

Ćwiczenie 5 F

Surowce dla produktów leczniczych

Badanie i ocena jakości wody

Aparatura i szkło laboratoryjne:

- ✓ Pipeta 100 ml
- ✓ Pipeta 5 ml
- ✓ Kolba stożkowa 250 ml, 6 szt.
- ✓ Kolba stożkowa 100 ml, 4 szt.
- ✓ Szpatułka metalowa
- ✓ Kolumna do jonitu
- ✓ Nasadka na kolumnę
- ✓ Klips
- ✓ Cylinder 100 ml
- ✓ Lejek szklany
- ✓ Lejek nasypowy
- ✓ Zlewka 100 ml
- ✓ Pipeta 50 ml
- ✓ Pompka akwarystyczna

Woda występująca w przyrodzie w postaci wody opadowej, powierzchniowej i podziemnej nie jest związkiem chemicznie czystym, lecz jest mieszaniną wielofazową i wieloskładnikową. Zawiera roztwory różnych soli oraz ciała zarówno pochodzenia mineralnego, jak i organicznego (koloidy, mikroorganizmy). Schematyczny skład wody naturalnej podano na rys. 1.

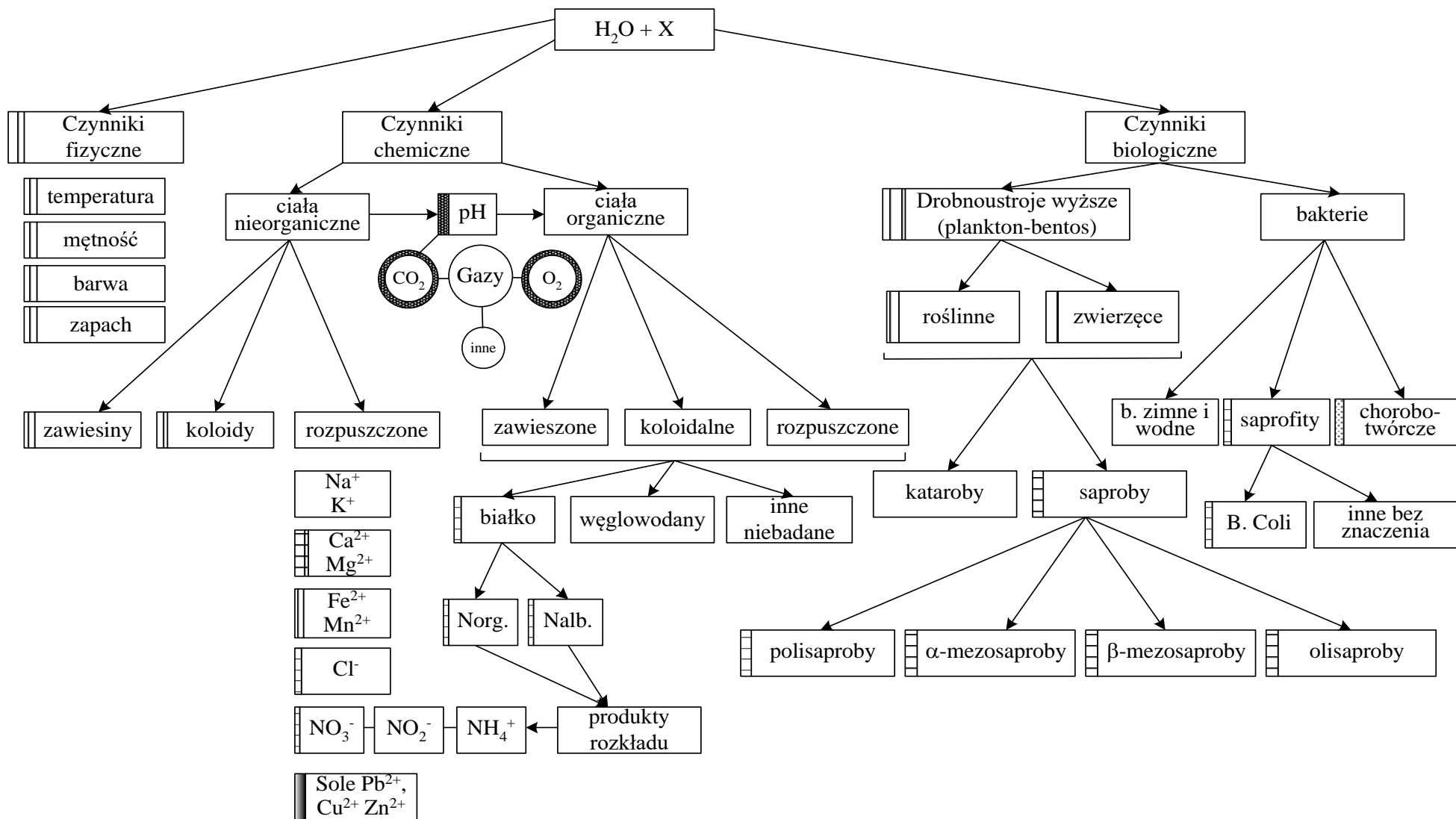
Wszelkie naturalne składniki noszą nazwę domieszek, które w odróżnieniu od składników obcych pochodzenia organicznego, nazywamy zanieczyszczeniami. Jakość tych domieszek zależy od środowiska, z którym woda się styka podczas krążenia w przyrodzie. Z tego wynika, iż skład fizyko-chemiczny i biologiczny wód naturalnych jest ściśle związany z wędrówką i środowiskiem, z którego woda pochodzi. Większość wód naturalnych, spotykanych w przyrodzie w stanie surowym, nie nadaje się do picia i potrzeb gospodarczych, gdyż nie odpowiada podstawowym wymaganiom sanitarnym.

Woda przeznaczona do picia i potrzeb gospodarczych ludności powinna odpowiadać podstawowym wymaganiom sanitarno-epidemiologicznym, a mianowicie:

1. Powinna być klarowna, bezbarwna, bezwonna o orzeźwiająca w smaku,

2. Nie powinna zawierać składników trujących, ani też nadmiernych ilości związków żelaza, manganu, wapnia i magnezu;
3. Nie powinna zawierać bakterii chorobotwórczych, pasożytów zwierzęcych oraz ich larw i jaj.

Pożądane jest poza tym, aby woda miała niską temperaturę 7-12°C i zawierała odpowiednie ilości składników potrzebnych dla organizmu ludzkiego, jak jod i fluor. Woda czerpana z wodociągów, poza właściwościami ogólnymi, powinna odpowiadać też warunkom podanym w tabeli 1.



Rys.1. Schematyczny skład wody naturalnej. - wpływają na apetyczność wody i jej wygląd zewnętrzny, - powodują choroby, - wskazują na stopień zanieczyszczenia wody związkami organicznymi, - są trujące, - powodują twardość wody, - nadają właściwości agresywne (korozyja)

Tabela 1. Wymagania fizykochemiczne, jakim powinna odpowiadać woda przeznaczona do spożycia przez ludzi

Lp.	Parametry i wskaźniki	Dopuszczalne zakresy wartości
A. Wskaźniki fizyczne		
1	Barwa	15
2	Mętność [NTU]	1
3	pH	6,5-9,5 [1]
4	Przewodność [$\mu\text{S}/\text{cm}$ w 20°C]	2500
5	Smak	Akceptowalny
6	Zapach	Akceptowalny
B. Substancje nieorganiczne w mg/l		
7	Amoniak	0,5 [1,2]
8	Antymon	0,005
9	Arsen	0,01
10	Azotany	50 [1]
11	Azotyny	0,5
12	Bor	1,0
13	Chlor wolny [Y]	0,1-0,3
14	Chlorki	250 [1]
15	Chrom	0,05
16	Cyjanki	0,05
17	Fluorki	1,5
18	Glin	0,2
19	Kadm	0,003
20	Magnez	30 [3] – 125 [3]
21	Mangan	0,05
22	Miedź	20 [1,4]
23	Nikiel	0,02
24	Ołów	0,05
24a	Ołów	0,025 [5]
24b	Ołów	0,01 [5]
25	Rtęć	0,001
26	Selen	0,01
27	Siarczany	250 [1]
28	Sód	200
29	Twardość	60 [1,3] – 500 [1]
30	Żelazo	0,2
C. Substancje organiczne w $\mu\text{g}/\text{l}$		
31	Akryloamid	0,10 [6]
32	Benzen	1,0

33	Benzo(a)piren	0,01
34	Chlorek winylu	0,50 [6]
35	1,2-dichloroetan	3,0
36	Epichlorohydryna	0,10 [6]
37	Ftalan dibutyłu	20
38	Mikrocystyna - LR	1,0 [Z]
39	Pestycydy	0,10 [7]
40	∑ pestycydów	0,50 [8]
41	Substancje powierzchniowo-czynne (anionowe)	200
42	∑ trichlorobenzenów	20
43	∑ trichloroetanu i tetrachloroetenu	10
44	∑ wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych	0,100 [9]
45	Utlenialność z KMnO ₄	5000
D. Uboczne produkty dezynfekcji w µg/l		
46	Bromiany	25
46a	Bromiany	10 [5]
47	Bromodichlorometan	15
48	Chloraminy	500
49	Chlorany	200
50	Chloryny	200
51	Formaldehyd	200
52	Tetrachlorometan	2
53	Trichloroaldehyd octowy (wodzian chloralu)	10
54	Trichlorometan (chloroform)	30
55	2,4,6-trichlorofenol	200
56	∑ THM	150
56a	∑ THM	100 [5]
E. Radionuklidy		
57	Całkowita dopuszczalna dawka [mSv/r]	0,10
58	Tryt [Bg/l]	100

[1] Wartość powinna być uwzględniona przy ocenie agresywności korozyjnej,

[2] Wody podziemne niechlorowane – 1,5 mg/l,

[3] Wartość zalecana ze względów zdrowotnych.

[3'] Nie więcej niż 30 mg/l magnezu, jeżeli stężenie siarczanów jest równe lub większe od 250 mg/l. Przy niższej zawartości siarczanów dopuszczalne stężenie magnezu wynosi 125 mg/l.

[4] Wartość dopuszczalna, jeżeli nie powoduje zmiany barwy wody spowodowanej jej agresywnością korozyjną.

[5] Zakresy wartości stosuje się zgodnie z § 12 rozporządzenia

[6] Dotyczy stężenia niezwiązanego monomeru w polimerze, który przenika do wody.

[7] Termin „pestycydy obejmuje: organiczne insektycydy, organiczne herbicydy, organiczne fungicydy, nematocydy, akarycydy, algicydy, rodentocydy, slimicydy, pochodne produkty, m.in. regulatory wzrostu oraz ich pochodne metabolity, a także produkty ich rozkładu i reakcji. Podana wartość odnosi się do każdego pestycydu.

W przypadku aldryny, dieldryny, heptachloru i epoksyheptachloru NDS wynosi 0,03 µg/l

[8] Wartość oznacza sumę stężeń wszystkich pestycydów oznaczonych ilościowo.

[9] Wartość oznacza sumę stężeń wyszczególnionych związków: benzeno(b)fluoranten, benzeno(k)fluoranten, benzeno(ghi)perylen, indeno(1,2,3 -,d)piren

[x] w przypadku podania jednej wartości dolna wartość zakresu wynosi zero.

[Y] Wartość oznaczana w punkcie czerpalnym u konsumenta

[Z] dotyczy wód powierzchniowych.

Mętność wód naturalnych wywołana jest przez drobną zawiesinę lub koloidy pochodzenia mineralnego bądź organicznego. Są to najczęściej drobne cząstki odpadów roślinnych, wyższe drobnoustroje, cząstki gliny, piasku, żelaza lub wytrącone związki żelaza, manganu lub wapnia. Szczególnie te ostatnie wytrącone związki są często powodem mętności w wodach podziemnych, zawierających znaczne ilości wodorowęglanów wapnia lub żelaza. Wody te bezpośrednio po zacerpnięciu ze studni lub po wydobyciu na powierzchnię są klarowne, lecz po dłuższym czasie natleniają się i tracą dwutlenek węgla, zaczynają opalizować i mętnieją na skutek wytrącania się węglanu amonowego lub wodorotlenku żelazowego.

Mętność wody jest cechą fizyczną wpływającą przede wszystkim na wygląd i apetyczność wody. Wody mętne nie nadają się do picia i potrzeb gospodarczych. Mętność wody może służyć jako wskaźnik zanieczyszczenia przy ocenie wód. Z punktu widzenia higienicznego inne znaczenie ma mętność wywołana przez związki organiczne, które mogły się dostać do wody, np. ze ścieków gospodarczych, inne natomiast znaczenie ma mętność spowodowana wytrąconymi solami, np. żelaza. Dlatego przy oznaczeniu mętności ważne jest przede wszystkim prawidłowe rozpoznanie czynnika powodującego mętność wody i w przypadkach, gdy rodzaj mętności nie odpowiada wzorcom, należy ją podawać opisowo, np. włókna itp. Należy również odróżnić „naturalną” mętność wody od obecności ciał obcych, które przypadkowo dostały się do wody, np. podczas pobierania próbki.

Woda do picia powinna być klarowna i nie może mieć mętności spowodowanej przez ciała organiczne. Dopuszczalna mętność wód użytkowych nie może przekraczać 3 mg/l.

Za jednostkę porównawczą mętności wody przyjęto mętność wywołaną przez 1 mg krzemionki w postaci zawiesiny wzorcowej dodanej do 1 l wody destylowanej.

Przeźroczystość wody – zamiast mętności wody można oznaczać jej przezroczystość, która pozostaje w stosunku odwrotnym do mętności. Wody podziemne w większości przypadków są przeźroczyste, czym różnią się od wód powierzchniowych, a szczególnie od wód płynących. Przeźroczystość wód powierzchniowych zależy od ilości oraz stopnia rozdrobnienia zawieszonych substancji nieorganicznych, organicznych i od obecności organizmów wodnych (glonów i planktonu). W jeziorach przeźroczystość wody osiąga często 15-18 cm. Oznaczenie przeźroczystości wód w zbiornikach naturalnych wykonuje się na miejscu pobrania próby i polega na określeniu głębokości wody (w m lub w cm), przy której zanurzony biały krążek o średnicy 20 cm lub płytką o wymiarach 15X22 cm stają się niewidoczne.

Barwa wody – woda chemicznie czysta jest bezbarwna w małej objętości, a w grubszej warstwie wykazuje odcień niebieskawą. Wody naturalne całkowicie bezbarwne są rzadkością. Zarówno wody podziemne, jak i powierzchniowe mają barwę zielonkawożółtą o różnych odcieniach i intensywności. Zielonkawożółte zabarwienie wód naturalnych jest wywołane obecnością barwnych związków chemicznych wylugowanych z gleby. Najczęściej są to barwne związki humusowe o rozdrobnieniu koloidalnym. Zabarczenie wody może też być wywołane obecnością barwnych związków chemicznych dostających się do wody ze ściekami przemysłowymi lub w wyniku hydrolizy soli żelaza albo podczas „zakwitania” zbiorników. W okresie „zakwitania” zbiorników wód naturalnych w zależności od rodzaju organizmów wody przyjmuje barwę: jasnozieloną przy masowym rozwoju glonów, zielonoszarą w czasie rozwoju okrzemek, błękitno-zieloną przy rozwoju sinic. Związki koloidowe żelaza nadają wodzie zabarczenie od żółtawego do zielonego. W przypadku zabarwionych ścieków przemysłowych odprowadzanych do odbiorników barwa wody może się zmieniać w zależności od rodzaju barwników zawartych w ściekach.

Należy odróżnić barwę „rzeczywistą” wody, tzn. barwę, jaką posiada woda zupełnie klarowna, od barwy „pozornej”, wywołanej obecnością zabarwionych drobnych zawiesin (najczęściej są to kłaczkę strąconego wodorotlenku żelazowego), dających się łatwo usunąć z wody. Dlatego też barwę wody należy określać w próbie klarownej, pozbawionej wszelkich zawiesin. Wody mętne należy przed oznaczeniem barwy przesączyć przez sączonek bibułowy lub odwirować.

Barwę wody wyraża się w stopniach. Za jednostkę barwy (stopień) przyjęto takie zabarczenie, jakie wywoła w 1 litrze wody destylowanej 1 mg platyny rozpuszczonej w postaci chloroplatynianu potasowego (K_2PtCl_6) z dodatkiem 0,5 mg kobaltu w postaci chlorku kobaltowego ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$).

Najczęściej spotykane w przyrodzie wody mają zabarczenie w granicach 5-25 mg/l Pt. Są też wody naturalne o zabarwieniu znacznie większym. Wody te pochodzą z terenów leśnych bagnistych, torfowiskowych, czyli są to wody bogate w substancje organiczne pochodzenia roślinnego, głównie związki humusowe. Dopuszczalna barwa „rzeczywista” wód wodociągowych wynosi 20 mg/l Pt. Wszelkie inne odcienie zabarwienia wody poza zielonkawożółtym są niedopuszczalne. Barwę wody oznacza się kolorymetrycznie według PN.

Smak wody – smak wód naturalnych zależy od temperatury wody, ilości i rodzaju gazów rozpuszczonych w wodzie oraz jej składu chemicznego. Wody naturalne o wyższej temperaturze posiadają z reguły mdły smak, gdyż są ubogie w dwutlenek węgla i tlen rozpuszczony. Obecność siarkowodoru wpływa bardzo niekorzystnie na smak wody. Sole żelaza i manganu nadają specyficzny posmak atramentowy, siarczan wapniowy – gorzkosłony, siarczan magnezowy – smak gorzki, a chlorek sodowy – słony. Szczególną różnorodność smaku odznaczają się więc silnie zmineralizowane wody obszarów suchych i wody mineralne o właściwościach leczniczych, zawierające specyficzne składniki. Duży wpływ na posmak mają substancje pochodzenia organicznego, produkty gnicia oraz specyficzne związki organiczne wytwarzane przez glony i mikroorganizmy w zbiornikach otwartych wód naturalnych w okresie „zakwitania” zbiorników. Wówczas masa glonów wydziela substancje organiczne o specyficznym zapachu i posmaku.

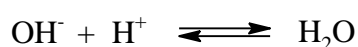
Tlen rozpuszczony w wodzie nadaje jej świeżość, podobnie jak dwutlenek węgla. W zależności od stężenia substancji rozpuszczonych – smak wody może być nieokreślony, ledwie wyczuwalny, wyraźnie odczuwalny, lecz niezupełnie określony i całkowicie określony, dobrze rozpoznawalny. Zgodnie z PN rozróżnia się: słony, gorzki, słodki i kwaśny smak wody. Inne smakowe wrażenia uważa się jako posmak wody. Woda do picia powinna być bez smaku.

Zapach wody – niektóre wody naturalne mają charakterystyczny zapach. Wody bagienne, np., bogate w substancje humusowe, wydzielają specyficzną woń właściwą bagnetom. Siarkowodor nadaje wodzie zapach zgniły, woda w starych, nieczyszczonych studniach o drewnianych, gnijących cembrowinach ma zapach stęchły. Ogólnie zapach wód naturalnych może być spowodowany przez występujące w nich różne wonne substancje, przeważnie pochodzenia organicznego, chociaż niekiedy mogą to być związki nieorganiczne, jak np. siarkowodor lub fosforowodor.

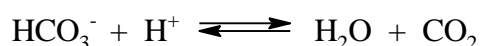
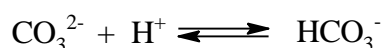
1. OZNACZENIE ZASADOWOŚCI WODY

Zasadowość wody jest to zdolność do zobojętniania kwasów mineralnych w określonych warunkach. Właściwość tą nadają wodzie obecne w niej wodorowęglany i węglany, występujące rzadziej wodorotlenki, borany, krzemiany, fosforany. Zasadowość jest określana w obecności wskaźników: fenoloftaleiny (zasadowość wobec fenoloftaleiny, zasadowość **F**), a potem oranżu metyloвого (zasadowość wobec oranżu metyloвого, zasadowość **M**) zwana zasadowością ogólną.

Przebiegają wówczas następujące reakcje:



wobec fenoloftaleiny



wobec oranżu
metyloвого

W oznaczeniu przeszkadzają większe ilości jonów żelaza i manganu.

Część doświadczalna

Oznaczenie zasadowości wody oznacza się przez miareczkowanie wody roztworem mocnego kwasu najlepiej wobec fenoloftaleiny, a następnie wobec oranżu metyloвого.

Wykonanie oznaczenia

Do kolby stożkowej odpipetować 100 ml badanej wody i dodać 4 krople fenoloftaleiny. Jeżeli woda zabarwi się na kolor czerwony zmiareczkować ją 0,1 N HCl do odbarwienia. Ilość zużytego roztworu kwasu solnego oznaczyć V_p i przyjąć jako podstawę obliczenia zasadowości wobec fenoloftaleiny.

Do tej samej próbki dodać 3 krople oranżu metyloвого i miareczkować 0,1 N HCl do pierwszej wyraźnej zmiany zabarwienia. Ogólną ilość ml 0,1 N HCl zużytego do zmiareczkowania próbki wobec fenoloftaleiny i oranżu metyloвого oznaczyć V_m i przyjąć jako podstawę obliczenia zasadowości ogólnej.

Obliczenie wyników.

Jeżeli woda zawiera duże ilości związków żelaza i manganu należy od zasadowości ogólnej Z_m odjąć poprawkę 0,036 mval/l na każdy 1 mg/l.

Zasadowość ogólna:

$$Z_m = \frac{V_m \cdot 0,1 \cdot 1000}{V} \text{ [mval/l]}$$

Zasadowość wobec fenoloftaleiny:

$$Z_f = \frac{V_p \cdot 0,1 \cdot 1000}{V} \text{ [mval/l]}$$

V – objętość próbki wody wzięta do oznaczenia.

2. OZNACZENIE TWARDOŚCI WODY

Twardość wody jest to właściwość polegająca na zużyciu pewnej ilości mydła bez wytworzenia piany podczas wytrząsania próbki wody. Właściwość tą nadają wodzie naturalnej jony wapnia, magnezu, żelaza, manganu, glinu, cynku oraz innych ciężkich kationów, które tworzą z mydłem dodawanym do wody nierozpuszczalne w wodzie osady, nietworzące piany podczas wytrząsania. Ilość zużytego przez wodę mydła do chwili pojawienia się piany charakteryzuje stopień twardości wody. Ponieważ w wodach naturalnych dominują sole wapnia i magnezu, natomiast kationy innych metali występują w znacznie mniejszym stężeniu niż jony Ca^{2+} i Mg^{2+} , zakłada się że ich obecność jest pomijalna.

Twardość wody surowej nazywa się twardością ogólną T_{wo} .

Twardość ogólną dzielimy na:

- Twardość wapniową, powodowaną przez związki wapnia,
- Twardość magnezową, powodowaną przez związki magnezu.

Innymi parametrami twardości wody są twardość węglanowa i niewęglanowa, które również stanowią w sumie twardość ogólną wody.

Twardość węglanowa, twardość przemijająca, twardość nietrwała – twardość wody wywoływana głównie przez wodorowęglan wapnia, $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$, i wodorowęglan magnezu, $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$. Związki te przy ogrzewaniu wody rozkładają się do nierozpuszczalnych węglanów, tworzących kamień kotłowy:



Ze względu na łatwość usunięcia twardości tego typu (wystarczy tylko przegotowanie wody) nazywa się ją twardością przemijającą – powstały w wyniku tego kamień kotłowy, składający się ze strąconych węglanów, osadza się na dnie i ścianach naczynia lub zbiornika.

Twardość niewęglanowa, twardość trwała, twardość nieprzemijająca – twardość wody wywoływana głównie przez sole wapnia i magnezu. Najczęściej są to siarczany (między innymi CaSO_4), dające trudny do usunięcia kamień gipsowy, oraz chlorki. Sole te mogą być naturalnie obecne w wodzie, jak i powstawać wtórnie, na przykład w trakcie jej gotowania.

Twardość wody podaje się w tak zwanych stopniach twardości wody (niemieckich, francuskich i innych). 1 stopień twardości wody odpowiada 10 mg/l CaO.

Tabela 2. Skala twardości wody

Skala twardości	Twardość ogólna (w stopniach twardości)
Bardzo miękka	0-5
Miękka	5-10
O średniej twardości	10-20
Twarda	20-30
Bardzo twarda	>30

Twardość wody nie ma znaczenia zdrowotnego. W gospodarstwie domowym woda twarda jest niepożądana, gdyż powoduje m.in. duże zużycie mydła, twardnienie jarzyn przy gotowaniu.

Twardość węglanowa T_W wody – w wodach naturalnych, które nie zawierają wodorowęglanów czy węglanu sodu i potasu, twardość węglanowa równa jest zasadowości ogólnej M . Toteż chcąc wyrazić twardość węglanową w stopniach należy wartość zasadowości M (mval/l) pomnożyć przez 2,8.

Twardość niewęglanowa – T_{WN} wody – oblicza się odejmując od twardości ogólnej twardość węglanową (oczywiście obie wielkości muszą być wyrażone w tych samych jednostkach, tzn. w stopniach twardości).

Oznaczenie twardości wody metodą wersenianową

Metoda wersenianowa jest powszechnie stosowaną w analizie technicznej wody. Wersenian dwusodowy tworzy przy pH=10 związki kompleksowe najpierw z jonami wapnia, a następnie magnezu. Przejściu obu jonów w związki kompleksowe towarzyszy zmiana zabarwienia wskaźnika – czerni eriochromowej T.

Odczynniki

- Roztwór buforowy pH=10 (odważyć 67,5 g NH₄Cl, dodać 570 ml 25% wody amoniakalnej i uzupełnić wodą destylowaną do 1 l).
- Wersenian sodowy 0,05 M
- Czerń eriochromowa T z chlorkiem sodu.

Wykonanie ćwiczenia

Do 100 ml próbki wody, w której oznaczano zasadowość dodać 5 ml roztworu buforowego i dokładnie wymieszać. Następnie dodać 0,1-0,2 g suchej mieszaniny wskaźnika, po zmieszaniu natychmiast miareczkować 0,05 M roztworem wersenianu sodowego tak długo aż początkowe czerwone zabarwienie zmieni się na fioletowe. Następnie dodawać wersenian kroplami do uzyskania błękitnego zabarwienia roztworu. Zmianę zabarwienia potwierdzić przez dodanie jeszcze jednej kropli roztworu wersenianu. Miareczkowanie nie powinno trwać dłużej niż 5 minut. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech zgodnych oznaczeń.

Całkowita twardość wody wynosi:

$$T_{c=} = \frac{a \cdot f \cdot 100}{V} \text{ [mval/l]}$$

a – ilość zużytego 0,05 M r-ru wersenianu sodowego, ml

f – poprawka na molowość r-ru,

V – objętość próbki wody, ml

Twardość niewęglanowa wynosi:

$$T_{NW} = T_c - T_w$$

T_w – twardość węglanowa równa zasadowości ogólnej:

$$T_w = Z_m$$

3. OZNACZENIE ZAWARTOŚCI CHLORKÓW

Zawartość jonów chlorkowych w wodach naturalnych może wynosić kilku dziesiątych części miligrama aż do kilkuset gramów w 1 l wody. Według wymagań higieny zawartość chlorków w wodzie do picia nie powinna przekraczać 250 mg/l. Zawartość chlorków ponad 100 mg/l w pewnych warunkach wzmacnia właściwości korozyjne wody

Część doświadczalna

Zawartość chlorków w wodach powierzchniowych lub ściekach oznacza się za pomocą miareczkowania mianowanym r-rem azotanu srebra w środowisku obojętnym lub alkalicznym. Wskaźnikiem całkowitego strącenia AgCl jest r-r chromianu, który reagując z nadmiarem jonów srebrowych powoduje zmianę zabarwienia z żółtozielonkawego na żółtoczerwone. Metodę tą stosuje się do oznaczenia chlorków w próbce o stężeniu powyżej 2 mg/l. Dokładność oznaczenia wynosi 1-3 mg/l.

Oznaczeniu przeszkadzają:

- Zabarwienie wody,
- Mętność próbki,
- Obecność bromków, jodków, cyjanków,
- Obecność siarczynów, siarczków, tiosiarczanów,
- Obecność fosforanów w stężeniu powyżej 23 mg/l
- Obecność Fe w stężeniu powyżej 10 mg/l.

Odczynniki:

- 0,1 N AgNO₃
- 5% K₂CrO₄

Wykonanie oznaczenia:

Do kolby stożkowej odpipetować 100 ml próbki wody, dodać 1 ml r-ru K₂CrO₄ i miareczkować przy ciągłym mieszaniu r-rem AgNO₃ do chwili pojawienia się zabarwienia żółtoczerwonego.

Stężenie chlorków wynosi:

$$Cl^- = \frac{35450 \cdot a \cdot n}{V} \text{ [mg/l]}$$

a – objętość mianowanego r-ru $AgNO_3$, ml

n – normalność użytego r-ru $AgNO_3$

V – objętość próbki użytej do analizy, ml

Wyniki zaokrąglić do 0,1 mg/l. Wykonać 3 oznaczenia. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną zgodnych oznaczeń.

Dodatkowo należy wykonać oznaczenie w celach porównawczych za pomocą gotowych testów, **wg instrukcji załączonej do opakowania** – przykładowa instrukcja gotowych testów poniżej:

1. 5 ml próbki o temperaturze 15-30°C wprowadzić do naczynka pomiarowego za pomocą strzykawki.
2. Dodać 2 krople odczynnika „Cl-1” do próbki i zamieszać przez zawirowanie ręką. Próbka zwykle barwi się na niebiesko/fioletowo.
3. Dodawać kroplami reagenta „Cl-2” ciągle mieszając do momentu zmiany koloru na żółty.
4. Napełnić pipetę titracyjną odczynnikiem „Cl-3” do poziomu 0 na skali. Dodawać kroplami do zabarwienia roztworu na niebiesko-fioletowo – w końcowej fazie miareczkowania dodawać kroplę co kilka sekund w celu umożliwienia zajścia reakcji. Odczytać wynik ze skali. Pozostałość odczynnika „Cl-3” z pipety wprowadzić ponownie do pojemnika z tym reagentem.

4. OZNACZANIE ZA WARTOŚCI ŻELAZA

Związki żelaza występujące w wodach naturalnych mogą pochodzić z gruntu, korozji rurociągów (zbiorników) oraz z zanieczyszczeń ściekami przemysłowymi. Przejście żelaza do wód naturalnych z gruntu, w którym żelazo jest rozpowszechnione w postaci pirytu (FeS_2) lub chalkopirytu ($CuFeS_2$), zachodzi pod wpływem utleniania, np. siarczków w czasie wietrzenia skał, lub w czasie rozkładu pod wpływem kwasu węglowego lub innych kwasów organicznych.

W wodach podziemnych żelazo najczęściej znajduje się w postaci wodorowęglanu żelaza(II) lub siarczanu żelaza(II). W wodach powierzchniowych lub bagiennych żelazo może

występować również w postaci humusanów lub fosforanów. Poza tym, zależnie od składu wód naturalnych i warunków tlenowych czy beztlenowych, żelazo w wodach naturalnych może występować w postaci związków dwu i trójwartościowych. Obecność w wodzie jonów Fe^{2+} stwarza sprzyjające warunki do rozwoju bakterii żelazistych, które mogą doprowadzić do zarastania przewodów wodociągowych. Wody zawierające znaczne ilości związków żelaza w postaci wodorowęglanu żelaza(II) po dłuższym czasie lub napowietrzaniu ulegają zmętnieniu na wskutek hydrolizy wodorowęglanu żelaza(II).

Znaczna ilość żelaza w wodzie wpływa na mętność i smak wody. Z tych względów pożądane jest, aby woda do picia i potrzeb gospodarczych nie zawierała więcej niż 0,3 mg/l Fe, gdyż te ilości nie zmieniają cech fizycznych wody. W przemyśle papierniczym, włókienniczym, przy produkcji filmów, przemyśle krochmalniczym i innych obecność żelaza w wodzie produkcyjnej nawet w bardzo małych ilościach jest szkodliwa.

Cześć doświadczalna

Zawartość żelaza w wodzie oznaczyć za pomocą gotowych testów **wg instrukcji dołączonej do opakowania** - przykładowa instrukcja gotowych testów poniżej:

1. Popłukać naczynko pomiarowe oznaczaną wodą i napełnić do poziomu 5 ml.
2. Dodać 1 porcję reagenta 1 i rozpuścić przez wymieszanie.
3. Dodać 4 krople reagenta 2 i wymieszać.
4. Po trzech minutach próbkę w naczynku pomiarowym sprawdzić według skali kolorów.
5. Odczytać wartość stężenia żelaza w analizowanej próbce.

5. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI MANGANU

W wodach naturalnych mangan występuje zazwyczaj razem z żelazem. Przedostaje się on podobnie jak żelazo z gruntu, z resztek roślinnych oraz ze ścieków (głównie przemysłowych), jak np., z przemysłu metalurgicznego, elektrotechnicznego i chemicznego. Mangan w wodach naturalnych (podziemnych) znajduje się przede wszystkim w postaci wodorowęglanu manganawego - $Mn(HCO_3)_2$, siarczanu manganu(II), a w wodach powierzchniowych również w postaci humusanów i niekiedy fosforanów. Zawartość manganu spotykana w wodach naturalnych waha się 0,1-0,3 mg/l Mn i rzadko przekracza 1 mg/l Mn. Te ilości manganu spotykane w wodach naturalnych nie są szkodliwe dla zdrowia, ale obecność manganu w wodzie może sprzyjać, podobnie jak żelaza, Fe^{2+} , rozwojowi bakterii żelazistych i manganowych, co w rezultacie może zmienić smak i zapach wody oraz może spowodować zatykanie urządzeń wodociągowych. Poza tym mangan w postaci

dwuwartościowej przechodzi w czterowartościowy mangan, dając nierozpuszczalny tlenek manganu. Powoduje to powstawanie brunatnych plam przy praniu bielizny, ciemnienie niektórych wyrobów przemysłowych, jak np. skrobi. Poza tym inne rodzaje przemysłu (papierniczy, fotochemiczny, włókienniczy itp.) wymagają wody pozbawionej manganu lub z tolerancją do zawartości 0,1 mg/l Mn.

Cześć doświadczalna

Zawartość manganu w wodzie oznaczyć za pomocą gotowych testów **wg instrukcji dołączonej do opakowania** - przykładowa instrukcja gotowych testów poniżej::

1. Napełnić obie probówki (A i B) próbkami wody do górnej kreski.
2. Dodać 8 kropeł reagenta 1 do probówki A i wymieszać
3. Dodać 4 krople reagenta 2 do probówki A, wymieszać i pozostawić na 2 minuty.
4. Dodać 4 krople reagenta 3 do probówki A, wymieszać i pozostawić na 5 minut.
5. Sprawdzić kolor według skali kolorów dołączonej do kompletu testów w postaci tzw. komparatora. Dokładna instrukcja załączona jest do opakowania z testami.
6. Oszacować stężenie manganu w analizowanej próbce.

6. WYKORZYSTANIE INNYCH GOTOWYCH TESTÓW

W zależności od dostępności wykonać oznaczenia za pomocą innych gotowych testów, zgodnie z instrukcją dołączoną do nich.

7. ZMIĘKCZANIE WODY PRZY POMOCY JONITU

Zmiękczenie wody za pomocą jonitu oraz dodatkowe analizy można wykonać w celu porównania parametrów wody przed i po oczyszczaniu. O rodzaju i ilości wykonanych oznaczeń decyduje prowadzący.

Wykonanie zmiękczenia:

100 ml badanej wody przepuścić przez zregenerowany i przemyty kationit. Szybkość przepływu wody powinna wynosić 10 ml/min. Po przejściu próbki wody przez kolumnę z wymiennikiem jonowym należy oznaczyć twardość wody zmiękczonej metodą wersenianową opisaną powyżej.

W przypadku, gdy twardość wody po przejściu przez wymiennik jonowy nie zmieni się, kationit należy zregenerować w następujący sposób:

Do kolumny z kationitem wlać 10% r-r NaCl. R-r przepuszczać z szybkością 10 ml/min przez 10 min. Sprawdzić z wycieku czy jony Ca^{2+} są w nim jeszcze obecne (reakcja z wersenianem opisana przy oznaczeniu twardości). Jeśli byłyby jeszcze obecne wlać do kolumny następną porcję r-ru NaCl. Następnie przemyć kationit wodą destylowaną do zaniku stężenia jonu Cl^- w wycieku (reakcja z AgNO_3 opisana przy oznaczaniu zawartości chlorków).

Sprawozdanie powinno zawierać:

- Opis wykonania oznaczeń
- Reakcje zachodzące w trakcie oznaczeń
- Obliczenia i analizę wyników

Zagadnienia teoretyczne:

- Skład wody
- Parametry określające jakość wody
- Metody oznaczania jakości wody