

Photometrische Bestimmung der Gesamt-, Calcium- und Magnesiumhärte von Leitungswasser

Beschreibung

Die photometrische Bestimmung der Gesamthärte in Wasser erfolgt durch Titration mit $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ unter Verwendung des photometrischen Sensors OptiLine 6. Zur Indikation der Gesamthärte Titration wird Eriochromschwarz T verwendet, zur Bestimmung der Calciumhärte verwendet man den Indikator Calconcarbonsäure. Die Magnesiumhärte ergibt sich als Differenz aus Gesamthärte und Calciumhärte.

Geräte

Titратор	TL 7000 oder höher
Wechselaufsatz	WA 10
Elektrode	OptiLine 6
Wellenlänge	625 nm

Reagenzien

1	Na_2EDTA 0.1 mol/l
2	Ammoniakwasser 25%
3	Ammoniumchlorid
4	Eriochromschwarz T Indikator
5	Calconcarbonsäure
6	Destilliertes Wasser
7	$\text{Na}_2\text{MgEDTA} \cdot \text{H}_2\text{O}$ (optional)
8	Natronlauge
9	Natriumchlorid
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Pufferlösung pH 10

54,0 g Ammoniumchlorid werden in etwas Wasser gelöst, 350 ml Ammoniaklösung 25% zugegeben und mit Wasser auf 1,0 L aufgefüllt.

Eriochromschwarz T Indikator

Zur Indikation der Gesamthärtetitrations wird eine Eriochromschwarz T/NaCl Verreibung verwendet (1:100). Alternativ können auch 50 bis 500 mg Eriochromschwarz T in 100 ml Ethanol gelöst werden (nicht stabil).

Calconcarbonsäure Indikator

Zur Indikation der Calciumhärtetitrations wird eine Calconcarbonsäure/NaCl Verreibung verwendet (1:100). Alternativ können auch 0,4 g Calconcarbonsäure in 100 ml Ethanol gelöst werden (nicht stabil).

Durchführung Gesamthärtebestimmung

100 ml der Probe werden in ein 150 ml Becherglas gegeben. Anschließend werden 10 ml der Pufferlösung pH 10 und eine Spatelspitze Eriochromschwarz T Verreibung zugesetzt (alternativ: einige Tropfen der Indikatorlösung) und mit Na₂-EDTA 0,1 mol/l titriert. Bei sehr harten Wasserproben kann die Probenmenge ggf. reduziert werden, bei sehr weichen Wasserproben kann auch eine EDTA-Lösung geringerer Konzentration verwendet werden.

Durchführung Calciumhärtebestimmung

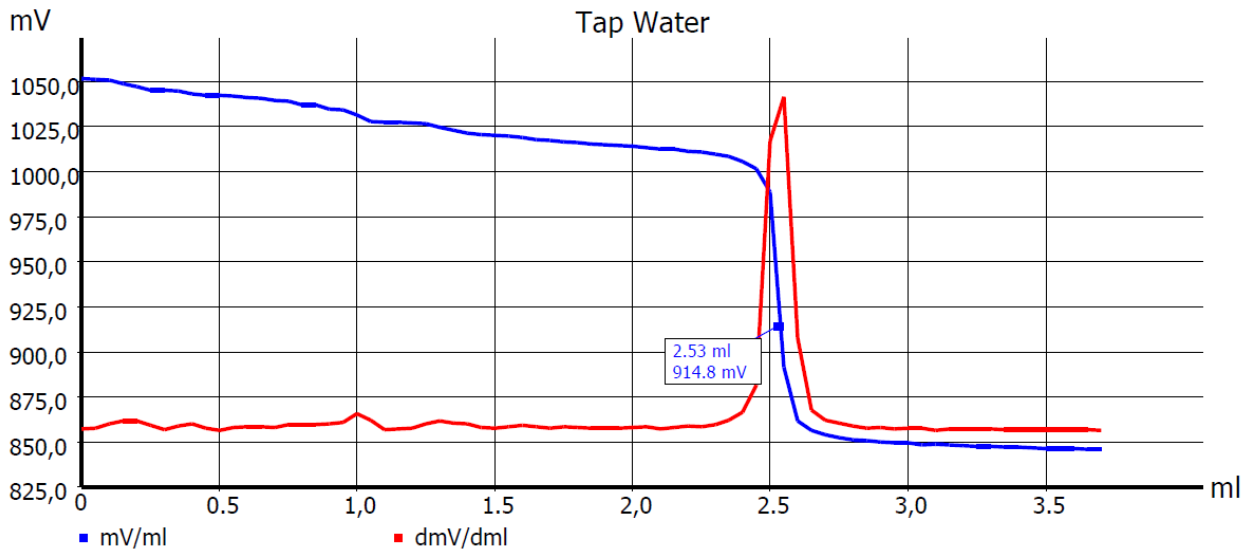
100 ml Probe werden in ein 150 ml Becherglas gegeben. Die Probe wird mit NaOH auf einen pH Wert > 12,5 angehoben, mit einer Spatelspitze der Calconcarbonsäure-Verreibung versetzt (alternativ: einige Tropfen der Indikatorlösung). Die Lösung wird direkt titriert.

Durchführung Magnesiumhärtebestimmung

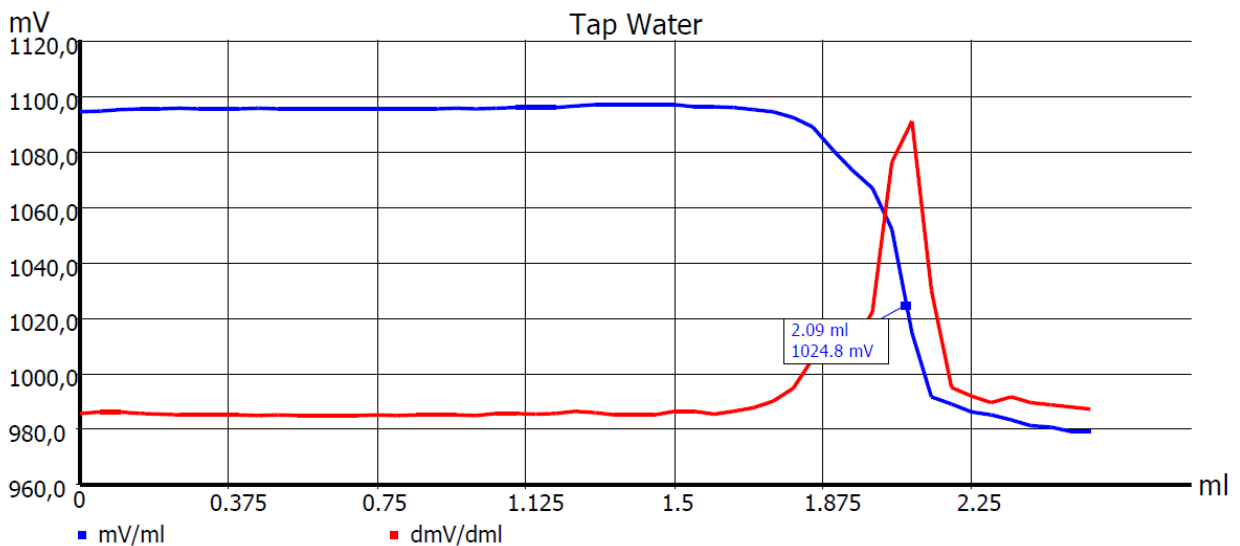
Die Magnesiumhärte ergibt sich aus der Differenz der Gesamthärte- zur Calciumhärtebestimmung

Titrationparameter

Probentitration Gesamthärte



Probentitration Calciumhärte



Standardmethode	-		
Methodentyp	Automatic Titration		
Modus	Linear		
Messwert	mV (E)		
Messgeschwindigkeit	Benutzerdefiniert	Minimale Wartezeit	05 s
		Maximale Wartezeit	15 s
		Messzeit	4 s
		Drift	5 mV/min
Startwartezeit	0 s	Wellenlänge	625 nm
Lineare Schrittweite	0.05 ml	Intensität	Mittel (ca. 1000 mV Startintensität)
		Dämpfung	Stark
Vortitration	Aus	Titrationrichtung	Fallend
Endwert	Aus	Wartezeit Vortitration	0 s
EQ	An (1EQ)	Steigungswert	120
Max. titration volume	20 ml		
Dosing speed	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$\text{Result [mmol/l]} = \frac{EQ1 * T * F1}{W * F2}$$

EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
V	man	Probenvolumen [ml]
F1	1000	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Soll das Ergebnis nicht in mmol/l, sondern in anderen Einheiten angegeben werden, so kann man dies mit den folgenden Faktoren F2 berechnen:

Einheit		F2
mmol/l	mmol/l	1
deutsche Härte	°dH	0,1783
französische Härte	°fH	0,1
ppm CaCO ₃	ppm	0,01

Bemerkungen

- Der Sprung der Gesamthärtetitation kann durch die Zugabe von ca. 0,1 g Mg-EDTA verschärft werden.
- Da Luftblasen bei der Titration mit einem optischem Sensor stören, empfiehlt es sich, die Proben vor der Titration zu entgasen. Hierzu bietet sich beispielsweise eine Vakuum- oder Wasserstrahlpumpe an.
- Die Maskierung des Magnesiums bei der Titration der Calciumhärte beruht auf der Ausfällung des Magnesiums als Magnesiumhydroxid. Große Mengen an Magnesium können sich störend auf die optische Indikation auswirken.