

Barbara WITKOWSKA

Instytut Chemii Nieorganicznej

Andrzej BĄKOWSKI

Centralny Ośrodek Techniki Medycznej

Oddział w Gliwioach

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI WOLNEGO CHLORU W WODZIE UZDATNIONEJ ZA POMOCĄ ELEKTROD JONOSELEKTYWNYCH Z WYKORZYSTANIEM STAŁEGO ODCZYNNIKA JODKOWEGO

Streszczenie. W artykule omówiono budowę elektrody platynowo-jodkowej wyprodukowanej w UMCS w Lublinie. Przedstawiono badania dotyczące opracowania składu odczynnika stałego umożliwiającego zastąpienie dozowania roztworu jodków do wody podczas oznaczania stężenia wolnego chloru. Omówiono również działanie elektrody platynowo-jodkowej we współpracy z odczynnikiem stałym.

1. WSTĘP

Oznaczanie zawartości wolnego chloru w wodzie uzdatnionej może być przeprowadzone za pomocą selektywnej elektrody jodkowej wobec elektrody odniesienia np: chlorosrebrowej lub można do tego celu zastosować tzw. elektrodę platynowo-jodkową. Pomiaru wykonywane z wykorzystaniem selektywnej elektrody jodkowej wymagają precyzyjnego utrzymywania stałego początkowego stężenia jonów jodkowych w badanej wodzie. Stanowi to poważny mankament tej metody, zwłaszcza w warunkach przemysłowych. Drugi sposób wykonywania pomiarów stężenia wolnego chloru w wodzie przy użyciu elektrody platynowo-jodkowej jest w pewnym zakresie stężeń niezależny od zmian ilości jodków w przepływającej wodzie. Stwarza to możliwość dozowania roztworu jodków do wody nawet przy użyciu niezbyt precyzyjnej pompy.

Firmy zachodnie wykorzystujące pomiar przy użyciu elektrody platynowo-jodkowej eliminują w zupełności dozowanie roztworu jodków do badanej wody, wprowadzając je przez zastosowanie tzw. odczynnika stałego [1].

W pracy niniejszej podjęto próbę opracowania składu odczynnika stałego i zastosowania go w układzie pomiarowym z elektrodą platynowo-jodkową skonstruowaną specjalnie w tym celu.

2. BUDOWA ELEKTRODY PLATYNOWO-JODKOWEJ

W oparciu o badania przedstawione w pracy [2] wyprodukowano w UMCS w Lublinie elektrody platynowo-jodkowe o budowie przedstawionej na rys.1.



Rys.1. Budowa elektrody platynowo-jodkowej.

Przedstawiona na rys.1. elektroda różni się nieznacznie od wersji próbnej przebadanej w pracy [2]. Ze względu na przewidywane trudności technologiczne w produkcji, polegające na uszczelnieniu proponowanej płytki platynowej w korpusie elektrody, element platynowy zamontowano w postaci drutu okalającego elektrodę.

3. BADANIA NAD OPRACOWANIEM ODCZYNNIKA STAŁEGO

Odczynnik stały powinien być substancją chemiczną, której powolne rozpuszczanie w badanej wodzie ma dostarczać w sposób ciągły określoną ilość jonów jodkowych.

Przy oznaczaniu wolnego chloru występującego w wodzie uzdatnionej, stężenie jonów jodkowych powinno wynosić około 100 ppb.

Wstępne rozeznanie pozwoliło na sformułowanie tezy, że reagentem stałym może być:

- związek nieorganiczny /jodek/ o dobrej rozpuszczalności osadzony na inertnym nośniku o własnościach pozwalających na regulację rozpuszczalności układu;
- związek organiczny /jodek/ o małej rozpuszczalności;
- czysty związek nieorganiczny /jodek/ o małej rozpuszczalności.

Spśród przedstawionych powyżej trzech możliwości, najkorzystniejszą okazało się zastosowanie czystego związku nieorganicznego. Po próbnym badaniach stwierdzono, że założone własności wykazuje jodek ołowiany PbJ_2 , którego rozpuszczalność w wodzie wynosi $0,44 \text{ g/dm}^3$ w 0°C . Jego zaletą ponadto jest dość niska temperatura topnienia $/402^\circ\text{C}/$, która pozwala na formowanie granulek dowolnego kształtu i wielkości [3].

Badania w warunkach stacjonarnych wykazały, że PbJ_2 nie oddziałuje ujemnie na prąd elektrody platynowo-jodkowej i tym samym kwalifikuje się do dalszych badań.

4. OKREŚLENIE OPTIMALNYCH PARAMETRÓW DZIAŁANIA ODCZYNNIKA STAŁEGO

Ponieważ układ pomiarowy z odczynnikiem stałym do oznaczania wolnego chloru przewidziany jest do stosowania przy oznaczaniu wolnego chloru w wodzie uzdatnionej, jego prawidłowe działanie powinno być zapewnione dla stężeń chloru w wodzie w zakresie od 0,1 do 1,0 ppm [4].

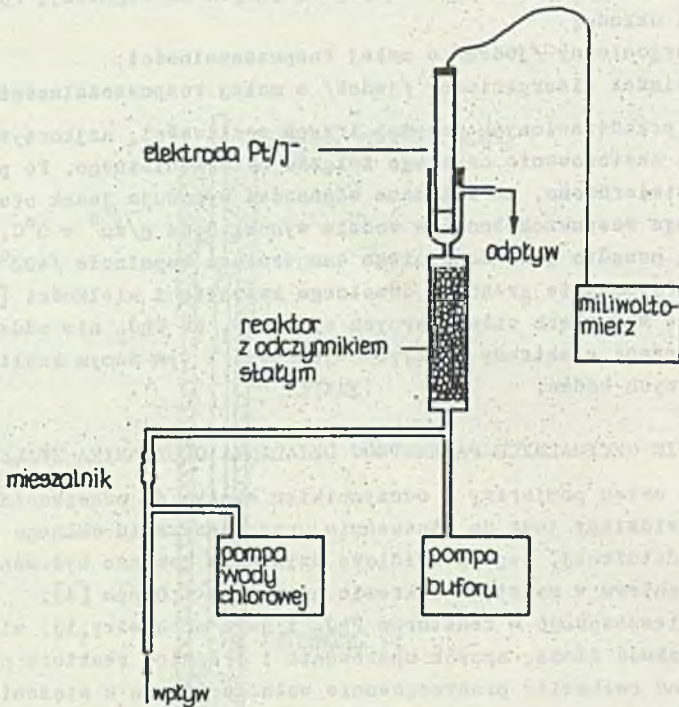
Ilość umieszczzonego w reaktorze PbJ_2 i jego parametry, tj. wielkość ziarna, wysokość złoża, sposób upakowania i średnica reaktora powinny zagwarantować całkowite przereagowanie wolnego chloru o stężeniu co najmniej 1 ppm.

Natężenie przepływu badanej wody podyktowane parametrami działania współpracujących elementów układu pomiarowego, wynosiło $1 \text{ dm}^3/\text{min}$. Wartość pH przepływającej wody utrzymywano w granicach 4,5, co stwarza odpowiednie warunki do zajścia reakcji pomiędzy chlorem a jodkami, zabezpieczając równocześnie odczynnik stały przed hydrolizą.

Do badań zastosowano układ pomiarowy przedstawiony na rys. 2. Układ pomiarowy pozwalał na określenie potencjału wskazywanego przez elektrodę platynowo-jodkową w zależności od wysokości i rodzaju złoża PbJ_2 , średnicy reaktora i stężenia wolnego chloru w badanej wodzie.

Wyznaczono zależność potencjału od stężenia wolnego chloru w wodzie o wysokości złoża PbJ_2 od 1 do 20 cm, w reaktorach o średnicy 13 i 18 mm. Jako wypełnienie stosowano jodek ołowiany w postaci ziaren o średnicy 3 mm lub monolitycznych pastylek dostosowanych wielkością do średnicy reaktora.

Dla reaktora o średnicy 13 mm prawidłowe charakterystyki wskazań elektrody uzyskuje się w przedziale od 2 do 20 cm wysokości złoża PbJ_2 w formie ziarnistej, natomiast reaktor o średnicy 18 mm zapewnia popraw-



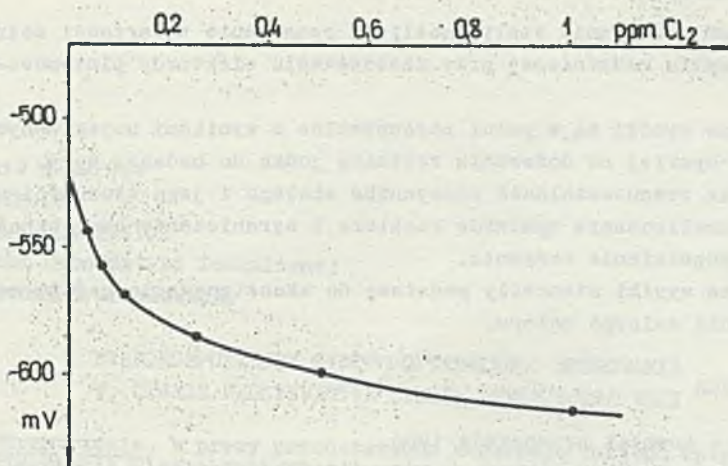
Rys.2. Układ pomiarowy do oznaczania wolnego chloru w wodzie.

ne wyniki dla wysokości złoza od 1 do 10 cm. Mniej korzystne wyniki otrzymano dla złoza w formie monolitycznych pastylek. Reaktor o średnicy 18 mm zawierający pastylkę PbJ_2 pozwala na uzyskanie zadowalających wyników dopiero przy wysokości złoza równej 6 cm.

Przykładową charakterystykę wskazań elektrody dla reaktora o średnicy 18 mm przy złożu ziarnistym o wysokości równej 4 cm przedstawia rys.3.

Uzyskane charakterystyki wskazań elektrody upoważniają do stwierdzenia, że zastosowany odczynnik stały spełnia warunki konieczne dla prawidłowego funkcjonowania całego układu pomiarowego.

Prawidłowość wniosków dotyczących działania reaktora z odczynnikami stałymi potwierdzono dodatkowo przez oznaczanie zawartości jonów jodkowych w wodzie opuszczającej układ pomiarowy. Oznaczenie to wykonano metodą potencjometryczną przy użyciu elektrody jodkowej wobec elektrody chlorosrebrnej.]



Rys.3. Charakterystyka elektrody rtęciowo-jodkowej.

Występujące zmiany potencjału elektrody jodkowej w zależności od stężenia wolnego chloru w przepływającej wodzie dla różnych wysokości złoża PbJ_2 przedstawiono w tabelicy 1.

Tabelica 1

| Lp. | Stężenie Cl_2 ppm | Potencjał elektrody J^- wobec ci. kalomelowej [mV] | | | | | |
|-----|---------------------|--|--------|--------|--------|--------|---------|
| | | h=1 cm | h=2 cm | h=3 cm | h=4 cm | h=5 cm | h=10 cm |
| 1. | 0,00 | -57,5 | -65,5 | -70 | -79 | -85,5 | -107 |
| 2. | 0,03 | -53,5 | -63,5 | -74,5 | -77 | -84 | -106,5 |
| 3. | 0,06 | -57,5 | -64,5 | -72,5 | -75,5 | -83,5 | -104 |
| 4. | 0,125 | -48 | -63 | -73 | -75 | -82,5 | -104,5 |
| 5. | 0,25 | -46 | -62,5 | -72 | -74 | -84,5 | -104,5 |
| 6. | 0,50 | -40 | -59 | -70 | -72 | -82 | -103 |
| 7. | 1,0 | -18,5 | -50,5 | -65 | -69 | -78 | -102,5 |

Z przedstawionych w tabelicy 1 wyników można wyciągnąć wniosek, że dla wysokości złoża równej 1 cm następuje duża zmiana potencjału /około 40 mV/ przy wzroście stężenia wolnego chloru w zakresie od 0 do 1 ppm. Natomiast dla złoża o wysokości 2 cm i powyżej zmiana potencjału jest dużo mniejsza i stabilizuje się na poziomie kilkunastu miliwoltów, Świadczy to o tym, że dla wysokości złoża równej lub większej od 2 cm zapewnione jest występowanie koniecznego nadmiaru jonów jodkowych w roztworze.

5. PODSUMOWANIE

Opracowany odczynnik stały umożliwił oznaczanie zawartości wolnego chloru w wodzie uzdatnionej przy zastosowaniu elektrody platynowo-jodkowej.

Otrzymane wyniki są w pełni porównywalne z wynikami uzyskiwanymi w metodzie opartej na dozowaniu roztworu jodku do badanej wody.

Niewielka rozpuszczalność odczynnika stałego i jego własności umożliwiają zminimalizowanie wymiarów reaktora i ograniczenie konieczności częstego uzupełnienia reagenta.

Otrzymane wyniki stanowiły podstawę do skonstruowania modelu monitora do oznaczania wolnego chloru.

LITERATURA

- [1] Orion - komplet prospektów 1980.
- [2] Witkowska B., Bąkowski A. - Badania modelu elektrody platynowo - jodkowej przeznaczonej do wykorzystania w monitorze wolnego chloru. Zesz. Nauk. Pol. Śl., Automatyka, z. 69, 1983.
- [3] Supniewski J. - Preparatyka nieorganiczna, PWN, W-wa 1958.
- [4] Kowal A.L. - Technologia wody, Arkady, W-wa 1977.

AN ASSIGNMENT OF FREE CHLORINE CONCENTRATION IN THE TREATED

WATER USING IONSELECTIVE ELECTRODE WITH SOLID IODIDE REAGENT

S u m m a r y

The construction of the platinum-iodide electrode has been described in the paper. Investigations of the composition of the solid reagent which permits to eliminate the dosage iodide solution during determination of free chlorine concentration in the water has been presented. The mechanism of the cooperation of the platinum-iodide electrode with chosen solid reagent has been discussed as well.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЛИЧИНЫ СВОБОДНОГО ХЛОРА В УТИЛИЗОВАННОЙ ВОДЕ ПРИ ПОМОЩИ ИОНОСЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СЛАБОГО ИОДИДОВОГО РЕАГЕНТА

Р е з ю м е

В статье представлена конструкция платино-йодидового электрода. Приведены исследования по разработке состава постоянного реагента, позволяющего на исключение дозировки раствора йодидов в воде в время определения концентрации свободного хлора. Оговорено также действие платино-йодидового электрода в содействии с постоянным реагентом.