

Temat Ćwiczenia

Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie z kryteriami jakie musi spełniać woda, aby mogła być zastosowana jako woda zarobowa do betonu.

W trakcie wykonania ćwiczenia studenci:

1. Zapoznają się z wymaganiami normy PN-EN 1008:2004 „Woda zarobowa do betonu”
2. Zbadają w skali półmikro próbki wody wskazanej przez prowadzącego
3. Określą wybrane parametry jakościowe i ilościowe otrzymanych próbek wody

Aparatura i odczynniki:

- zlewka 500 cm³ z badaną wodą, zlewka szklana 300 cm³ (1 szt.),
- kolby stożkowe 250 cm³ (3 szt.),
- pipeta wielomiarowa 10 cm³ (2 szt.), pipeta wielomiarowa 5 cm³, pipeta jednomiarowa 25 cm³, statyw do pipet
- zlewka 100 cm³ (1 szt.), szklana bagietka,
- kolba miarowa 100 cm³
- zestaw probówek (10 szt.) ze statywem ,
- tryskawka z wodą destylowaną
- lejek ilościowy z uchwytem , sączi jakościowe,
- zestaw odczynników do prób jakościowych
- stężone kwasy HCl i H₂SO₄ (pod dygestorium),
- roztwór 0,1 M AgNO₃ z biuretą półautomatyczną, 10% roztwór chromianu potasowego,
- zestaw testów VISOCOLOR: fosforany, siarczany i azotany.
- fotometr PF-11 z wyposażeniem.
- pHmetr

Wykonanie ćwiczenia:**Część I – badania wstępne.**

1. Ocena barwy i zapachu badanej próbki wody

Wykonanie:

- Wlać ok. 5cm³ wody do czystej probówki. Określić wzrokowo barwę i przezroczystości otrzymanej próbki do analizy (przezroczysta, opalizująca, mętna z osadem)
- Zatkać probówkę palcem i energicznie wytrząsać przez ok. 30s
- Natychmiast po uchyleniu zamknięcia powąchać próbkę , zapach określić jako:
BZ – bez zapachu G – gnilny
R – roślinny S – specyficzny

2. Badanie obecności detergentów, olejów i tłuszczu

Wykonanie:

- Próbkę wody o objętości ok. 8 mL umieścić w probówce
- Probówkę zamknąć korkiem i energicznie wstrząsać przez ok. 30 sekund
- Obserwować powstawanie piany

Temat Ćwiczenia

Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

- Jeżeli na powierzchni próbki powstała piana to ocenić czy po upływie 2 minut nadal utrzymuje się piana oraz czy występują oznaki obecności olejów i tłuszcz
- Sprawdzić, czy po 30 minutach wydzielił się osad – oszacować jego objętość i przeliczyć na objętość próbki równą 80 cm^3 .

3. Badanie obecności substancji humusowych

Wykonanie:

- Do próbki wlać około 5 mL badanej substancji i dodać około 5 mL 1 molowego roztworu NaOH
- Próbkę dobrze wytrząsnąć i odstawić na około 60 minut i ocenić zabarwienie próbki
- Według normy PN-EN 1008 próbka wody nadającej się do celów zarobowych po dodaniu NaOH powinna być oceniana jako żółto-brązowa lub jaśniejsza

4. Określenie odczynu

Wykonanie:

- Określić pH badanej wody za pomocą papierka uniwersalnego, zanurzyć papierek w wodzie badanej na ok. 2s wyjąć i porównać z tabelą wzorców – wynik zanotować w arkuszu sprawozdawczym

Tabela I. wymagania dla wody zarobowej wg normy PN-EN 1008:2004

Lp.	Cecha	Wymaganie	
		Opis	Max. zawartość [mg/dm ³]
1.	barwa	Powinna być bladożółta lub jaśniejsza	
2.	zapach	Bez zapachu, bez zapachu gnilnego, dopuszczalny specyficzny dla wody pitnej	
3.	zawiesina(osad)	Bez zawiesiny, grudek lub kłaczków	
4.	detergenty	Ewentualnie powstała piana powinna zniknąć w ciągu 2 minut	
5.	oleje i tłuszcze	Nie więcej niż widoczne ślady	
6.	substancje humusowe	Po dodaniu NaOH barwa powinna być żółtobrązowa lub jaśniejsza	
7.	kwasy	pH wody ≥ 4	
8.	cukry		100
9.	chlorki	Beton sprężony	500
		Beton zbrojony	1000
		Beton niezbrojony	4500
10.	siarczany, SO_4^{2-}		2000
11.	azotany, NO_3^-		500
12.	fosforany, jako P_2O_5		100

Temat Ćwiczenia

Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

13.	cynk, Zn^{2+}		100
14.	ołów, Pb^{2+}		100
15.	Alkalia, jako Na_2O_2	Dla betonu z tzw. kruszywami reaktywnymi	1500

Część II – badania jakościowe:

UWAGA: Jeżeli woda do badania zawiera osad lub zawiesinę należy przefiltrować na miękkim sączku do zlewki 300 mL ok. 200 mL wody i tylko tej wody używać do dalszych badań jakościowych i ilościowych.

1. Identyfikacja chlorków i fosforanów

Wykonanie:

- Do czystej probówki wlać ok. 5cm^3 badanej wody jeżeli pH wody jest mniejsze niż 6 dodać 2 krople zasady sodowej aby $11 > \text{pH} > 6$
- Zachowując ostrożność dodać kroplomierzem 5 kropeł AgNO_3
- Wstrząsnąć probówkę tak aby nic nie wyleciało na zewnątrz i obserwować zabarwienie
- Jeżeli pojawi się biały lub żółty osad lub woda zmętnieje i przybierze kolor biały należy do probówki dodać ok. 5mL HNO_3 i wymieszać
- Pozostanie osadu (koloru białego) wskazuje na zawartość chlorków w wodzie. W takim wypadku należy wykonać analizę ilościową.
- Jeżeli pojawił się żółty osad rozpuszczalny w HNO_3 , świadczy to o obecności jonów PO_4^{2-} i należy również przeprowadzić analizę ilościową fosforanów

2. Identyfikacja siarczanów.

Wykonanie:

- Do czystej probówki wlać ok. 1cm^3 badanej wody a następnie dodać ok. 4cm^3 wody destylowanej, całość wymieszać
- Za pomocą kroplomierza dodać ok. 2,5 mL 3molowego HCl , wymieszać
- Dodać ok. $2,5\text{cm}^3$ 10% roztworu BaCl_2 , całość wymieszać
- Jeżeli wytrąci się biały osad i nie będzie się rozpuszczał po dodaniu HNO_3 , świadczy to o obecności jonów siarczanowych
- W takim wypadku należy przeprowadzić analizę ilościową

3. Identyfikacja siarczków i siarkowodoru.

Wykonanie:

- Do czystej probówki wlać ok. 5cm^3 badanej wody a następnie dodać kilka kropeł 3M HCl , całość wymieszać
- Za pomocą łapy drewnianej przenieść probówkę do łaźni wodnej i umieścić w gorącej wodzie
- Na bibułę filtracyjną nanieść kilka kropeł octanu ołowiu i położyć na wylocie z probówki

Temat Ćwiczenia

Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

- Obserwować kolor bibuły-powstanie zaciemnienia świadczy o obecności w wodzie jonów S^{2-} w ilości ponad 20 mg/dm^3
- W takim wypadku należy przeprowadzić analizę ilościową

UWAGA: Octan ołowiu jest substancją trującą należy zachować szczególną ostrożność.

4. Identyfikacja azotanów. **Wykonujemy pod dyktando****Wykonanie:**

- Do czystej (bardzo starannie wymytej w wodzie destylowanej) próbki wlać kilka kropli roztworu difenylaminy w kwasie siarkowym a następnie po ścięciu zakropić 1 kroplę badanego roztworu.
- Powstanie ciemnoniebieskiego zabarwienia świadczy o obecności jonów NO_3^-
- W takim wypadku należy przeprowadzić analizę ilościową

5. Identyfikacja ołowiu.

Wykonanie:

- Do badanej próbki wody o objętości około 5 mL umieszczonej w probówce dodać 5 mL roztworu KJ o stężeniu 1 mol/dm^3 , całość wymieszać
- Wytrącenie obfitego żółtego osadu PbJ_2 łatwo rozpuszczającego się w nadmiarze odczynnika wytrącającego lub we wrzącej wodzie może świadczyć o obecności jonów Pb^{2+} w ilości większej niż 100 mg/dm^3
- Do czystej próbki wlać ok. 5 cm^3 badanej wody a następnie dodać 5-10 kropli roztworu K_2CrO_4 , całość wymieszać
- Jeżeli wytrąci się żółty osad i będzie się rozpuszczał po dodaniu NaOH, świadczy to o obecności kationów ołowiu
- W takim wypadku należy przeprowadzić analizę ilościową

6. Identyfikacja cynku.

Wykonanie:**Próba 1**

- Do czystej próbki wlać ok. 5 cm^3 badanej wody a następnie dodać ok. $2,5 \text{ cm}^3$ 1M NaOH, całość wymieszać
- Za pomocą kroplomierza dodać ok. 2,5 mL 3molowego NH_4OH , wymieszać
- Wytrącenie się białego galaretowatego osadu może świadczyć o obecności jonów Zn^{2+}

Próba 2

- Do czystej próbki wlać ok. 5 cm^3 badanej wody i dodać 1 kroplę $CoNO_3$
- Do drugiej czystej próbki dodać 10 kropli roztworu $HgCl_2$ a następnie 10 kropli roztworu NH_4SCN , całość wymieszać
- Dodać zawartość 2 próbek do wody z azotanem kobaltu, całość energicznie wymieszać przez ok. 30s
- Pozostawić na 10-15 minut. Wytrącenie niebieskiego osadu świadczy o obecności jonów Zn^{2+} .

Temat Ćwiczenia

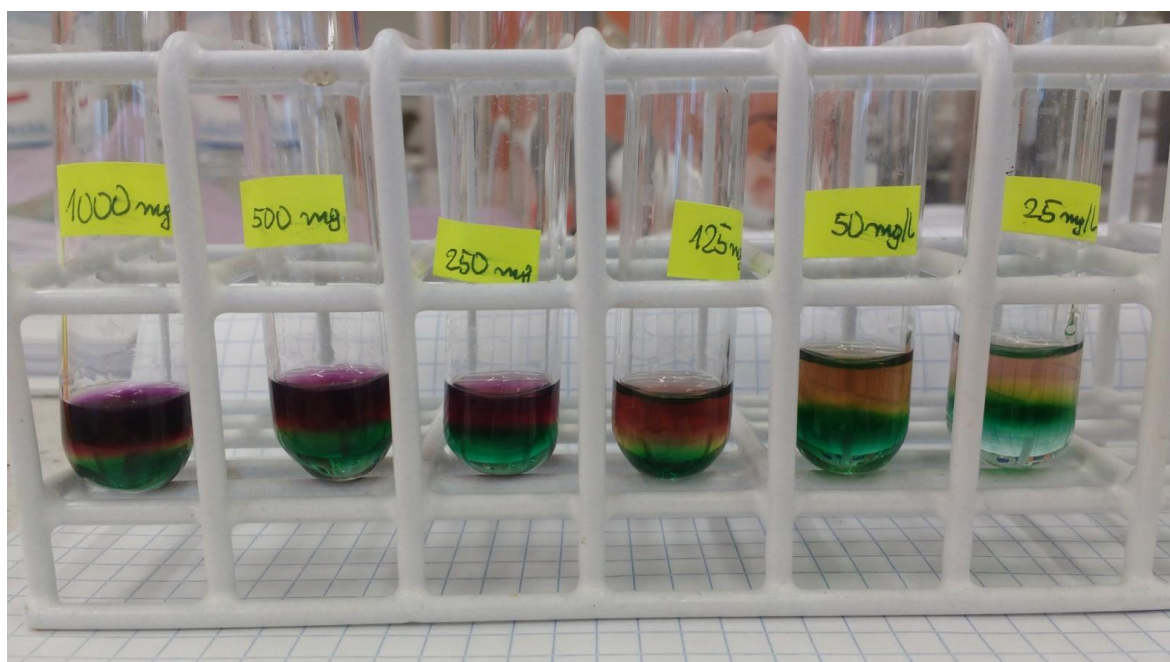
Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

Część III – badania ilościowe:**UWAGA I:** Do badania używamy wodę bez osadów.**UWAGA II:** Studenci nie wykonują wszystkich badań ilościowych, ustalenie zakresu badań zależy od prowadzącego zajęcia.**1. Oznaczenia zawartości cukrów**

W celu oznaczenia zawartości cukrów należy porównać barwę próbki wody badanej z barwą próbki wody wzorcowej (po dodaniu odpowiednich odczynników)

Wykonanie:

- Do zlewki o poj. 100 cm³ odmierzyć 50 cm³ badanej wody i dodać 1 cm³ HCl o stężeniu 1 mol/ dm³
- Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać przez 30 min w łaźni wodnej z wrzącą wodą (nie gotować)
- Po ostudzeniu przepłukać kilkakrotnie czystą probówkę wodą
- **Pod dygestorium** Do zwilżonej probówki dodać 2 krople wygotowanej wody, następnie 3 krople 5% naftolu oraz 1 cm³ stężonego H₂SO₄. Kwas wlewać za pomocą pipety lejąc po ściance probówki.
- Jeżeli obecny jest cukier - na granicy faz kwas-woda pojawi się charakterystyczne zabarwienie fioletowe lub fioletowo-różowe. Intensywność zabarwienia zależy od ilości cukru w wodzie (zdj.1)
- Na podstawie porównania koloru uzyskanego w probówce z wzorcem kolorów oszacować zawartość cukru w wodzie – wynik zanotować w arkuszu sprawozdawczym. Powstanie zabarwienia różnego od fioletowego i różowego eliminuje możliwość występowania cukrów.
- Zawartość probówki z kwasem i naftolem wlać po identyfikacji koloru do specjalnie przygotowanego pojemnika do utylizacji.

UWAGA: α -naftol jest substancją trującą zachować daleko idącą ostrożność**Zachować ostrożność przy operacjach ze stężonym kwasem siarkowym**

Temat Ćwiczenia

Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

Zdjęcie 1. Kolor próbki w zależności od zawartości cukru



1000 mg/L



500 mg/L



250 mg/L



125 mg/L



50 mg/L



25mg/L

Obserwacje:

Barwa fioletowa	Woda nie nadaje się do celów budowlanych
Barwa fioletowo-czerwona powstająca natychmiast	Zaw. Cukrów > 500 mg/ dm ³
Barwa czerwono-różowa powstająca po kilku sekundach	Zaw. Cukrów = 100 mg/ dm ³
Barwa jasnoróżowa	Zaw. Cukrów = 5 mg/ dm ³

2. Określenie pH wody

- Określić pH wody przy użyciu pH-metru

Wykonanie:

- Wlać kilkakrotnie analizowaną wodę do naczynka pomiarowego
- Zanurzyć elektrodę
- Zakończyć pomiar po około 30 sekundach, gdy wyniki trzech kolejnych pomiarów różnią się nie więcej niż 0,05 jednostki

3. Oznaczanie zawartości jonów Cl⁻**Wykonanie:**

- Do kolby stożkowej o pojemności 250-300cm³ odmierzyć 50 cm³ badanej wody i uzupełnić wodą destylowaną do ok. 100 cm³
- Za pomocą 1M HCl i 1M NaOH uregulować pH wody tak by mieściło się w zakresie 6,5-10,5
- Dodać 1 cm³ roztworu K₂CrO₄, wymieszać i miareczkować mianowanym roztworem AgNO₃ do zmiany zabarwienia na żółto-brunatne
- Zanotować ilość zużytego AgNO₃ jako a

Temat Ćwiczenia

Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

- W ten sam sposób miareczkować 50 cm³ wody destylowanej, zanotować ilość zużytego AgNO₃ jako b
- Zawartość jonów chlorkowych w wodzie obliczyć według wzoru

$$x = \frac{(a - b) * f * 35,45 * 1000}{V} \left[\frac{mg}{dm^3} Cl^- \right]$$

gdzie:

a – ilość mianowanego roztworu AgNO₃ do miareczkowania badanej wody [cm³];

b – ilość zużytego mianowanego roztworu AgNO₃ do miareczkowania wody destylowanej [cm³];

V – objętość próbki wody do oznaczenia, [cm³];

f – stężenie mianowanego roztworu AgNO₃ [mol/dcm³]

35,45 – ciężar molowy jonów Cl⁻ [g/mol]

4. Oznaczenie zawartości siarkowodoru i siarczków metodą kolorymetryczną**Wykonanie:**

- Do kolby miarowej o pojemności 100 cm³ odmierzyć 50 cm³ badanej wody
- Dodać po ściankach 10 cm³ alkoholu poliwinylowego i całą zawartość ostrożnie wymieszać ruchem obrotowym
- Dodać 5 cm³ roztworu winianu sodowo-potasowego z azotanem ołowiu, wymieszać i uzupełnić wodą destylowaną do 100 cm³
- Intensywność powstałego brunatno-czerwonego zabarwienia zmierzyć przy pomocy spektrofotometru w kuwecie o grubości 1 cm przy użyciu światła monochromatycznego 360nm. Pomiar wykonać pomiędzy 30 a 90 minutą od wystąpienia brunatno-czerwonego zabarwienia.
- Zawartość H₂S w kolbie odczytać z krzywej wzorcowej.
- Zawartość siarkowodoru w wodzie obliczyć według wzoru

$$x = \frac{(a) * 1000}{V} \left[\frac{mg}{dm^3} \right]$$

gdzie :

a – stężenie odczytane z krzywej wzorcowej

V – objętość próbki wody pobrana do badania

5. Oznaczanie zawartości fosforanów(test VISOCOLOR)**Wykonanie:**

- Włączyć fotometr PF-11
- Przyciskiem „M” wybrać metodę „VISOCOLOR” i zatwierdzić przyciskiem NULL/ZERO.
- Przyciskiem ∪ wybież metodę Fosforany 2-25 mg i zatwierdzić przyciskiem NULL/ZERO. Na wyświetlaczu pojawi się numer filtra – ustaw ręcznie numer filtra
- Do jednej z probówek z zestawu fotometru wlej kilkakrotnie- przepłucz wodę destylowaną, następnie wlej wodę destylowaną do kreski wstaw do gniazda fotometru i naciśnij przycisk NULL/ZERO.
- Do kolby miarowej o pojemności 100cm³ odmierzyć 25 cm³ badanej wody i uzupełnić wodą destylowaną do kreski - 100 cm³ całość dobrze wymieszać.
- Do drugiej probówki z zestawu odmierzyć 10 cm³ badanej wody.

Temat Ćwiczenia

Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

- Dodaj 10 kropli odczynnika 1 i wymieszaj
- Dodaj 10 kropli odczynnika 2 i wymieszaj
- Po 10 minutach włóż probówkę do gniazda fotometru naciśnij przycisk „M” i odczytaj wartość zmierzoną. Skoryguj wynik mnożąc go przez rozcieńczenie czyli 4. Wynik odpowiada stężeniu jonów PO_4^{3-} w badanej wodzie, aby przeliczyć na P_2O_5 należy wartość pomnożyć przez 0,75.
- Wymyj używane probówki wodą destylowaną

6. Oznaczanie zawartości azotanów(test VISOCOLOR)**Wykonanie:**

- Włączyć fotometr PF-11
- Przyciskiem „M” wybrać metodę „VISOCOLOR” i zatwierdzić przyciskiem NULL/ZERO.
- Przyciskiem \cup wybież metodę Azotany 1-40 mg i zatwierdzić przyciskiem NULL/ZERO. Na wyświetlaczu pojawi się numer filtra – ustaw ręcznie numer filtra
- Do jednej z probówek z zestawu fotometru wlej kilkakrotnie- przepłucz wodę destylowaną, następnie wlej wodę destylowaną do kreski wstaw do gniazda fotometru i naciśnij przycisk NULL/ZERO.
- Do kolby miarowej o pojemności 100cm^3 odmierzyć 25cm^3 badanej wody i uzupełnić wodą destylowaną do kreski - 100cm^3 całość dobrze wymieszać.
- Do drugiej probówki z zestawu odmierzyć 10cm^3 badanej wody.
- Dodaj 10 kropli odczynnika 1 i wymieszaj
- Dodaj 1 małą płaską łyżeczkę odczynnika 2 i przez 15-20s energicznie wytrząsaj
- Po 5 minutach włóż probówkę do gniazda fotometru naciśnij przycisk „M” i odczytaj wartość zmierzoną. Skoryguj wynik mnożąc go przez rozcieńczenie czyli 4. Wynik odpowiada stężeniu jonów NO_3^- w badanej wodzie.
- Wymyj używane probówki wodą destylowaną.

3. Oznaczanie zawartości jonów Zn^{2+} **Wykonanie:**

- Do kolby stożkowej o pojemności $250-300\text{cm}^3$ odmierzyć $V=25\text{cm}^3$ badanej wody i uzupełnić wodą destylowaną do ok. 100cm^3 .
- Dodać za pomocą cylindra miarowego 2cm^3 buforu amonowego $\text{pH}=10$ i szczyptę czerni eriochromowej T, całość wymieszać.
- Miareczkować mianowanym roztworem EDTA o stężeniu molowym f do zmiany zabarwienia z fiołkowego na niebieskie.
- Zanotować ilość cm^3 zużytego EDTA jako a
- Wykonać tą samą metodą miareczkowanie 25cm^3 wody destylowanej zamiast wody badanej, wynik w cm^3 zanotować jako b
- Zawartość jonów cynku w wodzie obliczyć według wzoru

$$x = \frac{(a - b) * f * 63,57 * 1000}{V} \left[\frac{\text{mg}}{\text{dm}^3} \text{Zn}^{2+} \right]$$

Temat Ćwiczenia

Ocena przydatności wody do betonów i zapraw

Arkusz sprawozdawczy do ćwiczenia 2.1

Nr ćwiczenia 2.1	OCENA PRZYDATNOŚCI WODNY DO BETONÓW I ZAPRAW	
Data	Imię i Nazwisko	Ocena
		Kolokwium
	Stanowisko	Wykonanie

L.p.	Rodzaj oznaczenia	Analiza jakościowa		Analiza ilościowa		Ocena przydatności wody
		metoda	wynik	metoda	wynik	
1.	barwa	wizualna				
2.	zapach	organoleptyczna				
3.	osad	wizualna				
4.	detergenty	wizualna				
5.	humus	kolorymetryczna wizualna				
6.	oleje i tłuszcze	wizualna				
7.	odczyn	test papierki wskaźnikowe		pHmetr		
8.	cukry			kolorymetryczna szacunkowa		
9.	siarkowodór	z octanem ołowiu		kolorymetryczna		
10.	siarczany	z BaCl ₂		fotometryczna		
11.	fosforany	z AgNO ₃		fotometryczna		
12.	chlorki	z AgNO ₃		miareczkowa		
13.	azotany	z difenylaminą		fotometryczna		
14.	ołów	z KJ z K ₂ CrO ₄				
	cynk	z NaOH z Hg(SCN) ₄				

Ostateczna ocena przydatności wody :