

Ćwiczenie

Oznaczanie podstawowych parametrów fizykochemicznych różnych rodzajów wód naturalnych.

Wody naturalne występujące w przyrodzie dzielimy na wody:

- morskie,
- rzeczne (wody powierzchniowe),
- podziemne,
- deszczowe (opadowe).

Wody deszczowe charakteryzują się przede wszystkim małym zasoleniem i stosunkowo kwaśnym odczynem. Wody morskie są natomiast bardzo silnie zasolone, posiadają dużą ilość chlorków i siarczanów, z kationów jony sodu i magnezu. Skład wód podziemnych i powierzchniowych może być różny w zależności od ich pochodzenia. Wody podziemne w przeważającej ilości nie zawierają tlenu rozpuszczonego, natomiast mogą zawierać rozpuszczony dwutlenek węgla nawet w dużych ilościach. Charakterystyczna dla tych wód jest podwyższona zawartość związków żelaza i manganu, czemu często towarzyszy zwiększona ilość azotu amonowego pochodzenia naturalnego. Wody powierzchniowe charakteryzują się dużą różnorodnością składu zależną od pór roku. Charakteryzuje je przede wszystkim podwyższona barwa wody, mętność, duża zawartość naturalnej materii organicznej, duża zawartość tlenu rozpuszczonego. W wodach powierzchniowych może również występować duża ilość domieszek pochodzenia antropogenicznego. Przykładowe składy różnych rodzajów wód świadczący o dużej ich różnorodności przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Skład [mg/L] różnych rodzajów wód naturalnych.

	pH	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	K	HCO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Cl ⁻	SiO ₂	TDS
<i>opady</i>										
1.	4,3	0,26	0,03	0,07	0,05	-	3,03	0,25	-	6
2.	5,4	0,41	0,59	4,36	0,10	-	1,97	8,2	-	16
<i>Woda morska (średnio)</i>										
³³ .	7,8	423	1320	11100	410	129	2790	19900	1-10	36100
<i>Wody rzeczne</i>										
4	-	19	2,3	6,4	1,1	68	7,0	6,5	11,1	122
5.	-	83	24	95	5,0	135	270	82	9,3	703
<i>Wody podziemne</i>										
6.	6,9	10	1,5	5,0	0,8	19	5,5	11	-	49
7.	7,6	24,5	10,7	24,9	4,7	170	21,8	7,1	56,5	234
8.	7,5	69	29	3,5	1,1	297	37	9,4	11	320
9.	6,9	21	3,1	170	8,4	400	12	85	12	510
10.	7,3	210	100	2000	46	300	1200	3000	6,7	6700

Odczyn pH

pH – oznacza ujemny logarytm dziesiętny ze stężenia jonów wodorowych. W składzie fizykochemicznym wód naturalnych jony te mają szczególne znaczenie, odgrywając zasadniczą rolę w procesach chemicznych i biochemicznych, przebiegających w środowisku naturalnym.

Stężenie jonów wodorowych w wodach naturalnych uzależnione jest przede wszystkim od dysocjacji i hydrolizy rozpuszczonych w nich związków. Dla większości wód pH zależy od stężenia kwasu węglowego i jego jonów. Na wartość pH w wodach zawierających znaczną ilość substancji humusowych duży wpływ wywiera dysocjacja kwasów organicznych. Słabe kwasy nieorganiczne (krzemowy, siarkowodorowy) na skutek małych wartości stałych dysocjacji odgrywają określoną rolę tylko w specyficznych przypadkach.

Woda o pH poniżej 7 ma odczyn kwaśny, o pH = 7 – odczyn obojętny, i o pH powyżej 7 – odczyn zasadowy. Większość wód naturalnych ma pH 6 – 8,5, a więc odczyn od słabo kwaśnego do słabo zasadowego. Wartości niższe mają często wody podziemne o wysokiej mineralizacji, wody kopalniane oraz wody z terenów błotnistych. Pomiar pH wody wykonuje się metodą potencjometryczną. Metoda ta pozwala na wykonanie oznaczeń z dokładnością do setnych części pH i praktycznie nie jest wrażliwa na wpływy czynników przeszkadzających.

Przewodnictwo elektrolityczne

Przewodnictwo elektrolityczne jest miarą zdolności roztworu wodnego do przewodzenia prądu elektrycznego. Zdolność ta zależy od obecności jonów, od ich stężenia, ruchliwości i wartościowości oraz od temperatury.

Przepływ prądu przez elektrolit polega na wędrówce w polu elektrycznym jonów obydwu znaków; jony, które niosą ładunek dodatni poruszają się w stronę katody zaś ujemny w stronę anody. Szybkość poruszania się jonów zależy przede wszystkim od spadku potencjału elektrycznego przeliczonego na jednostkę odległości między elektrodami (gradient potencjału), sił wzajemnego oddziaływania elektrycznego jonów, mas i średnic jonów, stopnia ich solwatacji oraz od temperatury i lepkości cieczy.

Ładunek elektryczny q przenoszony przez jony jednego rodzaju w danej objętości elektrolitu jest proporcjonalny do liczby jonów w jednostce objętości (czyli stężenia c), ładunku jonu z oraz ruchliwości u definiowanej jako prędkość jonu w polu o jednostkowym gradiencie potencjału, czyli:

$$q_i = k \cdot c_i \cdot z_i \cdot u_i \quad \text{gdzie: } k - \text{współczynnik proporcjonalności.}$$

Roztwory większości związków nieorganicznych są względnie dobrymi przewodnikami, natomiast cząsteczki związków organicznych nie dysocjujących w roztworach wodnych nie przewodzą prądu lub przewodzą bardzo słabo. Przewodnictwem właściwym jest przewodność słupa cieczy o grubości $l = 1 \text{ cm}$ i przekroju $A = 1 \text{ cm}^2$. Jednostką przewodności właściwej jest simens/cm (S/cm) (lub $\text{ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$). Przewodnictwa właściwe większości roztworów elektrolitów niewiele różnią się między sobą (z wyjątkiem jonów H^+ i OH^-).

Wartości granicznych równoważnikowych przewodności jonowych przedstawiają się następująco:

Kationy	Aniony
H^+ - 349,8	OH^- - 198,6
Li^+ - 38,69	F^- - 55,4
Na^+ - 50,1	Cl^- - 76,35
K^+ - 73,5	Br^- - 78,14
NH_4^+ - 73,3	NO_3^- - 71,46
Pb^{2+} - 69,46	SO_4^{2-} - 80,0
Ca^{2+} - 59,5	CO_3^{2-} - 69,3

W pomiarach przewodnictwa wody zwanymi również pomiarami konduktometrycznymi stosuje się następujące jednostki: milisimensy (mS) i mikrosimensy (μS); $1000 \mu\text{S} = 1 \text{ mS} = 0,001 \text{ S}$. Przewodnictwo właściwe wody destylowanej otrzymywanej w laboratoriach wynosi od $0,5 - 3 \mu\text{S/cm}$. W wodach powierzchniowych i podziemnych wartość tego parametru waha się na ogół w granicach $50 - 1500 \mu\text{S/cm}$.

Przewodnictwo wody zależy także od jej odczynu pH – im niższe i im wyższe zakresy pH tym przewodnictwo większe. Wpływ na to ma obecność jonów H^+ i OH^- , które charakteryzują się największą ruchliwością.

Pomiary przewodnictwa właściwego wykorzystywane są w różnych celach, głównie do szacowania ogólnej zawartości substancji rozpuszczonych. Zasada oznaczania przewodnictwa polega na bezpośrednim pomiarze przewodnictwa elektrolitycznego właściwego słupa wody ograniczonego przez dwie elektrody czujnika pomiarowego, stanowiącego wyposażenie miernika – konduktometru.

Twardość ogólna wody

Twardość wody - jest to cecha wody, będąca funkcją stężenia soli, wapnia, magnezu i innych metali, które są zdolne do tworzenia soli na wyższym niż pierwszy stopniu utlenienia (glinu, żelaza, manganu, cynku itp.).

Twardość wody ma bardzo silny wpływ na jej napięcie powierzchniowe. Im większe napięcie powierzchniowe wody, tym trudniej zwilża ona wszelkie powierzchnie, na skutek czego trudno jest przy jej pomocy prać i zmywać naczynia. Dodatek detergentów powoduje zmniejszenie twardości wody - im woda jest twardsza, tym więcej trzeba ich dodawać, aby uzyskać skuteczny efekt mycia.

Twardość wody dzieli się na:

- nietrwałą, zwaną też węglanową - która jest generowana przez sole kwasu węglowego
- trwałą - która jest generowana przez sole innych kwasów, głównie chlorki, ale też siarczany, azotany i inne.

Ogólna twardość wody jest sumą twardości węglanowej i trwałej. Nazwa "nietrwała" wynika z faktu, że wodorowęglany są nietrwałe i można się ich pozbyć przez przegotowanie wody, natomiast chlorki, siarczany i azotany są trwałe i pozostają również po przegotowaniu wody. Duża, nietrwała twardość wody stanowi często poważny problem techniczny, gdyż w trakcie wielu procesów technologicznych związanych z podgrzewaniem wody następuje osadzanie się tzw. kamienia kotłowego. Twardość wody wyraża się w różnych jednostkach, których wzajemne relacje przedstawiono w tabeli 2.

Tabela 2. Wartości współczynników przeliczeniowych twardości wody dla poszczególnych jednostek

	mmol/l	mval/l	°n	°ang	°franc	mg CaCO_3/l
mmol/l	1	2	5.61	7.02	10	100
mval/l	0.5	1	2.8	3.5	5	50
°n	0.178	0.356	1	1.25	1.78	17.0
°ang	0.143	0.286	0.8	1	1.43	14.0
°franc	0.1	0.2	0.56	0.7	1	10
mg CaCO_3/l	0.01	0.02	0.056	0.07	0.1	1

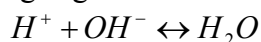
Typowa twardość wody kranowej wynosi ok. 10 °n. Woda poniżej 3 °n jest uważana za miękką, zaś woda powyżej 30 °n jest uważana za twardą.

Jednostką twardości wody do picia: wg norm polskich jest mg CaCO₃/dm³, wtedy podział wód pod względem twardości jest następujący:

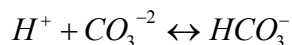
- bardzo miękka to <75 mg CaCO₃/dm³
- miękka 75-150 mg CaCO₃/dm³
- średnio twarda 150-300 mg CaCO₃/dm³
- twarda 300-500 mg CaCO₃/dm³
- bardzo twarda >500 mg CaCO₃/dm³.

Zasadowość wody

Przez zasadowość wody rozumiemy zdolność wody do zobojętnienia kwasów mineralnych. Właściwość tę nadają wodzie obecne w niej wodorowęglany, węglany, wodorotlenki oraz występujące w niewielkich ilościach krzemiany, borany i fosforany. Oznaczenie zasadowości polega na miareczkowaniu próbki wody silnym kwasem wobec wskaźników lub posługując się pehametrem. Jeśli woda ma wysokie pH (10 - 11), co rzadko ma miejsce w wodach naturalnych, oznacza to, że w układzie obecne są jony wodorotlenowe, a reakcja ich z dodawanym do wody kwasem przebiega zgodnie z równaniem:

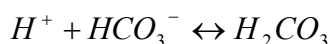
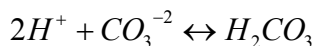


Miareczkując kwasem wodę zawierającą węglany obok wodorowęglanów do pH 8,3 (końcowy punkt dla miareczkowania wobec fenoloftaleiny) otrzymuje się wartość tzw. zasadowości fenoloftaleinowej (Z_f), przy czym zobojętnianie przebiega zgodnie z równaniami:



Wody o pH < 8,3 praktycznie nie zawierają węglanów.

Miareczkowanie do pH 4,3 (wobec oranżu metylowego jako wskaźnika) skutkuje następującymi reakcjami:



i daje wartość tzw. zasadowości ogólnej oznaczane wobec oranżu metylowego (Z_m).

Na podstawie tak przeprowadzonego miareczkowania można obliczyć zawartość jonów OH^- , CO_3^{2-} i HCO_3^- w wodzie w oparciu o następujące rozumowanie:

- jeżeli zasadowość wobec oranżu metylowego (Z_m) równa jest zasadowości wobec fenoloftaleiny (Z_f), to zasadowość powodowana jest jonami OH^- ;
- jeżeli zasadowość wobec fenoloftaleiny (Z_f) równa jest połowie zasadowości wobec oranżu metylowego (Z_m), to zasadowość wody tworzą jony CO_3^{2-} ;
- jeżeli zasadowość wobec fenoloftaleiny (Z_f) jest równa zero, w wodzie dominują jony HCO_3^- .

Wzajemne relacje między jonami tworzącymi zasadowość wody przedstawiono w tabelicy poniżej.

Tabela 3. Zależność współlistnienia jonów wodorotlenowych, wodorowęglanowych i węglanowych w wodzie o pH < 9,0 w zależności od jej zasadowości.

Wyniki oznaczeń zasadowości	Zasadowość [mmol/l]		
	OH^-	CO_3^{2-}	HCO_3^-
$Z_f = 0$	0	0	Z_m
$2Z_f < Z_m$	0	Z_f	$Z_m - 2Z_f$
$2Z_f = Z_m$	0	Z_m	0
$2Z_f > Z_m$	$2Z_f - Z_m$	$(Z_m - Z_f)$	0
$Z_f = Z_m$	Z_m	0	0

Chlorki w wodzie.

Dobra rozpuszczalność soli kwasu solnego, czyli chlorków oraz ich powszechne występowanie w przyrodzie powoduje, że jon chlorkowy występuje we wszystkich wodach naturalnych. Niewielkie ilości jonów chlorkowych znajdują się w wodach górskich i wodach opadowych. Chlorki mogą przenikać do wód naturalnych z:

- gleby
- pokładów naturalnych soli
- ze ściekami
- z odpadkami pochodzenia zwierzęcego

Przy ocenie zawartości chlorków w wodzie istotne jest ustalenie ich pochodzenia, to znaczy czy są one pochodzenia naturalnego, czy też ich obecność jest wynikiem zanieczyszczenia wody. W tym ostatnim przypadku jonom, chlorkowym towarzyszą znaczne ilości związków azotowych. Słony smak wody zależy od rodzaju soli występujących w wodzie. Smak ten jest spowodowany obecnością w wodzie chlorku sodu.

Wysokie stężenie jonów chlorkowych zwiększa korozyjność wody. Stężenie chlorków powyżej 250 mg/L jest szkodliwe dla roślin. Według wymagań sanitarno-epidemiologicznych, zawartość chlorków w wodzie do picia nie powinna przekraczać 250 mg/L, jeżeli są to chlorki pochodzenia naturalnego. Chlorki innego pochodzenia niż naturalne mogą czynić wodę nieprzydatną do picia.

Amoniak w wodzie.

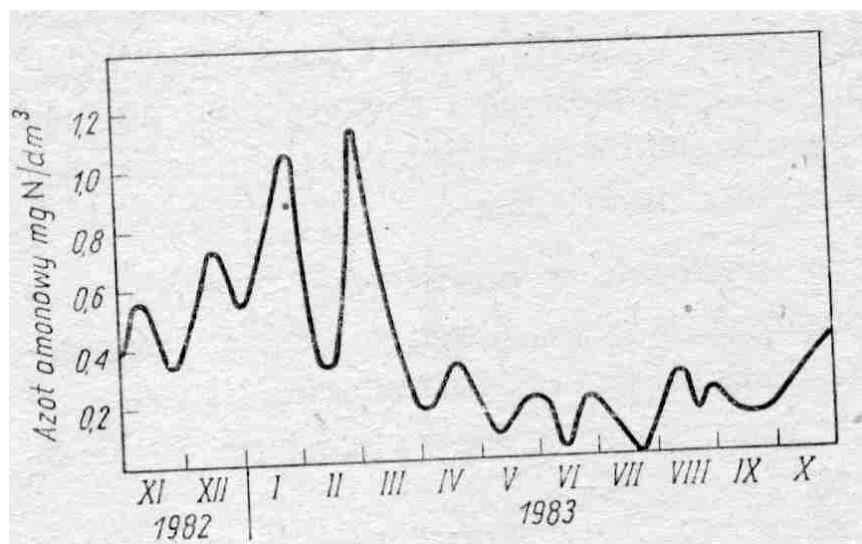
Forma występowania amoniaku zależy od odczynu wody. Jeśli odczyn jest wysoki, wówczas amoniak występuje jako gaz, który bardzo łatwo ulatnia się podczas napowietrzania (rozdeszczania wody). Jeśli natomiast odczyn jest niski amoniak występuje w postaci jonu amonowego, którego nie można usunąć poprzez odgazowanie, a jedynie utlenić (usunąć) w procesach biologicznych (bakteryjnie-nitryfikacja).



Praktycznie dla odczynu charakterystycznego dla wód naturalnych tj. ok 7,0 - 99,8 % amoniaku występuje w formie rozpuszczonej, a zaledwie 0,2 % w formie gazowej (który można by usunąć poprzez odgazowanie). Ale już przy pH ok 9,0 - 15 % przybiera postać gazu.

Stężenie amoniaku w ściekach miejskich może dochodzić do kilkudziesięciu mgN/L, w wodach powierzchniowych jest rzędu setnych części mg do kilku mg/L, a w wodzie podziemnej zazwyczaj w ilościach 0,5 - 1,0 mg/L.

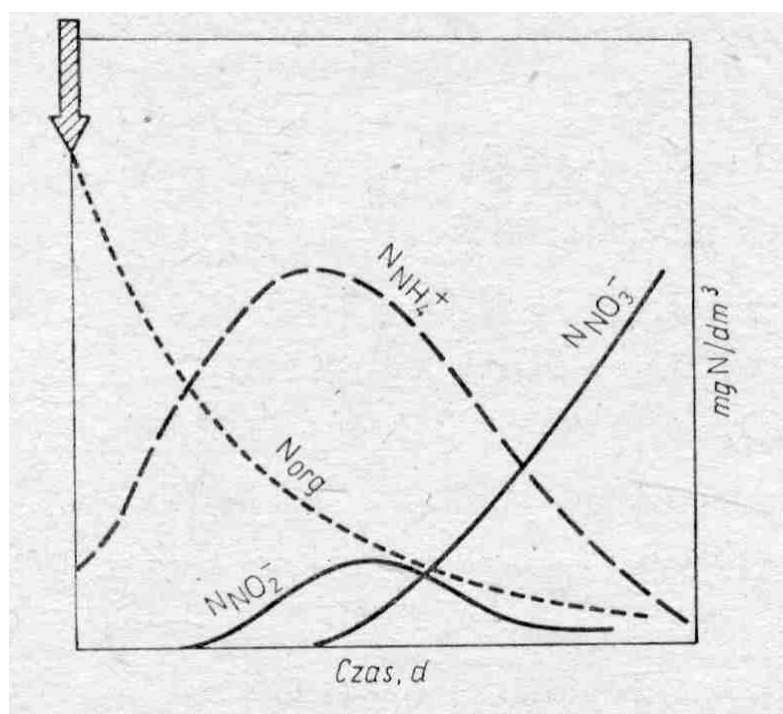
Zawartość amoniaku w wodach powierzchniowych wykazuje duże wahania w ciągu roku (rys.1) Stężenia amoniaku są bardzo małe latem, natomiast wysokie zimą.



Rys.1. Zmiany zawartości amoniaku w wodzie rzeki Wisły na przestrzeni roku.

W okresach wyższej temperatury amoniak jest zużywany przez rośliny oraz podczas procesu nitryfikacji. Zimą natomiast zanika życie biologiczne w wodzie, a proces nitryfikacji jest zahamowany i wtedy stężenie amoniaku osiąga wysokie wartości rzędu kilku mg/L. Najwyższe stężenia amoniaku obserwuje się w okresach pokrywy lodowej.

Na rys.2 przedstawiono przemiany azotowe w czasie – w wodzie następuje rozkład białka do amoniaku, a jeżeli warunki są aerobowe, zachodzi proces nitryfikacji – amoniak utleniany jest do azotynów, a następnie do azotanów.



Rys.2. Przemiany azotu w wodzie.

Dużo wodociągów ujmuje wody o niskiej zawartości amoniaku - $< 0,5 \text{ mgNH}_4^+/\text{L}$, ale spotyka się również takie, gdzie zawartość amoniaku w wodzie jest powyżej $5,0 \text{ mgNH}_4^+/\text{L}$.

Niska zawartość w wodzie do spożycia jest ważna przede wszystkim ze względu na aspekty zdrowotne. Poza tym zwiększona ilość amoniaku w wodzie w sieci poprzez zużycie tlenu może prowadzić do rozwoju szkodliwych bakterii beztlenowych i wtórnego zanieczyszczenia wody.

Amoniak w wodzie może być pochodzenia naturalnego oraz antropogenicznego (ścieki). Często jeśli w wodzie, w której się go wcześniej nie stwierdzało, zostaje wykryty, oznacza to bezpośrednio, że wody podziemne w jakiś sposób zostały zanieczyszczone ściekami. Dotyczy to zwłaszcza rejonów upraw rolnych, składowisk odpadów, intensywnej hodowli zwierzęcej (pastwiskowej). Odnotowuje się również przypadki, że ktoś, wprowadzał ścieki bezpośrednio do warstwy wodonośnej, przez źle zabezpieczone stare studnie, lub otwarte piezometry. Sytuacje takie są bardzo niebezpieczne, gdyż zazwyczaj w parze z podwyższonym stężeniem amoniaku, zwiększeniu ulegają inne wskaźniki (w tym również bakterie).

CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest porównanie trzech wód poprzez wykonanie oznaczeń podstawowych parametrów fizykochemicznych, a mianowicie odczynu pH, przewodnictwa, twardości ogólnej, zasadowości trzech rodzajów wód – wody deszczowej, podziemnej ze studni oraz wody powierzchniowej z rzeki Bogdanki.

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

W próbkach trzech wód podziemnej ze studni, powierzchniowej z rzeki Bogdanki i wody deszczowej wykonać następujące oznaczenia: odczyn wody pH, przewodnictwo, twardość ogólną, zasadowość, zawartość chlorków, zawartość azotu amonowego. Oznaczenia wykonać zgodnie z podanymi niżej metodykami.

SPRZĘT I ODCZYNNIKI

- konduktometr.
- pH-metr.
- spektrofotometr HACH
- Zestaw do oznaczania twardości ogólnej metodą wersenianową.
- Zestaw do oznaczania zasadowości ogólnej.
- Zestaw do oznaczania azotu amonowego w wodzie.
- Zestaw do oznaczania chlorków.
- szkło niezbędne do wykonania oznaczeń

Pomiar odczynu pH wody.

Pomiaru pH wody metodą potencjometryczną dokonuje się z wykorzystaniem mierników - pH-metrów (mikrokomputerowy pH-metr CP-315 firmy Elmetron.). Współpracują z nimi elektrody kombinowane.

Elektroda szklana pozwala na mierzenie pH w zakresie pH 1,5 - 10,0, przy odczynie wyższym stosowane są specjalne elektrody, dla uniknięcia "błędu sodowego" powodującego zmiany potencjału. W przypadku korzystania z elektrody szklanej należy zwrócić uwagę na kulistą membranę wykonaną z bardzo cienkiego szkła. Elektrody szklane ulegają starzeniu i po okresie roku nie nadają się do dalszego użytkowania. Niezbędnym uzupełnieniem zestawu:

pH-metr - elektroda kombinowana, są wzorcowe roztwory buforowe. Producentem i dystrybutorem roztworów wzorcowych o pH 4,00; 6,86; 7,41 i 9,18 jest Okręgowy Urząd Miar w Poznaniu. Warto zwrócić uwagę na trwałość roztworów. Roztwory takie można przygotować także w laboratorium według przepisów zamieszczonych w literaturze.

Czynnikiem wpływającym na wartość mierzonego pH jest temperatura roztworu, od której zależy wielkość potencjału elektrody oraz stopień dysocjacji związków znajdujących się w wodzie. Z tych powodów podczas kalibracji elektrod za pomocą roztworów wzorcowych temperatura badanej wody nie powinna się różnić więcej niż o 5 °C od temperatury buforu. Wartości pH roztworów buforowych w zależności od temperatury są podane przez producenta na opakowaniu.

Wykonanie pomiaru pH wody

Dokładnie opłukaną elektrodę (można badaną wodą) zanurzyć bezpośrednio w wodzie źródła czy cieką. W przypadku przepływu turbulentnego w cieką, wodę pobrać do zlewki i natychmiast wykonać pomiar. Dokładny pomiar wymaga dłuższego czasu oczekiwania na pełną stabilizację odczytu. Czas taki wynosi ponad 1 minutę i jest związany z działaniem samej elektrody.

Wykonanie oznaczenia przewodnictwa elektrolitycznego wody.

Wielkość przewodności elektrolitycznej właściwej wody to parametr charakteryzujący zawartość rozpuszczonych w wodzie soli. Pomiar tego parametru można dokonać zarówno w terenie, jak i w laboratorium wykorzystując miernik przewodności (np. mikrokomputerowy konduktometr CC-401 firmy Elmetron). Układ pomiarowy składa się z miernika przewodności oraz czujnika konduktometrycznego.

Czynniki wpływające na oznaczanie

Pomiar przewodności elektrolitycznej właściwej można prowadzić bez lub z kompensacją temperatury. Pomiar bez kompensacji temperatury wykonuje się dla próbek o temperaturze 25°C. Temperatura 25°C jest przyjętą temperaturą odniesienia dla pomiarów przewodności. Przy pomiarze w każdej innej temperaturze wprowadza się kompensację temperatury, gdyż jej zmiana wpływa na przewodność roztworu. Kompensacja temperatury polega na przeliczeniu pomiaru do wartości przewodności elektrolitycznej właściwej w temperaturze 25°C. Czynność ta dokonywana jest w większości przyrządów automatycznie. W przypadku pomiaru bez automatycznej kompensacji przeliczenie na temperaturę standardową odbywa się według wzoru:

$$SEC_{25}[mS/cm] = SEC_t \cdot f_{25}$$
$$f_{25} = \frac{1}{[1 + a(t - 25)]}$$

gdzie:

S_{25} - przewodność elektrolityczna właściwa w temperaturze 25 °C,

SEC_t - zmierzona wartość przewodności elektrolitycznej właściwej w temperaturze t,

f_{25} - współczynnik przeliczeniowy SEC z pomiaru w temperaturze t na temperaturę standardową 25 °C,

a - współczynnik kompensacji temperatury.

Zmiana wyniku pomiaru w efekcie przeliczenia wpływu temperatury na przewodność elektrolityczną właściwą zależy od współczynnika kompensacji temperatury a. Dla zmniejszenia błędu istnieje możliwość zmiany współczynnika kompensacji temperatury i dostosowania jego wielkości do konkretnego roztworu lub temperatury, w której wykonywany jest pomiar.

Stałą elektrody [1/cm] należy okresowo sprawdzać za pomocą dostarczanych przez producenta roztworów wzorcowych chlorku potasowego KCl. Najdogodniejszym roztworem wzorcowym jest 0,00702 M roztwór KCl, którego przewodność elektrolityczna właściwa wynosi 1000 mS/m w 25° C. Roztwór taki można przygotować również w laboratorium.

Obecność rozpuszczonego w wodzie amoniaku i dwutlenku węgla podwyższa przewodność elektrolityczną właściwą badanego roztworu.

Wykonanie oznaczenia zasadowości wody.

W próbce badanej wody oznaczyć zasadowość wody, miareczkując próbkę 100 ml wody 0,1n roztworem kwasu solnego wobec oranżu metylowego do zmiany barwy na żółtoróżową.

Obliczanie wyników:

zasadowość ogólną wody Z_m obliczyć zgodnie ze wzorem:

$$Z_m = \frac{a \cdot 100}{V} \quad [\text{mmol/L}]$$

gdzie:

a - ilość 0,1M HCl użyta do miareczkowania próbki wody, ml

V - objętość próbki wody użytej do oznaczenia, ml.

Wykonanie oznaczenia twardości wody.

Do kolby stożkowej o pojemności 300 ml odmierzyć 100 cm³ badanej wody i dodać 5 ml roztworu buforu amonowego, a następnie 1 ml roztworu chlorowodoru hydroksylaminy i 0.1 g czerni eriochromowej T. Próbkę miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia z różowego na niebieskie. Pod koniec miareczkowania roztwór dodawać ostrożnie i po dodaniu każdej kropli energicznie mieszać wodę w kolbce.

Obliczanie wyników:

$$T_w = \frac{V_1 \cdot 0,04 \cdot 1000}{V} \quad [\text{mval/l}]$$

gdzie:

V_1 – objętość 0,02 M wersenianu dwusodowego użytego do miareczkowania [ml]

V – objętość badanej próbki [ml]

0,04 – liczba miligramorównoważników wapnia i magnezu odpowiadająca 1 cm³ 0,02 M roztworu wersenianu dwusodowego.

Wynik przedstawić w mg CaCO₃/L

1 mval = 50 mg CaCO₃/L

Wykonanie oznaczenia zawartości chlorków w wodzie.

Do kolby stożkowej o poj. 200 ml odmierzyć 100 ml próbki. Wartość odczynu pH zmierzyć przy pomocy pH-metru. Jeżeli pH nie mieści się w granicach 7 – 9,5, odpowiednio skorygować odczyn próbki przez dodanie 1M H₂SO₄ lub 1M NaOH. Dodać do próbki 0,5 ml roztworu chromianu potasowego i miareczkować roztworem AgNO₃ do zmiany zabarwienia z

żółtomlecznego na żółtobrunatny. Należy także wykonać miareczkowanie próbki kontrolnej, przygotowanej ze 100 ml wody destylowanej i 0,5 ml roztworu K_2CrO_4 .

Obliczanie wyników:

$$Cl^- = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 1000}{V} \quad [mg/l]$$

gdzie:

V_1 – objętość roztworu $AgNO_3$ zużyta na zmiareczkowanie badanej próbki [ml],

V_2 – objętość roztworu $AgNO_3$ zużyta na zmiareczkowanie próbki kontrolnej [ml],

K – miano roztworu $AgNO_3$,

V – objętość próbki użytej do miareczkowania [ml].

Wykonanie oznaczenia zawartości azotu amonowego w wodzie metodą Nesslera.

Oznaczanie azotu amonowego polega na reakcji jonu amonowego z odczynnikiem Nesslera, w wyniku której powstaje związek kompleksowy NH_2Hg_2OJ o zabarwieniu żółtopomarańczowym. Intensywność zabarwienia mierzona spektrofotometrycznie przy długości fali 400-425 nm wzrasta wraz ze wzrostem zawartości jonu amonowego. Metodę stosuje się do oznaczania azotu amonowego w wodzie w zakresie stężeń 0,04-3,0 mg/L.

Czynnikami przeszkadzającymi w oznaczaniu są następujące parametry i związki: mętność i barwa powyżej 20 mg Pt/L, jony żelaza, wapnia i magnezu oraz fenole, które tworzą z odczynnikiem Nesslera osady oraz siarkowodor i siarczki, które dają związki barwne. Gdy w badanej próbce występują wymienione czynniki przeszkadzające w oznaczaniu należy je usunąć zgodnie ze wskazaniem przedstawionymi w literaturze.

Sporządzanie krzywych wzorcowych

Do dwunastu cylindrów Nesslera odmierzyć kolejno: 0,0; 0,5; 0,8; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 10,0; 12,0; i 15,0 ml roztworu wzorcowego roboczego chlorku amonowego i uzupełnić do kreski wodą destylowaną wolną od amoniaku. Tak sporządzone roztwory zawierają odpowiednio następujące ilości azotu amonowego: 0,000; 0,005; 0,008; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,07; 0,10; 0,12; i 0,15 mg. Do każdego cylindra dodać po 1 ml roztworu winianu sodowo-potasowego i wymieszać. Następnie dodawać po 1 ml odczynnika Nesslera w takich odstępach czasu, aby pomiar każdego wzorca był wykonany dokładnie po 10 minutach od chwili jego dodania. Jako odnośnik stosować wodę destylowaną.

Wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odczytanych zawartości azotu amonowego wyrażone w mg $N-NH_4$, na osi rzędnych zmierzone wartości absorbancji.

Pomiar stężenia azotu amonowego

Do trzech cylindrów Nesslera o pojemności 50 ml odmierzyć po 50 ml badanej próbki lub mniejszą objętość, tak aby zawartość w niej azotu amonowego wynosiła 0,005-0,15 mg. Roztwór uzupełnić do kreski wodą destylowaną wolną od amoniaku. Następnie dodać 1 ml roztworu winianu sodowo-potasowego, wymieszać, dodać 1 ml odczynnika Nesslera i powtórnie wymieszać. Po upływie 10 minut zmierzyć absorbancję badanych roztworów, w kuwecie 1 lub 5 cm przy użyciu wody destylowanej jako odnośnika.

Obliczanie i podawanie wyników

Zawartość azotu amonowego w próbce odczytać z odpowiedniej krzywej wzorcowej. Zawartość azotu amonowego $N-NH_4$ obliczyć według wzoru:

$$N - NH_4 = \frac{a \cdot 1000}{V} \text{ [mg/L]}$$

gdzie:

a - zawartość azotu amonowego $N-NH_4$ w badanej próbce odczytana z krzywej wzorcowej [mg],

V - objętość próbki wody pobranej do oznaczania [ml].

Zestawienie wyników pomiarów.

Wyniki poszczególnych oznaczeń fizyko-chemicznych dla poszczególnych wód zestawień w tabeli.

	Woda ze studni	Woda z Bogdanki	Woda deszczowa
Odczyn wody pH			
Przewodnictwo [μS/cm]			
Twardość ogólna [mg CaCO ₃ /L]			
Zasadowość [mmol/L]			
Chlorki [mg/L]			
Azot amonowy [mgN-NH ₄ /L]			

Wyciągnąć wnioski odnośnie różnic w składzie poszczególnych wód. Która z wód jest najbardziej zasolona, która najbardziej twarda, jak kształtuje się odczyn pH wód.

WNIOSKI:.....