

## Ćwiczenie 5 – Twardość wody, wymiennicze jonowe

**Zagadnienia:** twardość wody, sposoby wyrażania twardości wody, żywice jonowymienne, analiza miareczkowa, kompleksometria, EDTA, znaczenie jonów  $\text{Ca}^{2+}$  i  $\text{Mg}^{2+}$  dla zdrowia człowieka

### Wykonanie ćwiczenia

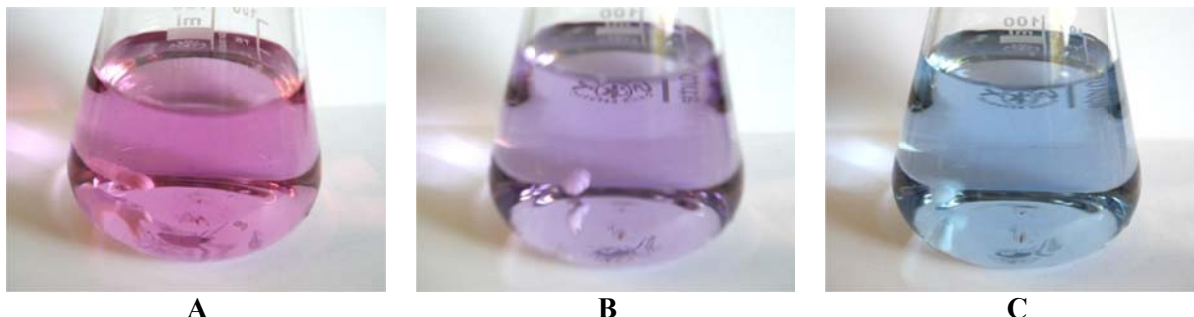
#### A. Przygotowanie titranta (0,02 M $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )

1. Na wadze technicznej umieść czyste i suche naczynko wagowe, a następnie wytaruj wagę;
2. Do naczynka wsyp około 3,7 g diwodnej soli disodowej kwasu wersenowego ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ );
3. Zamknięte naczynko z  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  umieść na szalce wytarowanej wagi analitycznej, zanotuj masę naczynka z substancją;
4. Zawartość naczynka przesyp (przy pomocy lejka) do czystej kolby miarowej o pojemności  $0,5 \text{ dm}^3$  (**UWAGA: nie wydrapuj ani nie splukuj resztek substancji, które przywarły do ścianek naczynka wagowego; uważaj, aby nie rozsypać substancji**);
5. Opróżnione, zamknięte naczynko wagowe zważ ponownie na wytarowanej wadze analitycznej (**UWAGA: ważenie pustego naczynka i naczynka z  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  wykonaj na tej samej wadze**); zanotuj masę pustego naczynka wagowego;
6. Splucz  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  z lejka do kolby miarowej przy pomocy wody destylowanej, napełnij kolbę wodą destylowaną do  $\frac{2}{3}$  objętości, zamknij kolbę i pozostaw na kilka dni w celu rozpuszczania  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  (**UWAGA: rozpuszczanie  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  można przyspieszyć przy pomocy ultradźwięków**); po rozpuszczeniu  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  uzupełnij zawartość kolby wodą destylowaną do kreski, zawartość kolby **BARDZO DOKŁADNIE** wymieszaj.

#### B. Oznaczanie twardości całkowitej wody wodociągowej (zawartości sumy $\text{Ca}^{2+}$ i $\text{Mg}^{2+}$ )

1. Biuretę umieść w statywie, przepłucz wodą destylowaną, a następnie niewielką ilością titranta (0,02 M  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ); napełnij biuretę roztworem  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ;
5. W dwóch czystych kolbach stożkowych o pojemności  $250\text{--}300 \text{ cm}^3$  umieść po  $50 \text{ cm}^3$  badanej wody, **do odmierzania roztworu użyj cylindra miarowego  $50 \text{ cm}^3$** ;
5. Do zawartości kolb dodaj po  $25 \text{ cm}^3$  buforu amonowego o pH 10 (do odmierzania buforu użyj cylindra miarowego);
6. Do kolb dodaj szczyptę stałego wskaźnika – mieszaniny czerni eriochromowej T z chlorkiem sodu (wskaźnik dostępny w laboratorium jest już gotową mieszaniną); po dodaniu wskaźnika zawartość kolb dokładnie wymieszaj (rozpuszczanie czerni eriochromowej T zachodzi powoli) – **barwa roztworu nie może być zbyt ciemna**;

7. Zawartość kolb miareczkuj **powoli** za pomocą titranta (0,02 M Na<sub>2</sub>EDTA) do zmiany barwy z winnoczerwonej na niebieską (barwa w punkcie końcowym powinna być czysto niebieska); miareczkowanie powtórz dwa razy, każdorazowo uzupełniając roztwór w biurecie.

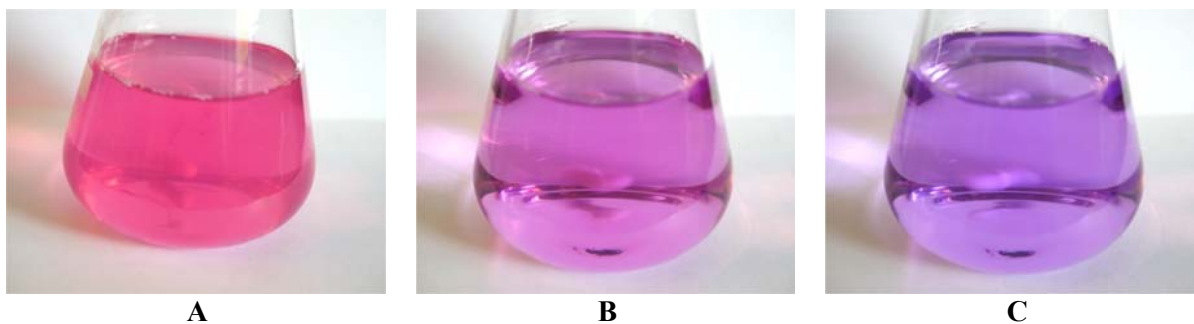


Rys. 1. Miareczkowanie wobec czerni eriochromowej T: początkowa barwa roztworu (A); roztwór tuż przed punktem końcowym miareczkowania (B); barwa roztworu w punkcie końcowym (C)

**Uwaga:** W celu łatwiejszego wychwycenia barwy punktu końcowego w kolbie stożkowej umieść ok. 50 cm<sup>3</sup> wody, 25 cm<sup>3</sup> buforu amonowego o pH 10 oraz szczyptę czerni eriochromowej T. Barwa tak uzyskanej mieszaniny odpowiada barwie punktu końcowego miareczkowania.

### C. Oznaczanie zawartości jonów wapnia i magnezu w wodzie mineralnej

1. Oznacz sumaryczną zawartość wapnia i magnezu w wodzie zgodnie z **opisem w punkcie B**.
2. W dwóch czystych kolbach stożkowych o pojemności 250–300 cm<sup>3</sup> umieść po 50 cm<sup>3</sup> badanej wody, **do odmierzenia roztworu użyj cylindra miarowego 50 cm<sup>3</sup>**;
2. Do zawartości kolb dodaj po 5 cm<sup>3</sup> roztworu NaOH (6 M) (do odmierzenia zasady użyj cylindra miarowego lub dozownika zamontowanego przy butelce z zasadą);
3. Do kolb dodaj szczyptę stałego wskaźnika – mieszaniny mureksydu z chlorkiem sodu (wskaźnik dostępny w laboratorium jest już gotową mieszaniną); po dodaniu wskaźnika zawartość kolb dokładnie wymieszaj (rozpuszczanie mureksydu zachodzi powoli) – **barwa roztworu nie może być zbyt ciemna (barwa powinna być podobna do miąższu arbuza)**;
4. Zawartość kolb miareczkuj **powoli** za pomocą titranta (0,02 M Na<sub>2</sub>EDTA) do zmiany barwy z czerwonej na fioletową (fiołkową); miareczkowanie powtórz dwa razy, każdorazowo uzupełniając roztwór w biurecie do poziomu „0”.



Rys. 2. Miareczkowanie wobec mureksydu: początkowa barwa roztworu (A); roztwór tuż przed punktem końcowym miareczkowania (B); barwa roztworu w punkcie końcowym (C)

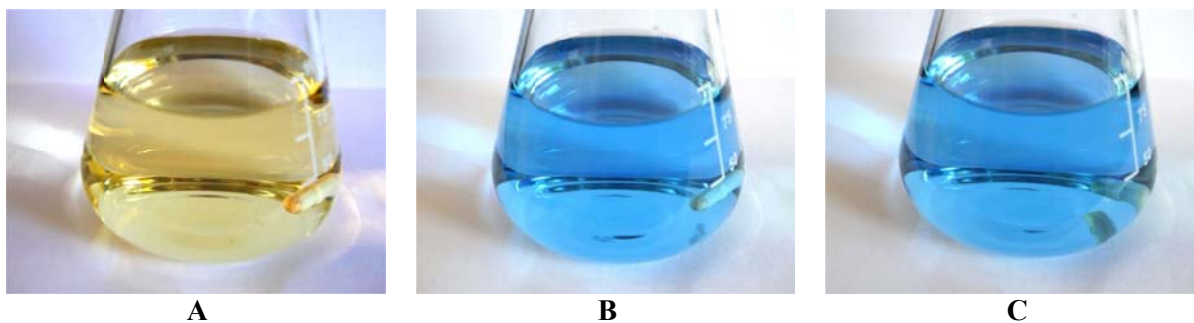
**Uwaga:** W celu łatwiejszego wychwycenia barwy punktu końcowego w kolbie stożkowej umieść ok.  $90 \text{ cm}^3$  wody,  $1 \text{ cm}^3$  roztworu chlorku magnezu ( $0,1 \text{ M}$ ),  $5 \text{ cm}^3$  roztworu NaOH ( $6 \text{ M}$ ) oraz szczyptę mureksydu. Barwa tak uzyskanej mieszaniny odpowiada barwie punktu końcowego miareczkowania.

#### D. Wyznaczanie pojemności jonowymiennej jonitu

1. W małej zlewce ( $100 \text{ cm}^3$ ) na wadze technicznej odważ  $5 \text{ g}$  kationowej żywicy jonowymiennej.
2. Plastikową końcówkę do pipety  $10 \text{ cm}^3$  (tzw. tips do pipety) umieść pionowo w statywie, umieść w jego zwężeniu mały zwitek waty. Pod tak zaimprovizowaną kolumną chromatograficzną umieść zlewkę.
3. Sporządź zawiesinę jonitu w małej ilości wody destylowanej i przelej ją do przygotowanej końcówki. Wypłucz i przenieś cały jonit ze zlewki do kolumny. Przepłucz złożę jonitu w kolumnie małą objętością (około  $10 \text{ cm}^3$ ) wody destylowanej.
4. Pod kolumnę podstaw **kolbę miarową**  $100 \text{ cm}^3$ .
5. W zlewce  $200 \text{ cm}^3$  na wadze technicznej odważ  $5 \text{ g}$  chlorku sodu. Do zlewki dodaj  $100 \text{ cm}^3$  wody destylowanej (objętość wody zmierz cylindrem miarowym). Zawartość zlewki zamieszaj do rozpuszczenia chlorku sodu.
6. Za pomocą cylindra miarowego na szczyt kolumny wlewaj powoli  $50 \text{ cm}^3$  roztworu chlorku sodu. Wyciek z kolumny (eluat) zbieraj w podstawionej kolbie miarowej. Po przepuszczeniu solanki przepłucz kolumnę  $10 \text{ cm}^3$  wody destylowanej (wyciek zbieraj do tej samej kolby).
7. Zawartość kolby miarowej uzupełnij „do kreski” wodą destylowaną (użyj tryskawki) i **bardzo dokładnie wymieszaj**.
8. Czystą pipetę jednomiarową o pojemności  $10 \text{ cm}^3$  przepłucz przygotowanym roztworem próbki;
4. W dwóch czystych kolbach stożkowych o pojemności  $250\text{--}300 \text{ cm}^3$  umieść po  $10 \text{ cm}^3$  badanego roztworu, **do odmierzenia kwasu użyj pipety jednomiarowej**;
5. Zawartość kolb rozcieńcz wodą (dodaj po około  $50 \text{ cm}^3$  wody destylowanej);
6. Do zawartości kolb dodaj po 3-4 krople roztworu błękitu bromotymolowego;

7. Biuretę umieść w statywie, przepłucz wodą destylowaną, a następnie niewielką ilością titranta (0,1 M NaOH); napełnij biuretę roztworem wodorotlenku sodu;

8. Zawartość kolb miareczkuj za pomocą titranta (0,1 M NaOH) do zmiany barwy z **żółtej na niebieską** (w okolicach punktu końcowego może pojawić się zielone zabarwienie roztworu, przechodzące w niebieskie po dodaniu kropli titranta); miareczkowanie powtórz dwa razy, każdorazowo uzupełniając roztwór w biurecie do poziomu „0”.



Rys. 2. Miareczkowanie z użyciem błękitu bromotymolowego: punkt końcowy – 5% (A); punkt końcowy (B); punkt końcowy + 5% (C)

**Jonit z kolumny wyrzuć do pojemnika na odpady chemiczne.**

**Wszystkie roztwory po wykonaniu ćwiczenia można wylać do zlewu**

## Opracowanie wyników

### **ad pkt. B**

1. Wykorzystując dokładną masę naważki Na<sub>2</sub>EDTA oblicz stężenie roztworu kompleksonu.
2. Wiedząc, że EDTA reaguje z jonami metali w stechiometrii 1:1 oblicz sumaryczną liczbę moli jonów Mg<sup>2+</sup> i Ca<sup>2+</sup> w 50 cm<sup>3</sup> wody. Przelicz wynik na objętość 1 dm<sup>3</sup> wody i wyraż go w [mmol/dm<sup>3</sup>].
3. Wyraż twardość wody w stopniach niemieckich [dH].
4. Porównaj uzyskaną wartość z twardością deklarowaną na stronie internetowej przez dostawcę wody wodociągowej w Poznaniu (Aqunet).

### **ad pkt. C**

1. Wykorzystując dokładną masę naważki Na<sub>2</sub>EDTA oblicz stężenie roztworu kompleksonu.
2. Wiedząc, że EDTA reaguje z jonami metali w stechiometrii 1:1 oblicz sumaryczną liczbę moli jonów Mg<sup>2+</sup> i Ca<sup>2+</sup> w 50 cm<sup>3</sup> wody wykorzystując wynik miareczkowania wobec czerni eriochromowej T. Przelicz wynik na objętość 1 dm<sup>3</sup> wody i wyraż go w [mmol/dm<sup>3</sup>].
3. Wiedząc, że w środowisku silnie zasadowym (próbka zalkalizowana NaOH) z roztworem EDTA reagują tylko jony Ca<sup>2+</sup> oblicz ich zawartość w 50 cm<sup>3</sup> wody wykorzystując wynik miareczkowania wobec mureksydu. Przelicz wynik na objętość 1 dm<sup>3</sup> wody i wyraż go w [mmol/dm<sup>3</sup>] oraz w [mg/dm<sup>3</sup>].
4. Oblicz zawartość jonów Mg<sup>2+</sup> z różnicy zawartości sumy jonów Mg<sup>2+</sup> i Ca<sup>2+</sup> i zawartości jonów Ca<sup>2+</sup>. Wynik wyraż w [mmol/dm<sup>3</sup>] oraz w [mg/dm<sup>3</sup>].
5. Porównaj uzyskane wyniki z wartościami deklarowanymi przez producenta.

### **ad pkt. D**

**Badany jonit występuje w formie wodorowej (centra jonowymiennie związane są z jonem H<sup>+</sup>). Przepuszczenie przez jonit roztworu NaCl powoduje wymianę jonów H<sup>+</sup> kationitu na jony Na<sup>+</sup>. Jony H<sup>+</sup> przechodzą do roztworu, w konsekwencji w eluacie znajduje się kwas solny. Liczba moli kwasu solnego powstałego po wymianie jonowej jest równa liczbie moli jonów H<sup>+</sup> pierwotnie związanych z jonitem.**

1. Na podstawie wartości stężenia NaOH oraz zużytej objętości titranta oblicz ilość moli HCl obecnych w 10 cm<sup>3</sup> próbki (objętość użyta do miareczkowania).
2. Oblicz, ile moli HCl znajduje się w 100 cm<sup>3</sup> roztworu (cała objętość eluatu zebrana w kolbie miarowej).
3. Oblicz, ile moli jonów H<sup>+</sup> związanych jest z 1 kg jonitu. Jest to tzw. pojemność jonowymienna (sorpcyjna) kationitu.
4. Oblicz, ile litrów wody wodociągowej o twardości wyznaczonej w punkcie B można pozbawić jonów Ca<sup>2+</sup> i Mg<sup>2+</sup> za pomocą 1 kg badanego jonitu (zwróć uwagę, że jony wapnia i magnezu są dwudodatnie).