

Manual on Water and Wastewater Analysis

जल और अपशिष्ट जल विश्लेषण पर मैनुअल



Edited By:

Dr. Harsangeet Kaur

Associate Professor

Department of Civil Engineering

MANIT, BHOPAL

द्वारा संपादित:

डॉ. हरसंगीत कौर

सह - प्राध्यापक

सिविल इंजीनियरिंग विभाग

मैनिट, भोपाल

INDEX

Experiment No.	Experiment Name	Date	Sign.
1	To determine pH of a given water/wastewater sample using pH electrode.		
2	To determine suspended, dissolved and total solids in a given water/wastewater sample by gravimetric method.		
3	To determine inorganic and organic solids in a given water/wastewater sample using gravimetric method.		
4	To determine acidity in a given water/wastewater sample.		
5	To determine alkalinity in a given water/wastewater sample.		
6	To calibrate nephelometer and determine turbidity in a given water sample.		
7	To determine chloride ion concentration in a given water /wastewater sample.		
8	To determine hardness in a given water sample by EDTA method.		
9	To determine optimum dose of alum for turbidity removal in a sample of water using jar test.		
10	To determine dissolved oxygen in a given water sample using modified winkler method.		
11	To determine biochemical oxygen demand of a given wastewater sample.		
12	To determine chemical oxygen demand of a given wastewater sample.		

अनुक्रमणिका

प्रयोग क्रमांक	प्रयोग का नाम	तारीख	हस्ताक्षर
1	पीएच इलेक्ट्रोड का उपयोग करके किसी दिए गए पानी/अपशिष्ट जल के नमूने का पीएच निर्धारित करना।		
2	ग्रेविमेट्रिक विधि द्वारा दिए गए पानी/अपशिष्ट जल के नमूने में निलंबित, घुलनशील और कुल ठोस का निर्धारण करना।		
3	किसी दिए गए अकार्बनिक और कार्बनिक ठोस का निर्धारण करना ग्रेविमेट्रिक विधि का उपयोग करके पानी/अपशिष्ट जल का नमूना।		
4	किसी दिए गए पानी/अपशिष्ट जल के नमूने में अम्लता निर्धारित करना।		
5	किसी दिए गए पानी/अपशिष्ट जल के नमूने में क्षारीयता निर्धारित करना।		
6	नेफेलोमीटर को कैलिब्रेट करना और दिए गए पानी के नमूने में मैलापन निर्धारित करना।		
7	किसी दिए गए पानी/अपशिष्ट जल के नमूने में क्लोराइड आयन सांद्रता निर्धारित करने के लिए।		
8	EDTA विधि द्वारा दिए गए पानी के नमूने में कठोरता का निर्धारण करना।		
9	जार परीक्षण का उपयोग करके पानी के नमूने में गंदलापन हटाने के लिए फिटकरी की इष्टतम खुराक निर्धारित करना।		
10	संशोधित विंकलर विधि का उपयोग करके दिए गए पानी के नमूने में घुलित ऑक्सीजन का निर्धारण करना।		

11	किसी दिए गए अपशिष्ट जल के नमूने की जैव रासायनिक ऑक्सीजन मांग निर्धारित करना।		
12	किसी दिए गए अपशिष्ट जल के नमूने की रासायनिक ऑक्सीजन मांग निर्धारित करना।		

Experiment No. - 1

1. pH का मापन

1. Measurement of pH

उद्देश्य: pH मीटर को कैलिब्रेट करना और दिए गए जल नमूने का pH मापन करना।

Aim: To calibrate pH meter and measurement of pH of given water sample.

सीखने के परिणाम: छात्र pH मीटर को कैलिब्रेट करने की प्रक्रिया सीखेंगे और अज्ञात जल नमूनों का pH मापन करने का अनुभव प्राप्त करेंगे।

Learning Outcomes : The student will learn the operating Experimental Procedure required to calibrate a pH meter and will gain the experience for measuring pH of unknown water samples.

सिद्धांत:

pH का मापन जल रसायन में सबसे महत्वपूर्ण और सामान्य परीक्षणों में से एक है। pH को हाइड्रोजन आयन सांद्रता के ऋणात्मक लघुगणक के रूप में मापा जाता है (समीकरण 1):

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] \text{ समीकरण (1)}$$

जहां $[\text{H}^+]$ हाइड्रोजन आयन (या प्रोटॉन) की सांद्रता (या गतिविधि) मोल प्रति लीटर (M) में होती है। तापमान पर निर्भर करते हुए, किसी घोल की अम्लीय या क्षारीय प्रकृति की तीव्रता pH द्वारा व्यक्त की जाती है। pH मान 0 से 7 तक अम्लीय, 7 से 14 तक क्षारीय होते हैं और 7 तटस्थ होता है।

Theory: Measurement of pH is one of the most important and frequently used tests in water chemistry. The pH of a solution is measured as negative logarithm of hydrogen ion concentration (Eq.1). $\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$ Eq. (1) Where $[\text{H}^+]$ is the concentration (or activity) of hydrogen ion (or proton) in moles per liter (M). At a given temperature, the intensity of the acidic or basic character of a solution is indicated by pH or hydrogen ion concentration. pH values from 0 to 7 are diminishing acidic, 7 to 14 increasingly alkaline and 7 is neutral. The basic Brief Theory of electrometric pH measurement is determination of the activity of the hydrogen ions by potentiometric measurement using a standard hydrogen electrode and a reference electrode. Majority of modern pH electrodes are combination pH electrodes rather than a set of two separate electrodes. The combination pH electrode is virtually a tube within a tube arrangement. The inner tube housing the pH indicator electrode (pH sensing membrane, Ag/AgCl reference electrode, and HCl) and the outer one housing the reference electrode (Ag/AgCl) and its salt bridge. The pH sensing component of the indicator electrode is a glass bulb. When a pH probe is immersed in a sample solution, an electrical potential is developed inside and another

electrical potential is developed outside, the difference in the potential is measured and is given as the pH of the sample.

pH मीटर का कैलिब्रेशन:

सटीक और विश्वसनीय मापन सुनिश्चित करने के लिए pH मीटर का कैलिब्रेशन आवश्यक है। इसे मानक बफर समाधानों से किया जाता है।

Calibration of pH: Meter To be certain of accurate and reliable measurements, you need to perform pH meter calibration. This is generally done by measuring different buffer solutions with standardized, well-defined values, and then adjusting the pH meter based on any deviations from the buffer's known pH value. Buffers are solutions that resist changes in pH when small amounts of a strong acid or a base are added. Because they maintain a constant pH, buffers are good reference solutions. Calibration should be performed periodically to maintain the pH data quality.

सामग्री:

pH मीटर

कांच के बर्तन (बीकर)

टिशू पेपर

Apparatus: pH meter, Glassware (Beaker), tissue papers

रसायन:

pH 4: pH 4 बफर टैबलेट को 100 mL फ्लास्क में घोलकर।

pH 7: pH 7 बफर टैबलेट को 100 mL फ्लास्क में घोलकर।

Reagents Buffer Solutions

1. pH 4: It is prepared by dissolving buffer tablet of pH 4 in a 100 mL volumetric flask and diluting it up to the mark with deionized water. Alternatively, it may be prepared by dissolving 1.021 g of potassium hydrogen phthalate ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) in fresh 100 mL deionized water.
2. pH 7: Dissolve a buffer tablet of pH 7 in deionized water in a 100 mL volumetric flask and make up to the mark. Alternatively, dissolve 0.340 g of potassium hydrogen phosphate (KH_2PO_4) and 0.355 g disodium hydrogen phosphate

(Na₂HPO₄) in distilled water in a 100 mL volumetric flask and make up the solution to the mark.

प्रक्रिया:

pH मीटर का कैलिब्रेशन:

1. मीटर चालू करें और 5-10 मिनट तक गर्म होने दें।
2. मीटर को pH मोड पर सेट करें।
3. इलेक्ट्रोड को डी-आयनाइज्ड पानी से धोएं और सुखाएं।
4. सभी बफर समाधानों को समान तापमान पर लाएं।
5. pH 7 बफर में इलेक्ट्रोड डालें और स्थिर pH पर सेट करें।
6. इलेक्ट्रोड धोकर pH 4 बफर में डालें और वही प्रक्रिया दोहराएं।

Procedure

Calibration of pH meter

1. Plug in the meter and let it warm up for five to ten minutes.
2. Put the selector knob to pH mode.
3. Rinse the electrode with de-ionized water and blot dry using a piece of tissue.
4. Allow all the buffers to reach the same temperature, since pH readings are temperature dependent. If the buffers are not at 25 °C, temperature compensation is recommended. Measure the temperature of the buffers using thermometer and manually adjust the “temperature compensation knob” to this temperature. Where, ATC probe is available the system automatically transmits the temperature of the buffers to the meter.
5. Place the electrode in the solution of pH 7 buffer. It should be ascertained that the glass electrode membrane is completely immersed in the solution. Electrode should not touch the sides or the bottom of the beaker. Allow the pH value to stabilize and adjust 'set buffer knob' in a manner that the reading matches with buffer pH. Remove the electrode from the buffer.
6. Rinse the electrode with de-ionized water and blot dry using a piece of tissue.
7. Place the electrode in the solution of next buffer i.e. pH 4. Follow the step no. 4 until pH value reaches pH 4. Remove the electrode from the buffer. Similarly, other pH standard such as 10.1 can be used, depending on the expected sample pH range. Generally, for groundwater sample pH 7.0 and 10.0 should be used for calibration purpose.
8. Rinse the electrode with de-ionized water and blot dry using a piece of tissue.
9. Now, the instrument is ready to measure pH of unknown sample.

नमूनों का pH मापन:

1. मीटर को pH मोड पर रखें।
2. इलेक्ट्रोड को 30-50 mL नमूने में डालें।
3. pH मान को स्थिर होने दें और रिकॉर्ड करें।

pH Measurement of samples

1. Make sure that the meter is set to the pH mode.
2. Place the electrode in the sample (30-50 mL) to be tested.
3. The pH of the solution appears in the display. Allow the display to stabilize before taking your reading.
4. Note down the pH and temperature reading.
5. Rinse the pH electrode and place it back in the storage solution.

सावधानियां:

1. इलेक्ट्रोड को गीले कैप में 3M KCl घोल में रखें।
2. कांच इलेक्ट्रोड की सतह को केवल नरम टिशू से साफ करें।
3. सभी समाधानों को समान तापमान पर लाएं।

Precautions

1. Make sure to store a pH electrode in its wetting cap containing electrode fill solution (3 M KCl, purchased or prepared by dissolving 22.37 g KCl into 100 mL DI water). Do not store electrode in DI water.
2. Never touch the membrane of the glass electrode with anything else except soft tissue paper since it is fragile and is easily ruined if scratched or bumped.
3. Always bring the standards and the sample to the same temperature before measurement (preferably room temperature).

प्रेक्षण तालिका:

नमूना	pH	mV	तापमान °C

Observation Table:

Sample	pH	mV	Temperature °C
--------	----	----	----------------

Results/

परिणाम:

प्रश्न:

1. जल नमूनों के pH मापन का पर्यावरणीय महत्व लिखिए।
2. एक घोल का pH 4.0 और दूसरे का 6.0 है। (a) दोनों में हाइड्रोजन आयन गतिविधि और (b) हाइड्रॉक्साइड आयन गतिविधि क्या होगी?
3. हाइड्रोजन आयन गतिविधि में 50% कमी pH में कितनी वृद्धि दर्शाती है?

Questions:

Q1. Write down the environmental significance of pH measurement of water samples.

Q2. One solution has a pH of 4.0 and another has pH of 6.0. What is (a) the hydrogen ion activity and (b) the hydroxide ion activity in each of the solutions?

Q3. A 50 % decrease in hydrogen ion activity represents how much of an increase in pH units?

Experiment No. – 2 & 3

2 & 3 Total Solids, Total Suspended Solids, Total Dissolved Solids, organic & inorganic solids

कुल ठोस पदार्थ (Total Solids), कुल निलंबित ठोस पदार्थ (Total Suspended Solids), कुल घुलित ठोस पदार्थ (Total Dissolved Solids), कार्बनिक ठोस पदार्थ (Organic Solids) और अजैविक ठोस पदार्थ (Inorganic Solids):

Aim: To determine Total Solids, Total Suspended Solids, Total Dissolved Solids, organic & inorganic solids in water or wastewater sample through Gravimetric Method

उद्देश्य: जल या अपशिष्ट जल के नमूने में कुल ठोस पदार्थ (Total Solids), कुल निलंबित ठोस पदार्थ (Total Suspended Solids), कुल घुलित ठोस पदार्थ (Total Dissolved Solids), कार्बनिक ठोस पदार्थ (Organic Solids) और अजैविक ठोस पदार्थ (Inorganic Solids) को ग्रेविमेट्रिक विधि (Gravimetric Method) के माध्यम से निर्धारित करना।

Background:

Solids analysis provides one of the fundamental measurements used for control of the activated sludge process and for the regulation of wastewater discharges.

Gravimetric analysis is based on the determination of constituents or categories of materials by measurement of their weight. The experiment illustrates the principles of weighing and demonstrates separation and categorization techniques used to define the various types of solids in waters and wastewaters. These techniques involve three analytic operations in addition to weighing. These are: filtration, evaporation, and combustion. *Filtration* is used to separate suspended or particulate (non-filterable) fraction from dissolved or soluble (filterable) fractions. *Evaporation* separates water from material dissolved or suspended in it. *Combustion* differentiates between organic and inorganic matter. Organic matter will be destroyed completely by burning at 550°C for 30 min.

पृष्ठभूमि:

सोलिडा एकालिसिस सक्रिय एलुज प्रक्रिया के नियंत्रण और अपशिष्ट जल निर्वहन के नियमन के लिए उपयोग किए जाने वाले मूलभूत मापों में से एक है। गुरुत्वाकर्षण विश्लेषण सामग्री के घटकों या ओटोगोनिक्स के निर्धारण पर उनके वजन के मिश्रण द्वारा निर्भर करता है। प्रयोग वजन के सिद्धांतों को दर्शाता है और विभिन्न प्रकार के ठोसों को परिभाषित करने के लिए उपयोग की जाने वाली संचालन और वर्गीकरण तकनीकों को प्रदर्शित करता है। इन तकनीकों में वजन के अलावा तीन विश्लेषणात्मक संचालन शामिल हैं। वे हैं फिल्ट्रेशन, वाष्पीकरण और दहन। फाइब्रेडोस का उपयोग विघटित या घुलनशील

(बेसिल) फ्रैक्टिकस से जुज़पेंडेड या पार्टिकुलेट (यूऑन-फ़िकेड) अंश को बढ़ाने के लिए किया जाता है। वाष्पीकरण में घुले हुए या निलंबित पदार्थ शामिल होते हैं। दहन कैगैमिक और इमोर्गडो पदार्थ के बीच अंतर करता है कार्बनिक पदार्थ को 30 मिनट के लिए 550 डिग्री सेल्सियस पर दहन द्वारा पूरी तरह से

Procedure:

Samples:

1. Weigh filters (mass=B g).
2. Filter samples (50 ml).
3. Run each sample in duplicates. You will have a total of 4 samples.
4. Oven dry at 103°C for 30 min (please note that standard methods recommend 1 hour). At this stage all water will be evaporated and only suspended solids will be retained on filter. Weigh filters now (mass =A g).
5. **Calculate concentration of total suspended solids**
$$\text{mg total suspended solids} = 1000 * (A - B) / (\text{sample volume in mL}) \quad (1)$$
6. Weigh crucibles (mass=C) and then weight crucible and filter (total mass=E).
7. Put crucibles with filter paper in muffle furnace and Ignite at 550°C for 15 min. At this stage all volatile components of solids will be volatilized and only fixed inert solid materials will be left in crucible. Weigh crucible after proper cooling (mass=D g).
8. **Calculate concentration of volatile suspended solids (F) :**
$$\text{mg volatile suspended solids/L} = 1000 * (E - D) / (\text{sample volume in mL}) \quad (2)$$
9. **Calculate concentration of fixed suspended solids (G) :**
$$\text{mg volatile suspended solids/L} = 1000 * (D - C) / (\text{sample volume in mL})$$

नष्ट कर दिया जाएगा।

प्रक्रिया:

सोम्पाइल

1. वजन फिल्टर केस-डी
2. फिन्क एम्पल्स (50 मिली).
3. रम कैच नमूना डुप्लीकेटका में। आपके पास कुल 4 आर्मपिक्स होंगे।

4. 30 मिनट के लिए 100 डिग्री सेल्सियस पर सूखाएं। (कृपया ध्यान दें कि स्टूडेन्ड मेथोड माओमंड आई होमी। इस सुगो पर सभी पहनने को हटा दिया जाएगा और केवल निलंबित ठोस फाइबर में बरकरार रहेगा। फाइबर का वजन करें (пным Ag

5. कुल निलंबित ठोस और कुल व्यय की सांद्रता की गणना करें। ठोस = $1000 * (\text{ए-आर})$ (नमूना मात्रा कुल) (1)

6. वजन caucibins juvane-सी) और फिर वजन होते हैं और filin (nizi naze-15).

7. फिल्टर पेपर के साथ ऑसफिबिल्स को रुडिटियो फ्यूसेरो में डालें और 15 मिनट के लिए 550 डिग्री सेल्सियस पर गर्म करें। ठीक से ठंडा होने के बाद वजन तौलें (मिलीग्राम)।

8. वोकेले सस्पेंडेड सॉलिस की क्रिमिन्टो सांद्रण (मिलीग्राम वोलाटिल्स सरपेंडेड सॉलिडा/एल= $1000 - (3 - \text{डी}) / (\text{सैंपल वॉल्यूम्स आईएमएल})$) (2)

9. वाष्पशील निलंबित ठोस की सांद्रता की गणना करें (2) वाष्पशील निलंबित ठोस = $1000 * (\text{डी-सी})$ (एमएल में एम्पी मात्रा)

Experiment No. - 4

Acidity (अम्लता)

Objective :

To determine the acidity and alkalinity of a given water sample.

उद्देश्य: दिया गया पानी के नमूने की अम्लता और क्षारीयता को निर्धारित करना।

Outcome : Students will learn the titration method to measure the acidity of water and wastewater samples.

परिणाम:

छात्र पानी और गंदे पानी के नमूनों की अम्लता मापने के लिए टाइट्रेशन विधि सीखेंगे।

Theory: All waters having pH lower than approximately 8.3 should contain acidity. Acidity is the capacity of water to neutralize a base (OH). Sources of acidity in natural water include CO₂ (air, bacterial degradation), H₂PO₄, H₂S, protein, fatty acids, and salt of trivalent metals such as hydrated Fe³⁺ and Al³⁺. Acids contribute to corrosiveness and influence chemical reaction rates, chemical speciation and biological processes. Acidity of water is its quantitative capacity to react with a strong base to a designated pH. In polluted water, acidity may be caused by free mineral acid (H₂SO₄, HCl) from metallurgical industry, acid rain, and organic acid mine drainage, waste. To measure acidity, an alkaline solution (NaOH) and two indicators are used. The measured value may vary significantly with the end point pH used in the determination. The first indicator (methyl orange) changes colour from red to yellow at approximately pH 3.7. This corresponds to mineral acidity or methyl orange acidity. If NaOH is continued to titrate, the second indicator phenolphthalein changes colour from colourless to pink at pH 8.3. Titration to the phenolphthalein end point of pH 8.3 measures acidity from both mineral acids and weak acids. This total acidity is also termed phenolphthalein acidity. To calculate mineral acidity or total acidity from the titration data, the amount of NaOH must be converted to the equivalent amount of CaCO₃ (in mg/L) in water. Since the molecular weight (MW) of CaCO₃ is 100 g/mol or 1*10⁵ mg/mol, its equivalent weight is ½ MW or 5*10⁴. This is used as the conversion factor so that the acidity can be reported as mg CaCO₃/L. Note: As far as water analysis is concerned, acidity test does not bear significant importance because methyl orange acidity invariably remains absent in the raw water and even phenolphthalein acidity (that too principally due to the excessive-prevalence of dissolved carbon dioxide and carbonic acids) normally does not exist to a significant extent in the raw water.

सिद्धांत:

सभी पानी जिनका pH लगभग 8.3 से कम होता है, उनमें अम्लता होनी चाहिए। अम्लता वह क्षमता है जो पानी में एक क्षार (OH) को तटस्थ करने की होती है। प्राकृतिक पानी में अम्लता के स्रोतों में CO₂ (हवा, बैक्टीरियल अपघटन), H₂PO₄, H₂S, प्रोटीन, वसा अम्ल, और त्रिवेणी धातुओं के लवण जैसे जलित Fe³⁺ और Al³⁺ शामिल हैं। अम्लता जल की संक्षारण क्षमता को प्रभावित करती है और रासायनिक प्रतिक्रियाओं की दर, रासायनिक विन्यास, और जैविक प्रक्रियाओं को प्रभावित करती है। पानी की अम्लता उसकी परिमाणात्मक क्षमता है जो एक मजबूत क्षार के साथ निर्धारित pH तक प्रतिक्रिया करती है। प्रदूषित पानी में अम्लता स्वतंत्र खनिज अम्ल (H₂SO₄, HCl) के कारण हो सकती है, जैसे धातुकर्म उद्योग, अम्ल वर्षा, और कार्बनिक अम्ल खदान अपवाह। अम्लता को मापने के लिए एक क्षारीय घोल (NaOH) और दो संकेतक का उपयोग किया जाता है। मापी गई मान समाप्ति बिंदु pH के अनुसार भिन्न हो सकती है। पहला संकेतक (मेथिल ऑरेंज) लगभग pH 3.7 पर लाल से पीले रंग में बदलता है। यह खनिज अम्लता या मेथिल ऑरेंज अम्लता के अनुरूप है। यदि NaOH को टाइट्रेट किया जाए, तो दूसरा संकेतक फिनोल्फथालेन pH 8.3 पर रंगहीन से गुलाबी रंग में बदलता है। फिनोल्फथालेन समाप्ति बिंदु pH 8.3 पर खनिज अम्लों और कमजोर अम्लों से अम्लता मापता है। इस कुल अम्लता को फिनोल्फथालेन अम्लता भी कहा जाता है। टाइट्रेशन डेटा से खनिज अम्लता या कुल अम्लता की गणना करने के लिए NaOH की मात्रा को पानी में CaCO₃ के समकक्ष (mg/L में) परिवर्तित करना होगा। चूंकि CaCO₃ का आणविक वजन (MW) 100 g/mol या 1105 mg/mol है, इसका समकक्ष वजन $\frac{1}{2}$ MW या 5104 है। इसका उपयोग परिवर्तक के रूप में किया जाता है ताकि अम्लता को mg CaCO₃/L के रूप में रिपोर्ट किया जा सके।

Apparatus Titration Stand with Burette, Conical Flask, Beaker, Measuring Cylinder, Pipette, Funnel, Wash Bottle etc.

यंत्र:

टाइट्रेशन स्टैंड के साथ ब्यूरेट, शंकु फ्लास्क, बीकर, मापने वाला सिलेंडर, पाइपेट, फ़नल, वॉश बोतल आदि।

Reagents

- 0.02 N NaOH Solution: Dissolve 0.8 grams of NaOH in 1 L of deionized water.
- Phenolphthalein Indicator: Dissolve 0.5 gm of Phenolphthalein Indicator in 500ml 95% of ethyl alcohol. Add 500 mL distilled water.
- Methyl orange Indicator: Dissolve 0.5 g of Methyl orange Indicator & dilute to 1000 ml with distilled water.

रासायनिक पदार्थ:

- 0.02 N NaOH समाधान: 0.8 ग्राम NaOH को 1 लीटर डीआयनाइज्ड पानी में घोलें।

- फिनोल्फथालेन संकेतक: 0.5 ग्राम फिनोल्फथालेन संकेतक को 500 मिली 95% एथिल अल्कोहल में घोलें। 500 मिली distilled पानी मिलाएं।
- मेथिल ऑरेंज संकेतक: 0.5 ग्राम मेथिल ऑरेंज संकेतक को घोलें और 1000 मिली distilled पानी में पतला करें।

Experimental Procedure

Methyl orange acidity

1. Take suitable volume of sample (25, 50 or 100 mL) in a conical flask (V)
2. Add 2 drops of methyl orange and see the colour. If colour turns yellow, methyl orange acidity is absent. If colour turns orange, titrate with 0.02 N NaOH till colour changes to faint orange. Characteristic of pH 4.3-4.4. Note the volume of NaOH required (A).

Phenolphthalein Acidity

1. Take suitable volume of sample (25, 50 or 100 mL) in a conical flask (V).
2. Add 2-3 drops of phenolphthalein indicator. If the sample turns pink colour it means that, phenolphthalein acidity is absent and stop the experiment.
3. If there is no colour change, titrate with 0.02N Standard NaOH solution till faint pink colour appears indicating pH 8.3. The end point is colourless to faint pink colour. Note additional volume of NaOH required (B).

प्रयोगात्मक प्रक्रिया:

1. मेथिल ऑरेंज अम्लता:

- एक उपयुक्त मात्रा में नमूना (25, 50 या 100 मिली) शंकु फ्लास्क (V) में लें।
- 2 बूँद मेथिल ऑरेंज डालें और रंग देखें। अगर रंग पीला हो जाए, तो मेथिल ऑरेंज अम्लता अनुपस्थित है। यदि रंग नारंगी हो जाए, तो 0.02 N NaOH से टाइट्रेट करें जब तक रंग हल्का नारंगी न हो जाए, जो pH 4.3-4.4 के अनुरूप है। NaOH की आवश्यक मात्रा (A) नोट करें।

2. फिनोल्फथालेन अम्लता:

- एक उपयुक्त मात्रा में नमूना (25, 50 या 100 मिली) शंकु फ्लास्क (V) में लें।
- 2-3 बूँद फिनोल्फथालेन संकेतक डालें। यदि नमूना गुलाबी रंग में बदल जाता है, तो इसका मतलब है कि फिनोल्फथालेन अम्लता अनुपस्थित है और प्रयोग को रोक दें।

- यदि कोई रंग परिवर्तन नहीं होता है, तो 0.02N मानक NaOH समाधान से टाइट्रेट करें जब तक हल्का गुलाबी रंग प्रकट न हो जाए, जो pH 8.3 को सूचित करता है। समाप्ति बिंदु रंगहीन से हल्के गुलाबी रंग का होता है। अतिरिक्त NaOH की मात्रा (B) नोट करें।

Indicators: Phenolphthalein and Methyl Orange Indicator.

संकेतक:

फिनोल्फथालेन और मेथिल ऑरेंज संकेतक

End Point: a) Yellow to Faint Orange b) Colourless to Faint Pink Colour

- **समाप्ति बिंदु:**
- क) पीला से हल्का नारंगी
- ख) रंगहीन से हल्का गुलाबी

Observation Table:

S.No.	Volume of Sample (ml)	Initial Burette Reading (ml)	Final Burette Reading (ml)	Volume of NaOH (ml) used

अवलोकन तालिका:

क्र. सं.	नमूने की मात्रा (मिली)	प्रारंभिक ब्यूरेट रीडिंग (मिली)	अंतिम ब्यूरेट रीडिंग (मिली)	NaOH की मात्रा (मिली) प्रयोग की गई

Calculations:

Mineral Acidity as CaCO₃ in mg/L =

[Volume of NaOH (A) × N × 50 × 1000] / Volume of sample]

Phenolphthalein Acidity as CaCO₃ in mg/L =

[(Volume of NaOH(B) × N × 50 × 1000) / Volume of sample]

Total Acidity as CaCO_3 in mg/L =

$[(\text{Volume of NaOH (A+B)} \times N \times 50 \times 1000) / \text{Volume of sample}]$

गणनाएँ:

- खनिज अम्लता CaCO_3 के रूप में $\text{mg/L} = [\text{NaOH की मात्रा (A)} \times N \times 50 \times 1000] / \text{नमूने की मात्रा}$
- फिनोल्फथालेन अम्लता CaCO_3 के रूप में $\text{mg/L} = [(\text{NaOH की मात्रा (B)} \times N \times 50 \times 1000) / \text{नमूने की मात्रा}]$
- कुल अम्लता CaCO_3 के रूप में $\text{mg/L} = [(\text{NaOH की मात्रा (A+B)} \times N \times 50 \times 1000) / \text{नमूने की मात्रा}]$

Experiment No. - 5

Alkalinity (क्षारीयता)

Objective: Calculate hydroxide, carbonate and bicarbonate alkalinity.

उद्देश्य: हाइड्रॉक्साइड, कार्बोनेट और बाइकार्बोनेट क्षारीयता की गणना करें।

Theory:

In natural water, alkalinity is due to H_2CO_3 (CO_2 dissolved in water). Alkalinity from other materials is insignificant and may be ignored. In polluted waters, minor amounts of NH_3 and salts of weak acids such as borate, silicate, and phosphate (i.e., the conjugate bases of HBO_3 , H_4SiO_4 , H_3PO_4), and organic acids will contribute to alkalinity. Alkalinity of water is its quantitative capacity to neutralize a strong acid to a designated pH. In other words, its ability to maintain a relatively constant pH. The possibility to maintain constant pH is due to the hydroxyl, carbonate and bicarbonate ions present in water. The ability of natural water to act as a buffer is controlled in part by the amount of calcium and carbonate ions in solution. Carbonate and calcium ion come from calcium carbonate or limestone. So, water that comes in contact with limestone will contain high levels of both Ca^{++} and CO_3^{2-} ions and have elevated hardness and alkalinity. Alkalinity is significant in many uses and in treatment of natural acid and wastewater. It is significant in determining suitability of water for drinking as well as irrigation purpose. The titration Experimental Procedure can distinguish two types of alkalinity, that is, phenolphthalein alkalinity and total alkalinity (methyl orange alkalinity). The phenolphthalein alkalinity is the acid-neutralizing power of hydroxide and carbonate ions (OH^- and CO_3^{2-}) present in the water sample, while total alkalinity represents all the bases in it (OH^- , CO_3^{2-} and HCO_3^-). The titration Experimental Procedure for alkalinity is exactly the opposite of the Experimental Procedure for acidity. Two same indicators are used but in the reverse order. The Experimental Procedure utilizes the first indicator, phenolphthalein, to signal the end points (pH 8.3) in titrating OH^- and CO_3^{2-} . Further titration with H_2SO_4 reaches the end point of the second indicator (methyl orange) at around pH 4.5, which measures the total alkalinity. Note that the pH for the colour change is not at a fixed value, but rather a range, that is, pH 3.1–4.4 and pH 8.0–9.6 for methyl orange and phenolphthalein, respectively.

सिद्धांत:

प्राकृतिक जल में क्षारीयता H_2CO_3 (पानी में घुली CO_2) के कारण होती है। अन्य सामग्रियों से क्षारीयता नगण्य है और इसे नजरअंदाज किया जा सकता है। प्रदूषित जल में, थोड़ी मात्रा में NH_3 और कमजोर एसिड जैसे बोरेट, सिलिकेट और फॉस्फेट (यानी, HBO_3 , H_4SiO_4 , H_3PO_4 के संयुग्मी आधार) और कार्बनिक अम्ल क्षारीयता में योगदान देंगे। पानी की क्षारीयता एक मजबूत एसिड को निर्दिष्ट पीएच तक बेअसर करने की इसकी मात्रात्मक क्षमता है। दूसरे शब्दों में, अपेक्षाकृत स्थिर पीएच बनाए रखने की इसकी क्षमता। पीएच को स्थिर बनाए रखने की संभावना पानी में मौजूद हाइड्रॉक्सिल, कार्बोनेट और बाइकार्बोनेट आयनों के कारण होती है। बफर के रूप में कार्य करने की प्राकृतिक जल की क्षमता आंशिक रूप से घोल में कैल्शियम और कार्बोनेट आयनों की मात्रा से नियंत्रित होती है। कार्बोनेट और कैल्शियम आयन कैल्शियम

कार्बोनेट या चूना पत्थर से आते हैं। तो, चूना पत्थर के संपर्क में आने वाले पानी में Ca^{++} और CO_3^{2-} आयनों का उच्च स्तर होगा और कठोरता और क्षारीयता भी अधिक होगी। क्षारीयता कई उपयोगों और प्राकृतिक अम्ल और अपशिष्ट जल के उपचार में महत्वपूर्ण है। यह पीने के साथ-साथ सिंचाई प्रयोजनों के लिए पानी की उपयुक्तता निर्धारित करने में महत्वपूर्ण है। अनुमापन प्रायोगिक प्रक्रिया दो प्रकार की क्षारीयता को अलग कर सकती है, अर्थात्, फिनोलफथेलिन क्षारीयता और कुल क्षारीयता (मिथाइल ऑरेंज क्षारीयता)। फिनोलफथेलिन क्षारीयता पानी के नमूने में मौजूद हाइड्रॉक्साइड और कार्बोनेट आयनों (OH^- और CO_3^{2-}) की एसिड-निष्क्रिय करने की शक्ति है, जबकि कुल क्षारीयता इसमें सभी आधारों (OH^- , CO_3^{2-} और HCO_3^-) का प्रतिनिधित्व करती है। क्षारीयता के लिए अनुमापन प्रायोगिक प्रक्रिया अम्लता के लिए प्रायोगिक प्रक्रिया के बिल्कुल विपरीत है। दो समान संकेतकों का उपयोग किया जाता है लेकिन विपरीत क्रम में। प्रायोगिक प्रक्रिया OH^- और CO_3^{2-} के अनुमापन में अंतिम बिंदुओं (पीएच 8.3) को संकेत देने के लिए पहले संकेतक, फिनोलफथेलिन का उपयोग करती है। H_2SO_4 के साथ आगे अनुमापन लगभग pH 4.5 पर दूसरे संकेतक (मिथाइल ऑरेंज) के अंतिम बिंदु तक पहुंचता है, जो कुल क्षारीयता को मापता है। ध्यान दें कि रंग परिवर्तन के लिए पीएच एक निश्चित मान पर नहीं है, बल्कि एक सीमा पर है, यानी मिथाइल ऑरेंज और फिनोलफथेलिन के लिए क्रमशः pH 3.1-4.4 और pH 8.0-9.6 है।

Reagents:

- 0.02N H_2SO_4 : 3 mL. Conc. H_2SO_4 in 1 L deionized water to get 0.01 N H_2SO_4 . Phenolphthalein Indicator: Dissolve 0.5 gm of Phenolphthalein Indicator in 500 ml 95% of ethyl alcohol. Add 500 mL distilled water.
- Methyl orange Indicator: Dissolve 0.5 g of Methyl orange Indicator & dilute to 1000 ml with distilled water.

अभिकर्मक:

- 0.02N H_2SO_4 : 3 एमएल। संक्षिप्त. 0.01N H_2SO_4 प्राप्त करने के लिए 1 लीटर विआयनीकृत पानी में H_2SO_4 डालें। फेनोल्फथेलिन संकेतक: 0.5 ग्राम फेनोल्फथेलिन संकेतक को 500 मिलीलीटर 95% एथिल अल्कोहल में घोलें। 500 एमएल आसुत जल डालें।
- मिथाइल ऑरेंज इंडिकेटर: 0.5 ग्राम मिथाइल ऑरेंज इंडिकेटर को घोलें और आसुत जल के साथ 1000 मिलीलीटर तक पतला करें।

Experimental Procedure:

1. Take suitable volume of sample (25, 50 or 100 mL) in a conical flask.
2. Add 2-3 drops of phenolphthalein indicator.

3. If the sample turns pink in colour, then titrate with 0.02 N H₂SO₄, till the pink colour disappears. Note the volume of acid required as (A).
4. If the pink colour does not exist it indicates that, phenolphthalein Alkalinity is absent. Then continue the titration with Methyl Orange indicator. Methyl Orange Alkalinity
5. Add 2-3 drops of methyl orange to the same flask; continue titration till colour becomes orange. Note down volume of H₂SO₄ consumed as 'B'.

S.No.	Volume of Sample (ml)	Initial Burette Reading (ml)	Final Burette Reading (ml)	Volume of H ₂ SO ₄ (ml) used

प्रायोगिक प्रक्रिया:

1. एक शंकाकार फ्लास्क में उपयुक्त मात्रा में नमूना (25, 50 या 100 एमएल) लें।
2. फिनोलफथेलिन इंडिकेटर की 2-3 बूंदें डालें।
3. यदि नमूने का रंग गुलाबी हो जाता है, तो 0.02 N H₂SO₄ के साथ अनुमापन करें, जब तक कि गुलाबी रंग गायब न हो जाए। आवश्यक एसिड की मात्रा को (ए) के रूप में नोट करें।
4. यदि गुलाबी रंग मौजूद नहीं है तो यह इंगित करता है कि, फिनोलफथेलिन क्षारीयता अनुपस्थित है। फिर मिथाइल ऑरेंज संकेतक के साथ अनुमापन जारी रखें। मिथाइल ऑरेंज क्षारीयता
5. उसी फ्लास्क में मिथाइल ऑरेंज की 2-3 बूंदें मिलाएं; रंग नारंगी होने तक अनुमापन जारी रखें। H₂SO₄ की खपत की मात्रा को 'B' के रूप में नोट करें।

Calculations:

Phenolphthalein Alkalinity as CaCO₃ in mg/L =

$$[(\text{Volume of NaOH(A)} \times N \times 50 \times 1000) / \text{Volume of sample}]$$

Methyl Orange Alkalinity as CaCO₃ in mg/L =

$$[(\text{Volume of NaOH (B)} \times N \times 50 \times 1000) / \text{Volume of sample}]$$

गणना:

एमजी/एल में CaCO₃ के रूप में फेनोल्फथेलिन क्षारीयता =

$$[(\text{NaOH(A)} \times N \times 50 \times 1000 \text{ का आयतन}) / \text{नमूने का आयतन}]$$

मिथाइल ऑरेंज क्षारीयता CaCO₃ के रूप में mg/L =

$$[(\text{NaOH का आयतन (B)} \times N \times 50 \times 1000) / \text{नमूने का आयतन}]$$

Experiment No. - 6

Turbidity (टर्बिडिटी)

Aim

To calibrate and standardize Nephelometer and to determine the turbidity of a given water sample.

उद्देश्य

नेफेलोमीटर (Nephelometer) को कैलिब्रेट और मानकीकरण करना तथा एक दिए गए पानी के नमूने की टर्बिडिटी (धुंधलापन) का निर्धारण करना।

Outcome

Students will learn the use and working Brief Theory of Nephelometer and will learn how to calculate turbidity of water samples.

परिणाम

छात्रों को नेफेलोमीटर के उपयोग और कार्य को समझने का अवसर मिलेगा और वे पानी के नमूनों की टर्बिडिटी (NTU) की गणना करना सीखेंगे।

Theory

The Nephelometry method is based upon a comparison of the intensity of light scattered by the sample under defined conditions with the intensity of light scattered by a standard reference suspension. The higher the intensity of scattered light, the higher is the turbidity. Readings of the Nephelometer are given in Nephelometric Turbidity Unit (NTU). A primary standard suspension is used to calibrate the instrument. A secondary standard suspension is used as a daily calibration check and is monitored periodically for deterioration using one of the primary standards.

सिद्धांत

नेफेलोमेट्री विधि उस रोशनी के तीव्रता के आधार पर काम करती है, जो नमूने द्वारा परिभाषित परिस्थितियों में बिखरी होती है, और उसे एक मानक संदर्भ सस्पेंशन द्वारा बिखरी हुई रोशनी की तीव्रता से तुलना किया जाता है। जितनी अधिक बिखरी हुई रोशनी, उतनी अधिक टर्बिडिटी (धुंधलापन) होती है। नेफेलोमीटर से प्राप्त रीडिंग को **नेफेलोमेट्रिक टर्बिडिटी यूनिट (NTU)** में मापते हैं। इस यंत्र को कैलिब्रेट करने के लिए **प्राथमिक मानक सस्पेंशन** का उपयोग किया जाता है। **द्वितीयक मानक सस्पेंशन** का उपयोग दैनिक कैलिब्रेशन चेक के लिए किया जाता है, और इसे समय-समय पर एक प्राथमिक मानक के माध्यम से निगरानी की जाती है।

Apparatus

Nephelometer

उपकरण

- नेफेलोमीटर

Reagents

- Dissolve 1.000 g hydrazine sulfate $[(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ in filtered water and dilute to 100 mL in a volumetric flask.

- Dissolve 10.00 g hexamethylenetetramine $[(CH_2)_6N_4]$ in filtered water and dilute to 100 mL in a volumetric flask.
- Mix 5.0 mL of hydrazine sulfate and 5.0 mL of hexamethylenetetramine solutions in a 100-mL volumetric flask and let stand 24 hours at $25 \pm 3^\circ C$; dilute to the mark and mix. To prepare 500 mL of 400 NTU standard, mix 25 mL of the reagent solutions in a 500-mL flask, dilute to the mark, and mix.
- For a 40 NTU standard, dilute 10.00 mL of the 400 NTU stock suspension to 100 mL with turbidity-free water (sample or deionized water passed through a filter media of 0.2 mm).

रसायन (Reagents)

1. **हाइड्राज़िन सल्फेट घोल:**
 - 1.000 ग्राम हाइड्राज़िन सल्फेट $[(NH_2)_2 \cdot H_2SO_4]$ को फिल्टर्ड पानी में घोलें और इसे 100 मि.ली. तक एक वोल्यूमेट्रिक फ्लास्क में पतला करें।
2. **हेक्सामेथाइलीनटेट्रामिन घोल:**
 - 10.00 ग्राम हेक्सामेथाइलीनटेट्रामिन $[(CH_2)_6N_4]$ को फिल्टर्ड पानी में घोलें और इसे 100 मि.ली. तक एक वोल्यूमेट्रिक फ्लास्क में पतला करें।
3. **400 NTU मानक घोल तैयार करना:**
 - 5.0 मि.ली. हाइड्राज़िन सल्फेट घोल और 5.0 मि.ली. हेक्सामेथाइलीनटेट्रामिन घोल को 100-मि.ली. वोल्यूमेट्रिक फ्लास्क में मिलाकर 24 घंटे के लिए $25 \pm 3^\circ C$ पर खड़ा रहने दें। फिर इसे माप के निशान तक पतला करें और मिश्रित करें।
 - 400 NTU मानक के लिए 500 मि.ली. में 25 मि.ली. रेजेंट घोल मिलाएं, माप के निशान तक पतला करें और मिश्रित करें।
4. **40 NTU मानक घोल तैयार करना:**
 - 400 NTU स्टॉक सस्पेंशन में से 10.00 मि.ली. को 100 मि.ली. तक टर्बिडिटी-मुक्त पानी से पतला करें (जैसा कि नमूना या डियोनाइज्ड पानी, जिसे 0.2 मिमी फ़िल्टर मीडिया से पास किया गया हो)

Experimental Procedure:

(A) Calibration of Nephelometer

The calibration of Nephelometer can be done using the following steps:

1. Switch the turbidimeter on and allow it to warm up.
2. Check instrument focus: insert template in the cell holder. The lamp image should just fill the inside circle.
3. Draw out the sample cell from the Nephelometer and hold it by the rim not beneath the lip.
4. Pour the deionized water into the sample cell and wipe out the exterior with a soft dry tissue paper.
5. Using Set Zero dial calibrate the instrument to Zero.
6. Next, pour the standard solution into the sample cell and wipe out the exterior with a soft dry tissue paper. Place the cell in its holder with correct orientation.

7. Select the desired NTU range dial of the Nephelometer and rotate the calibrate dial of the Nephelometer to match the digital reading exactly with the preset range.
8. The instrument is now calibrated.
9. The Sample cell can now be filled with unknown sample to measure the NTU. Calculation

The NTU of Diluted sample can be calculated using the following formula:

$$NTU = A \times (B+C) / C$$

Where,

A = NTU found in diluted sample,

B = volume of dilution water, in milliliters, and

C = sample volume taken for dilution, in milliliters.

प्रायोगिक प्रक्रिया (Experimental Procedure)

(A) नेफेलोमीटर का कैलिब्रेशन

नेफेलोमीटर का कैलिब्रेशन निम्नलिखित चरणों द्वारा किया जा सकता है:

1. **नेफेलोमीटर को चालू करें** और इसे गर्म होने के लिए छोड़ दें।
2. **यंत्र की फोकस जांचें:**
 - टेम्पलेट को सेल होल्डर में डालें। लैम्प की छवि को पूरी तरह से अंदर के गोलाकार क्षेत्र में भरना चाहिए।
3. **नमूना कोशिका को बाहर निकालें:**
 - नेफेलोमीटर से नमूना कोशिका को बाहर निकालें और इसे रिम से पकड़ें, न कि लिप से।
4. **नमूना कोशिका में डियोनाइज्ड पानी भरें** और कोशिका के बाहरी हिस्से को एक मुलायम सूती टिशू पेपर से पोंछ लें।
5. **शून्य कैलिब्रेट करें:**
 - **सेट ज़ीरो** डायल का उपयोग करके यंत्र को शून्य पर कैलिब्रेट करें।
6. **मानक घोल डालें:**
 - मानक टर्बिडिटी घोल (जैसे 40 NTU) को नमूना कोशिका में डालें और बाहरी हिस्से को एक सूती टिशू पेपर से पोंछ लें। कोशिका को सही तरीके से होल्डर में रखें।
7. **NTU रेंज डायल चुनें:**
 - नेफेलोमीटर के **चाहे गए NTU रेंज** डायल को सेट करें और **कैलिब्रेट डायल** को घुमाकर डिजिटल रीडिंग को प्रीसेट रेंज से बिल्कुल मेल करें।

8. कैलिब्रेशन पूरा हो गया:

- अब यंत्र कैलिब्रेटेड हो चुका है।

9. नमूने का परीक्षण:

- अब, नमूना कोशिका में अनजान नमूना भरकर NTU मापने के लिए नेफेलोमीटर का उपयोग करें।

NTU की गणना

यदि नमूने को डाइल्यूट किया गया है, तो NTU की गणना निम्नलिखित सूत्र से की जा सकती है:

$$NTU = A \times (B + C) \quad \text{or} \quad NTU = A \times \frac{(B + C)}{C}$$

जहाँ:

- A = डाइल्यूटेड नमूने में पाया गया NTU
- B = डाइल्यूशन पानी की मात्रा (मिलीलीटर में)
- C = डाइल्यूशन के लिए लिया गया नमूना मात्रा (मिलीलीटर में)

Observationa:

Sample	Turbidity (NTU)

पर्यवेक्षण:

नमूना	टर्बिडिटी (NTU)

Results:

परिणाम:

Home Work

- Q1. Write down the environmental significance of measuring turbidity of water samples.
Q2. Why turbidity is important in "filtration" and "disinfection" processes?
Q3. Discuss why turbidity in general cannot be correlated with weight concentration of suspended matter in water samples?

गृहकार्य:

- Q1. पानी के नमूनों की टर्बिडिटी मापने का पर्यावरणीय महत्व क्या है?
Q2. "फिल्ट्रेशन" और "डिसइंफेक्शन" प्रक्रियाओं में टर्बिडिटी का महत्व क्यों है?
Q3. सामान्यतः क्यों टर्बिडिटी को निलंबित पदार्थों की भार सांद्रता से संबंधित नहीं किया जा सकता है?

Experiment No. - 7

Chloride(क्लोराइड)

Aim: To determine chloride ion concentration in a water sample.

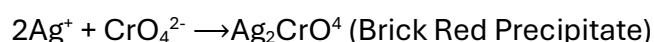
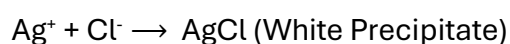
उद्देश्य : एक पानी के नमूने में क्लोराइड आयन की सांद्रता का निर्धारण करने के लिए।

Outcomes: Students will learn to measure the chloride concentration of water samples.

परिणाम: छात्र पानी के नमूनों में क्लोराइड सांद्रता को मापना सीखेंगे।

Theory :

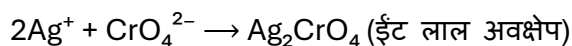
Chlorides are present in water usually as NaCl, MgCl₂ and CaCl₂. Although chlorides are not harmful as such, their concentrations over 250 ppm impart a peculiar taste to the water thus rendering the water unacceptable for drinking purposes. By Mohr's method, chloride ions in a water sample (neutral or slightly alkaline) can be determined by titrating it against standard silver nitrate (AgNO₃) solution using potassium chromate (K₂CrO₄) as an indicator. The pH should be in between 7-8. At higher pH, silver ions are precipitated as silver hydroxide. At lower pH, potassium chromate indicator is converted to potassium dichromate (K₂Cr₂O₇). Mohr's method is based on the precipitation titration in which silver nitrate solution is released from the burette to the water sample which contains chloride ions and indicator. The silver ions (from silver nitrate solution) react with chloride ions (from water sample) and chromate ions (from indicator) to form white precipitate of silver chloride and red precipitate of silver chromate. The following reactions depict the detection of chlorine.



सिद्धांत:

क्लोराइड आमतौर पर पानी में NaCl, MgCl₂ और CaCl₂ के रूप में उपस्थित होते हैं। हालांकि क्लोराइड हानिकारक नहीं होते, लेकिन 250 पीपीएम से अधिक सांद्रता पानी में एक विशेष स्वाद डालती है, जिससे पानी पीने के लिए अस्वीकार्य हो जाता है। मोहर की विधि द्वारा, पानी के नमूने (तटस्थ या थोड़े क्षारीय) में क्लोराइड आयनों का निर्धारण मानक चांदी नाइट्रेट (AgNO₃) समाधान के खिलाफ पोटैशियम क्रोमेट (K₂CrO₄) का संकेतक उपयोग करके किया जा सकता है। पीएच 7-8 के बीच होना चाहिए। उच्च पीएच पर, चांदी के आयन चांदी के हाइड्रॉक्साइड के रूप में अवक्षिप्त होते हैं। निम्न पीएच पर, पोटैशियम क्रोमेट संकेतक को पोटैशियम डाइक्रोमेट (K₂Cr₂O₇) में परिवर्तित किया जाता है। मोहर की विधि अवक्षेपण टाइट्रेशन पर आधारित है, जिसमें चांदी नाइट्रेट समाधान को ब्यूरेट से पानी के नमूने में छोड़ दिया जाता

है, जिसमें क्लोराइड आयन और संकेतक होता है। चांदी के आयन (चांदी नाइट्रेट समाधान से) क्लोराइड आयनों (पानी के नमूने से) और क्रोमैट आयनों (संकेतक से) के साथ प्रतिक्रिया करते हैं और चांदी के क्लोराइड का सफेद अवक्षेप और चांदी के क्रोमैट का लाल अवक्षेप बनाते हैं। निम्नलिखित प्रतिक्रियाएँ क्लोरीन की पहचान को दर्शाती हैं:



Apparatus

Burette, conical flask, pipette, measuring cylinder.

उपकरण:

ब्यूरेट, शंक्वाकार फ्लास्क, पाइपेट, मापने वाला सिलेंडर।

Reagents

- Standard silver nitrate solution (N/50),
- Indicator potassium chromate solution.

रसायन:

- मानक चांदी नाइट्रेट समाधान (N/50)
- संकेतक पोटैशियम क्रोमैट समाधान।

Calibration:-

Transfer 25 ml of the distilled water in a conical flask and add 3-4 drops of indicator potassium chromate solution. Slowly add standard silver nitrate solution from the burette and shake the solution well. At the end point, light yellow colour starts changing to red colour. The titration is repeated until a concordant volume is obtained. The blank correction for the indicator should be subtracted from the volume of the titrant obtained after titrating the with the unknown water sample solution. Let us consider the titrated volume as (V1).

कलिब्रेशन:

25 मि.ली. आसुत जल को शंक्वाकार फ्लास्क में डालें और संकेतक पोटैशियम क्रोमैट समाधान के 3-4 बूँदें डालें। ब्यूरेट से मानक चांदी नाइट्रेट समाधान धीरे-धीरे डालें और समाधान को अच्छी तरह हिलाएँ। अंत बिंदु पर, हल्का पीला रंग लाल रंग में बदलने लगता है। तब तक टाइट्रेशन को दोहराया जाता है जब तक एक सुसंगत मात्रा प्राप्त नहीं हो जाती। संकेतक के लिए शून्य सुधार को उस मात्रा से घटाया जाना चाहिए जो

अज्ञात पानी के नमूने के समाधान के साथ टाइट्रेट करते समय प्राप्त की गई थी। हम टाइट्रेट की मात्रा को (V1) मानते हैं।

Procedure

- Take 50 ml sample in a conical flask. Measure sample pH (to check for acidity or basicity of the sample, this step is optional).
- Add 1.0 ml of freshly prepared indicator solution of $K_2Cr_2O_4$.
- Titrate with standard silver nitrate solution until the brick red precipitate appears. This stage marks the end point of titration and note down volume of titrant used. Note the difference of volume as (V2). Find the actual volume (V) of titrate used using: $V = V_2 - V_1$ equation.

विधि:

- 50 मि.ली. नमूना शंक्वाकार फ्लास्क में लें। नमूने का पीएच मापें (नमूने की अम्लता या क्षारीयता की जांच करने के लिए, यह कदम वैकल्पिक है)।
- $K_2Cr_2O_4$ का 1.0 मि.ली. ताजा तैयार संकेतक समाधान डालें।
- ईट लाल अवक्षेप दिखाई देने तक मानक चांदी नाइट्रेट समाधान के साथ टाइट्रेट करें। यह चरण टाइट्रेशन के अंत बिंदु को दर्शाता है; टाइट्रेट की मात्रा नोट करें। मात्रा का अंतर (V2) के रूप में नोट करें। उपयोग की गई टाइट्रेट की वास्तविक मात्रा (V) निकालें: $V = V_2 - V_1$ समीकरण का उपयोग करके।

Observation

S.No.	Volume of Sample (ml)	Initial Burette Reading (ml)	Final Burette Reading (ml)	Volume of $AgNO_3$ (ml) used

अवलोकन:

क्रमांक	नमूने की मात्रा (मि.ली.)	प्रारंभिक ब्यूरेट रीडिंग (मि.ली.)	अंतिम ब्यूरेट रीडिंग (मि.ली.)	उपयोग की गई $AgNO_3$ की मात्रा (मि.ली.)

Calculations:-

$$\text{Chloride Ion Concentration (mg/L)} = (A \times N \times 35.45) \times 1000 / V_{\text{sample}}$$

Where, A = volume of titrant used, N is normality of silver nitrate (here we used N/50 or 0.02 N), and V_{sample} is volume of sample used (mL).

गणना:

$$\text{क्लोराइड आयन सांद्रता (मिग्रा/लीटर)} = (A \times N \times 35.45) \times 1000 / V_{\text{sample}}$$

जहाँ, A = उपयोग की गई टाइट्रेंट की मात्रा, N चांदी नाइट्रेट की सामान्यता है (यहाँ हमने N/50 या 0.02 N का उपयोग किया), और V_{sample} उपयोग की गई नमूने की मात्रा है (मि.ली.)।

Experiment No. - 8

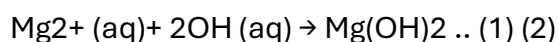
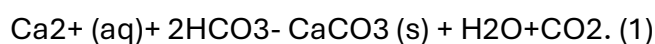
कठोरता

Hardness

उद्देश्य: जल के नमूने की कठोरता का निर्धारण करना

Aim: To determine the hardness of a water sample

सीखने के परिणाम: छात्र पानी के नमूनों की कठोरता को मापना सीखेंगे। संक्षिप्त सिद्धांत सभी प्राकृतिक जल में लवण घुले होते हैं। ये समस्याएँ मुख्य रूप से पानी में कैल्शियम और मैग्नीशियम आयनों की उपस्थिति के कारण होती हैं। पानी की कठोरता बहुसंयोजी धातु धनायनों, मुख्य रूप से द्विसंयोजी Ca^{2+} और Mg^{2+} के कारण होती है। ऋणायन और एकलसंयोजी धनायन जैसे Na^+ और K^+ कठोरता में योगदान नहीं करते हैं। कठोर पानी घरेलू और औद्योगिक उद्देश्यों में उपयोग के लिए पानी की उपयुक्तता को प्रतिकूल रूप से प्रभावित करता है। यदि आपने बहुत अधिक कैल्शियम और मैग्नीशियम लवण वाले पानी से स्नान किया है, तो आपको यह समस्या हो सकती है। समीकरण 1 और 2 संबंधित कठोरता को प्रस्तुत करते हैं।



हालांकि कठोरता धनायन के कारण होती है, लेकिन इसकी चर्चा कार्बोनेट (अस्थायी) और गैर-कार्बोनेट (स्थायी) कठोरता के संदर्भ में भी की जा सकती है। कार्बोनेट कठोरता का तात्पर्य घोल में कार्बोनेट और बाइकार्बोनेट की मात्रा से है जिसे उबालकर हटाया या अवक्षेपित किया जा सकता है। इस प्रकार की कठोरता गर्म पानी के पाइप और केतली में स्केल के जमाव के लिए जिम्मेदार होती है। जब कुल कठोरता संख्यात्मक रूप से CaCO_3 के रूप में व्यक्त कुल क्षारीयता से अधिक होती है, तो क्षारीयता के बराबर कठोरता की मात्रा को कार्बोनेट कठोरता¹ कहा जाता है। जब कठोरता संख्यात्मक रूप से कुल क्षारीयता से कम के बराबर होती है, तो सभी कठोरता कार्बोनेट कठोरता होती है। CaCO_3 के रूप में व्यक्त कुल क्षारीयता से अधिक कठोरता की मात्रा गैर-कार्बोनेट कठोरता। गैर कार्बोनेट कठोरता सल्फेट, क्लोराइड या नाइट्रेट के साथ कठोरता पैदा करने वाले धनायन के जुड़ाव के कारण होती है और इसे "स्थायी कठोरता" कहा जाता है। इस प्रकार की कठोरता को उबालकर दूर नहीं किया जा सकता। कठोरता को क्षारीय स्थिति में EDTA विधि द्वारा निर्धारित किया जाता है; EDTA और इसके सोडियम लवण कुछ धातु आयनों के साथ घुलनशील केलेटेड कॉम्प्लेक्स से होते हैं जैसा कि निम्नलिखित प्रतिक्रिया में दिखाया गया है



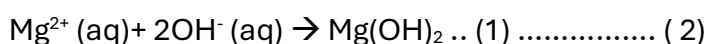
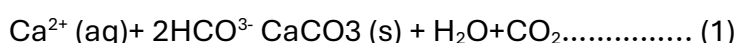
कैल्शियम आयनों और EDTA के बीच प्रतिक्रिया केवल उच्च pH पर होती है; इसलिए, एक घोल जिसका pH स्थिर 10 है (जिसे बफर कहा जाता है) को पानी के नमूने में मिलाया जाएगा। एरियोक्रोम ब्लैक टी, एक

धातु आयन संकेतक, का उपयोग अंतिम बिंदु को देखने के लिए किया जाएगा। एरियोक्रोम ब्लैक टी (ईबीटी) (नीला रंग का घोल) यह दिखाने के लिए एक उत्कृष्ट संकेतक के रूप में कार्य करता है कि सभी कठोरता आयनों का उपभोग कब किया गया है। जब ईबीटी की थोड़ी मात्रा को पीएच > 10 वाले कठोर पानी में मिलाया जाता है, तो यह कमजोर जटिल आयनों (वाइन-लाल रंग का घोल) बनाने के लिए Ca^{2+} और Mg^{2+} आयनों के साथ मिलकर काम करता है। वाइन-लाल कॉम्प्लेक्स बनाने वाले Ca^{2+} युक्त घोल में संकेतक की थोड़ी मात्रा डाली जाती है।

M^{2++} EBT [M.EBT] कॉम्प्लेक्स.....(4)

अंतिम बिंदु तब इंगित किया जाएगा जब मूल लाल घोल नीला हो जाएगा, जो दर्शाता है कि EDTA ने पानी के नमूने में सभी कैल्शियम आयनों के साथ प्रतिक्रिया की है। इस प्रयोग में आप कैल्शियम कार्बोनेट (CaCO_3) को पीपीएम में मापेंगे। आप अपने पानी के नमूने की मात्रा और पानी के नमूने में सभी कैल्शियम के साथ प्रतिक्रिया करने के लिए इस्तेमाल किए गए EDTA घोल की मात्रा (एमएल में) को मापकर अपने पानी के नमूने की कठोरता का निर्धारण करने में सक्षम होंगे।

Learning Outcomes Students will learn to measure the hardness of the water samples. Brief Theory All-natural waters have salts dissolved in them. These problems are caused mainly by the presence of calcium and magnesium ions in the water. Water hardness is caused by multivalent metallic cations, primarily the divalent Ca^{2+} and Mg^{2+} . Anions and monovalent cations such as Na^+ and K^+ do not contribute to hardness. Hard water adversely affects the suitability of water for uses in domestic and industrial purposes. You may have experienced this problem if you have taken a bath with water that contained too many calcium and magnesium salts. Eq. 1 and 2 present the respective hardness.



Although hardness is caused by cation, it may also be discussed in terms of carbonate (temporary) and non-carbonate (permanent) hardness. Carbonate hardness refers to the amount of carbonates and bicarbonates in solution that can be removed or precipitated by boiling. This type of hardness is responsible for the deposition of scale in hot water pipes and kettles. When total hardness is numerically greater than that of total alkalinity expressed as CaCO_3 , the amount of hardness equivalent to alkalinity is called carbonate hardness¹. When the hardness is numerically equal to less than total alkalinity, all hardness is carbonate hardness. The amount of hardness in excess of total alkalinity expressed as CaCO_3 is non- carbonate hardness. Non carbonate hardness is caused by the association of the hardness- causing cation with sulphate, chloride or nitrate and is referred to as “permanent hardness”. This type of hardness cannot be removed by boiling. Hardness is determined by the EDTA method in alkaline condition; EDTA and its sodium salts form a soluble chelated complex with certain metal ions as shown in following reaction;



The reaction between calcium ions and EDTA only occurs at a high pH; therefore, a solution that has a constant pH of 10 (called a buffer) will be added to the water sample. Eriochrome black T, a metal ion indicator, will be used to visualize the endpoint. Eriochrome Black T (EBT) (blue colour solution) serves as an excellent indicator to show when all hardness ions have been consumed. When small amount of EBT is added to hard water with pH>10, it combines with Ca²⁺ and Mg²⁺ ions to form weak complex ions (wine-red colour solution). A small amount of indicator is added to the solution containing the Ca²⁺ forming a wine-red complex.



The end point will be indicated when the original red solution turns to blue indicating that the EDTA has reacted with all the calcium ions in the water sample. In this experiment you will measure calcium carbonate (CaCO₃) in ppm. You will be able determine the hardness of your water sample by measuring the volume of your water sample and the volume (in mL) of the EDTA solution used to react with all of the calcium in the water sample.

उपकरण ब्यूरेट, पिपेट, स्पैटुला, ड्रॉपर

Apparatus Burette, Pipette, Spatula, Dropper

अभिकर्मकों

- एथिलीनडायामीनेटेट्राएसेटिक एसिड (EDTA).
- पीएच 10 का बफर समाधान.
- एरियोक्रोम ब्लैक टी

Reagents

- Ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA).
- Buffer solution of pH 10.
- Eriochrome black T

प्रायोगिक प्रक्रिया

1. शंकाकार फ्लास्क में 50 एमएल नमूना लें
2. एक ड्रॉपर का उपयोग करके शंकाकार फ्लास्क में pH 10 बफर घोल की कुछ बूंदें डालें।

3. स्पैटुला का उपयोग करके, फ्लास्क में एक चुटकी इंडिकेटर एरियोक्रोम ब्लैक टी (पाउडर के रूप में) डालें। घोल का रंग लाल हो जाएगा।
4. ब्यूरेट को साफ करें और उसमें EDTA घोल भरें तथा प्रारंभिक मात्रा रिकॉर्ड करें।
5. विलयन को EDTA के साथ तब तक अनुमापित करें जब तक कि विलयन का रंग लाल से नीला न हो जाए, ब्यूरेट का अंतिम आयतन रिकॉर्ड करें और कठोरता की गणना के लिए दिए गए सूत्र को डालें।

Experimental Procedure

1. Take 50 mL sample in a conical flask
2. Using a dropper add few drops of the pH 10 buffer solution to the conical flask.
3. Using spatula, add a pinch of indicator Eriochrome black T (in the form of a powder) to the flask. The colour of the solution will be red.
4. Clean and fill burette with the EDTA solution and record the initial volume.
5. Titrate the solution with EDTA till the colour of solution will changed from red to blue, record the final volume of burette and put in the given formula for calculating the hardness.

अवलोकन तालिका:

क्र.सं.	नमूने की मात्रा (एमएल)	प्रारंभिक ब्यूरेट रीडिंग (एमएल)	अंतिम ब्यूरेट रीडिंग (एमएल)	प्रयुक्त NaOH की मात्रा

Observation Table:

S.No.	Volume of Sample (ml)	Initial Burette Reading (ml)	Final Burette Reading (ml)	Volume of NaOH used

गणना

CaCO₃ के अनुसार कठोरता (मिलीग्राम/लीटर) =

(अनुमापन में प्रयुक्त EDTA का एमएल × 1000 मिग्रा/ली) / जल नमूने का एमएल

Calculations

Hardness as per CaCO₃ (mg/L) =

{mL of EDTA used in titration × 1000 mg/L} / mL of Water sample

Experiment No. - 9

Jar Test(जार परीक्षण)

Aim

To calibrate and standardize Nephelometer and to determine the turbidity of a given water sample.

उद्देश्य

नेफेलोमीटर को कैलिब्रेट और मानकीकृत करना और दिए गए पानी के नमूने की गंदलापन (टर्बिडिटी) का निर्धारण करना।

Outcome Students will learn the use and working Brief Theory of Nephelometer and will learn how to calculate turbidity of water samples.

परिणाम

छात्र नेफेलोमीटर के उपयोग और कार्यविधि को समझेंगे और पानी के नमूनों की गंदलापन की गणना करना सीखेंगे।

Theory The Nephelometry method is based upon a comparison of the intensity of light scattered by the sample under defined conditions with the intensity of light scattered by a standard reference suspension. The higher the intensity of scattered light, the higher is the turbidity. Readings of the Nephelometer are given in Nephelometric Turbidity Unit (NTU). A primary standard suspension is used to calibrate the instrument. A secondary standard suspension is used as a daily calibration check and is monitored periodically for deterioration using one of the primary standards.

सिद्धांत

नेफेलोमेट्री विधि नमूने द्वारा परिभाषित परिस्थितियों में विकीर्ण (स्कैटर) प्रकाश की तीव्रता की तुलना एक मानक संदर्भ निलंबन द्वारा विकीर्ण प्रकाश की तीव्रता से करती है।

- जितनी अधिक विकीर्ण प्रकाश की तीव्रता होगी, गंदलापन उतना ही अधिक होगा।
- नेफेलोमीटर की रीडिंग्स नेफेलोमेट्रिक टर्बिडिटी यूनिट (NTU) में दी जाती हैं।

अंशांकन मानक:

1. प्राथमिक मानक निलंबन (Primary Standard Suspension): उपकरण को कैलिब्रेट करने के लिए उपयोग किया जाता है।

2. **द्वितीयक मानक निलंबन (Secondary Standard Suspension):** दैनिक कैलिब्रेशन जांच के लिए उपयोग किया जाता है और इसकी गुणवत्ता की जांच समय-समय पर प्राथमिक मानकों का उपयोग करके की जाती है।

Apparatus

- Nephelometer

उपकरण

- नेफेलोमीटर

Reagents

- Dissolve 1.000 g hydrazine sulfate $[(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ in filtered water and dilute to 100 mL in a volumetric flask.
- Dissolve 10.00 g hexamethylenetetramine $[(\text{CH}_2)_6\text{N}_4]$ in filtered water and dilute to 100 mL in a volumetric flask.
- Mix 5.0 mL of hydrazine sulfate and 5.0 mL of hexamethylenetetramine solutions in a 100-mL volumetric flask and let stand 24 hours at $25 \pm 3^\circ\text{C}$; dilute to the mark and mix. To prepare 500 mL of 400 NTU standard, mix 25 mL of the reagent solutions in a 500 mL flask, dilute to the mark, and mix.
- For a 40 NTU standard, dilute 10.00 mL of the 400 NTU stock suspension to 100 mL with turbidity-free water (sample or deionized water passed through a filter media of ≤ 0.2 mm).

अभिकर्मक (Reagents)

- 1.000 ग्राम हाइड्राज़ीन सल्फेट $(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ को फ़िल्टर किए गए पानी में घोलें और 100 mL में पतला करें।
- 10.00 ग्राम हेक्सामेथिलीन टेट्रामाइन $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ को फ़िल्टर किए गए पानी में घोलें और 100 mL में पतला करें।
- 5.0 mL हाइड्राज़ीन सल्फेट और 5.0 mL हेक्सामेथिलीन टेट्रामाइन घोल को 100 mL वॉल्यूमेट्रिक फ्लास्क में मिलाएं।
- मिश्रण को 24 घंटे $25 \pm 3^\circ\text{C}$ पर स्थिर रखें; मार्क तक पतला करें और मिलाएं।
- 400 NTU स्टॉक सस्पेंशन के 10.00 mL को 100 mL तक गंदलापन मुक्त पानी (नमूना या 0.2 मिमी से कम फिल्टर मीडिया से गुजरा डिओनाइज्ड पानी) के साथ पतला करें।

Procedure

Calibration of Nephelometer

The calibration of Nephelometer can be done using the following steps:

- Switch the turbidimeter on and allow it to warm up.
- Check instrument focus: insert template in the cell holder. The lamp image should just fill the inside circle.
- Draw out the sample cell from the Nephelometer and hold it by the rim not beneath the lip.
- Pour the deionized water into the sample cell and wipe out the exterior with a soft dry tissue paper.
- Using Set Zero dial calibrate the instrument to Zero.
- Next, pour the standard solution into the sample cell and wipe out the exterior with a soft dry tissue paper. Place the cell in its holder with correct orientation.
- Select the desired NTU range dial of the Nephelometer and rotate the calibrate dial of the Nephelometer to match the digital reading exactly with the preset range.
- The instrument is now calibrated.
- The Sample cell can now be filled with unknown sample to measure the NTU.

प्रक्रिया

नेफेलोमीटर का कैलिब्रेशन

- नेफेलोमीटर को चालू करें और इसे गर्म होने दें।
- टेम्पलेट को सेल होल्डर में डालें। लैंप की छवि अंदरूनी वृत्त को भरनी चाहिए।
- नेफेलोमीटर से सैंपल सेल निकालें और इसे रिम से पकड़ें (लिप के नीचे नहीं)।
- डिओनाइज्ड पानी को सैंपल सेल में डालें और बाहरी सतह को मुलायम सूखे टिशू पेपर से पोंछें।
- "सेट जीरो" डायल का उपयोग करके उपकरण को शून्य पर कैलिब्रेट करें।
- सैंपल सेल में मानक घोल भरें और बाहरी सतह को पोंछें।
- सेल को होल्डर में सही स्थिति में रखें।
- वांछित NTU रेंज डायल का चयन करें और कैलिब्रेट डायल घुमाएं ताकि डिजिटल रीडिंग को प्रीसेट रेंज से मेल खाया जा सके।

- कैलिब्रेशन के बाद, अज्ञात पानी के नमूने से सैंपल सेल भरें और NTU मापें।

Observations

Alum dose, mg/L	Turbidity, NTU	% removal = $(T_{\text{blank}} - T_{\text{sample}}) \times 100 / T_{\text{blank}}$

अवलोकन

एलम डोज़ (mg/L)	गंदलापन (NTU)	गंदलापन (NTU) % हटाव = $[(T_{\text{blank}} - T_{\text{sample}}) / T_{\text{blank}}]$

Experiment No. – 10

DO

Aim/Objective - To estimate Dissolved Oxygen (DO) level in the given water sample by Winkler's Method.

उद्देश्य: पानी के नमूने में घुलित ऑक्सीजन का निर्धारण

लक्ष्य: विंकलर विधि द्वारा दिए गए पानी के नमूने में घुलित ऑक्सीजन (डीओ) स्तर का अनुमान लगाना।

Apparatus Required –

- a. Glassware – Pipette, Conical Flask, Measuring Cylinder, Burette
- b. Chemical – Sodium Thiosulphate Solution ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), Potassium Dichromate ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), Hydrochloric Acid (HCl), Potassium Iodide (KI), Manganese Sulphate (MnSO_4), Alkali-Iodize-Azide reagent, Starch, Concentrated Sulphuric Acid (H_2SO_4)
- c. Instruments – Burette stand, Funnel, Dropper, BOD bottles

आवश्यक उपकरण –

- अ. कांच के बर्तन - पिपेट, शंकाकार फ्लास्क, मापने वाला सिलेंडर, ब्यूरेट
- ब. रासायनिक सोडियम थायोसल्फेट घोल ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), पोटेशियम डाइक्रोमेट ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), हाइड्रोक्लोरिक एसिड (HCl), पोटेशियम आयोडाइड (KI), मैंगनीज सल्फेट (MnSO_4), अल्कली-आयोडाइज-एज़ाइड अभिकर्मक, स्टार्च, सांद्रित सल्फ्यूरिक एसिड (H_2SO_4)
- स. उपकरण - ब्यूरेट स्टैंड, फ़नल, ड्रॉपर, BOD बोतलें

Theory –

- a) Dissolved Oxygen or DO, as the name suggests is the amount of free oxygen dissolved in the water which can be used by the aquatic life.
- b) The solubility of oxygen in water depends on temperature and other factors. The presence of oxygen is essential for the survival of aquatic life in water. A rapid fall of DO in river water is one of the first indications of pollution.
- c) Two methods are commonly used to determine to DO concentration:
 - i. The iodometric method which is a titration-based method and depends on the oxidizing property of DO
 - ii. The membrane electrode procedure, which works based on the rate of diffusion of molecular oxygen across a membrane.

Winkler's Modified Method:

- a. The Winkler's Method is the technique used to measure DO in freshwater structures. It is used as an indicator of the health of a water body, where higher DO concentrations are associated with high production and little contamination.

- b. This test is performed on-site, as delays between sample collections and testing may result in a variation in oxygen content.
- c. In this method, the oxygen present in the water sample oxidizes the divalent manganous ion to its higher valency, which precipitates as a brown hydrated oxide after addition of sodium hydroxide (NaOH) and potassium iodide (KI).
- d. Upon acidification, manganese reverts to divalent state and liberates iodine from KI equivalent to DO content in the sample. The liberated iodine is titrated against sodium thiosulphate (0.025N), using freshly prepared 2% starch solution as indicator. If the oxygen is absent in the sample, the MnSO_4 react with the alkali to form white precipitate Mn(OH)_2 .
- e. When MnSO_4 and alkali-iodide reagent ($\text{NaOH} + \text{KI}$) are added to a sample in the absence of oxygen, a pure white precipitate is formed. $\text{Mn}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Mn(OH)}_2$ (white precipitate). Mn^{2+} is oxidized to Mn^{4+} and precipitates brown hydrated oxide in the presence of oxygen. $\text{Mn}^{2+} + 2\text{OH}^- + 0.5\text{O}_2 \rightarrow \text{MnO}_2$ (brown hydrated precipitate) + H_2O . The oxidation of Mn^{2+} to MnO_2 is called fixation of the oxygen, and occurs slowly at low temperature. $\text{Mn(OH)}_2 + 0.5\text{O}_2 \rightarrow \text{MnO}_2 + \text{H}_2\text{O}$
- f. After the floc has settled, sulfuric acid is added. MnO_2 is oxidized to produce I_2 under low pH conditions. I_2 is insoluble in water and forms complexes when there is an excess of iodide ions in solution, preventing iodine ions from escaping. $\text{MnO}_2 + 2\text{I}^- + 4\text{H}^+ \rightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ and alongside $\text{I}_2 + \text{I}^- \leftrightarrow \text{I}_3^-$. The sample is now ready to be titrated with thiosulfate solution.

सिद्धांत –

अ. घुलित ऑक्सीजन या डीओ, जैसा कि नाम से पता चलता है, पानी में घुली मुक्त ऑक्सीजन की मात्रा है जिसका उपयोग जलीय जीवन द्वारा किया जा सकता है।

ब. पानी में ऑक्सीजन की घुलनशीलता तापमान और अन्य कारकों पर निर्भर करती है। पानी में जलीय जीवन के अस्तित्व के लिए ऑक्सीजन की उपस्थिति आवश्यक है। नदी के पानी में डीओ की तेजी से गिरावट प्रदूषण के पहले संकेतों में से एक है।

स. घुलित ऑक्सीजन सांद्रता निर्धारित करने के लिए आमतौर पर दो तरीकों का उपयोग किया जाता है:

i. आयोडोमेट्रिक विधि जो एक अनुमापन-आधारित विधि है और डीओ के ऑक्सीकरण गुण पर निर्भर करती है।

ii. झिल्ली इलेक्ट्रोड प्रक्रिया, जो एक झिल्ली में आणविक ऑक्सीजन के प्रसार की दर के आधार पर काम करती है।

द. विकलर की संशोधित विधि:

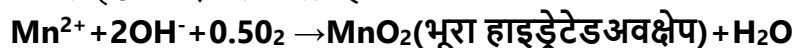
i. विकलर की विधि मीठे पानी की संरचनाओं में डीओ को मापने के लिए इस्तेमाल की जाने वाली तकनीक है। इसका उपयोग एक संकेतक के रूप में किया जाता है जल निकाय का स्वास्थ्य, जहां उच्च डीओ सांद्रता उच्च उत्पादन और कम प्रदूषण से जुड़ी होती है।

ii. यह परीक्षण मौके पर ही किया जाता है, क्योंकि नमूना संग्रह और परीक्षण के बीच देरी के परिणामस्वरूप ऑक्सीजन सामग्री में भिन्नता हो सकती है।

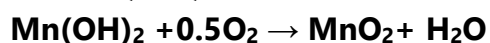
iii. इस विधि में, पानी के नमूने में मौजूद ऑक्सीजन द्विसंयोजक मैंगनीज आयन को उसकी उच्च संयोजकता तक ऑक्सीकृत कर देती है, जो सोडियम हाइड्रॉक्साइड (NaOH) और पोटेशियम आयोडाइड (KI) मिलाने के बाद भूरे रंग के हाइड्रेटेड ऑक्साइड के रूप में अवक्षेपित हो जाता है।

iv. अम्लीकरण के बाद, मैंगनीज द्विसंयोजक अवस्था में वापस आ जाता है और नमूने में DO सामग्री के बराबर KI से आयोडीन मुक्त करता है। मुक्त आयोडीन को सूचक के रूप में ताजा तैयार 2% स्टार्च घोल का उपयोग करके सोडियम थायोसल्फेट (0.025N) के विरुद्ध अनुमापन किया जाता है। यदि नमूने में ऑक्सीजन अनुपस्थित है, तो $MnSO_4$ क्षार के साथ प्रतिक्रिया करके सफेद अवक्षेप $Mn(OH)_2$ बनाता है।

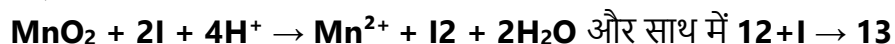
ध. जब ऑक्सीजन की अनुपस्थिति में $MnSO_4$ और अल्कली-आयोडाइड अभिकर्मक (NaOH + KI) को नमूने में मिलाया जाता है, तो शुद्ध सफेद अवक्षेप बनता है। $Mn^{2+} + 2OH^- \rightarrow Mn(OH)_2$ (सफेद अवक्षेप)। Mn^{2+} ऑक्सीजन की उपस्थिति में Mn^{4+} में ऑक्सीकृत हो जाता है और भूरे रंग का हाइड्रेटेड ऑक्साइड अवक्षेपित करता है।



Mn^{2+} का MnO_2 में ऑक्सीकरण ऑक्सीजन का स्थिरीकरण कहलाता है, और यह कम तापमान पर धीरे-धीरे होता है।



भ. फ्लोक के जम जाने के बाद, सल्फ्यूरिक एसिड मिलाया जाता है। MnO_2 को कम pH स्थितियों में 12 बनाने के लिए ऑक्सीकृत किया जाता है। 12 पानी में अघुलनशील है और जब घोल में आयोडाइड आयनों की अधिकता होती है तो यह कॉम्प्लेक्स बनाता है, जिससे आयोडीन आयन बाहर नहीं निकल पाते।



म. नमूना अब थायोसल्फेट घोल के साथ अनुमापन के लिए तैयार है।

Procedure –

a. Standardisation of Sodium Thiosulphate Solution –

- Fill the burette with the Sodium Thiosulphate Solution ($Na_2S_2O_3$) up to the 0 mark with the help of a funnel.
- Now in a conical flask we add around 10 mL of 0.025 N Potassium Dichromate ($K_2Cr_2O_7$) with the help of a graduated pipette, giving the solution a yellow colour.
- To this beaker and solution, we add around 2 mL of Hydrochloric Acid (HCl) and 1 spatula of Potassium Iodide (KI). This turns the colour of the solution to a brown-yellow colour.
- Now, we titrate this solution against the Sodium Thiosulphate Solution ($Na_2S_2O_3$) till a pale-yellow colour is achieved. Post this colour, we add around 2 mL of Starch to the beaker turning the beaker colour to blue. Finally, it is again titrated till the final colour becomes white.
- Finally, using the formula $N_1V_1 = N_2V_2$, we achieve the Normality of the Sodium Thiosulphate Solution ($Na_2S_2O_3$).

b. Determination of Dissolved Oxygen of Sample –

- Fill the BOD bottle with the test sample up to the brim of the bottle.
- Immediately after this we add around 2 mL of Manganese Sulphate ($MnSO_4$) solution to this bottle, just below the surface of the sample.

- iii. Beyond this we also add 2 mL of Alkali-Iodize-Azide reagent to this bottle similar to above step. This turns the solution to a golden-brown colour.
- iv. Mix this solution properly by inverting it several times and allow the precipitate to settle to the bottom by leaving it stagnant for a few minutes.
- v. Now carefully add 2mL of Concentrated Sulphuric Acid (H₂SO₄). Again, mix the solution by inverting the bottle several times and then finally transfer 200 mL of this solution to a beaker.
- vi. Titrate this solution against the Sodium Thiosulphate Solution (Na₂S₂O₃) till a pale-yellow colour is achieved. Post this colour, we add around 2 mL of Starch to the beaker turning the beaker colour to blue. Finally, it is again titrated till the final colour becomes white.
- vii. Finally, using the formula given below we can find the Dissolved Oxygen content in the solution.

$\text{Dissolved Oxygen (D.O.) as mg/l} = \frac{N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 8000}{\text{Volume of the sample}}$ $N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ = Normal of Na₂S₂O₃ $V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ = Volume of Na₂S₂O₃

4. प्रक्रिया -

अ. सोडियम थायोसल्फेट घोल का मानकीकरण -

- i. फनल की सहायता से ब्यूरेट को सोडियम थायोसल्फेट घोल (Na₂S₂O₃) से 0 मार्क तक भरें।
- ii. अब एक शंकाकार फ्लास्क में हम एक स्नातक पिपेट की सहायता से लगभग 10 mL 0.025 N पोटेशियम डाइक्रोमेट (K₂Cr₂O₇) मिलाते हैं, जिससे घोल का रंग पीला हो जाता है।
- iii. इस बीकर और घोल में, हम लगभग 2 mL हाइड्रोक्लोरिक एसिड (HCl) और 1 स्पैटुला पोटेशियम आयोडाइड (KI) मिलाते हैं। इससे घोल का रंग भूरा-पीला हो जाता है।
- iv. अब, हम इस घोल को सोडियम थायोसल्फेट घोल के साथ (Na₂S₂O₃) तब तक अनुमापित करते हैं जब तक कि हल्का-पीला रंग प्राप्त न हो जाए। इस रंग के बाद, हम बीकर में लगभग 2ML स्टार्च मिलाते हैं, जिससे बीकर का रंग नीला हो जाता है। अंत में, इसे फिर से तब तक अनुमापित किया जाता है जब तक कि अंतिम रंग सफेद न हो जाए।
- v. अंत में, $N_1V_1 = N_2V_2$ सूत्र का उपयोग करके, हम सोडियम थायोसल्फेट घोल (Na₂S₂O₃) की सामान्यता प्राप्त करते हैं।

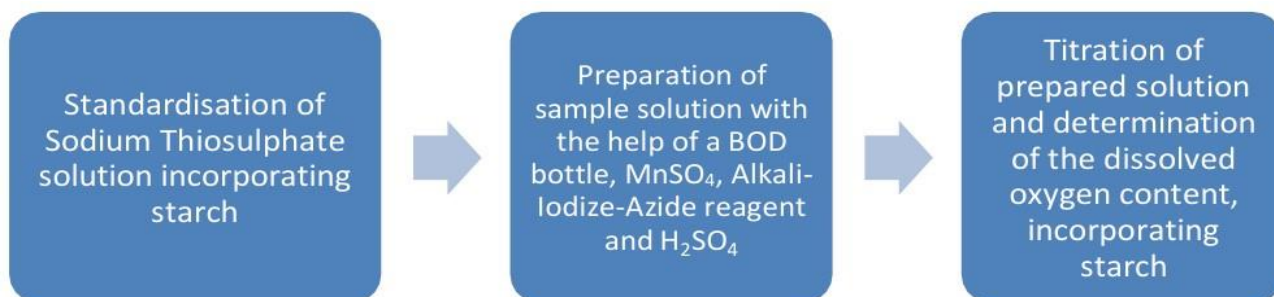
ब. नमूने में घुली हुई ऑक्सीजन का निर्धारण

- i. BOD बोतल को परीक्षण नमूने से बोतल के किनारे तक भरें।
- ii. इसके तुरंत बाद हम नमूने की सतह के ठीक नीचे इस बोतल में लगभग 2ML मैंगनीज सल्फेट (MnSO₄) घोल मिलाते हैं।
- iii. इसके बाद हम उपरोक्त चरण के समान इस बोतल में 2ML अल्कली-आयोडाइज़-एज़ाइड अभिकर्मक भी मिलाते हैं। इससे घोल सुनहरे-भूरे रंग का हो जाता है।

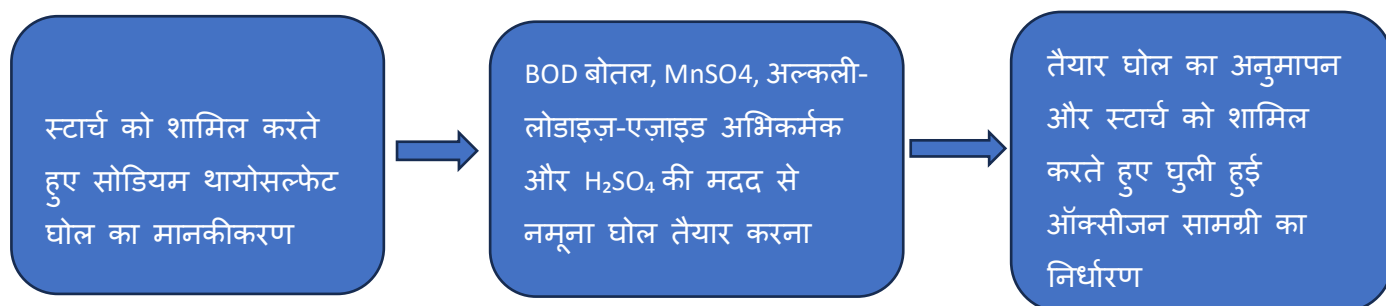
- iv. इस घोल को कई बार उलट-पलट कर अच्छी तरह मिला लें तथा अवक्षेप को कुछ मिनट के लिए नीचे बैठने दें।
- v. अब ध्यान से 2mL सांद्रित सल्फ्यूरिक एसिड (H_2SO_4) डालें। फिर से, बोतल को कई बार उलटकर घोल को मिलाएँ और फिर अंत में इस घोल के 200 mL को एक बीकर में डालें।
- vi. इस घोल को सोडियम थायोसल्फेट घोल ($Na_2S_2O_3$) के साथ तब तक अनुमापित करें जब तक कि हल्का पीला रंग प्राप्त न हो जाए। इस रंग के बाद, हम बीकर में लगभग 2 mL स्टार्च मिलाते हैं जिससे बीकर का रंग नीला हो जाता है। अंत में, इसे फिर से अनुमापित किया जाता है जब तक कि अंतिम रंग सफेद न हो जाए।
- vii. अंत में, नीचे दिए गए सूत्र का उपयोग करके हम घोल में घुली हुई ऑक्सीजन की मात्रा का पता लगा सकते हैं।

घुलित ऑक्सीजन (MG/L)	=	$\frac{N_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3} \times 8000}{\text{नमूने का आयतन}}$
		$N_{Na_2S_2O_3}$ = $Na_2S_2O_3$ का सामान्य $V_{Na_2S_2O_3}$ = $Na_2S_2O_3$ का आयतन

Flow Chart



5. प्रवाह चार्ट :-



Observations –

a) Standardisation of Sodium Thiosulphate Solution ($Na_2S_2O_3$)

- i. Initial burette reading =
- ii. Final burette reading =
- iii. Volume of Sodium Thiosulphate Solution ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) used =
- iv. Volume of Potassium Dichromate solution =
- v. Normality of Potassium Dichromate Solution =

b) Standardisation of Silver Nitrate –

- i. Initial burette reading =
- ii. Final burette reading =
- iii. Volume of Sodium Thiosulphate Solution ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) used =
- iv. Volume of Potassium Dichromate =

Results –

- a. Normality of Sodium Thiosulphate Solution ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) =
- b. Dissolved Oxygen Content =
- c. The acceptable limit of DO by BIS is 4 – 7 mg/L. DO of this sample is mg/L thus it is within safe limits and is safe for drinking purpose.

6. अवलोकन

अ. सोडियम थायोसल्फेट घोल ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) का मानकीकरण

- i. प्रारंभिक ब्यूरेट रीडिंग =
- ii. अंतिम ब्यूरेट रीडिंग =
- iii. उपयोग किए गए सोडियम थायोसल्फेट घोल ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) की मात्रा =
- iv. पोटेशियम डाइक्रोमेट घोल की मात्रा =
- v. पोटेशियम डाइक्रोमेट घोल की सामान्यता =

ब. सिल्वर नाइट्रेट का मानकीकरण

- i. प्रारंभिक ब्यूरेट रीडिंग =
- ii. अंतिम ब्यूरेट रीडिंग =
- iii. उपयोग किए गए सोडियम थायोसल्फेट घोल ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) की मात्रा =
- iv. पोटेशियम डाइक्रोमेट की मात्रा =

7. परिणाम -

अ. सोडियम थायोसल्फेट घोल ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) की सामान्यता =

ब. घुली हुई ऑक्सीजन सामग्री =

Experiment No. – 11

Biochemical Oxygen Demand (BOD)

प्रयोगशाला प्रयोग: जैव रासायनिक ऑक्सीजन मांग (बीओडी)

Objective: To determine BOD value for determining biodegradability of solution.

उद्देश्य: विलयन की जैवनिम्नीकरणीयता निर्धारित करने के लिए BOD मान निर्धारित करना।

Background: The most widely used test indicating organic pollution of both wastewater and surface water is the 5-day BOD (BOD₅). This determination involves the measurement of the dissolved oxygen used by microorganisms in the biochemical oxidation of organic matter. BOD₅ is the total amount of oxygen consumed by microorganisms during the first five days of biodegradation. Oxygen demand is associated with the biodegradation of the carbonaceous portion of wastes and oxidation of nitrogen compounds such as ammonia.

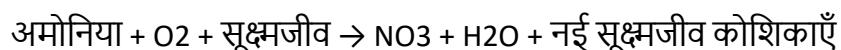
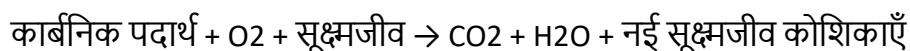
The following equations simplify the process of biodegradation:

Organic matter + O₂ + microorganisms → CO₂ + H₂O + new microbial cells

Ammonia + O₂ + microorganisms → NO₃ + H₂O + new microbial cells

पृष्ठभूमि:

अपशिष्ट जल और सतही जल दोनों के कार्बनिक प्रदूषण को इंगित करने वाला सबसे व्यापक रूप से इस्तेमाल किया जाने वाला परीक्षण 5-दिवसीय BOD (BOD₅) है। इस निर्धारण में कार्बनिक पदार्थों के जैव रासायनिक ऑक्सीकरण में सूक्ष्मजीवों द्वारा उपयोग की जाने वाली घुलित ऑक्सीजन की माप शामिल है। BOD₅ जैव अपघटन के पहले पाँच दिनों के दौरान सूक्ष्मजीवों द्वारा खपत की गई ऑक्सीजन की कुल मात्रा है। ऑक्सीजन की मांग अपशिष्ट के कार्बनयुक्त भाग के जैव अपघटन और अमोनिया जैसे नाइट्रोजन यौगिकों के ऑक्सीकरण से जुड़ी है। निम्नलिखित समीकरण जैव अपघटन की प्रक्रिया को सरल बनाते हैं:



Procedure:

Apparatus: Incubation bottle 300mL volume; Air compressor, 20°C incubator

Reagents for DO measurement:

- Manganese sulfate solution: Dissolve 480 g MnSO₄·4H₂O, 400 g MnSO₄·2H₂O or 364 g MnSO₄·H₂O in distilled water, filter, and dilute to 1L. The MnSO₄ solution should not give a color with starch when added to an acidified potassium iodide (KI) solution.

- b) Alkali-iodide-azide reagent
- c) Sulfuric acid: One mL is equivalent to ~ 3mL alkali-iodide-azide reagent.
- d) Starch solution: Dissolve 2 g laboratory-grade soluble starch and 0.2 g salicylic acid as preservative in 100 mL hot distilled water.
- e) Standard sodium thiosulfate titrant: Dissolve 6.205 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in distilled water and add 1.5 mL 6N NaOH or 0.4 g solid NaOH and dilute to 1000 mL. Standardize with bi-iodate solution.
- f) Standard potassium bi-iodate solution (0.0021M): Dissolve 812.4 mg $\text{KH}(\text{IO}_3)$ in distilled water and dilute to 1000 mL.
- g) Standardization: Dissolve ~ 2 g KI, free from iodate in an Erlenmeyer flask with 100 to 150 mL distilled water; add 1 mL 6N H_2SO_4 or a few drops of conc. H_2SO_4 and 20.00 mL standard bi-iodate solution. Dilute to 200 mL and titrate liberated iodine with thiosulfate titrant, adding starch toward end of titration, when a pale straw color is reached. When the solution is of equal, 20.00 mL 0.025M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ should be required. If not, adjust the $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution to 0.025M.

प्रक्रिया:

उपकरण: इन्क्यूबेशन बोतल 300mL वॉल्यूम; एयर कंप्रेसर, 20°C इन्क्यूबेटर

डीओ माप के लिए अभिकर्मक:

1. मैंगनीज सल्फेट घोल: 480 ग्राम $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 400 ग्राम $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ या 364 ग्राम $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ को आसुत जल में घोलें, छानें और 1 लीटर तक पतला करें। अम्लीकृत पोटेशियम आयोडाइड (KI) घोल में मिलाने पर MnSO_4 घोल को स्टार्च के साथ रंग नहीं देना चाहिए।
2. अल्कली-आयोडाइड-एज़ाइड अभिकर्मक
3. सल्फ्यूरिक एसिड: एक एमएल ~ 3 एमएल अल्कली-आयोडाइड-एज़ाइड अभिकर्मक के बराबर है।
4. स्टार्च घोल: 100 एमएल गर्म आसुत जल में 2 ग्राम प्रयोगशाला-ग्रेड घुलनशील स्टार्च और 0.2 ग्राम सैलिसिलिक एसिड को परिरक्षक के रूप में घोलें।
5. मानक सोडियम थायोसल्फेट टाइट्रेंट: 6.205 ग्राम $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ को डिस्टिलर जल में घोलें और 1.5 एमएल 6N NaOH या 0.4 ग्राम ठोस NaOH मिलाएं और 1000 एमएल तक पतला करें। बाय-आयोडेट घोल के साथ मानकीकृत करें।
6. मानक पोटेशियम बाय-आयोडेट घोल (0.0021M): 812.4 मिलीग्राम $\text{KH}(\text{IO}_3)$ को आसुत जल में घोलें और 1000 एमएल तक पतला करें।
7. मानकीकरण: 100 से 150 एमएल आसुत जल के साथ एर्लेनमेयर फ्लास्क में आयोडेट से मुक्त 2 ग्राम KI घोलें; 1 एमएल 6N H_2SO_4 या सांद्र H_2SO_4 की कुछ बूंदें और 20.00 एमएल मानक द्वि-आयोडेट घोल डालें। 200 एमएल तक पतला करें और थायोसल्फेट टाइट्रेंट के साथ मुक्त आयोडीन को टाइट्रेट करें, जब एक हल्के भूरे रंग तक पहुँच जाए, तो अनुमापन के अंत में स्टार्च मिलाएँ। जब घोल बराबर हो जाए, तो

20.00 एमएल 0.025M Na₂S₂O₃ की आवश्यकता होनी चाहिए। यदि नहीं, तो Na₂S₂O₃ घोल को 0.025M पर समायोजित करें।

Steps:

DO measurement:

1. Make dilution water by adding 2mL/L of following reagents in distilled water:
 - a. Phosphate buffer solution
 - b. Magnesium sulfate solution
 - c. Calcium chloride solution
 - d. Ferric chloride solution
 - e. Sodium Sulfite solution
2. For a given sample bottle, add 1 mL of alkali azide and then 1 mL manganous sulfate solution. Shake well the bottle and keep it open for 5 minutes to settle the precipitate. Add 2 mL concentrated H₂SO₄ and place the cap on the bottle. Shake well the bottle till all the precipitate is dissolved.
3. Take 203 mL of sample in conical flask and titrate with standard sodium thiosulfate solution (0.025N) till the colour changes from dark yellow to light yellow. Then add few drops of starch indicator and continue to titrate till the color of the solution becomes either colorless or changes to its original sample colour. Note down volume of 0.025N sodium thiosulfate consumed.
4. Calculate DO value of the sample. Remember that in 200 mL sample, 1 mL of sodium thiosulfate of 0.025N equals to 1 mg/L dissolved oxygen:
=>Dissolved oxygen (DO) (in mg/L) = mL of sodium thiosulfate (0.025N) consumed.

घुलित ऑक्सीजन (DO) माप करें:

1.1. आसुत जल में निम्नलिखित अभिकर्मकों की 2mL/L मात्रा मिलाकर तनु जल बनाएं:

- a. फॉस्फेट बफर समाधान
- b. मैग्नीशियम सल्फेट घोल
- c. कैल्शियम क्लोराइड घोल
- d. फेरिक क्लोराइड घोल
- e. सोडियम सल्फाइट घोल

1.2. दिए गए नमूने के लिए बोतल में 1 एमएल अल्कली एजाइड और फिर 1 एमएल मैंगनस सल्फेट घोल डालें। बोतल को अच्छी तरह हिलाएं और अवक्षेप को जमने के लिए 5 मिनट तक खुला रखें। 2 एमएल

सांद्र H_2SO_4 डालें और बोतल पर ढक्कन लगा दें। बोतल को तब तक अच्छी तरह हिलाएं जब तक कि सारा अवक्षेप घुल न जाए।

1.3. शंकाकार फ्लास्क में 203 एमएल नमूना लें और मानक सोडियम थायोसल्फेट घोल (0.025N) के साथ तब तक अनुमापन करें जब तक कि रंग गहरे पीले से हल्के पीले रंग में न बदल जाए। फिर स्टार्च इंडिकेटर की कुछ बूंदें डालें और तब तक अनुमापन जारी रखें जब तक कि घोल का रंग या तो रंगहीन न हो जाए या अपने मूल नमूने के रंग में न बदल जाए। 0.025N सोडियम थायोसल्फेट की खपत की मात्रा नोट करें।

1.4. नमूने का DO मान परिकलित करें। याद रखें कि 200 mL नमूने में, 0.025N का 1 mL सोडियम थायोसल्फेट 1 mg/L घुलित ऑक्सीजन के बराबर है:

=> घुलित ऑक्सीजन (DO) (मिलीग्राम/लीटर में) = खपत की गई सोडियम थायोसल्फेट की एमएल (0.025N)

BOD:

1. Prepare BOD dilutions. Use dilution water (it contains nutrients, the exact contents are described in Standard Methods): Blank (only dilution water); 5 mL sample in 300 mL BOD bottle, fill up with dilution water; 15 mL sample in 300 mL BOD bottle, fill up with dilution water; 20 mL sample in 300 mL BOD bottle, fill up with dilution water

2. Take 300 mL sample in BOD bottle. Prepare two sets of this sample. Keep one set for DO analysis for day 0 (i.e., Sample0Day) and another sample in BOD incubator for 5 days at 20° C (Sample5Day).

3. Measure DO in different samples at $t=0$.

4. Incubate samples in 20°C for 5 days.

5. Come back in the lab after 5 days and record dissolved oxygen.

6. Record data in following manner. From table

बीओडी:

1. BOD तनुकरण तैयार करें। तनुकरण जल का उपयोग करें (इसमें पोषक तत्व होते हैं, सटीक सामग्री मानक विधियों में वर्णित है): खाली (केवल तनुकरण जल); 300 mL BOD बोतल में 5 mL नमूना, तनुकरण जल से भरें; 300 mL BOD बोतल में 15 mL नमूना, तनुकरण जल से भरें; 300 mL BOD बोतल में 20 mL नमूना, तनुकरण जल से भरें

2. BOD बोटल में 300 mL नमूना लें। इस नमूने के दो सेट तैयार करें। एक सेट को DO विश्लेषण के लिए दिन 0 (यानी, नमूना 0 दिन) के लिए रखें और दूसरे नमूने को 20 डिग्री सेल्सियस (नमूना 5 दिन) पर 5 दिनों के लिए BOD इनक्यूबेटर में रखें।
3. $t=0$ पर विभिन्न नमूनों में DO मापें।
4. नमूनों को 5 दिनों के लिए 20°C पर रखें।
5. 5 दिन बाद प्रयोगशाला में वापस आएँ और घुलित ऑक्सीजन को रिकॉर्ड करें।
6. निम्नलिखित तरीके से डेटा रिकॉर्ड करें।

बोटल नं. Bottle no.	अपशिष्ट जल का नमूना (ml) Wastewater sample (mL)	प्रारंभिक डीओ (मिलीग्राम/लीटर) (डीओ) Initial DO (mg/L) (DO0)	5-दिन पर DO (ml) (DO5) DO at 5-day (mL) (DO5)
1			
2			
3			
4			

Calculate 5-day BOD value of the sample at 20°C:

$$\text{t-day BOD} = [\text{DO}_t - \text{DO}_0] / (P) \quad (1)$$

where P= Dilution factor = 300mL/(sample volume in mL)

20°C पर नमूने का 5-दिन का BOD मान परिकलित करें:

$$t\text{-दिन बीओडी} = [\text{डीओ}_t - \text{डीओ}_0] / (p) \quad (1)$$

जहाँ P= तनुकरण कारक = 300mL/(नमूना आयतन एमएल में)

Experiment No. -12 Chemical Oxygen Demand (COD)

रासायनिक ऑक्सीजन मांग (सीओडी)

Objective: To determine COD value for determining organic strength of solution (Closed Reflux Method).

उद्देश्य: घोल की जैविक शक्ति (क्लोस्ड रिफ्लक्स) निर्धारित करने के लिए सीओडी मूल्य निर्धारित करना तरीका।

Background:

Chemical oxygen demand (COD) is termed as the amount of a specific oxidizing agent that reacts with sample under controlled conditions and it is expressed as oxygen equivalence. This parameter indicates the extent of organic matter contamination of water and is always higher than the biochemical oxygen demand (BOD). It is used to indicate organic matter contamination and it helps in knowing overall organic load to the receiving body.

पृष्ठभूमि:

रासायनिक ऑक्सीजन मांग (सीओडी) को एक विशिष्ट ऑक्सीकरण एजेंट की मात्रा कहा जाता है। नियंत्रित परिस्थितियों में नमूने के साथ प्रतिक्रिया करता है और इसे ऑक्सीजन तुल्यता के रूप में व्यक्त किया जाता है। यह पैरामीटर पानी के कार्बनिक पदार्थ संदूषण की सीमा को इंगित करता है और हमेशा इससे अधिक होता है जैव रासायनिक ऑक्सीजन मांग (बीओडी)। इसका उपयोग कार्बनिक पदार्थ संदूषण को इंगित करने के लिए किया जाता है और इससे मदद मिलती है प्राप्तकर्ता शरीर पर समग्र जैविक भार को जानना।

Selection of Method

There are two methods for COD determination.

The first method: open reflux method is suitable for a wide range of wastes where large volume of sample is required (for samples with COD= 50 mg O₂/L).

In the second method: closed reflux methods, small quantities of metallic salt reagents are required and small quantities of hazardous waste is produced (for samples with COD= 5 to 50 mg O₂/L). In the closed reflux method, ampules and culture tubes with premeasured reagents are used and then samples is placed in the tube and COD is determined.

In this experiment, closed reflux method is used and samples with COD < 50 mg O₂/L are tested.

विधि का चयन

सीओडी निर्धारण की दो विधियाँ हैं।

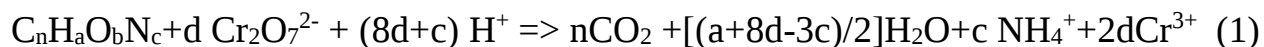
पहली विधि: ओपन रिफ्लक्स विधि है अपशिष्टों की एक विस्तृत श्रृंखला के लिए उपयुक्त जहाँ बड़ी मात्रा में नमूने की आवश्यकता होती है (सीओडी = वाले नमूनों के लिए 50 मिलीग्राम O₂/L)।

दूसरी विधि में: बंद भाटा विधियाँ, धात्विक नमक अभिकर्मकों की छोटी मात्रा होती है आवश्यक और कम मात्रा में खतरनाक अपशिष्ट उत्पन्न होता है (सीओडी = 5 से 50 मिलीग्राम वाले नमूनों के लिए O₂/L)। बंद रिफ्लक्स विधि में, पूर्व-मापित अभिकर्मकों के साथ एम्प्यूल्स और कल्चर ट्यूब का उपयोग किया जाता है फिर नमूने को ट्यूब में रखा जाता है और सीओडी निर्धारित किया जाता है।

इस प्रयोग में, बंद भाटा विधि का उपयोग किया जाता है और सीओडी <50 मिलीग्राम O₂/L वाले नमूने होते हैं परीक्षण किया गया।

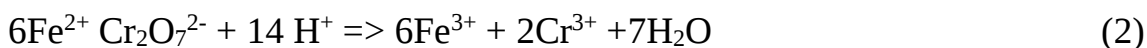
Reaction with dichromate solution of sample:

Potassium dichromate is a strong oxidizing agent and it can be used to prepare solution of exact normality.



$$\text{Here } d = (2n/3) + (a/6) - (b/3) - (c/2)$$

During experiment, excess dichromate concentration is determined by titrating it with ferrous ammonium sulfate (FAS). The reaction is given by:



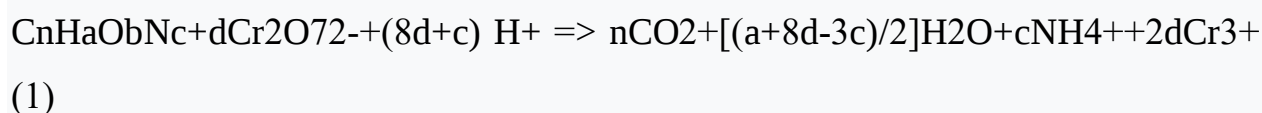
$$\text{Here } d = (2n/3) + (a/6) - (b/3) - (c/2)$$

Ferriin (ferrous 1,10-phenanthroline sulfate):

It is used to indicate change in oxidation-reduction potential of the solution and it indicates the condition when all dichromate has been reduced by ferrous ion. It gives a very sharp brown color change which can be seen in spite of blue color generated by the Cr³⁺ ions formed on reduction of the dichromate.

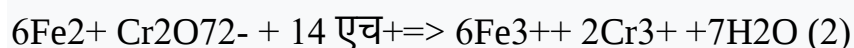
नमूने के डाइक्रोमेट समाधान के साथ प्रतिक्रिया:

पोटेशियम डाइक्रोमेट एक मजबूत ऑक्सीकरण एजेंट है और इसका उपयोग सटीक समाधान तैयार करने के लिए किया जा सकता है सामान्यता.



यहाँ $d = (2n/3) + (a/6) - (b/3) - (c/2)$

प्रयोग के दौरान, अतिरिक्त डाइक्रोमेट सांद्रता को फेरस के साथ अनुमापन करके निर्धारित किया जाता है अमोनियम सल्फेट (एफएएस)। प्रतिक्रिया इस प्रकार दी गई है:



यहाँ $d = (2n/3) + (a/6) - (b/3) - (c/2)$

फेरोइन (फेरस 1,10-फेनेंथ्रोलाइन सल्फेट):

इसका उपयोग ऑक्सीकरण-कमी में परिवर्तन को इंगित करने के लिए किया जाता है समाधान की क्षमता और यह उस स्थिति को इंगित करता है जब सभी डाइक्रोमेट को फेरस द्वारा कम कर दिया गया है आयन. यह बहुत तीव्र भूरे रंग का परिवर्तन देता है जिसे उत्पन्न नीले रंग के बावजूद देखा जा सकता है डाइक्रोमेट के अपचयन पर Cr^{3+} आयन बनते हैं।

Procedure:

Apparatus: Digestion vessels; block heater; microburet; ampule sealer. Borosilicate culture tubes (16mm*100 mm or 20 mm*150mm) with TFE lined-screw caps are used. The block heater is required to operate at $150 \pm 2^\circ\text{C}$ with holes to accommodated digestion vessels. **Do not use an oven because of the possibility of leaking samples generating corrosive and explosive atmosphere.**

Reagents:

a. Standard potassium dichromate digestion solution, 0.01667M: Add to about 500 mL distilled water 4.903 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, primary standard grade, previously dried at 150°C for 2 h, 167 mL conc. H_2SO_4 , and 33.3 g HgSO_4 . Dissolve, cool to room temperature, and dilute to 1000 mL.

b. Sulfuric acid reagent:

c. Ferroun indicator solution: Dilute it by a factor of 5 as required. This indicator is used to indicate change in oxidation-reduction potential of the solution.

d. Standard ferrous ammonium sulfate titrant (FAS), approximately 0.10M: Dissolve 39.2 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in distilled water. Add 20 mL conc H_2SO_4 , cool, and dilute to 1000 mL. Standardize solution daily against standard $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ digestion solution as follows: Pipet 5.00 mL digestion solution into a small beaker. Add 10 mL reagent water to substitute for sample. Cool to room temperature. Add 1 to 2 drops diluted ferroun indicator and titrate with FAS titrant. Molarity of FAS solution = $[\text{V } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 0.1] / (\text{VFAS})$ (3) Where: V $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ = volume of $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (mL); VFAS = volume of FAS (mL)

e. Sulfamic acid:

f. Potassium hydrogen phthalate standard:

प्रक्रिया:

उपकरण: पाचन वाहिकाएँ; ब्लॉक हीटर; माइक्रोबुरेट; एम्प्यूल सीलर. बोरोसिलिकेट कल्चर ट्यूब (16मिमी*100 मिमी या 20 मिमी*150मिमी) टीएफई लाइन्ड-स्कू कैप के साथ उपयोग किया जाता है। ब्लॉक हीटर की आवश्यकता है समायोजित पाचन वाहिकाओं के लिए छेद के साथ $150 \pm 2^\circ\text{C}$ पर संचालित करने के लिए। ओवन का उपयोग न करें क्योंकि नमूनों के लीक होने से संक्षारक और विस्फोटक वातावरण उत्पन्न होने की संभावना है।

अभिकर्मक:

- मानक पोटेशियम डाइक्रोमेट पाचन समाधान, 0.01667एम: लगभग 500 एमएल आसुत जल में जोड़ें 4.903 ग्राम $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, प्राथमिक मानक ग्रेड, पहले 2 घंटे के लिए 150°C पर सुखाया गया, 167 एमएल सांद्र H_2SO_4 , और 33.3 ग्राम HgSO_4 . घोलें, कमरे के तापमान तक ठंडा करें और 1000 एमएल तक पतला करें।
- सल्फ्यूरिक एसिड अभिकर्मक:
- फेरोइन सूचक समाधान: इसे आवश्यकतानुसार 5 के कारक से पतला करें। इस सूचक का प्रयोग इंगित करने के लिए किया जाता है विलयन की ऑक्सीकरण-कमी क्षमता में परिवर्तन।
- मानक फेरस अमोनियम सल्फेट टाइट्रेंट (FAS), लगभग 0.10M: 39.2 ग्राम घोलें आसुत जल में $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. 20 एमएल सांद्र H_2SO_4 मिलाएं, ठंडा करें और 1000 एमएल तक पतला करें। मानक $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ पाचन समाधान के विरुद्ध

समाधान को प्रतिदिन इस प्रकार मानकीकृत करें: पिपेट 5.00 एमएल एक छोटे बीकर में पाचन समाधान। नमूने के स्थान पर 10 एमएल अभिकर्मक पानी मिलाएं। कमरे में ठंडा तापमान। 1 से 2 बूंद पतला फेरोइन इंडिकेटर मिलाएं और एफएस टाइट्रेंट के साथ अनुमापन करें।

$$\text{FAS विलयन की मोलरता} = [\text{VK2Cr2O7} \times 0.1] / (\text{VFAS}) \quad (3)$$

$\text{VK2Cr2O7} = \text{K2Cr2O7 (mL)}$ का आयतन; वीएफएस = एफएस की मात्रा (एमएल)

e) सल्फ़ामिक एसिड:

f) पोटेशियम हाइड्रोजन फ़ेथलेट मानक:

Steps:

1. Wash culture tubes and caps with 20% H_2SO_4 before using to prevent contamination.
2. Place sample in culture tube or ampule and add digestion solution. Carefully run sulfuric acid reagent down inside of vessel so an acid layer is formed under the sample-digestion solution layer and tightly cap tubes or seal ampules, and invert each several times to mix completely.
3. Place tubes or ampules in block digester preheated to 150°C and reflux for 2 h behind a protective shield. CAUTION: These sealed vessels may be under pressure from gases generated during digestion. Wear face and hand protection when handling and dangerous pressures will be generated at 150°C .
4. Cool to room temperature and place vessels in test tube rack. Some mercuric sulfate may precipitate out but this will not affect the analysis.
5. Remove culture tube caps and add small TFE-covered magnetic stirring bar. If ampules are used, transfer contents to a larger container for titrating.
6. Add 0.05 to 0.10 mL (1 to 2 drops) ferroin indicator and stir rapidly on magnetic stirrer while titrating with standardized 0.10M FAS. The end point is a sharp color change from blue-green to reddish brown, although the bluegreen may reappear within minutes. In the same manner reflux and titrate a blank containing the reagents and a volume of distilled water equal to that of the sample.
7. COD is given by

$$\text{COD as mg/L O}_2\text{/L} = [(A-B) \times M \times 8000] / (V_{\text{sample}}) \quad (4)$$

Where: A = volume of FAS used for blank (mL);

B= volume of FAS used for sample (mL);

M=molarity of FAS; 8000= miliquivalent weight of oxygen $\times 1000$ mL/L

Analyze samples in duplicates because of small sample size.

कदम:

1. संदूषण को रोकने के लिए उपयोग करने से पहले कल्चर ट्यूब और कैप को 20% H₂SO₄ से धोएं।
2. नमूने को कल्चर ट्यूब या एम्प्यूल में रखें और पाचन समाधान डालें। सल्फ्यूरिक एसिड को सावधानी से चलाएं अभिकर्मक को बर्तन के अंदर नीचे किया जाता है ताकि नमूना-पाचन समाधान के नीचे एक एसिड परत बन जाए ट्यूबों या एम्प्यूल को परत लगाकर कसकर बंद करें और पूरी तरह मिश्रित होने के लिए प्रत्येक को कई बार पलटें।
3. ट्यूबों या एम्प्यूल को 150°C पर पहले से गर्म किए गए ब्लॉक डाइजेस्टर में रखें और 2 घंटे के लिए रिफ्लक्स के पीछे रखें। सुरक्षा कवच। सावधानी: ये सीलबंद बर्तन गैसों के दबाव में हो सकते हैं पाचन के दौरान उत्पन्न होता है। संभालते समय और खतरनाक होने पर चेहरे और हाथ की सुरक्षा पहनें 150°C पर दबाव उत्पन्न होगा।
4. कमरे के तापमान तक ठंडा करें और बर्तनों को टेस्ट ट्यूब रैक में रखें। कुछ मर्क्यूरिक सल्फेट हो सकता है अवक्षेपित करें लेकिन इससे विश्लेषण प्रभावित नहीं होगा।
5. कल्चर ट्यूब कैप हटाएं और छोटी टीएफई-कवर चुंबकीय सरगर्मी बार जोड़ें। यदि ampules हैं प्रयुक्त, अनुमापन के लिए सामग्री को एक बड़े कंटेनर में स्थानांतरित करें।
6. 0.05 से 0.10 एमएल (1 से 2 बूंद) फेरोइन संकेतक जोड़ें और चुंबकीय स्टिरर पर तेजी से हिलाएं। मानकीकृत 0.10एम एफएएस के साथ अनुमापन। अंतिम बिंदु नीले-हरे रंग से तीव्र रंग परिवर्तन है लाल-भूरे रंग में, हालांकि नीला-हरा कुछ ही मिनटों में फिर से प्रकट हो सकता है। उसी तरह भाटा और अभिकर्मकों और आसुत जल की मात्रा के बराबर एक रिक्त स्थान का अनुमापन करें नमूना.
7. COD किसके द्वारा दिया जाता है?

$$\text{COD को mg/L O}_2\text{/L} = [(A-B) \times M \times 8000] / (V_{\text{sample}}) \quad (4)$$

ए = रिक्त स्थान के लिए प्रयुक्त एफएएस की मात्रा (एमएल);

बी= नमूने के लिए प्रयुक्त एफएएस की मात्रा (एमएल);

एम=एफएएस की मोलरिटी; $8000 = \text{ऑक्सीजन का मिश्रित भार} \times 1000 \text{ एमएल/एल}$
नमूना आकार छोटा होने के कारण नमूनों का दो प्रतियों में विश्लेषण करें।