

Chemie Praktikum Protokoll

Seminartag 4

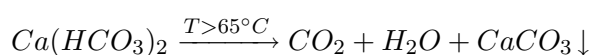
Komplexometrische Bestimmung der Wasserhärte

Michael Schlagmüller

11. Januar 2006

1 Grundlagen des Versuchs

In Leitungswasser sind Magnesium- und Calciumsalze vorhanden, die sich problematisch beim Waschen von Textilien zeigen, da sie unlösliche Kalkseifen bilden. Weiterhin bilden sie Kesselstein, was zu Schäden an Wasserrohren und auch Waschmaschinen führt. Um die Wasserqualität zu beurteilen, spielt die Wasserhärte eine große Rolle. Hierbei wird die Gesamtmenge der gelösten Magnesium- und Calciumionen gemessen und als Gesamthärte bezeichnet. Man unterscheidet permanente und temporäre Härte. Letztere fällt beim Erhitzen des Wassers aus als schwerlösliche Carbonate aus:



Die Sulfate und Chloride des Calciums und des Magnesiums bleiben jedoch in Lösung. Diese stellen die permanente Härte dar. Sie lässt sich nur über Ionenaustausch entfernen und bewirkt auch das Ausfallen von Kalkseifen. Die Gesamthärte lässt sich komplexometrisch mit *EDTA* (Ethyldiaminintetraessigsäure) feststellen. Man rechnet den Gehalt um auf einen *CaO*-Gehalt um, wobei 10mg *CaO* pro Liter einem Grad deutscher Härte (1°dH) entspricht. Die Skala reicht von 0-4°dH (sehr weiches Wasser) bis über 30°dH (sehr hart).

Bei der Komplextitration handelt es sich um ein maßanalytisches Verfahren, dass darauf beruht, dass wasserlösliche und beständige Komplexe von Metallkationen mit geeigneten Liganden, z.B. negativ geladene Ionen oder auch Dipolmolekülen, gebildet werden. Chelatkomplexe stellen sich als besonders geeignet heraus, da diese einen stabilen Komplex

bilden, so dass die Konzentration an freien Metallkationen am Äquivalenzpunkt sehr klein ist. Bei unserem Versuch verwenden wir *EDTA* zur Titration, da es sich hier um einen sechszähligen Liganden handelt (Calcium hat die Koordinationszahl 6) und somit ein Verhältnis von 1:1 erhält.

Den Äquivalenzpunkt erhält man über einen metallspezifischen Indikator, der diesen farblich sichtbar macht. Hierbei handelt es sich wiederum um einen Komplexbildner, der mit den Calcium-Ionen einen Komplex bildet, der jedoch unbeständiger als der Komplex mit *EDTA* ist. Der Farbumschlag beruht also auf einem Ligandenaustausch. Die Titration verlangt jedoch einen konstanten pH-Wert, da sonst der *EDTA*-Metall-Komplex nicht stabil ist. Deswegen gibt man einen Puffer hinzu. Man kann den Verbrauch der Titrationslösung einfach umrechnen:

1ml 0,01M *EDTA*-Lösung entspricht 0,4008mg *Ca* bzw. 0,5608mg *CaO*

2 Versuchsdurchführung

Bestimmung des Gesamthärtegrades durch komplexometrische Titration

Die ausgegebene Wasserprobe mit bis 100ml mit demin. Wasser aufgefüllt. 25ml davon werden in einen Erlenmeyerkolben gegeben und wiederum bis 100ml aufgefüllt. Hierzu wird eine Indikatorpuffertablette gegeben. Nach dessen Auflösung werden 2ml konz. Ammoniaklösung zugegeben, worauf sich die Probelösung rot verfärbt. Nun titriert man mit einer 0,01M *EDTA*-Lösung, bis ein scharfer Umschlag von rot nach grün erfolgt. Es gilt: 1ml 0,01M *EDTA* entspricht 0,4008mg *Ca*, was wiederum 0,5608mg *CaO* entspricht.

$$m_{CaO-25ml} = V_{EDTA} \cdot 0,5608 \frac{mg}{ml} = 9,1ml \cdot 0,5608 \frac{mg}{ml} = 5,1mg$$

$$m_{CaO-100ml} = 4 \cdot 5,1mg = 20,4mg \quad (\text{Sollwert : } 20,5mg)$$

Die 20,5mg *CaO* entsprechen 20,5°dH. Über die Molare Masse von *CaO* (56g/Mol) kann die Stoffmenge von 3,64mMol *CaO* berechnet werden.

Bestimmung des Calcium- und des Magnesiumgehaltes

25ml der Probelösung werden in einem Erlenmeyerkolben bis 100ml mit demin. Wasser aufgefüllt. Dies wird mit einer Lösung aus 2,5g Kaliumhydroxid und 10ml versetzt, worauf Magnesium ausfällt und ein pH von 12 entsteht. Wenn der pH höher wäre, würde auch Calciumhydroxid ausfallen. Man gibt nun den Calcium-Ionen selektiven Indikator Calcon

hinzu, welches die Lösung nach Umschütteln weinrot färbt. Nun titriert man wiederum mit einer 0,01M *EDTA*-Lösung, bis ein Farbumschlag nach Reinblau sichtbar wird.

Der erhaltene Verbrauch bezieht sich nun nur auf den Calciumgehalt: 1ml 0,01M *EDTA* entspricht 0,4008mg Ca^{2+} , sowie 0,2431mg Mg^{2+} . Der Menge der Magnesiumionen ergibt sich aus der Differenz aus dem ersten Versuch, da dort die Gesamtmenge aus Magnesium und Calcium-Ionen bestimmt wurde. Die diesem Versuch erhielt ich einen Verbrauch von 4,1ml. Daraus lässt sich folgendes berechnen:

$$m_{25ml} = 4,7ml \cdot 0,4008 \frac{mg}{ml} = 1,89mg$$

$$m_{100ml} = 4 \cdot 1,89mg = 7,56mg \quad (\text{Sollwert} : 7,6mg)$$

Berechnung des Magnesium-Ionen-Gehaltes

$$V_{Mg} = 9,1ml - 4,7ml = 4,4ml$$

$$m_{25ml} = 4,4ml \cdot 0,2431 \frac{mg}{ml} = 1,07mg$$

$$m_{100ml} = 1,07mg \cdot 4 = 4,27mg \quad (\text{Sollwert} : 4,3mg)$$