

# Ćwiczenie nr 3.1 Demineralizacja wody na jonitach oznaczanie twardości wody

## Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest utrwalenie wiedzy o metodach uzdatniania wody do celów technicznych a także zdobycie praktycznych umiejętności w zakresie demineralizacji wody techniką jonitową – wymiany jonowej.

Studenci w trakcie ćwiczenia :

- badają wodę na obecność jonów  $\text{Ca}^{2+}$  i  $\text{SO}_4^{2-}$
- oznaczają twardość wapniową wody
- poprzez pomiar pH monitorują poprawność procesu demineralizacji
- określają skuteczność wykonanej demineralizacji

## Aparatura i odczynniki:

- 2 kolumny jonitowe: kationitowa i anionitowa,
- 2 zlewki  $250 \text{ cm}^3$  z tworzywa ,
- 1 zlewka  $1000 \text{ cm}^3$  z tworzywa,
- 3 kolby stożkowe,
- zestaw 6 probówek do analizy jakościowej ,
- stojak do probówek,
- pipeta jednomiarowa  $20 \text{ cm}^3$  ,
- cylinder  $10 \text{ cm}^3$  ,
- bufor pH 10 (w butelce),
- 2 buteleczki z zakraplaczami na roztwory :10% roztwór  $\text{BaCl}_2$  , 0,5 M roztwór szczawianu amonu,
- papierki wskaźnikowe pH,
- plastikowe naczynie pomocnicze .

## Wykonanie ćwiczenia:

Ćwiczenie składa się z 2 części i należy je wykonywać zgodnie ze schematem (Rys.1)

### **1. Przygotowanie kolumn jonitowych - płukanie.**

- Wylać wodę ze zlewek, znajdujących się w metalowych koszyczkach przy kolumnach jonitowych. W tym celu należy przekręcić na bok szklaną rurkę będącą wylotem wody z kolumny, wyjąć zlewkę, zawartość wylać do zlewu i włożyć zlewkę na swoje miejsce.

UWAGA: zlewki są opisane i przypisane do konkretnej kolumny: kationitowej lub anionitowej – nie wolno zamieniać zlewek miejscami .

- Z kranika podłączonego do czarnego wężyka wlewać od góry do każdej kolumny wodę destylowaną . Kranik znajduje się w pobliżu każdej pary kolumn jonitowych.
- Jeżeli w zlewce zebrało się już  $250 \text{ cm}^3$  wody po płukaniu należy zakończyć płukanie i opróżnić zlewki z wody.

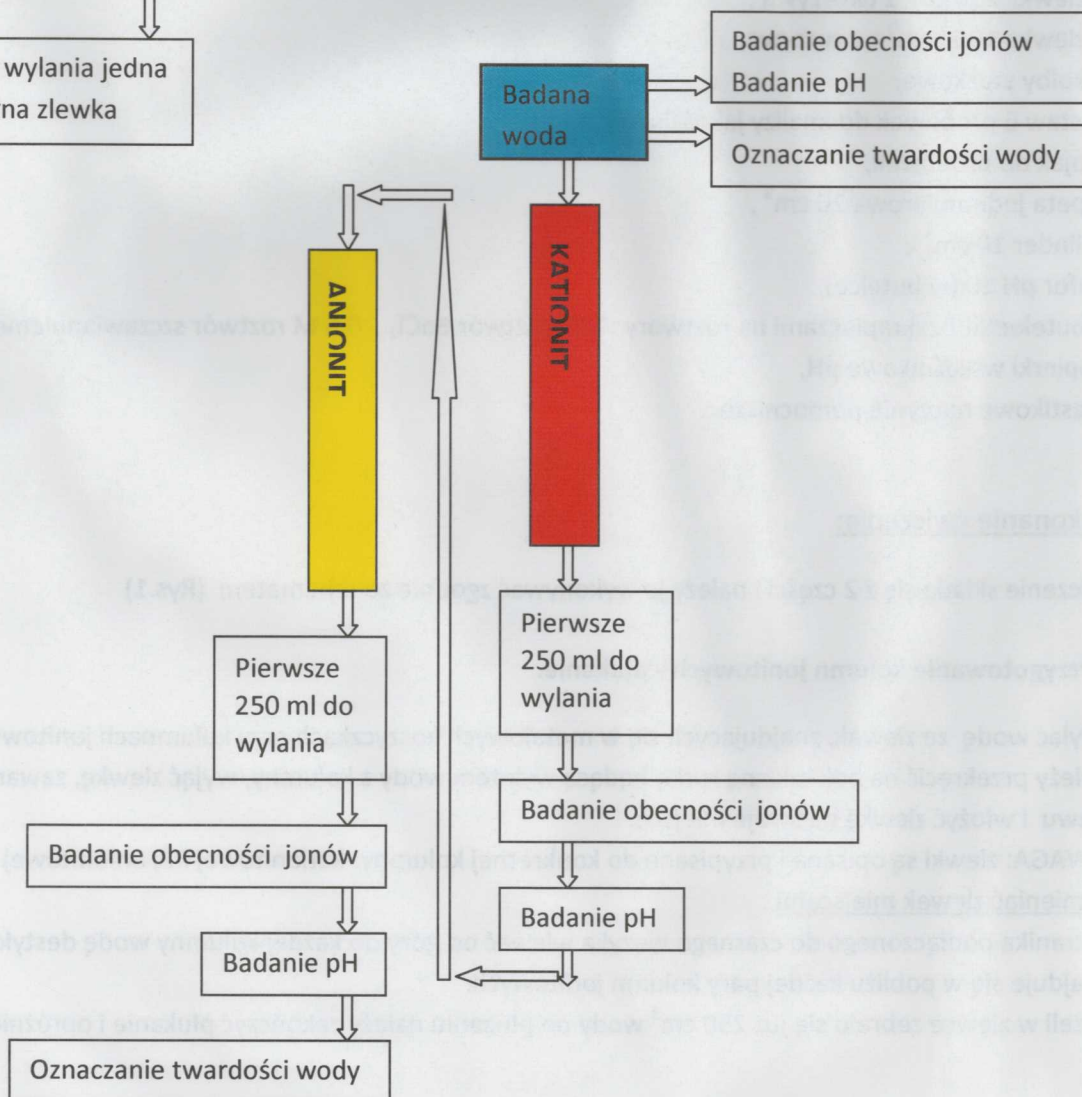
# Ćwiczenie nr 3.1 Demineralizacja wody na jonitach oznaczanie twardości wody

Rys. 1 Schemat wykonania ćwiczenia

## PŁUKANIE KOLUMN



## DEMINERALIZACJA I BADANIE WODY





# Ćwiczenie nr 3.1 Demineralizacja wody na jonitach oznaczanie twardości wody

## 2. Demineralizacja i badanie wody.

### 2.1. Demineralizacja wody na jonitach.

- Po przepłukaniu kolumn wodą destylowaną (pkt. 1) należy wlewać wodę badaną na kolumnę kationitową.
- UWAGA:** Nie wolno pod żadnym pozorem wlewać wody badanej na kolumnę anionitową!
- Po zebraniu całej zlewki ( $250\text{ cm}^3$ ) wody przepuszczonej przez kationit należy ją usunąć – wylać do zlewu. Jeżeli woda cały czas kapie do zlewki można podstawić pod wylot probówką przekręcić wylot na bok, wylać wodę ze zlewki i wstawić zlewkę na miejsce, zebraną w trakcie wodę w probówce również usunąć. Alternatywnie można zatkać wylot z kolumny palcem przekręcić na bok i wyjąć zlewkę przytrzymując cały czas palcem wylot aby woda nie kapała. Palec spuścić pod bieżącą wodą.
- Nadal wlewać wodę badaną na kolumnę kationitową
- UWAGA:** do badania wycieku z kationitu służy woda uzyskana po wylaniu pierwszej zlewki.
- Zbadać pH w wycieku z kationitu (pkt. 2.2)
- Zbadać obecność jonów w wycieku z kationitu (pkt 2.3)
- Po zebraniu w zlewce ok.  $100\text{ cm}^3$  wycieku z kationitu należy wlać go na kolumnę anionitową. Analogicznie jak poprzednio można posłużyć się probówką aby woda nie kapała na stanowisko lub zatkać wylot palcem.
- Po zebraniu całej zlewki ( $250\text{ cm}^3$ ) wody przepuszczonej przez anionit należy ją usunąć – wylać do zlewu.
- UWAGA:** do badania wycieku z anionitu służy woda uzyskana po wylaniu pierwszej zlewki.
- Zbadać pH w wycieku z anionitu (pkt. 2.2)
- Zbadać obecność jonów w wycieku z anionitu (pkt 2.3)
- Oznaczyć twardość wody zdemineralizowanej (pkt 2.4)
- Po wykonaniu wszystkich badań i oznaczeń wylać wodę ze zlewek i przepłukać obie kolumny wodą destylowaną zgodnie z punktem 1 instrukcji.

### 2.2. Badanie pH .

- Do zlewki z wodą zanurzyć papierek wskaźnikowy na ok. 2 sekundy.
- Wyjąć papierek i porównać kolor mokrego papierka ze wzorcem na pudełku.
- Zapisać odczytaną wartość pH w dzienniczku sprawozdań a zużyty papierek wyrzucić do kosza.
- UWAGA:** - do pomiaru pH wystarczy pasek papierka o długości ok. 1 cm .
- zgodnie ze schematem wykonania ćwiczenia pH określamy dla wody badanej, wycieku z kationitu i wycieku z anionitu.

### 2.3. Badanie obecności jonów (analiza jakościowa)

- UWAGA:**- badana woda zawiera tylko jony wapnia i siarczanowe
- do identyfikacji jonów  $\text{Ca}^{2+}$  służy odczynnik- szczawian amonu  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$
  - do identyfikacji jonów  $\text{SO}_4^{2-}$  służy odczynnik – chlorek baru  $\text{BaCl}_2$
  - dla ułatwienia probówki do badania poszczególnych jonów są opisane.
  - zgodnie ze schematem wykonania ćwiczenia obecność jonów badamy dla wody badanej, wycieku z kationitu i wycieku z anionitu.
  - Napełnić dwie probówki wodą do poziomu ok. 1/3 wysokości. Probówki można napełnić nalewając wodę ze zlewki lub podstawiając probówkę pod wylot z kolumny.



# Ćwiczenie nr 3.1 Demineralizacja wody na jonitach oznaczanie twardości wody

- Dodać do próbki 5 kropli odpowiedniego odczynnika
- Lekko wstrząsnąć próbki i odstawić na ok. 5 minut. Po tym czasie sprawdzić czy jest obserwowalne zmętnienie roztworu. Zmętnienie jest równoznaczne z obecnością sprawdzanych jonów.
- Wynik zanotować w dzienniczku sprawozdań wpisując „+” , „-” lub „obecny” , „nieobecny”.
- Po zakończeniu badań umyć próbki szczoteczką pod bieżącą wodą i przepłukać wodą destylowaną.

## 2.4. Oznaczanie twardości wody.

UWAGA: zgodnie ze schematem wykonania ćwiczenia twardość wody określamy dla wody badanej i wycieku z anionitu (wody zdemineralizowanej).

- Przepłukać pipetę jednomiarową wodą destylowaną.
- Do trzech kolb stożkowych odmierzyć pipetą jednomiarową po 20 cm<sup>3</sup> badanej wody.
- Do każdej kolby stożkowej dodać wody destylowanej do uzyskania poziomu ok. 50 cm<sup>3</sup>. Jeżeli kolba nie ma skali należy ją przystawić do kolby mającej skalę i uzupełnić wodą do zbliżonego poziomu.
- Dodać do każdej kolby po 10 cm<sup>3</sup> buforu amonowego o pH = 10 używając do tego celu cylindra całość wymieszać.
- Poprosić prowadzącego o dodanie wskaźnika – metaloftaleiny, wymieszać dokładnie zawartość kolb.
- Miareczkować zawartość kolb mianowanym roztworem wersenianu sodowego (EDTA) do zmiany barwy z fioletowej na przezroczystą- bezbarwną.

**UWAGA:** przy zbyt dużej ilości dodanego wskaźnika może pozostać po miareczkowaniu lekka poświata fioletowa, której nie usunie dodatkowe dodawanie EDTA,

- Odczytać wartość zużytego do miareczkowania EDTA i zapisać w dzienniczku sprawozdań.
- Po zakończeniu oznaczania twardości wylać zawartość kolb do zlewu, kolby wymyć pod bieżącą wodą i na koniec przepłukać niewielką ilością wody destylowanej i odstawić na stanowisko.
- Wykonać w domu potrzebne obliczenia

Twardość w mval/dm<sup>3</sup> obliczyć ze wzoru:

$$C = \frac{a \times V_i \times 2 \times 1000}{V_{\text{wody}}}$$

Gdzie: a – stężenie EDTA

V<sub>i</sub> – objętość EDTA zużyta do miareczkowania kolejnych kolb (1,2,3)

V<sub>wody</sub> – objętość wody badanej pobrana do miareczkowania w poszczególnej kolbie

2 – przelicznik moli na wale

1000 – przelicznik moli na milimole

Przeliczyć twardość wody na inne jednostki.

Skuteczność demineralizacji obliczyć ze wzoru:

$$\eta = \frac{\text{Twardość wody}_{\text{przed demineralizacją}} - \text{Twardość wody}_{\text{po demineralizacji}}}{\text{Twardość wody}_{\text{przed demineralizacją}}} \times 100\%$$



# Ćwiczenie nr 3.1 Demineralizacja wody na jonitach oznaczanie twardości wody

### 3. Przykładowe obliczenia.

Podczas miareczkowania porcji po 25 cm<sup>3</sup> wody przed demineralizacją uzyskano następujące wielkości zużytego EDTA:

$$V_1 = 6,60 \text{ cm}^3, \quad V_2 = 6,65 \text{ cm}^3, \quad V_3 = 6,65 \text{ cm}^3 \quad \text{średnia objętość } V_{\text{śred}} = 6,63 \text{ cm}^3$$

użyty roztwór EDTA miał stężenie  $a = 0,025 \text{ mol/dm}^3$

$$\text{twardość } C = (0,025 \times 6,63 \times 2 \times 1000) / 25 = 13,26 \text{ [mval/dm}^3] = 6,63 \text{ [mmol/dm}^3] = 37,18^\circ \text{ niemieckich}$$

Podczas miareczkowania wody zdemineralizowanej (porcje po 25 cm<sup>3</sup>) uzyskano następujące wielkości zużytego EDTA:

$$V_1 = 0,30 \text{ cm}^3, \quad V_2 = 0,20 \text{ cm}^3 \quad \text{średnia objętość } V_{\text{śred}} = 0,15 \text{ cm}^3$$

użyty roztwór EDTA miał stężenie  $a = 0,025 \text{ mol/dm}^3$

$$\text{twardość } C = (0,025 \times 0,15 \times 2 \times 1000) / 25 = 0,30 \text{ [mval/dm}^3] = 0,15 \text{ [mmol/dm}^3] = 0,84^\circ \text{ niemieckich}$$

$$\text{Skuteczność demineralizacji } \eta = [(6,63 - 0,15) / 6,63] \times 100\% = 97,7\%$$

### 4. Arkusz sprawozdawczy

#### 3.1 Oznaczanie twardości wody oraz jej demineralizacja metodą wymiany jonowej

	Woda twarda otrzymana do analizy	Woda z kationitu wyciek	Woda z anionitu wyciek
	Wyniki oznaczeń jakościowych( + lub - ) pH odczyt z paska		
pH			
Obecność jonów Ca <sup>+2</sup>			
Obecność jonów SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>			
Analiza ilościowa-oznaczanie twardości ogólnej i po demineralizacji wody			
Objętość roztworu EDTA zużyta do miareczkowania wody	V <sub>1</sub> =	Nie oznaczać wycieku po kationicie	V <sub>1</sub> =
	V <sub>2</sub> =		V <sub>2</sub> =
	V <sub>3</sub> =		
Wartość średnia	V <sub>śr</sub> =	X	V <sub>śr</sub> =
Twardość w [mval/dm <sup>3</sup> ]	C =		C =
Twardość w [mmol/dm <sup>3</sup> ]	C =		
Twardość w n [°]			
Skuteczność demineralizacji η [%]			