervisor: Hannelius, Timo

Number of pages: 28

Appendices: 3

Keywords: coagulation, water purification, organic material, humus, NOM

ABSTRACT

The purpose of this thesis was to study the influence of coagulation conditions on the humus removal of natural water. Different process parameters were pH, amount of coagulation solvent and the time used in coagulation. Coagulation was made by using iron(III)sulphate. Adjustments to pH were made by using lye, i.e. sodium hydroxide. These adjustments to pH were made to buffer the acidity of iron coagulant. After coagulation the amount of iron in the water samples was measured by using flame atomic-absorption spectrophotometer (FAAS). Humus content in water was analysed by determining Chemical Oxygen Demand COD_{Mn} . The value of COD_{Mn} reflects the amount of organic material in water, or in this case, the success of coagulation. The excess amount of iron was attempted to be removed by precipitation with lime, i.e. CaO. After precipitation the amount of iron in the water was measured again to determine the efficiency of the iron removal. The results were compared considering the amount of coagulation solvent, pH and the amount of time used in coagulation. According to the results pH has the most impact on coagulation. Optimal pH for humus removal and effective precipitation of residual iron ranges between 5 and 6. In conclusion it can be said that adjustment of pH is essential. It minimizes the need of lime in precipitation of iron and it guarantees the best results in coagulation. Without pH adjustment sedimentation of iron-humus fraction was quite low.

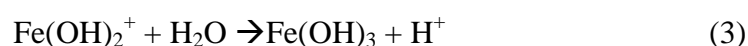
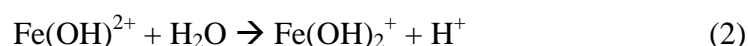
SISÄLLYS

1	JOHDANTO.....	5
2	KOAGULOINTI	7
2.1	Liusten valmistus	7
2.2	Vesinäytteet.....	7
2.2.1	Titraussuorat	9
2.2.2	Koagulointi	11
2.3	Näytteenotto.....	13
3	COD.....	14
3.1	COD _{Mn}	14
3.2	Reagenssien valmistus	14
3.3	Koeputkien pesu.....	15
3.4	Näytteiden valmistus.....	15
3.5	Titraus	15
3.6	Tulokset.....	16
3.6.1	Esimerkit	19
3.6.2	Tulosten tulkinta.....	19
4	RAUDAN POISTO	21
4.1	AAS – atomiabsorptio-spektrofotometri.....	21
4.2	AAS-laitteen valmistelu.....	22
4.3	Raudan määrittäminen koaguloituksesta vedestä	22
4.4	Raudanpoisto.....	23
4.5	Tulosten tulkinta	26
5	JOHTOPÄÄTÖKSET	27
	LÄHTEET	28
	LIITTEET	

1 JOHDANTO

Tässä työssä koaguloinnilla tarkoitetaan humuksen poistoa rautakatalyytin avulla. Humus tarkoittaa vedessä olevaa orgaanista ainetta, jota veteen liukenee pääosin maaperästä. Orgaanisia aineita pääsee vesistöön myös jätevesien mukana. Koagulaatio tarkoittaa ilmiötä, jossa pienemmät hiukkaset saadaan katalyytin avulla muodostamaan isompia yksiköitä törmäillessään toisiinsa. Tätä kutsutaan agglomeroitumiseksi. Vedessä oleva humus ja rauta ovat negatiivisesti varautuneita. Saman varauksen omaavat hiukkaset pyrkivät kauemmas toisistaan. Koagulantin avulla vähennetään negatiivisia varauksia ja saadaan hiukkaset törmäilemään toisiinsa. Syntyneet saostumat voidaan poistaa flotaatiolla, jolloin agglomeroitunut aines poistetaan mekaanisesti nesteen pinnalta. Toinen tapa, jota tässä työssäkin on käytetty, on poistaa saostuma antamalla sen laskeutua nestefaasin pohjalle eli sedimentoitua. Koagulointi on välttämätön osa veden puhdistusta, sillä liuenneita aineita ei pystytä poistamaan suoraan suodattamalla. Humuksen poisto tapahtuu rauta(III)sulfaattilla eli ferrisulfaattilla. /1./ Saostus tapahtuu seuraavien reaktioiden (1), (2) ja (3) mukaisesti.

Kolmen arvoinen rauta muodostaa veden kanssa rautahydroksidia:



/2./

Tässä opinnäytetyössä on tarkasteltu eri muuttujien vaikutusta koagulaation onnistumiseen. Muuttujina on käytetty pH:n sekä koagulointiin käytetyn ajan vaikutusta. Myös koagulointiliuoksen määrän vaikutusta testattiin. Koaguloinnin onnistumisen kannalta oleellista on siis sekä COD_{Mn}-luvun määrittäminen koaguloituista näytteistä että rautapitoisuuden määrittäminen koaguloituista näytteistä. COD_{Mn}-luku kuvastaa koaguloinnin onnistumista eli onko humusta saatu poistettua vedestä. Rautapitoisuuksia määritettiin, sillä koagulointiin käytetty rauta(III)sulfaatti saattoi nostaa puhdistetun veden rautapitoisuutta. /1./

Tässä työssä koaguloitujen näytteiden tilavuudet vaihtelivat välillä 100 - 500 ml. Todellisuudessa koagulointi tapahtuu todella isoille vesimäärille. On otettava huomioon myös, että vedenpuhdistamoita kuormittaa iso määrä teollisuutta ja kotitalouksia, joten aikaa koaguloimiseen ei ole paljon. Mitä enemmän koagulanttia lisätään veteen, sitä suuremmaksi rautakuormitus tulee. Koagulointi voidaan tehdä lisäämällä koagulanttia suoraan nestevirtaukseen ennen suodattamista. Tätä kutsutaan kontaktisuodatuksiksi. /3./ Suomessa suureksi luokiteltavan jätevedenpuhdistamon kapasiteetti on 10 000 m³ vettä päivässä /4./

Osaksi vedenpuhdistusta kuuluu aina kemiallinen osa. Vedelle on tehtävä kemiallinen saostus, sillä orgaanisia aineita ja ravinteita ei voida päästää vesistöön. Vesistössä orgaaninen aines kuluttaa vesistön happea. Ravinteet rehevöittävät vesistöä, jolloin orgaaninen aines lisääntyy entisestään. Tämä ilmiö aiheuttaa happikatoa, joka johtaa kalojen ja muiden eliöiden kuolemiin. /5./

2 KOAGULOINTI

2.1 Liuosten valmistus

Koagulointiliuos valmistettiin seuraavasti: kidevedellistä rauta(III)sulfaattia, jossa rautaa oli 18 p-%, liuotettiin litraan ionivaihdettua vettä siten, että pitoisuudeksi tuli 10 g/l. Koska rauta(III)sulfaatin kemiallinen kaava ei kertonut kideveden määrää, selvitettiin se seuraavasti: punnittiin tietty määrä rautasulfaattia, joka laitettiin uuniin 200 °C:een muutamaksi tunniksi, jotta kidevesi haihtuisi pois. Tämän jälkeen jauheen annettiin jäähtyä eksikaattorissa, jonka jälkeen jauhe punnittiin uudelleen. Jäähdytyksen tuli tapahtua eksikaattorissa, jottei kosteutta sitoutuisi aineeseen jäähdytyksen aikana. Rautajauheen painosta ennen uunissa kuumentamista vähennettiin jauheen paino kuumennuksen jälkeen, jolloin tuloksena saatiin kideveden määrä.

Myöhempiä vaiheita varten laskettiin myös raudan määrä sulfaatista. Raudan määrä voitiin laskea jakamalla raudan moolimassa kidevedettömän rautasulfaatin moolimassalla ja kertomalla tulos rautasulfaatin massalla. Kymmenessä grammassa rauta(III)sulfaattia on 1,8 g alkuainerautaa.

Koagulointiliuos tekee koaguloitavan veden happamaksi. Työssä testattiin miten pH vaikuttaa koagulointiin. Täten tarvittiin emäksistä liuosta, jolla pH voitiin nostaa neutraalille tasolle 5-6. Liuoksena käytettiin 0,1 molaarista lipeää eli natriumhydroksidia (NaOH). Tarkkapitoinen liuos valmistettiin suoraan ampullista laimentamalla.

2.2 Vesinäytteet

Koagulointeja tehtiin kolmelle eri vesinäytteelle. Näytteitä otettiin kaivosta, lammesta ja Eurajoesta. Varsinaiset vertailunäytteet pH:n ja koagulointiajan vaikutuksesta tehtiin kaivovedelle. Kaivovettä koaguloitiin neljä sarjaa. Jokainen sarja sisälsi kolme 100 ml:n vesinäytettä, joihin lisättiin rautakoagulanttia 1,2 ja 5 ml. Kahden ensimmäisen sarjan annettiin koaguloitua yhden vuorokauden ajan. Toiseen sarjaan lisättiin ainoastaan koagulanttia, ja toisessa sarjassa pH säädettiin neutraalille tasolle. Seuraavat kaksi sarjaa valmistettiin täysin samalla tavalla, mutta koagulointi kesti

yhden tunnin. Koaguloinnin jälkeen näistä kahdestatoista vesinäytteestä otettiin kaikista COD_{Mn}-luvun määrittämistä varten 2 x 10 ml kirkasta vettä.

Näiden näytteiden lisäksi tehtiin raudan määrittystä ja poistoa varten koaguloinnit neljälle 500 ml:n näytteelle, joista kahteen lisättiin pelkästään koagulanttiliuosta ja kahteen sen lisäksi lipeää pH:n säätämiseksi. Näiden näytteiden kirkasvesifaaseista otettiin kaikista 2 x 10 ml COD_{Mn}-luvun määrittystä varten, 300 ml suodosta raudanpoistoa varten sekä pieni määrä suodosta raudan määrittystä varten ennen kalkkisaostusta. Koagulointi kesti vuorokauden.

Lampivedelle koagulointi tehtiin neljälle 500 ml:n näytteelle, joista kahteen lisättiin pelkästään koagulanttiliuosta ja kahteen lisäksi lipeää pH:n säätämiseksi. Koagulointiin käytetty aika oli yksi vuorokausi. Kirkasvesifaaseista otettiin 2 x 2 ml näytettä COD_{Mn}-luvun määrittystä varten, lopusta suodatettiin 300 ml kalkkisaostusta varten sekä pieni määrä raudan määrittystä varten ennen saostusta. COD_{Mn}-luvun määrittystä varten otettiin vain 2 ml suodosta, sillä vesinäyte täytyi laimentaa suhteessa 1:4 suuren humuspitoisuuden vuoksi.

Eurajoen vedelle suoritettiin koaguloinnit samalla tavalla kuin lammen vedelle, mutta koagulointi-aika oli vuorokauden sijaan vain neljä tuntia.

Vesinäytteistä kaivovesi oli silmämääräisesti kaikkein puhtainta. Se oli todella kirkasta. Lammen vesi oli todella ruskeaa, mutta ei kuitenkaan niin sameaa kuin Eurajoen vesi. Kaivovedelle suoritettiin ennen koaguloinnin aloittamista perusmittaukset sameudelle, pH:lle ja johtokyvyille. Tulokset sekä suositukset ovat listattu taulukossa 1.

Taulukko 1. Kaivoveden laatu ja suositukset

Kaivovesi	Mitattu arvo	Suositusarvo
pH	6,9	6,5 - 9,5
sameus [NTU/FTU]	0,2	1,0
johtokyky [μ S/cm]	132,8	<400
rautapitoisuus [mg/l]	0,2	enintään 0,4
permanganaattiluku [mg/l KMnO ₄]	4,1	10-11

Veden johtokyky kuvastaa veteen liuenneiden suolojen määrää. Mitä enemmän suola, sitä isompi johtokyky. Suuri johtokyky, samoin kuin hapan pH, voi aiheuttaa korroosiota. Sameus johtuu esimerkiksi humuksesta, raudasta tai savesta. /6./

2.2.1 Titraussuorat

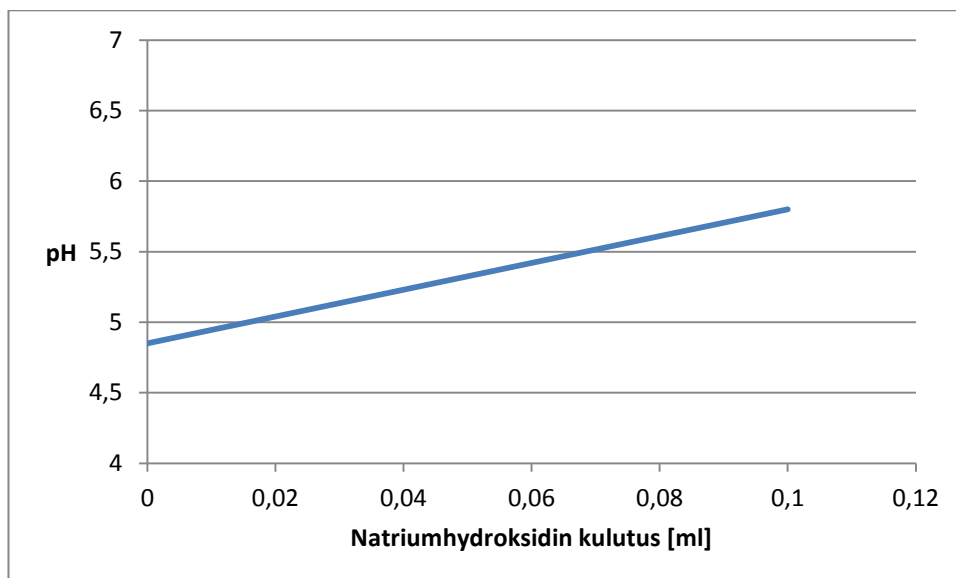
pH:n säätämistä varten tuli selvittää kuinka paljon lipeää oli lisättävä, jotta pH pysyisi välillä 5-6 koagulanttiliuoksen lisäämisen jälkeen. Määritettiin titraussuorat, joista nähdään kuinka paljon lipeää tulee lisätä, kun koagulanttiliuosta on lisätty tietty määrä 100 ml näyteveettä kohti. Kaivovedelle suoritettiin titraus seuraavasti: otettiin kolme 100 ml:n tilavuista näytettä, joihin lisättiin 1,2 ja 5 ml koagulanttiliuosta. Mitattiin liuosten pH, jonka jälkeen titrattiin liuoksia lipeällä, kunnes pH oli noussut viiden ja kuuden välille.

Lammen vedelle ja Eurajoen vedelle titraus suoritettiin ainoastaan lisäämällä 100 ml:aan näytettä 5 ml koagulanttia, sillä koagulointi suoritettiin näille vesinäytteille ainoastaan 500 ml:n tilavuuksille. Koagulanttiliuoksen määrä ja lipeän määrä voitiin kertoa viidellä, sillä ne toimivat lineaarisesti suhteessa veden määrään. Titraustulokset on ilmoitettu taulukossa 2.

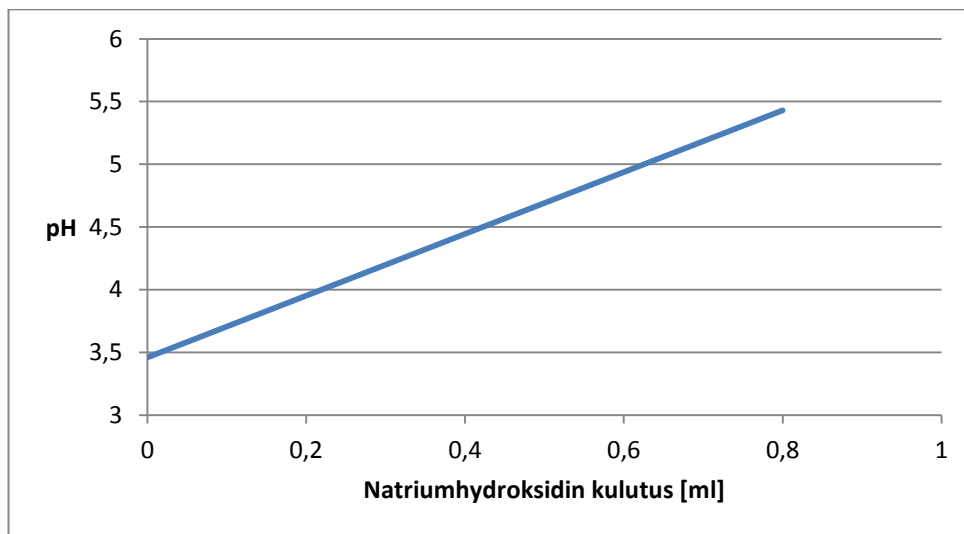
Taulukko 2. Lipeän kulutus

Näyte	Koagulanttiliuoksen määrä 100 ml:n näytteessä [ml]	pH koagulanttiliuoksen lisäämisen jälkeen	pH titrauksen jälkeen	Lipeän kulutus [ml]
kaivovesi	1	4,9	5,8	0,1
kaivovesi	2	3,5	5,4	0,8
kaivovesi	5	3,1	5,4	3,7
lampivesi	5	2,8	5,5	7,1
Eurajoen vesi	5	3,2	5,6	4,4

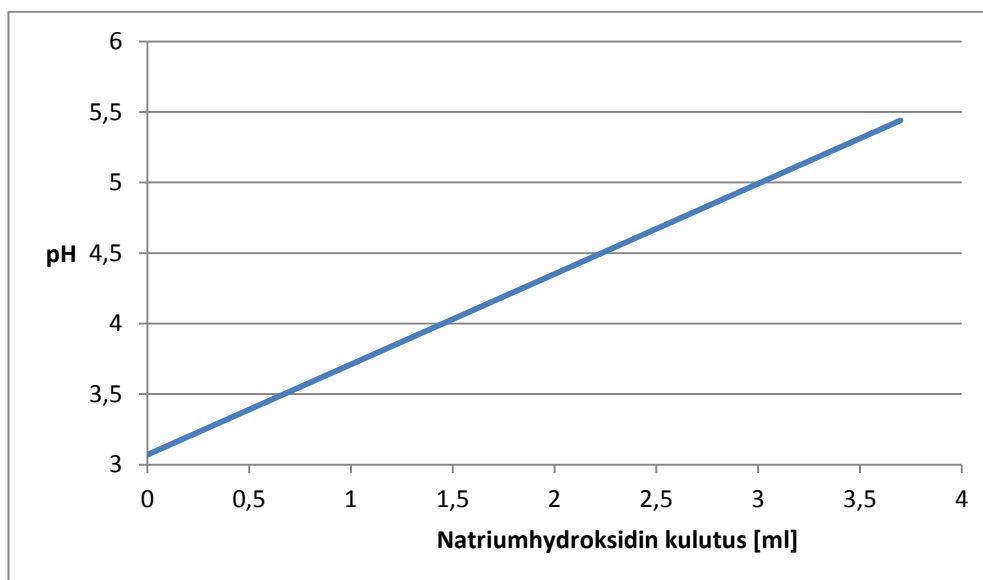
Titraustulosten perusteella voitiin piirtää titraussuorat, jotka ovat esitetty kuvissa 1, 2 ja 3.



Kuva 1. Titraussuora. 100 ml kaivovettä ja 1 ml koagulanttiliuosta.



Kuva 2. Titraussuora. 100 ml kaivovettä ja 2 ml koagulantiliuosta.



Kuva 3. Titraussuora. 100 ml kaivovettä ja 5 ml koagulantiliuosta.

2.2.2 Koagulointi

Titraustuloksista (liitteet 1 ja 2) voitiin laskea tarvittavat määrät lipeää pH-säätöjä varten, joten koagulointi voitiin aloittaa. Kun vettä oli viisinkertainen määrä, myös muita liuoksia oli viisinkertainen määrä. Seuraavana taulukko 3, jossa on listattuna kaikki koaguloituneet näytteet sekä niihin tehdyt kemikaalilisäykset ja koagulointiin käytetty aika.

Taulukko 3. Koagulointisarjat

Sarja	Näyte- nume- ro	Näyte	Näytteen määrä [ml]	Lipeän määrä [ml]	Koagulantti- määrä [ml]	Koagu- lointiin käytetty aika [h]
Sarja 1	1.	kaivovesi	100			
	1.1	kaivovesi	100		1	24
	1.2	kaivovesi	100		2	24
	1.3	kaivovesi	100		5	24
Sarja 2	1.4	kaivovesi	100	0,1	1	24
	1.5	kaivovesi	100	0,8	2	24
	1.6	kaivovesi	100	3,7	5	24
Sarja 3	1.7	kaivovesi	100		1	1
	1.8	kaivovesi	100		2	1
	1.9	kaivovesi	100		5	1
Sarja 4	1.10	kaivovesi	100	0,1	1	1
	1.11	kaivovesi	100	0,8	2	1
	1.12	kaivovesi	100	3,7	5	1
Sarja 5	1.13	kaivovesi	500		25	24
	1.14	kaivovesi	500		25	24
	1.15	kaivovesi	500	18,5	25	24
	1.16	kaivovesi	500	18,5	25	24
Sarja 6	2.	lampivesi	500			
	2.1	lampivesi	500		25	24
	2.2	lampivesi	500		25	24
	2.3	lampivesi	500	35,5	25	24
	2.4	lampivesi	500	35,5	25	24
Sarja 7	3.	Eurajoki	500			
	3.1	Eurajoki	500		25	4
	3.2	Eurajoki	500		25	4
	3.3	Eurajoki	500	22	25	4
	3.4	Eurajoki	500	22	25	4

2.3 Näytteenotto

Kun koaguloinnit oli suoritettu loppuun, otettiin näytteet COD_{Mn}-luvun määrittystä varten. Jotta näyte kuvastaisi parhaiten koaguloinnin onnistumista, se tuli ottaa keskeltä kirkastunutta puhdasta vesifaasia. Samalla yritettiin olla sekoittamatta pohjalle saostunutta humusta. Sarjoista 1-5 näytteitä otettiin 2 x 10 ml. Lopuista sarjoista näytettä otettiin vain 2 ml, sillä näytteitä tuli laimentaa ionivaihdetulla vedellä 1:4 suuren humuspitoisuuden vuoksi. Koeputkiin siis lisättiin 2 ml näytettä ja 8 ml ionivaihdetua vettä.

3 COD

COD tulee englanninkielisistä sanoista Chemical Oxygen Demand ja tarkoittaa siis veden kemiallista hapen kulutusta. Tällä siis tarkoitetaan sitä hapen määrää, jonka orgaaninen aine kuluttaa kemiallisessa reaktiossa pilkkoutuessaan vedeksi ja hiilidioksidiksi. Mitä suurempi COD-luku on, sitä enemmän orgaanista ainesta vesi sisältää ja sitä isompi on kemiallinen hapenkulutus. Tässä työssä on käytetty kaliumpermanganaattimenetelmää. Menetelmää käyttäen voidaan laskea vedelle COD_{Mn}-luku, eli veden kemiallinen hapenkulutus, sekä permanganaattiluku (KMnO₄-luku), joka kertoo veden sisältämien orgaanisten aineiden määrän. Permanganaattiluku ilmoitetaan yksikössä milligrammaa litrassa (mg/l KMnO₄). Kaivoveden permanganaattiluku on hyvä, kun se on alle 12 mg/l /6./. Toinen tapa COD-luvun määrittämiseen on dikromaattimenetelmä, COD_{Cr}, jota yleensä käytetään likaantuneisiin vesiin. /7./

3.1 COD_{Mn}

COD_{Mn}-luku eli kaliumpermanganaattiluku (KMnO₄-luku) tarkoittaa kaliumpermanganaattimenetelmällä mitattua kemiallista hapenkulutusta. Kaliumpermanganaatti toimii hapettimena. Vesinäytteen orgaaniset aineet hapettuvat ja osa permanganaattista pelkistyy. /8. s.2/.

3.2 Reagenssien valmistus

Tarvittavia reagensseja olivat 0,002 molaarinen kaliumpermanganaattiliuos KMnO₄, 4 molaarinen rikkihappo H₂SO₄, 0,1 molaarinen kaliumjodidiliuos KI, tärkkelysliuos sekä 0,01 molaarinen natriumtiosulfaattiliuos Na₂S₂O₃. Kaliumpermanganaatti- ja natriumtiosulfaattiliuokset saatiin valmistettua suoraan ampullista. Pitoisuudet olivat siis tarkkoja, joten standardissa mainittua kaliumjodaattiliuosta ei tarvittu natriumtiosulfaattiliuoksen tarkistusta varten. Natriumtiosulfaattia laimennettiin 0,1 molaarisesta 0,01 molaariseksi titrauksia varten. /8. s.2-3/

Rikkihappo valmistettiin ohjeen mukaisesti liuottamalla 220 ml väkevää rikkihappoa 600 ml:n ionivaihdettua vettä. Liuos kuumentui huomattavasti ja laimennus litraan tehtiin vasta, kun liuos oli jäähtynyt. Kaliumjodidiliuosta varten punnittiin 4,1502 g kaliumjodidia KI, ja laimennettiin ionivaihdetulla vedellä 250 ml:aan. /8. s.2-3/

3.3 Koeputkien pesu

Koeputket saattavat sisältää orgaanisia aineita pitkän säilytyksen tai huonon pesun jäljiltä. Koeputket tuli pestä, jotta lika ei häiritsisi tuloksia. Koeputket täytettiin kaliumpermanganaatilla sekä rikkihapolla suhteessa 1:4. Putkien päät suljettiin foliolla ja putket laitettiin muutamiksi minuuteiksi vesihauteeseen kiehuvaan veteen. Putket pestiin aina ennen käyttöä.

3.4 Näytteiden valmistus

Koaguloituista kaivovesinäytteistä erotettiin kirkasta vettä 2 x 10 ml kahteen eri koeputkeen. Lampivedestä koaguloituista näytteistä otettiin 2 x 2 ml kirkasta vettä, jotka laimennettiin 10 ml:aan ionivaihdetulla vedellä. Lisäksi tarvittiin nollanäyte, johon käytettiin ionivaihdettua vettä 2 x 10 ml. Myös kaivo-, lampi- ja Eurajoen vesistä tehtiin COD_{Mn}-lukujen määrittelykset. Rinnakkaismäärittelyksen vuoksi kaikkia näytteitä on otettu kaksi kertaa.

Koeputkiin lisättiin 0,5 ml rikkihappoliuosta sekä 2 ml 0,02 molaarista kaliumpermanganaattiliuosta. Koeputket peitettiin foliolla ja käännettiin ylösalaisin pari kertaa. Koeputket asetettiin vesihauteeseen kiehuvaan veteen 20 minuutiksi.

3.5 Titraus

Kun koeputket olivat jäähtyneet, titraus suoritettiin välittömästi. Titraus tehtiin suoraan koeputkeen, sillä liuokset tuli suojata kaikilta epäpuhtauksilta. Titraaminen oli melko hidasta, sillä koeputkia tuli lisäysten välillä käännettä liuoksen sekoittumiseksi.

si, jolloin koeputken suulle piti asettaa folio. Sormen kosketus olisi voinut muuttaa tulosta, sillä sormien päissä iholla on rasvaa ja muuta likaa.

Ennen titrauksen aloittamista koeputkiin lisättiin 1 ml kaliumjodidiliuosta ja noin 5 tippaa tärkkelystä /8 s.2-3/. Tärkkelys toimi indikaattorina ja muutti liuoksen värin tumman siniseksi. Titraus oli suoritettu loppuun, kun liuoksen sininen väri oli hävinnyt ja muuttunut täysin kirkkaaksi. Titraus suoritettiin automaattititrinta käyttäen. Titraustulokset on taulukoitu liitteisiin 1 ja 2. Taulukoissa ei ole ilmoitettu lisätyn lipeän määrää.

3.6 Tulokset

Natriumtiosulfaatin kulutuksen perusteella voidaan laskea COD_{Mn} -luku ja permanganaattiluku seuraavien kaavojen 4 ja 5 mukaisesti:

$$COD_{Mn} = (V_2 - V_1) * c_1 * 800 * f \quad (4)$$

merkinnät

COD_{Mn} = näytteen kemiallinen hapen kulutus [mg/l]

V_1 = näytteen titraukseen kulunut natriumtiosulfaattiliuoksen tilavuus [ml]

V_2 = nollanäytteen titraukseen kulunut natriumtiosulfaattiliuoksen tilavuus [ml]

c_1 = natriumtiosulfaattiliuoksen konsentraatio [mol/l]

800 = kerroin, joka on laskettu puolet hapen moolimassasta milligrammoiksi muutettuna ja jaettuna näytetilavuudella

f = laimennuskerroin; laimennetun näytteen tilavuus jaettuna laimentamattoman näytteen tilavuudella. Käytetään tässä työssä vain humusveden ja Eurajoen veden näytteiden kohdalla.

$$\text{permanganaattiluku} = 3,95 * COD_{Mn} \quad (5)$$

merkinnät 3,95 tulee lausekkeesta $158/(16 \cdot 2,5)$, jossa 158 on kaliumpermanganaatin moolimassa, 16 hapen moolimassa sekä 1 mooli permanganaattia vastaa 2,5 moolia happea.

/8. s.4/

Kaikille titratuille näytteille laskettiin COD_{Mn}-luku ja permanganaattiluku. Tulokset on listattu taulukossa 4 ja taulukoissa 5 ja 6 tuloksia on vertailtu eri muuttujien suhteen.

Taulukko 4. Permanganaattiluvut. Näyttenumeroa vastaavat näytteet kirjattu taulukoon 3.

Näyttenumero	Natriumtiosulfaatin kulutus [ml]	COD _{Mn} -luku [mg/l]	Permanganaattiluku [mg/l]
nollanäyte	1,95		
1.	1,82	1,0	4,1
2.	1,48	3,8	14,9
3.			
1.1	1,88	0,6	2,2
1.2	1,89	0,5	1,9
1.3	1,87	0,6	2,5
1.4*	1,89	0,5	1,9
1.5*	1,92	0,3	0,9
1.6*	1,94	0,1	0,3
1.7	1,85	0,8	3,2
1.8	1,87	0,6	2,5
1.9	1,86	0,7	2,8
1.10*	1,85	0,8	3,2
1.11*	1,79	1,3	5,1
1.12*	1,88	0,6	2,2
1.13	1,86	0,7	2,8
1.14	1,88	0,6	2,2
1.15*	1,93	0,2	0,6
1.16*	1,94	0,1	0,3
2.1	1,75	6,4	25,3
2.2	1,77	5,8	22,8
2.3*	1,73	7,0	27,8
2.4*	1,74	6,7	26,5
3.1	1,79	5,1	20,2
3.2	1,76	6,1	24,0
3.3*	1,81	4,5	17,7
3.4*	1,85	3,2	12,6

*pH-säädetty näyte

Taulukko 5. Tulosten vertailu koagulointiin käytetyn ajan suhteen

Näyte/näyte	Natriumtiosulfaatin kulutus [ml]	Permanganaattiluku
1.1/1.4	1,88/1,89*	2,4/2,1
1.2/1.5	1,89/1,92*	1,9/1,1
1.3/1.6	1,87/1,94*	2,7/0,5
1.7/1.10**	1,85/1,85*	3,2/3,2
1.8/1.11**	1,87/1,79*	2,7/5,1
1.9/1.12**	1,86/1,88*	3,0/2,2

*pH-säädetty näyte, ** tunnin koaguloimisaika

Taulukosta nähdään koagulointiin käytetyn ajan merkitys. Näytteitä, joita oli koaguloitu vuorokauden ajan, antoivat hyviä humuksen poistotuloksia verrattuna näytteisiin, joiden koagulointiin oli käytetty yksi tunti. Näytteille, joihin oli lisätty lipeää pH:n säätämiseksi, vuorokauden kestävä koagulointi oli hyvin tehokas. Näytteet, joita oli koaguloitu tunnin ajan, antavat samankaltaisia lukemia sekä pH-säädetyille että säätämättömille näytteille.

Taulukko 6. Tulosten vertailu

Näytteet	Natriumtiosulfaatin kulutus [ml]	Permanganaattiluku
1.1 - 1.3	1,88/1,89/1,87	2,4/1,9/2,7
1.4* - 1.6*	1,89/1,92/1,94	2,1/1,1/0,5
1.7 - 1.9	1,85/1,87,86	3,2/2,7/3,0
1.10* - 1.12*	1,85/1,79/1,88	3,2/5,1/2,2

*pH-säädetyt näytteet

Taulukon 6 perusteella voidaan arvioida koagulointiliuoksen määrän vaikutusta selkeämmin. Tuloksista nähdään jälleen kerran kuinka tärkeää lipeän lisääminen on. Niin kuin aiemmin mainittiin, pH-säädetyillä näytteillä saavutetaan parempia tuloksia. Näyttäisi siltä, että 5 ml koagulointiliuosta on hyvä määrä.

3.6.1 Esimerkit

Esimerkiksi raa'an kaivovesinäytteen COD_{Mn}-luku ja permanganaattiluku

$$\text{COD}_{\text{Mn}} = (V_2 - V_1) * c_1 * 800 * f = (1,95 - 1,82) * 0,01 \text{ mol/l} * 800 = 1,04$$

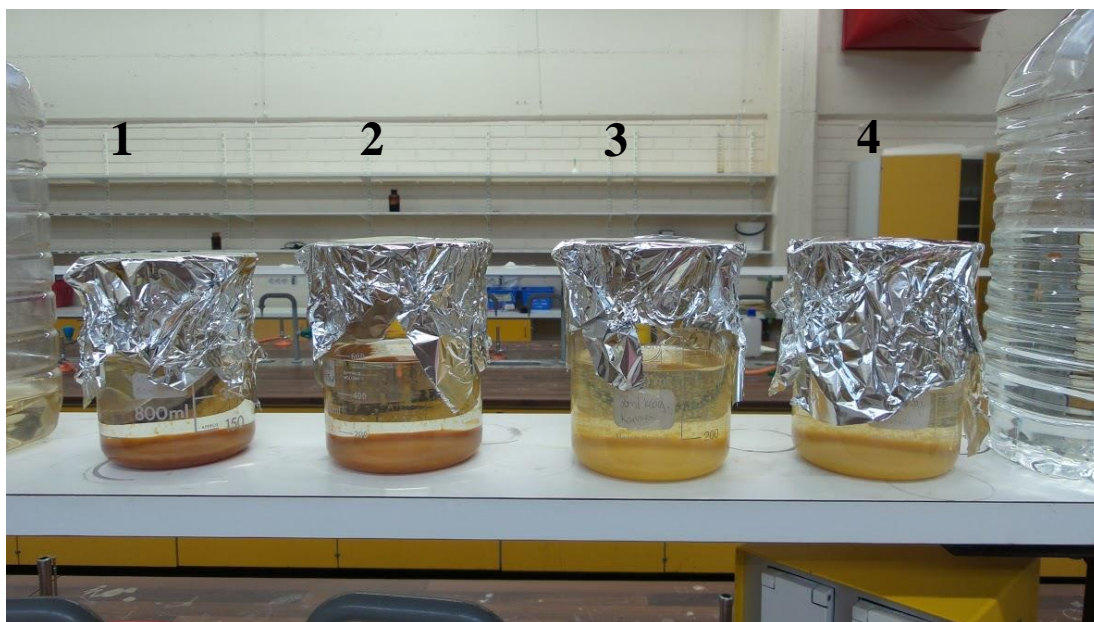
$$\text{COD}_{\text{Mn}} = 1,04 \text{ mg/l}$$

$$\text{Permanganaattiluku} = 3,95 * \text{COD}_{\text{Mn}} = 3,95 * 1,04 = 4,108$$

/8. s.4/

3.6.2 Tulosten tulkinta

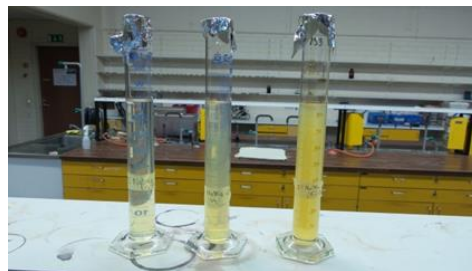
Tuloksista nähdään kuinka pH-säätö parantaa humuksen erottumista vedestä koaguloinnin aikana. Myös koaguloinnista otetuista kuvista 4, 5 ja 6 nähdään selvästi humuksen parempi erottuminen vedestä, johon lipeää on lisätty pH:n säätämiseksi.



Kuva 4. Kaivoveden koagulointi. Näytteet 1 ja 2 on pH-säädetty lipeällä, näytteisiin 3 ja 4 on lisätty pelkästään koagulanttia.



Kuva 5. Kaivoveden koagulointi, pH-säädetyt näytteet. Sarja 2.



Kuva 6. Kaivoveden koagulointi, ei pH-säätöä. Sarja 1.

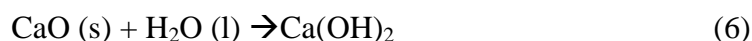
Tuloksia voidaan tulkita myös seuraavasti: näytteet, joiden pH:ta ei säädetty, antavat samansuuntaisia tuloksia riippumatta oliko näytteeseen lisätty 1, 2 vai 5 ml koagulointiliuosta. Näytteillä, joiden pH oli säädetty neutraaliksi, erottuminen oli selkeästi parempi mitä enemmän koagulointiliuosta oli lisätty.

Kuvia katsoessa ero on selkeämpi kuin titrauksen kulutuksia katsoessa. Kulutuksien perusteella lasketut permanganaattiluvut puolestaan antavat hyvän kuvan koaguloinnin onnistumisesta. Tuloksien pitävyyteen voi vaikuttaa pienetkin seikat, kuten titrauksessa foliotulpan repeäminen ja täten titrattavan näytteen joutuminen kosketuksiin käden kanssa. Myös mittalaitteet voivat toimia vaihtelevasti, kun toistojen määrä on niinkin suuri kuin tässä työssä tehtävien näytteiden titraus. Myös näytettä otettaessa pyrittiin varovaisuuteen, jotta saostunut aines ei sekoittuisi uudelleen jo kirkastuneeseen faasiin. Pientä sekoittumista kuitenkin saattoi tapahtua siirreltäessä koagulointiastioita.

4 RAUDAN POISTO

Koaguloinnin yhteydessä puhdistettuun veteen saattaa jäädä kohtuullisen suuriakin pitoisuuksia rautaa. Koaguloitujen vesinäytteiden rautapitoisuus mitattiin liekkiatomiabsorptio-spektrofotometrillä. Näytteille suoritettiin raudanpoisto saostamalla rauta poltetulla kalkilla (CaO). Raudanpoiston tehokkuus selvitettiin mittaamalla rautapitoisuudet näytteistä kalkkisaostuksen jälkeen.

Poltettu kalkki reagoi veden kanssa seuraavalla tavalla:



/9./

4.1 AAS – atomiabsorptio-spektrofotometri

Atomiabsorptio-spektrofotometri toimii liekki-, plasma- tai grafiittiuunitekniikalla. Liekkitekniikka (FAAS= Flame Atomic Absorption Spectroscopy), jota tässä työssä on käytetty, sopii suuremmille pitoisuuksille kuin plasma- ja grafiittiuunitekniikat. Grafiittiuunitekniikalla voidaan käsitellä kiinteitäkin näytteitä, mutta liekkitekniikalla ainoastaan nestemäisiä. Näyte siis syötetään laitteeseen liuoksen muodossa. Liuoksesta muodostuu aerosoli, jota kuljettaa kaasu, kuten asetyleeni. Kaasu kuljettaa analysoitavan aineen liekkiin, joka muuttaa aineen atomimuotoon. Laite sisältää onttokatodilamppuja, ns. alkuainelamppuja, jotka sisältävät analysoitavaa alkuainetta ja lähettävät tietyn aallonpituista säteilyä atomeille. Atomit absorboivat valonlähteen lähettämää säteilyä. Lambert-Beerin lain mukaan absorption määrä on suoraan verrannollinen alkuaineen konsentraation määrään. Toisin sanoen mitä enemmän valoa absorboituu, sitä enemmän alkuainetta näyte sisältää. Monokromaattori mittaa absorboituneen valon määrän. /10./

Ennen varsinaisen näytesarjan analysoimista laite on kalibroitava. Laitteeseen syötetään nollanäyte sekä sarja standardeja, joiden tarkka pitoisuus määritettävää ainetta on tiedossa. Niiden perusteella saadaan kalibrointisuora. Kalibrointisuora tarkistetaan ja mikäli se on onnistunut, voidaan näytteiden analysointi aloittaa.

4.2 AAS-laitteen valmistelu

Ensimmäisenä valmistettiin rautastandardit. Ampullista saatiin valmistettua perusliuos, jonka pitoisuus oli 1 g rautaa/1 l liuosta. Perusliuksesta valmistettiin standardit, joiden pitoisuudet olivat 1, 2, 5 ja 10 ppm, eli milligrammaa litraa kohti. Ennen laitteen kytkemistä päälle avattiin kaasu- ja ilmahanat. Seuraavaksi valittiin lamppu ja kytkettiin liekki päälle. Liekin annettiin olla päällä noin viisi minuuttia ennen määrittäviä. Ensin nollattiin laite nollanäytteellä eli ionivaihdetulla vedellä, jossa ei oletettavasti ole lainkaan rautaa tai muita häiriötekijöitä. Seuraavaksi syötettiin standardiliokset järjestyksessä. Kun standardisuora oli valmis, alettiin varsinaisia näytteitä analysoida. Standardisuora on liitteessä 3.

Raudan määrittämistä varten näytteet tuli suodattaa, sillä pienetkin epäpuhtaudet liuoksessa saattavat tukkia AAS-laitteen nestesyötön.

4.3 Raudan määrittäminen koaguloitusta vedestä

Ennen raudanpoistoa koaguloitiin kaivovedestä, humusvedestä ja Eurajoen vedestä jokaisesta 4 x 500 ml:n näytettä, joista kaksi oli raakavettä ja kahteen tehtiin pH-säätö lipeällä. Kaivoveden ja lampiveden annettiin koaguloitua vuorokauden ja Eurajoen veden neljä tuntia. Koaguloinnin jälkeen kirkasvesifaasista suodatettiin noin 300 ml raudan poistoa varten sekä hieman raudan määrittämistä varten.

Rauta määritettiin kaivoveden, humusveden ja Eurajoen veden koaguloituista näytteistä sekä ennen että jälkeen raudan poiston. Puolille näytteistä koagulointi suoritettiin pH-säädöllä ja puolille ilman. Analysoimalla raudan määrä sekä ennen että jälkeen kalkin lisäämisen, saatiin selville sekä kalkkisaostuksen todellinen tarve että pH:n merkitys raudan pitoisuuteen koaguloinnin yhteydessä.

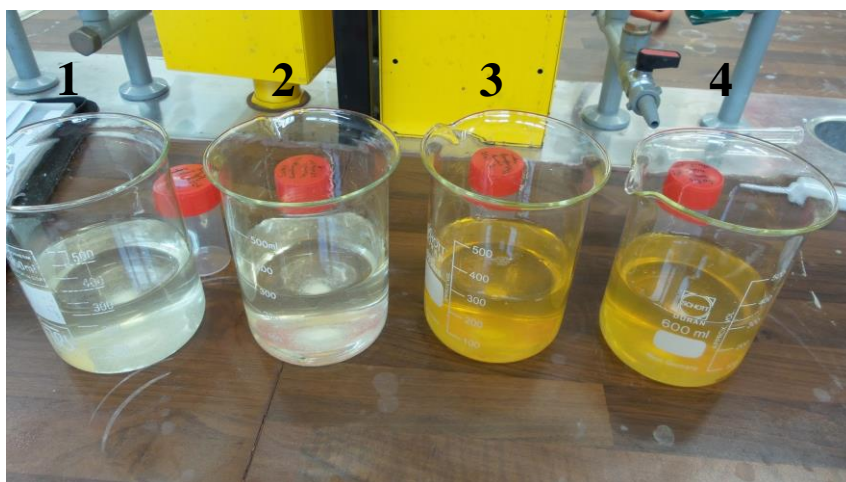
4.4 Raudanpoisto

Raudan poisto tehtiin lisäämällä poltettua kalkkia (CaO) ylimäärin suodatettuun veteen. Tarvittu kalkin määrä voitiin laskea yhtälöistä (6) ja (7) stoikiometrian perusteella

Jotta 1 mooli rautahydroksidia ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) muodostuisi, tarvitaan kolme vetyatomia ja kolme happiatomia. Tämän verran saadaan, jos kalkkia ja vettä on puolitoistakertainen määrä. Täten kalkkia tarvitaan 1.5 moolia yhtä rautamoolia kohden.

Seuraavaksi laskettiin suurin mahdollinen määrä rautaa, minkä näyte saattoi sisältää. Suurin näytteisiin lisätty koagulantin määrä oli 25 ml. Laskettiin kuinka paljon rautaa siirtyi näytteeseen 25 ml:ssa koagulanttia. Raudan maksimimäärän perusteella laskettiin tarvittavan kalkin määrä. Kalkkia lisättiin ylimäärin, jotta reaktio varmasti olisi täydellinen. Lisättävän kalkin määräksi tuli 0,1 g CaO/näyte.

Kalkin lisäämisen jälkeen saostumisen annettiin tapahtua 4 tunnin ajan. Raudan pitoisuuden määrittämistä varten vesi piti jälleen suodattaa. Tulokset on listattu taulukoissa 7 ja 8. Kuvista 7, 8 ja 9 nähdään, miten pH vaikuttaa siihen raudan määrään, joka veteen jää koaguloinnin yhteydessä. Vesi oli kalkin lisäyksen jälkeen sitä keltaisempaa, mitä enemmän siinä oli rautaa. Rauta saostui keltaiseksi sakaksi ja laskeutui astian pohjalle.



Kuva 7. Raudanpoisto. Näytteissä 1 ja 2 on suoritettu pH-säätö ennen koagulointia.



Kuva 8. Rauta on saostunut astian pohjalle.



Kuva 9. Saostuma saattaa kellua, jos vedessä on paljon happea, joka nostattaa sen pinnalle.

Taulukko 7. Rautapitoisuus ennen ja jälkeen kalkkisaostuksen.

Näyte	Raakaveden rautapitoisuus [mg/l]	Rautapitoisuus ennen kalkkisaostusta [mg/l]	Laimennettujen näytteiden todellinen rautamäärä [mg/l] (tulos kerrotaan kolmella laimennuksen vuoksi)	Rautapitoisuus raudanpoiston jälkeen [mg/l]
ionivaihdettu vesi	-0,0**			
Kaivovesi	0,2			
500 ml, ei pH-säätöä*		8,6	26,0	0,1
500 ml, ei pH-säätöä*		8,4	25,1	0,1
500 ml, pH-säätö		0,0		0,0
500 ml, pH-säätö		-0,0**		-0,0**
Humusvesi		0,3		
500 ml, ei pH-säätöä*		11,4	34,3	0,3
500 ml, ei pH-säätöä*		10,0	30,0	0,2
500 ml, pH-säätö		1,0		0,2
500 ml, pH-säätö		0,8		0,1
Eurajoen vesi		0,6		
500 ml, ei pH-säätöä*		13,2	39,7	0,1
500 ml, ei pH-säätöä*		13,2	39,7	0,1
500 ml, pH-säätö		0,1		0,0
500 ml, pH-säätö		0,0		-0,0**

*Laimennettu 1:3

**Rautaa on näytteessä niin vähän, että laite ei pysty tarkasti sen määrää mittaamaan

Taulukko 8. Rautapitoisuus näytteessä kalkkisaostuksen jälkeen.

Näyte 100 ml kaivovettä, 1 päivän laskeutusaika	Rautapitoisuus [mg/l]	Todellinen rautapitoisuus [mg/l]
1.1 +1 ml koagulointiliuosta	-0,2*	
1.2 +2 ml koagulointiliuosta	0,1	2,1
1.3 +5 ml koagulointiliuosta	0,4	18,8
1.4 +1 ml koagulointiliuosta, pH-säätö	0,0	0,1
1.5 +2 ml koagulointiliuosta, pH-säätö	-0,0*	
1.6 +5 ml koagulointiliuosta, pH-säätö	-0,2*	
Näyte 100 ml kaivovettä, 1 tunnin laskeutus		
1.7 +1 ml koagulointiliuosta	-0,0*	
1.8 +2 ml koagulointiliuosta	0,3	6,0
1.9 +5 ml koagulointiliuosta	1,0	47,4
1.10 +1 ml koagulointiliuosta, pH-säätö	-0,0*	
1.11 +2 ml koagulointiliuosta, pH-säätö	-0,0*	
1.12 +5 ml koagulointiliuosta, pH-säätö	-0,0*	

*Rautaa on näytteessä niin vähän, että laite ei pysty tarkasti sen määrää mittaamaan

4.5 Tulosten tulkinta

Tuloksia tulkittaessa on huomioitava, että jotkin näytteet antavat negatiivisen tuloksen. Tämä tarkoittaa sitä, että näyte sisälsi niin vähän rautaa, ettei laite pysty täysin tulkitsemaan sitä. Voidaan kuitenkin päätellä, että tässä tapauksessa rautaa todellakin on merkityksettömän vähän, jos ollenkaan.

Eräs merkittävä seikka käy ilmi tuloksista: pH-säädöllä voidaan minimoida raudan esiintyminen vedessä koaguloinnin jälkeen. pH:n asettaminen neutraaliksi auttaa rautaa poistumaan saostuvan humuksen kanssa, jolloin sitä ei jää kirkastuneeseen, humuksettomaan veteen kovinkaan paljon. Näytteissä, joihin oli lisätty lipeää pH:n nostamiseksi neutraalille tasolle, rautaa jäi koaguloinnin jälkeen näytteisiin alle 1 mg/l. Huomattavaa on, että pahimmillaan rautaa jäi koaguloinnin yhteydessä veteen melkein 40 mg/l vettä. Teollisessa mittakaavassa, jossa puhdistettavat vesimäärät ovat suuria ja pH-säätöä ei tehdä, voi rauta myrkyttää vesistöjä, mikäli sitä ei poisteta puhdistamisen yhteydessä.

5 JOHTOPÄÄTÖKSET

Työn aikana suoritettavat laboratoriokokeet ovat osoittaneet, että koagulointi käyttämällä rautakoagulanttia on tehokas tapa poistaa humusta vedestä. Koagulanttia tulee lisätä kohtuullisen suuri määrä, mikä tarkoittaa, että myös rautaa siirtyy veteen paljon. pH:n säätäminen käyttämällä esimerkiksi limeä on erittäin tärkeää. pH:n säätäminen on ehdottomasti tärkein muuttuja koagulaatiossa, sillä se vaikuttaa rautapitoisuuteen ja osaltaan myös koagulaatioajan lyhentämiseen.

pH:n säätäminen ennaltaehkäisee tehokkaasti rautapitoisuuden nousua koaguloitussa vedessä, eli toisin sanoen oikea pH-arvo auttaa rautaa saostumaan humuksen mukana. pH-säädettyjen näytteiden rautapitoisuus ennen kalkkisaostustakin jäi alle 1 mg/l. pH:n säätämisen vaikutus näkyi sekä paremmissa tuloksissa, että silmämääräisesti katsomalla koaguloinnin tapahtumista astioissaan.

Rautapitoisuutta voidaan laskea saostamalla rautaa pois käyttämällä poltettua kalkkia. Kokeiden perusteella voidaan sanoa menetelmän olevan erittäin tehokas. Tosin kalkkisaostuksen tarve vähenee, kun pH on säädetty etukäteen sopivaksi.

Työssä koaguloitujen näytteiden tilavuudet olivat 100 - 500 ml, kun taas suurimmat vedenpuhdistamot Suomessa puhdistavat vettä 10 000 dm³ päivässä /4/. Tässä työssä tyydyttävä sedimentoituminen saavutettiin vuorokaudessa. Todellisuudessa sellaista aikaa ei voida käyttää veden puhdistukseen. Eri menetelmiä käyttämällä päästään vaadittuihin tuloksiin. Ympäristön kannalta on tärkeää, että orgaaninen aines sekä ravinteet saadaan poistettua vedestä ennen veden laskemista vesistöön.

LÄHTEET

1. Hannelius, T. Raw Water Purification, Lecture material, SAMK, 2013
2. Oulun yliopiston LUMA-keskuksen www-sivut. 2016. Viitattu 26.4.2016. Saatavissa: <https://ouluma.fi/>
3. Vesikirja, Insinööritoimisto Kaiko Oy, Helsinki, 1988, 352s.
4. Yhdyskuntien jätevedenpuhdistamot, Suomen ympäristö 3/2014, Helsinki, 2014, 81s.
5. Biologian ja maantieteen opettajien liiton www-sivut 2016. Viitattu 1.5.2016. Saatavissa: <https://peda.net/>
6. WatMan Oy:n www-sivut. 2010. Viitattu 26.4.2016. Saatavissa: <http://www.watman.fi/>
7. Mantech:n www-sivut, 2014. Viitattu 1.5.2016. Saatavissa: <http://www.mantech-inc.com/>
8. SFS 3036. 1981. Viitattu 26.4.2016, 5s.
9. Hannelius T. 2016. Lehtori, Satakunnan ammattikorkeakoulu. Pori. Henkilökohdainen tiedonanto 7.4.2016
10. Vanha-aho, T. Analyyttinen kemia, kurssimateriaali, SAMK, 2012.

LIITE 1

	Natriumtiosulfaatin kulutus [ml] näyte/rinnakkaisnäyte	Keskiarvoinen natriumtiosulfaatin kulutus [ml]
ionivaihdettu vesi	1,95/1,95	1,95
1.kaivovesi (raaka)	1,82/1,82	1,82
2.humusvesi (raaka, laimennettu)	1,50/1,46	1,48
3.Eurajoen vesi	-	-
Kaivovesi 100ml, koagulointiaika 1 päivä, ei pH-säätöä		
1.1 lisätty 1ml koagulanttiliuosta	1,84/1,91	1,88
1.2 lisätty 2ml koagulanttiliuosta	1,87/1,91	1,89
1.3 lisätty 5ml koagulanttiliuosta	1,89/1,84	1,87
Kaivovesi 100ml, koagulointiaika 1 päivä, pH-säädetty		
1.4 lisätty 1ml koagulointiliuosta	1,89/1,88	1,89
1.5 lisätty 2ml koagulointiliuosta	1,90/1,93	1,92
1.6 lisätty 5ml koagulointiliuosta	1,90/1,97	1,94
Kaivovesi 100ml, koagulointiaika 1 tunti, ei pH-säätöä		
1.7 lisätty 1 ml koagulointiliuosta	1,83/1,87	1,85
1.8 lisätty 2ml koagulointiliuosta	1,85/1,88	1,87
1.9 lisätty 5ml koagulointiliuosta	1,86/1,85	1,86
Kaivovesi 100ml, koagulointiaika 1 tunti, pH-säädetty		
1.10 lisätty 1ml koagulointiliuosta	1,87/1,83	1,85
1.11 lisätty 2ml koagulointiliuosta	1,83/1,75	1,79
1.12 lisätty 5ml koagulointiliuosta	1,89/1,87	1,88

LIITE 2

	Natriumtiosulfaatin kulutus [ml] näyte/rinnakkaisnäyte	Keskiarvoinen natri- umtiosulfaatin kulu- tus [ml]
Kaivovesi 500ml, koagulointi-aika 1 päivä, ei pH-säätöä		
1.13 25ml koagulointiliuosta	1,81/1,91	1,86
1.14 25 ml koagulointiliuosta	1,85/1,90	1,88
Kaivovesi 500ml, koagulointi-aika 1 päivä, pH-säädetty		
1.15 25ml koagulointiliuosta	1,92/1,93	1,93
1.16 25ml koagulointiliuosta	1,93/1,94	1,94
Humusvesi 500ml, koagulointi-aika 1 päivä, ei pH-säätöä, laimennettu 1:4		
2.1 25ml koagulointiliuosta	1,71/1,79	1,75
2.2 25ml koagulointiliuosta	1,75/1,78	1,77
Humusvesi 500ml, koagulointi-aika 1 päivä, pH-säädetty, laimennettu 1:4		
2.3 25ml koagulointiliuosta	1,78/1,67	1,73
2.4 25ml koagulointiliuosta	1,75/1,73	1,74
Eurajoen vesi 500ml, koagulointi-aika 4 tuntia, ei pH-säätöä, laimennettu 1:4		
3.1 25ml koagulointiliuosta	1,76/1,81	1,79
3.2 25koagulointiliuosta	1,78/1,74	1,76
Eurajoen vesi 500ml, koagulointi-aika 4 tuntia, pH-säädetty, laimennettu 1:4		
3.3 25ml koagulointiliuosta	1,79/1,83	1,81
3.4 25ml koagulointiliuosta	1,85/1,85	1,85

