

Celková tvrdost

Podstata stanovení: Podstatou stanovení celkové tvrdosti je reakce mezi chelatonem 3 (sodná sůl kyseliny ethyléndiaminotetraoctové) a dvojmocnými kationty Ca^{2+} a Mg^{2+} v silně alkalickém prostředí (amoniakální tlumivý roztok o pH 10). Při stanovení se titruje odměrným roztokem chelatonu 3 současně vápník i hořčík. Konec titrace (dosažení ekvivalentního bodu) indikuje přidavek eriochromové černi T, která tvoří s hořčíkem vínově červenou sloučeninu. Kdyby vzorek obsahoval jen malá množství hořčíku, zbarvení by nebylo dosti intenzivní a přechod indikátoru by nebyl zřetelný. Proto se přidává do tlumivého roztoku trochu hořečnaté soli, kompenzované přídatkem ekvivalentního množství chelatonu. Vápník ve vzorku vytěsni z Mg-komplexonátu ekvivalentní množství Mg a barevný přechod je pak ostřejší.

Činidla:

- (1) **Roztok chelatonu 3:** (0,05 M) 18,578 g sodné soli kyseliny ethyléndiaminotetraoctové se rozpustí v destilované vodě a doplní do 1.000 ml.
- (2) **Indikátorová směs:** 1 g eriochromové černi T se rozetře ve třecí misce se 100 g NaCl na jemný prášek. V této úpravě je barvivo asi měsíc stálé.
- (3) **Tlumivý roztok pH 10:** 8,92 (26,8) g chloridu amonného NH_4Cl se rozpustí v litrové odměrné baňce v 100 ml destilované vody, přidá 62 (300) ml 25 % hydroxidu amonného NH_4OH , 56 ml odměrného roztoku chelatonu a 20 ml roztoku chloridu hořečnatého (20,3 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ se rozpustí a doplní do 1.000 ml). Po smíchání a rozpuštění všech těchto složek se doplní na 1.000 ml destilovanou vodou. Pak se zkontroluje pH, které má být 10,0, případně se upraví.

Kontrola: Ke 100 ml dest. vody se odpipetuje přesně 10 ml tlumivého roztoku a přidá se eriochromová čern T. Má vzniknout špinavě modrofialově zbarvený roztok, který se musí jednou, nejvýše dvěma kapkami odměrného roztoku chelatonu 3 zbarvit čistě modře. Zbarví-li se čistě fialově, je třeba přidat k tlumivému roztoku další chelaton, až roztok splní výše uvedenou podmínku. Byl-li roztok po přidání tlumivého roztoku a eriochromové černi T čistě modrý, svědčí to o nedostatku hořčíku a je třeba přidávat roztok chloridu hořečnatého. Tuto zkoušku nutno provádět tak dlouho, až tlumivý roztok vyhoví daným podmínkám.

Postup stanovení:

K 100 ml vzorku se po odstranění celkové alkality ekvivalentním množstvím HCl (nejlépe použit vzorek po stanovení alkality) přidá 10 ml tlumivého roztoku a tolik indikátorové směsi, aby byl roztok zřetelně vínově červeně zbarven. Důkladně se zamíchá a titruje za stálého míchání tak dlouho, až vínově červené zbarvení přejde přes fialové do čistě modrého.

Výpočet:

$$\text{celková tvrdost vody (mmol.l}^{-1}\text{)} = \frac{a \cdot f \cdot 50}{V}$$

a - spotřeba odměrného roztoku chelatonu 3 (ml)

V - objem vzorku vzatého do práce (ml)

f - faktor odměrného roztoku chelatonu 3

Poznámky:

- a) Titrace se musí provádět ihned po přidání činidel a musí být skončena do 5 minut. Nelze připravit k titraci více vzorků najednou!!!
- b) Pro přesná stanovení je třeba kontrolovat faktor odměrného roztoku chelatonu 3, většinou pomocí odměrného roztoku uhličitanu vápenatého. Pro uvedený roztok chelatonu se navažuje 1,7841 g CaCO_3 , vysušeného při 105 °C. Rozpustí se v mírném nadbytku HCl (1+10), přidá se asi 200 ml destilované vody a mírně povaří. Po vychlazení a přidání několika kapek methylčerveni se roztok upraví na barevný přechod indikátoru 3 M roztokem hydroxidu amonného. Pak se odměrná baňka doplní destilovanou vodou do 1000 ml. 20 ml tohoto roztoku, jenž má poloviční molaritu vzhledem k roztoku chelatonu, se v titrační baňce zředí na 100 ml destilovanou vodou a ztitruje odměrným roztokem chelatonu podle uvedeného postupu.

Přepočet: $1 \text{ mmol.l}^{-1} = 5,6 \text{ }^\circ\text{N}$ (německý stupeň tvrdosti)

Tvrdost uhličitánová (přechodná)

tvrdost uhličitánová (mmol.l^{-1}) = celková alkalita (mmol.l^{-1})

Tvrdost neuhličitánová (trvalá)

tvrdost neuhličitánová v $\text{mmol.l}^{-1} = T_c - T_p$

T_c - tvrdost celková (mmol.l^{-1})

T_p - tvrdost uhličitánová (mmol.l^{-1})