

# Chelatometrische Bestimmung von Calcium, Magnesium und Gesamthärte des Wassers

## Prinzip:

Chelometrie ist eine komplexometrische Methode, die auf der Komplexierungsreaktion zwischen dem Analyten (bestimmendem und dem volumetrischen Reagens (Maßreagenz) dem Messmittel gegründet ist. Bei dieser Art von Reaktion werden komplexe Verbindungen gebildet, die löslich, aber schlecht dissoziiert sind. Ihre Zusammensetzung ist genau definiert und sie wird in komplexen Formeln ausgedrückt.

Maßlösungen in der Chelometrie sind Chelatlösungen. Die am häufigsten verwendete Lösung ist Chelat III (Dihydrat-Dinatriumsalz von Ethylendiamintetraessigsäure). Für die Reverse- und Verdrängungstitrationsen wird bei der Chelatbildung häufig eine Maßlösung von Zinksulfat oder Magnesium verwendet und oft werden auch Quecksilber- Zink- oder Magnesiumsulfat-Lösung verwendet.

Der Äquivalenzpunkt stellt das theoretische Ende der Titration dar, wenn der gesamte Substanzgehalt des Analyten gerade mit der entsprechenden Masse der Maßlösung reagiert hat. Der Äquivalenzpunkt wird subjektiv anhand von Indikatoren oder objektiv mittels Geräte bestimmt. Bei der Bestimmung des Äquivalenzpunktes werden sogenannte metallochrome Indikatoren verwendet. Am häufigsten Murexid, Xylenol Orange, Eriochromschwarz T.

Die Grundsubstanzen beim Chelatisieren sind Bleinitrat, Calciumcarbonat, sowie reine Metalle. Sie dienen zu der Bestimmung der genauen Konzentration von Chelaton-Maßlösungen.

## **Aufgabe 1: Standardisierung von Chelat III**

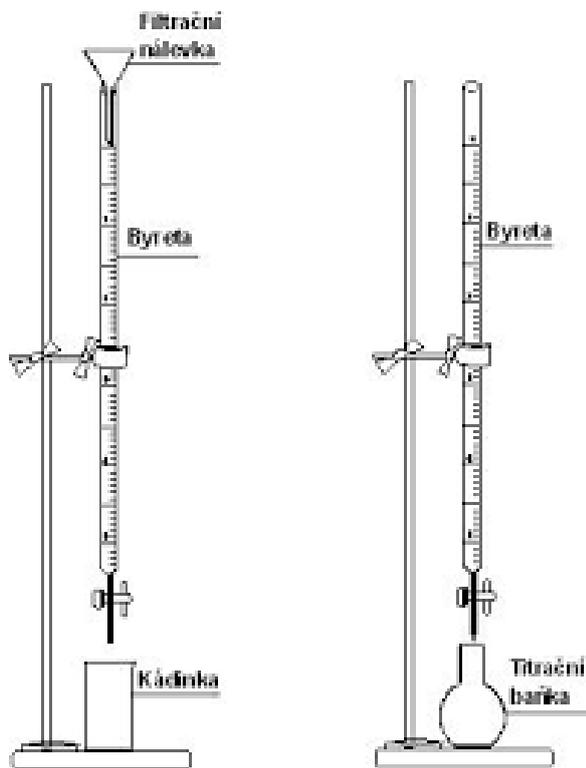
### Hilfsmittel/ Laborgeräte:

Titration Kolben, Messkolben (100, 500 ml) Messzylinder (50 ml), Laborspachtel, Wägeschiffchen, eine Pipette (10 ml), Becher, Bürette, analytisch Waagen, Laborwagen, Trichter, Spritzflasche

### Chemikalien:

Chelaton III, Bleinitrat, Xylenolorange, Urotropin

### Zeichnung der Apparatur:



### **Arbeitsverfahren:**

- a) *Herstellung von 0,1 l einer 0,05 M Lösung von Bleinitrat*
- Wiegen Sie auf der Analysenwaage im Voraus berechnete Menge an Bleinitrat
  - Die abgewogene Menge wird quantitativ in einen 100-ml-Messkolben überführt und mit DEMI Wasser bis zur Marke aufgefüllt.
  - Der Inhalt des Kolbens wird gründlich gemischt, damit man ein vollständiges Auflösen erreicht.

### Berechnung der Blei-Nitrat-Einwaage:

### Berechnung der genauen Konzentration der Oxalsäure von genauer Einwaage

b) *Vorbereitung von 0,5 l einer 0,05 M Lösung von Chelat III*

- Vorberechnete Menge an Chelanton III wird auf der Laborwaage abgewogen
- Die abgewogene Menge wird in DEMI Wasser auflöst und dann vorsichtig in einen 500-ml-Messkolben überführt. Der Messkolben wird mit DEMI Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

Berechnung der Einwaage von Chelaton III:

*c) Standardisierung der Bleimaßlösung von Chelat III zu Bleinitrat*

Bleinitrat reagiert mit Chelat III gemäß der Reaktion:



- Pipettieren Sie 10 ml Standard-Bleinitrat-Lösung in den Titrierkolben
- Diese Lösung wird mit ca. 30 ml DEMI Wasser verdünnt und es werden Xylenolorang-Indikator und der Urotropin-Puffer zugegeben
- Titrieren Sie insgesamt dreimal, immer bis Zitronengelb

Verbrauch an Chelat III in ml:

Berechnung der genauen Konzentration von Chelat III:

## Aufgabe 2: Bestimmung der Gesamthärte des Wassers

### Prinzip:

Die Gesamthärte des Wassers wird durch die im Wasser enthaltenen Calcium- und Magnesiumsalze sowie die Strontium- und Bariumsalze verursacht. Man bestimmt sie durch eine direkte Titration mit einer Maßlösung von Chelaton 3 in der ammoniakalischen Pufferlösung zum Eriochromschwarz T als Indikator.

Bestimmungsgleichung:



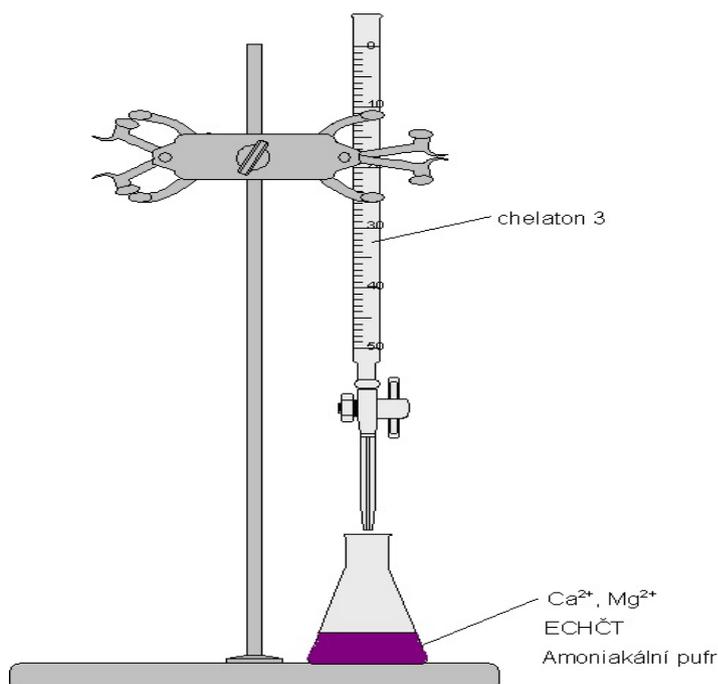
### Hilfsmittel/ Laborgeräte:

Titrierkolben, Bürette, Pipette (10, 100 ml), Messzylinder (5 ml)

### Chemikalien:

Chelaton 3, Eriochromschwarz T, ammoniakalischer Puffer, Trinkwasser, Mineralwasser, unbekannte Probe

### Zeichnung der Apparatur:



### Arbeitsverfahren:

- In den Titrierkolben pipettieren Sie eine 100-ml-Probe Trinkwasser (20 ml Mineralwasser oder unbekannte Probe) und mit einen kleinen Messzylinder fügen Sie 5 ml Ammoniaklösung dazu.
- Fügen Sie eine kleine Menge an Eriochromschwarz T hinzu und titrieren Sie mit einer Chelat 3-Maßlösung bis zum Farbumschlag vom Weinrot zu blauer Färbung, die ca. 1 Minute hält.
- Die Titration folgt mindestens dreimal. Aus den Ergebnissen berechnen wir dann den durchschnittlichen Verbrauch an Chelat III und bestimmen die Härte des untersuchten Wassers in  $\text{mmol.l}^{-1}$

**Tab. 1: Tabelle der Wasserhärte**

verbale Benennung	WASSERHÄRTE IN $\text{MMOL.L}^{-1}$	WASSERHÄRTE IN $^{\circ}\text{N}$
sehr weiches Wasser	0 – 0,7	0 - 4
weiches Wasser	0,7 – 1,4	4 – 8
mittelweiches Wasser	1,4 - 2,1	8 - 12
ziemlich hartes Wasser	2,1 – 3,2	12 – 18
hartes Wasser	3,2 – 5,4	18 – 30
sehr hartes Wasser	> 5,4	> 30

Verordnung des Gesundheitsministeriums 252/2004 Coll. empfiehlt die Wasserhärte für Trinkzwecke 2-3,5  $\text{mmol.l}^{-1}$

Verbrauch an Chelat III in ml:

- a) bei Trinkwasser
- b) bei Mineralwasser
- c) bei der unbekannten Probe

Wasserhärte-Berechnungen:

- a) für Trinkwasser

b) für Mineralwasser

c) für die unbekannte Probe

### **Aufgabe 3: Bestimmung von Calcium und Magnesium in Trinkwasser, Mineralwasser und in der unbekannt Probe**

#### **Prinzip**

Wenn Sie  $\text{Ca}^{2+}$  alleine bestimmen wollen, titrieren Sie es an den Murexid- oder Fluorexon-Indikator bei pH 12 bis 13.

Bei diesem pH-Wert werden die vorliegenden  $\text{Mg}^{2+}$ -Ionen als  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  ( $\downarrow$  weiß) ausgefällt, so dass nur  $\text{Ca}^{2+}$  titriert wird. Aus den Unterschieden beim Verbrauch von Eriochromschwarz T und Murexid wird in der Probe die Menge an  $\text{Mg}^{2+}$  berechnet.

### **Hilfsmittel/ Laborgeräte:**

Titrierkolben, Bürette, Pipette (10, 100 ml), Messzylinder (5 ml)

### **Chemikalien:**

Chelaton 3, 2 M NaOH, Murexid, Trinkwasser, Mineralwasser, unbekannte Probe

### **Arbeitsverfahren:**

- Pipettieren Sie eine 100 ml Probe an Trinkwasser (10 ml Mineralwasser oder eine unbekannte Probe + 30 ml DEMI Wasser) in den Titrierkolben, geben Sie mit einem kleinen Messkolben 5 ml 2M NaOH hinzu.
- Dann geben Sie eine kleine Menge an Murexid dazu und titrieren Sie mit einer Chelat-3-Maßlösung von roter bis blauvioletter Farbe.
- Die Titration wird mindestens dreimal durchgeführt, dann berechnen Sie den durchschnittlichen Verbrauch, die Konzentration und bestimmen Sie das Gewicht (die Masse) der Calcium- und Magnesiumionen in den Proben.

### **Verbrauch an Chelat III in ml:**

- a) bei Trinkwasser
- b) bei Mineralwasser
- c) bei unbekannter Probe

### **Calcium und Magnesium Berechnungen**

- a) für Trinkwasser

- b) für Mineralwasser

c) für unbekannte Probe