

## *Instrukcja do ćwiczenia*

# ANALIZA ZANIECZYSZCZEŃ WODY

Ćwiczenie składa się z dwóch części: analizy jakościowej i analizy ilościowej wody. Wykonanie i zaliczenie ćwiczenia wymaga znajomości następujących zagadnień:

1. Rodzaje wód naturalnych
2. Zanieczyszczenia wody i ich źródła
3. Ocena jakości wody
4. Metody oczyszczania i uzdatniania wody
5. Metody analizy zanieczyszczeń wody
6. Twardość wody

Zalecana literatura: M. Kamiński, B. Ważyńska, M. Trzaska, B. Świerczyńska, H. Chojnowska-Łoboda: „Podstawy chemii w inżynierii materiałowej”. Oficyna Wydawnicza PW, 2004

## I. ANALIZA JAKOŚCIOWA WODY

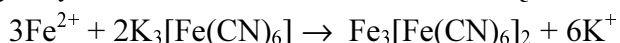
Pełna analiza jakościowa polega na identyfikacji wszystkich kationów i anionów znajdujących się w badanej wodzie. W ramach ćwiczenia oznaczane będą tylko jony najczęściej występujące w zanieczyszczonej wodzie, a mianowicie:  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ . Do identyfikacji tych jonów stosowana jest analiza wybiórcza, która umożliwia wykrywanie poszczególnych jonów w obecności innych jonów, bez ich rozdzielania, za pomocą specyficznych odczynników.

### 1. Reakcje charakterystyczne

#### *1.1. Reakcje charakterystyczne oznaczania kationów*

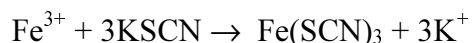
Jony  $\text{Fe}^{2+}$

Jony żelaza(II) tworzą z heksacyjanożelazianem(III) potasu osad heksacyjanożelazian(III) żelaza(II) o charakterystycznym niebieskim zabarwieniu, tzw. błękit Turnbulla



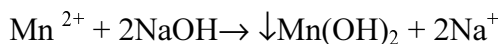
Jony  $\text{Fe}^{3+}$

Jony żelaza(III) tworzą z rodankiem potasu krwistoczerwony związek rozpuszczalny w wodzie, zgodnie z reakcją

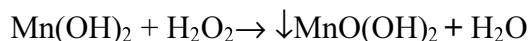


Jony  $\text{Mn}^{2+}$

Jony manganu(II) tworzą z wodorotlenkiem sodu biały osad wodorotlenku manganu(II)  $\text{Mn}(\text{OH})_2$



Pod wpływem powietrza osad  $\text{Mn}(\text{OH})_2$  brunatnieje, przechodząc stopniowo w  $\text{MnO}(\text{OH})_2$ . Taką reakcję można przyspieszyć poprzez dodanie wody utlenionej  $\text{H}_2\text{O}_2$



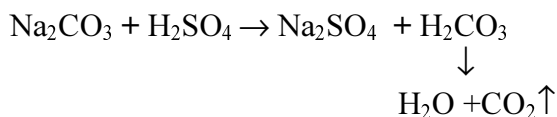
#### *1.2. Reakcje charakterystyczne oznaczania anionów*

Identyfikację anionów zawartych w badanej wodzie należy dokonać na podstawie reakcji z następującymi odczynnikami: a) z rozcieńczonym roztworem kwasu siarkowego(VI) lub solnego,

b) z roztworem zawierającym jony srebra, c) z roztworem zawierającym jony baru, d) ze stężonym roztworem kwasu siarkowego(VI).

a) Reakcje z rozcieńczonym roztworem kwasu siarkowego  $H_2SO_4$  lub solnego  $HCl$

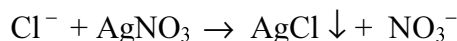
W wodzie zawierającej jony węglanowe  $CO_3^{2-}$  po dodaniu rozcieńzonego kwasu siarkowego(VI) lub solnego następuje wydzielanie się pęcherzyków dwutlenku węgla. Jest to gaz bezbarwny i bez zapachu. Reakcja zachodzi w wyniku wypierania słabego kwasu węglowego przez mocne kwasy  $H_2SO_4$  lub  $HCl$  i jego rozkład zgodnie z reakcją:



Pozostałe aniony  $Cl^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $NO_3^-$  nie reagują z roztworami tych rozcieńczonych kwasów.

b) Reakcje z jonami srebra  $Ag^+$

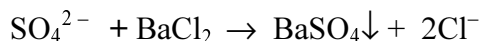
Jony chlorkowe  $Cl^-$  tworzą z roztworem azotanu(V) srebra biały osad



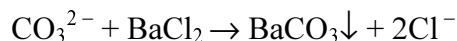
Inne badane aniony nie reagują z jonami  $Ag^+$ .

c) Reakcje z jonami baru  $Ba^{2+}$

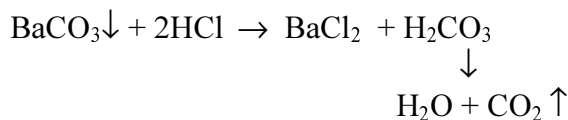
Jony siarczanowe(VI)  $SO_4^{2-}$  po dodaniu roztworu chlorku baru tworzą nierozpuszczalny osad siarczanu(VI) baru(II)



Również jony węglanowe  $CO_3^{2-}$  reagują z chlorkiem baru dając biały osad węglanu baru zgodnie z reakcją

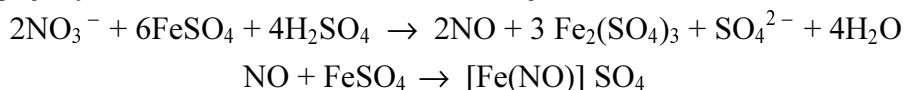


Jednakże w odróżnieniu od osadu siarczanu(VI) baru, osad węglanu baru rozpuszcza się w rozcieńczonych kwasach, np. solnym, czemu towarzyszy wydzielanie się pęcherzyków dwutlenku węgla



d) Reakcje ze stężonym kwasem siarkowym  $H_2SO_4$

Jony azotanowe(V) w obecności roztworu siarczanu(VI) żelaza(II) tworzą ze stężonym kwasem siarkowym(VI) nietrwały związek  $[Fe(NO)]SO_4$ . Związek ten wydziela się w postaci brunatnej obrączki na granicy zetknięcia warstwy kwasu siarkowego(VI) i roztworu zawierającego jony  $NO_3^-$ . Zachodzą wówczas reakcje



## 2. Wykonanie ćwiczenia

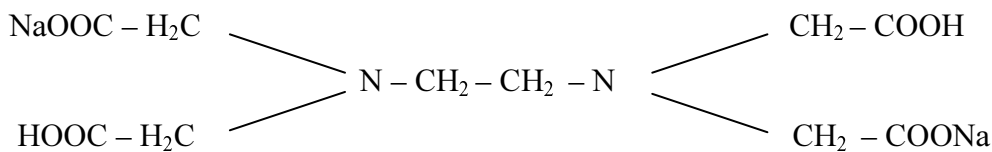
Celem ćwiczenia jest zidentyfikowanie jonów zawartych w otrzymanej próbce wody. Prawidłowa identyfikacja wymaga przeprowadzenia następujących czynności:

- zapoznanie się z przebiegiem reakcji charakterystycznych – poprzez przeprowadzenie ich w roztworach wzorcowych – dla poszczególnych jonów,
- identyfikacja jonów zawartych w otrzymanej próbce wody,
- opracowanie wyników badań.

W sprawozdaniu należy podać numer analizowanej próbki, wykryte jony, równania reakcji charakterystycznych, które posłużyły do ich identyfikacji oraz opis zjawisk towarzyszących tym reakcjom.

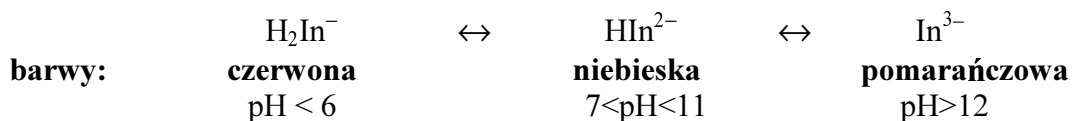
## II. ANALIZA ILOŚCIOWA ZANIECZYSZCZEŃ WODY – OZNACZANIE TWARDOŚCI WODY

W ramach ćwiczenia oznaczana jest twardość wody ogólna i wapniowa metodą miareczkowania kompleksometrycznego. Czynnikiem kompleksującym, stosowanym w analizie, jest sól dwusodowa kwasu etylenodiaminotetraoctowego oznaczana w skrócie symbolem  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$  o następującym wzorze:

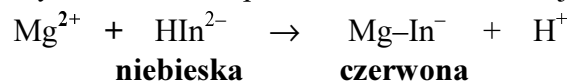


Anion tej soli  $\text{H}_2\text{Y}^{2-}$  tworzy bezbarwne kompleksy z kationami  $\text{Ca}^{2+}$  oraz  $\text{Mg}^{2+}$ . W związku z tym miareczkowanie wody roztworem  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$  przeprowadza się w obecności wskaźników również kompleksometrycznych, które tworzą kompleksy barwne z badanymi jonami, ale o mniejszej trwałości niż ich kompleksy z  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ .

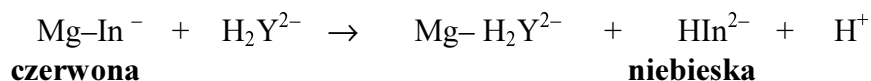
W oznaczaniu twardości ogólnej jako wskaźnik stosuje się czerń eriochromową T. Jest to barwnik azowy o charakterze kwasu. Zachowuje się on jak wskaźnik alkacymetryczny, tzn. zależnie od wartości pH wskaźnik ten dysocjuje na trzy różnie zabarwione jony. W roztworach kwaśnych istnieje jon oznaczany  $\text{H}_2\text{In}^-$  o barwie czerwonej, w zakresie pH od 7 do 11 występuje jon  $\text{HIn}^{2-}$  o barwie niebieskiej, a w roztworach silnie alkalicznych jon  $\text{In}^{3-}$  o barwie pomarańczowej.



Oznaczanie ogólnej twardości wody prowadzi się przy pH = 10. Z jonami  $\text{Ca}^{2+}$  lub  $\text{Mg}^{2+}$  czerń eriochromowa T tworzy wówczas kompleks o barwie czerwonej, zgodnie z reakcją



Do badanej wody ze wskaźnikiem o zabarwieniu czerwonym dodaje się mianowany roztwór  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ . Wówczas zachodzi zmiana barwy z czerwonej na niebieską, zgodnie z reakcją



W przypadku oznaczania twardości wapniowej stosuje się inny wskaźnik alkacymetryczny, zwany kalcesem. Oznaczanie jonów wapnia prowadzi się przy pH = 12 ÷ 14. Jest to środowisko silnie zasadowe, czyli występuje w nim nadmiar jonów  $\text{OH}^-$ . W takim środowisku jony  $\text{Mg}^{2+}$  tworzą nierozpuszczalny  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , który wytrąca się z roztworu, co zapewnia możliwość

oznaczenia jedynie jonów wapnia w wodzie. Wodę zawierającą jony wapnia można miareczkować bez oddzielania osadu  $Mg(OH)_2$ , gdy jego ilość nie jest zbyt duża. Jony wapnia tworzą ze z kalcesem kompleks o barwie czerwonej. Po dodaniu roztworu  $Na_2H_2Y$  w końcowym punkcie miareczkowania barwa zmienia się na niebieską, gdyż powstają bezbarwne kompleksy  $Ca-H_2Y^{2-}$  oraz jony kalcesu o barwie niebieskiej.

## 1. Wykonanie ćwiczenia

### 1.1. Oznaczenie twardości ogólnej

Do trzech kolb stożkowych o pojemności  $300\text{cm}^3$  odmierzyć pipetą po  $20\text{cm}^3$  badanej wody. Do każdej z kolb dodać  $2\text{cm}^3$  buforu amonowego w celu uzyskania  $\text{pH} = 10$  oraz około  $0,2\text{g}$  wskaźnika – czerni eriochromowej T, który spowoduje czerwone zabarwienie próbki. Tak przygotowaną próbkę należy miareczkować roztworem  $Na_2H_2Y$  dodając go z biurety po kropli i ciągle mieszając badaną próbkę, aż do momentu zmiany jej barwy na niebieską. Wówczas należy odczytać objętość roztworu  $Na_2H_2Y$  zużytej do miareczkowania. Przeprowadzone oznaczenie przyjmuje się jako prawidłowe, jeżeli różnice między dwoma wynikami nie przekraczają  $0,2\text{cm}^3$ .

Sól  $Na_2H_2Y$  reaguje z kationami  $Ca^{2+}$  i  $Mg^{2+}$  w stosunku równomolowym (1mol : 1 mol), liczbę moli jonów  $Ca^{2+}$  i  $Mg^{2+}$  w  $1\text{dm}^3$  wody (stężenie molowe) należy wyliczyć korzystając z zależności

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1}$$

gdzie:  $c_1$  – stężenie molowe jonów  $Ca^{2+}$  i  $Mg^{2+}$ ,

$c_2$  – stężenie molowe roztworu  $Na_2H_2Y$ ,

$V_1$  – objętość badanej próbki wody [ $\text{dm}^3$ ],

$V_2$  – objętość roztworu  $Na_2H_2Y$  zużytego do zmiareczkowania próbki [ $\text{dm}^3$ ].

Do obliczeń należy przyjąć średnią arytmetyczną przynajmniej z dwóch wyników prawidłowo wykonanych miareczkowań.

### 2.2. Oznaczenie twardości wapniowej

Do trzech kolb stożkowych o pojemności  $300\text{cm}^3$  odmierzyć po  $20\text{cm}^3$  badanej wody. Do każdej z nich dodać  $2\text{cm}^3$  jedno-molowego roztworu  $NaOH$  (wymagane  $\text{pH}$  z przedziału  $12,0 \div 13,0$ ) oraz około  $0,2\text{g}$  wskaźnika - kalcesu. Tak przygotowaną próbkę miareczkować mianowanym roztworem  $Na_2H_2Y$  do zmiany zabarwienia z czerwonego na wyraźnie niebieskie. Twardość wapniową oblicza się z analogicznego wzoru jak twardość ogólną. Za wynik oznaczeń również należy przyjąć średnią przynajmniej z dwóch wykonanych oznaczeń, różniących się nie więcej niż o  $0,2\text{cm}^3$  roztworu  $Na_2H_2Y$  zużytego na zmiareczkowanie.

### 2.3. Opracowanie wyników

W sprawozdaniu należy podać numer próbki analizowanej wody, objętość zużytego roztworu  $Na_2H_2Y$  podczas kolejnych miareczkowań oraz wyliczoną twardość ogólną i wapniową wody otrzymanej do analizy.