

## Vízkeménység. Kalcium- és magnéziumionok meghatározása

**A GYAKORLAT CÉLJA:** Az ivóvíz vizsgálatok során alkalmazott kalcium- és magnéziumion meghatározásra vonatkozó vizsgálat megismerése.

### A MÓDSZER ELVE

#### Fogalmak

A természetes vizek keménységét a vízben oldott sók mennyisége határozza meg. Megállapodás szerint a vízben oldott kalcium- és magnéziumsók adják a vizek összes keménységét (ebben az alkálifémsók nem szerepelnek), a hidrogén-karbonátok pedig a változó vagy karbonátkeménységet. (Az alkáliföldfém-hidrogén-karbonátokat forralva kiválnak a vízben rosszul oldódó karbonátok, innen a keménység elnevezés.) Az összes és változó keménység különbsége az állandó keménység, mely a kalcium- és magnézium-kloridoktól, szulfátoktól ered.

A keménységet úgynevezett keménységi fokkal jellemezzük:

- német keménységi fok: 1000 cm<sup>3</sup> vízben oldott 10 mg kalcium-oxiddal,
- francia keménységi fok: 1000 cm<sup>3</sup> vízben oldott 10 mg kalcium-karbonáttal, ekvivalens mennyiségű kalcium- és magnéziumsók.

#### Módszerek

A vizek összes keménységét a kalcium- és magnéziumtartalom komplexometriás mérésével határozzuk meg. Komplexometriás titrálás során a fémionok mennyiségének meghatározására olyan többfunkciós ligandumokat (ún. keltáképző anyagokat) használunk, amelyek egy molekulája a fémion összes koordinációs helyének betöltésére elegendő számú és alkalmas donor atomot tartalmaz. E ligandumok nagy stabilitású és sztöchiometrikus összetételű fémkomplexei egy lépésben is nagy sebességgel alakulnak ki. Mérőoldatként amino-polikarbonsavakat, leggyakrabban etilén-diamin-tetraecetsavat (EDTA) használnak. A meghatározások pontossága és szelektivitása az oldatok pH-jának beállításával és segédkompleképzők adagolásával növelhető. A titrálások végpontjelzésére leggyakrabban színes komplexeket adó ún. fémindikátorok használatosak. A fémindikátor egy olyan ligandum, mely a meghatározandó fémionnal eltérő színű komplexet képez, mint a szabad indikator színe. A titrálás végpontjában a mérőoldat az összes fémiont kiszorítja a fémion indikatorral képzett komplexéből, így a szabad indikator színe válik láthatóvá. Komplexometriás titrálások során a végpont közelében már lassan adagoljuk a mérőoldatot, és mindig színállandóságig titrálunk.

## SZÜKSÉGES ANYAGOK, ESZKÖZÖK

0,02 M EDTA mérőoldat

(7,5 g EDTA-t (dinátrium-etilén-tetraacetát, Komlexon (III), Selecton B<sub>2</sub>) táramérlegesen lemérünk és feloldás után 1 dm<sup>3</sup> mérőlombikba visszük és jelre töltjük. (A só oldódását NaOH-dal segíthetjük elő.) - A gyakorlat során készen kapják)

analitikai tisztaságú Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (M<sub>r</sub>=331,20)

100 g/dm<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub> oldat

hexametilén-tetramin oldat

1 mol/dm<sup>3</sup> NaOH oldat

ammóniás puffer

(50 g NH<sub>4</sub>Cl 1 dm<sup>3</sup> 100 g/dm<sup>3</sup> NH<sub>4</sub>OH-ban oldva – gyakorlaton készen kapják)

metil-timolkék indikátor

murexid indikátor

(0,2 g murexid indikátort 100 g nátrium-kloriddal alaposan eldörzsölünk – gyakorlaton készen kapják)

eriokrómfekete T indikátor

desztillált víz

1 db 50 cm<sup>3</sup>-es főzőpohár (ólom-nitrát segédmérőoldat készítéséhez)

1 db 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombik (ólom-nitrát segédmérőoldat készítéséhez)

1 db 10 cm<sup>3</sup>-es pipetta

3 db 100 cm<sup>3</sup>-es titrálólombik

1 db széles szájú hulladéktároló üvegedény

## ELVÉGZENDŐ FELADATOK LEÍRÁSA

**EDTA mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása.** Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> segédmérőoldat. 0,6624 g ± 10% ólom(II)-nitrátot analitikai mérleggel visszáméréssel kis főzőpohárba mérünk. Kevés desztillált vízben oldjuk, hozzáadunk 3 cm<sup>3</sup> 100 g/dm<sup>3</sup> tömegkoncentrációjú salétromsavat. A pohár tartalmát 100,00 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba kvantitatíven átmoszuk és jelre töltjük. (Az ólom-nitrát oldat pontos koncentrációja a bemérés alapján kiszámítható.) Az oldatból 10,00 cm<sup>3</sup>-t titrálólombikba pipettázunk, hozzáadunk 2 cm<sup>3</sup> hexametilén-tetramin oldatot és 0,1 g metil-timolkék indikátor jelenlétében a mintát 0,02 M EDTA mérőoldattal addig titráljuk, míg a kék színű oldat színe állandó sárga nem lesz. A titrálást háromszor megismételjük, és a fogyások átlagából kiszámítjuk az EDTA pontos koncentrációját.

**A kalciumion meghatározása.** A vízmintát a kapott, ismeretlen összetételű ampullából készítjük. Az ampulla tartalmát 100,00 cm<sup>3</sup>-es lombikba kvantitatíven átmoszuk, majd jelre töltjük. Az elkészített törzsoldat 10,00 cm<sup>3</sup> részletéhez 20 cm<sup>3</sup> vizet és 3 cm<sup>3</sup> 1 mol/dm<sup>3</sup> nátrium-hidroxid oldatot adunk. A csapadékos oldathoz 0,1 g szilárd murexid indikátort teszünk és 0,02 M EDTA mérőoldattal addig titráljuk, amíg az oldat színe vörösből

lilába nem vált. A meghatározás pontosságát növeljük, ha a következő párhuzamos titrálásoknál az első, ún. tájékoztató mérésnél fogyott mérőoldat mintegy 95%-ának hozzáadása után lúgosítjuk az oldatot. (A leváló magnézium-hidroxid csapadék felületén így kevesebb kalciumion ragad meg.) A titrálásokra kapott fogyások átlagából a kalciumtartalom közvetlenül számítható.

**A magnéziumionok meghatározása.** A törzsoldat újabb  $10,00 \text{ cm}^3$  részletéhez  $20 \text{ cm}^3$  vizet,  $5 \text{ cm}^3$  ammóniás puffert és  $0,05 \text{ g}$  eriokrómfekete T indikátort adunk, és EDTA mérőoldattal állandó kék színre titráljuk. Az itt kapott mérőoldat fogyások és az előbbi ( $\text{Ca}^{2+}$  ion meghatározásnál kapott) fogyások átlagának különbségéből a magnéziumtartalom kiszámítható.

Megjegyzések: A végpont közelében a mérőoldatot lassan, cseppenként adagoljuk, mert az indikátor fémkomplexének elbomlása nem pillanatszerű, így a minta könnyen túltitrálható. Komplexometriás titrálások során mindig állandó színig titrálunk(, így a túltitrálás mértékét nem lehet megállapítani). Vegyük figyelembe, hogy a pipetta kiöblítésére használt törzsoldat térfogatától függően összesen 8-9 titrálást tudunk elvégezni!

**Az eredmény kiszámítása.** A kalcium és magnéziumtartalom kiszámításakor vegyük figyelembe, hogy az EDTA, mivel többfogú ligandum, 1:1 arányban reagál a fémionokkal. A kalciumtartalom az első titrálásból közvetlenül, a magnéziumtartalom a második és első titrálás során tapasztalt fogyások átlagának különbségéből számítható.

$$A_r(\text{Ca}) = 40,08$$

$$A_r(\text{Mg}) = 24,31$$

#### **BENYÚJTANDÓ EREDMÉNYEK**

- a törzsoldat kalcium- és magnéziumtartalma mg-ban
- a  $100,00 \text{ cm}^3$  oldat keménysége német keménységi fokban

#### **KÉRDÉSEK ÖNÁLLÓ FELKÉSZÜLÉSHEZ**

- Mi a vízkeménység definíciója? Milyen vízkeménység skálákat ismer?
- Ismertesse a  $\text{Ca}^{2+}$  ionok meghatározásának lényegét! (nem konkrét recept!)
- Ismertesse a  $\text{Mg}^{2+}$  ionok meghatározásának lényegét! (nem konkrét recept!)
- Mi a fémindikátorok működésének alapja?
- Ismertesse az EDTA mérőoldat faktorozásának módját! (nem konkrét recept!)