

1. VAJA: IDENTIFIKACIJA JEDKIH SNOVI IN VREDNOTENJE KVALITETE VODE

1. NALOGA

1.1. Neznane vzorcu je s pomočjo dokaznih reakcij potrebno določiti komponente, ki vzorec sestavljajo.

Kationi: Natrij in kalij se določa s plamensko reakcijo. Natrij gori z rumenim plamenom, kalij pa vijoličnim, ki ga vidimo skozi kobaltovo steklo, ki absorbira rumeno natrijevo svetlobo, če je prisoten. Amonijeve ione se določa na dva načina. Prvi je, da raztopini dodajamo presežek NaOH ali KOH ter segrevamo, iz raztopine pri tem pa izhaja amonijak. Pri drugem uporabimo Nesslerjev reagent, ki je občutljiv na amonijak, ta pa povzroči nastanek rdeče-rjave oborine.

Anioni: Nitrat v vzorcu se določa tako, da raztopini nitrata dodamo kristal železovega (II) sulfata ter dodamo H_2SO_4 , ne da bi se raztopini premešali. Na njunem stiku nastane rjav obroč. Določa se tudi s pomočjo defilamina, ki raztopino obarva modro. Sulfatne ione dokažemo z dodatkom $BaCl_2$, nastane bela oborina. Kloridne ione v snovi določamo z dodajanjem $AgNO_3$, ki prav tako tvori belo oborino.

1.2. Vzorcju vode je potrebno izmeriti pH ter električno prevodnost, nato pa s titracijami in dobljenimi rezultati izračunati karbonatno, totalno in kalcijevo trdoto.

Trdoto vode podajamo v nemških trdotnih stopinjah, kar pomeni, da je za 1^od v 1l vode 10 mg CaO. Pri vodi lahko določamo 5 glavnih trdot: totalna, kalcijeva, magnezijeva, karbonatna in nekarbonatna trdota. Karbonatno trdoto določamo s titracijo vzorca s HCl ob prisotnosti indikatorja metil-oranž. Totalno trdoto določamo s titracijo vzorca (s toliko dodanim HCl, kot ga je potrebnega za določevanje karbonatne trdote) z EDTA, ki ima točno določeno koncentracijo (0,0178M) in ob prisotnosti indikatorja eriochrom-črno T. Pri določanju kalcijeve trdote pa prav tako uporabljamo enako pripravljeno raztopino (vzorcju dodamo HCl) ter titriramo z EDTA ob prisotnosti indikatorja mureksid.

2. OPIS VZORCA

2.1. Vzorec je brez barve, prozoren ter brez vonja.

2.2. Vzorec je brez barve, prozoren ter brez vonja.

3. OPIS DELA

3.1. Pri prvem delu naloge smo spoznali in izvedli dokazne reakcije za posamezne, najosnovnejše elemente, ki jih najdemo v neznanem vzorcju. Reakcije smo najprej izvedli z znanimi reagenti brez vzorca, da smo videli, do kakšnih sprememb v raztopini pride (oborina, rjav obroč, obarvanje raztopine,...), nato pa z istimi reakcijami določevali neznani komponenti v vzorcju (kation in anion). Za vzorec je bilo najprej potrebno določiti ali je baza ali kislina z Lakmusovim papirjem, po določitvi pa smo z dodajanjem reagentov vzorcju ugotavljali za katero snov gre. (postopki in reakcije v poglavjih 1 in 4).

3.2. V drugem delu naloge smo dobili vzorec, ki smo ga z destilirano vodo razredčili do 250ml. Nato smo vzorec prelili v manjšo posodico in s pH metrom izmerili pH vzorca, potem pa smo mu izmerili še električno prevodnost s konduktometrom. Umerili smo ga s standardno raztopino HCl, ki ima pri 25°C prevodnost 12,88 mS/cm. Nato je bilo vzorec potrebno trikrat titirati in z dobljenimi rezultati izračunati karbonatno, totalno in kalcijevo trdoto. (postopki in reakcije v poglavjih 1 in 4).

4. MERITVE (REAKCIJE)

4.1.

Dokazne reakcije: $\text{HCl} + \text{AgNO}_3 \rightarrow$ bela oborina AgCl
 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{BaCl}_2 \rightarrow$ bela oborina BaSO_4
 $\text{HNO}_3 +$ difenilamin \rightarrow modra oborina
 $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 +$ kristali $\text{FeSO}_4 \rightarrow$ rjav obroč ob stiku H_2SO_4 in raztopino v epruveti
 $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NaOH} \rightarrow \text{NH}_3$

Določitev pH vzorca: Lakmusov papir se je obarval modro \rightarrow bazična raztopina

Določevanje anionov: $\text{HCl} + \text{AgNO}_3 \rightarrow$ ni oborine
 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{BaCl}_2 \rightarrow$ ni oborine
 $\text{HNO}_3 +$ difenilamin \rightarrow ni obarvanja

Določevanje kationov: plamenska reakcija \rightarrow plamen se je obarval vijolično \rightarrow kalij
 $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NaOH} \rightarrow$ ni obarvanja ob dodatku Nesslerjevega reagenta

4.2.

Izmerjen pH = 7,40

Električna prevodnost: 372,4 $\mu\text{S}/\text{cm}$

Karbonatna trdota: dodatek 0,0975M HCl in indikatorja metiloranž v vzorec:

1. meritev: $V(\text{HCl}) = 1,65 \text{ mL}$
2. meritev: $V(\text{HCl}) = 1,70 \text{ mL}$

Totalna trdota: titiranje z EDTA (0,0178M) in predhodnim dodatkom HCl (enaka poraba kot pri določitvi karbonatne trdote), 2ml pufra ter indikatorja eriokrom-črno T:

1. Meritev: $V(\text{EDTA}) = 5,8 \text{ mL}$
2. Meritev: $V(\text{EDTA}) = 5,4 \text{ mL}$

Kalcijeva trdota: titiranje z EDTA (0,0178M) in predhodnim dodatkom HCl (enaka poraba kot pri določitvi karbonatne trdote), 5ml 2M NaOH, ter indikatorja mureksid:

1. meritev: $V(\text{EDTA}) = 4,3 \text{ mL}$
2. meritev: $V(\text{EDTA}) = 3,8 \text{ mL}$
3. meritev: $V(\text{EDTA}) = 3,7 \text{ mL}$

5. RAČUN, REZULTAT

5.1.

Lakmusov papir se je obarval modro \rightarrow baza
Plamenska reakcija \rightarrow plamen se je obarval vijolično \rightarrow kalij
Vzorec št. 3 je vseboval raztopino KOH.

5.2.

Karbonatna trdota: $V(\text{HCl}) = 1,675 \text{ mL}$

$$n(\text{HCO}_3) = n(\text{HCl}) = c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) = 0,0975 \text{ M} \cdot 1,675 \text{ mL} = 1,633 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$n(\text{CaO}) = \frac{1}{2} n(\text{HCl}) = \frac{1}{2} n(\text{HCO}_3)$$
$$n(\text{CaO}) = \frac{1}{2} \cdot 1,633 \cdot 10^{-4} \text{ mol} = 8,165 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$$

$$m(\text{CaO}) = n(\text{CaO}) \cdot M(\text{CaO}) = 8,165 \cdot 10^{-5} \cdot 56,1 \text{ g/mol} = 4,58 \text{ mg}$$
$$m(\text{CaO}) = 4,58 \text{ mg/100 mL H}_2\text{O} \rightarrow \mathbf{4,58 \text{ }^\circ\text{d}}$$

Totalna trdota: $V(\text{EDTA}) = 5,6 \text{ mL}$

$$V(\text{EDTA}) \cdot 2 = 5,6 \text{ mL} \cdot 2 = \mathbf{11,2 \text{ }^\circ\text{d}}$$

Kalcijeva trdota: $V(\text{EDTA}) = 3,75 \text{ mL}$

$$V(\text{EDTA}) \cdot 2 = 3,75 \text{ mL} \cdot 2 = \mathbf{7,5 \text{ }^\circ\text{d}}$$

Nekarbonatna trdota: $^\circ\text{d}_{\text{nekarbonatna}} = ^\circ\text{d}_{\text{totalna}} - ^\circ\text{d}_{\text{karbonatna}}$

$$^\circ\text{d}_{\text{nekarbonatna}} = 11,2 \text{ }^\circ\text{d} - 4,58 \text{ }^\circ\text{d} = \mathbf{6,62 \text{ }^\circ\text{d}}$$

Magnezijeva trdota: $^\circ\text{d}_{\text{magnezijeva}} = ^\circ\text{d}_{\text{totalna}} - ^\circ\text{d}_{\text{kalcijeva}}$

$$^\circ\text{d}_{\text{magnezijeva}} = 11,2 \text{ }^\circ\text{d} - 7,5 \text{ }^\circ\text{d} = \mathbf{3,7 \text{ }^\circ\text{d}}$$

6. KOMENTAR

6.1. Pri prvem delu vaje smo želeli pokazati, kako lahko neznanemu vzorcu (raztopini) določimo komponente, ki ga sestavljajo. Preproste dokazne reakcije začnemo izvajati, ko že enkrat izmerimo pH, saj nam ta bistveno olajša določevanje komponent. Tudi v našem primeru, ko smo kot vzorce določevali kisline in baze.

6.2. Pri drugem delu vaje smo določali trdoto vode, cilj te vaje pa je bil iz volumna titrirane snovi (EDTA, HCl) izračunati in določiti trdoto naše vode iz vzorca. Pri določanju kalcijeve trdote sem zaradi neujemajočih rezultatov pri titriranju postopek izvedla trikrat, kot meritev pa sem pri nadaljnjem računanju upoštevala samo drugi dve titraciji. Pri izstopajoči prvi titraciji ($V=4,3\text{ml}$) je očitno prišlo do napake (titrirala sem preko ekvivalentne točke), zato sem jo izločila.

Namen vaje je bil spoznati postopke, s katerimi analiziramo vodo ter ugotavljamo njeno trdoto, predvsem pa prisotnost CaO, MgO in karbonata. Te primesi povzročajo večjo obrabo cevi ter ovirajo pretok vode, zato je njihova analiza pomembna, da preprečimo neželene pojave, ki jih lahko povzročijo.