

Kationen (Gruppe E)Teil 3: Bestimmung von Calcium und Magnesium,
komplexometrisches Verfahren (E 3)**DIN****38406-3**

ICS 13.060.50

Mit
DIN EN ISO 7980:2000-07
Ersatz für die 2000-07
zurückgezogene Norm
DIN 38406-3:1982-09

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge —
Cations (group E) — Part 3: Determination of calcium and magnesium, comple-
xometric method (E 3)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux rési-
duaires et des boues — Cations (groupe E) — Partie 3: Dosage de calcium et
magnésium, méthode complexométrique (E 3)

Inhalt

	Seite
Vorwort	1
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Bestimmung von Calcium durch komplexometrische Titration	3
4 Bestimmung der Summe von Calcium und Magnesium durch komplexometrische Titration	7
5 Berechnung des Magnesiumgehalts	11
6 Verfahrenskenndaten	11
Anhang A (informativ) Erläuterungen	12

Vorwort

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Wasserchemischen Gesellschaft — eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker — aufgestellt (siehe Anhang A).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erforderlich ist.

Zu DIN 38406 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Kationen (Gruppe E)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang A.

Anhang A ist informativ.

Fortsetzung Seite 2 bis 13

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Änderungen

Gegenüber DIN 38406-3:1982-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Inhalt von DIN 38406 — E 3-1 wurde sinngemäß in die Europäische Norm DIN EN ISO 7980 eingearbeitet;
- b) das in der Europäischen Norm DIN EN ISO 7980 nicht enthaltene komplexometrische Verfahren DIN 38406 — E 3-2 und DIN 38406 — E 3-3 wurde redaktionell bearbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 38406-3:1982-09

WARNUNG — Anwender dieser Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt zwei Verfahren zur Bestimmung von Calcium und Magnesium fest. Das Verfahren nach Abschnitt 3 gilt für die Bestimmung von Calcium in Grund-, Oberflächen- und Trinkwasser mit Calcium-Massenkonzentrationen von 2 mg/l bis 100 mg/l (entsprechend 0,05 mmol/l bis 2,5 mmol/l). Bei höheren Calcium-Gehalten muss die Probe vor der Analyse entsprechend verdünnt werden. Das Verfahren kann auch auf Abwässer angewendet werden, vorausgesetzt, dass sie keine störenden Konzentrationen an Schwermetallen enthalten.

Das Verfahren nach Abschnitt 4 gilt für die Bestimmung der Summe an Calcium und Magnesium in Grund-, Oberflächen- und Trinkwasser, wenn die Summe der Calcium- und Magnesium-Stoffmengenkonzentrationen über 0,05 mmol/l beträgt. Meerwasser und Wässer mit einem vergleichbar hohen Salzgehalt sowie Abwässer dürfen nach diesem Verfahren nicht untersucht werden. Hierfür ist beispielsweise die DIN EN ISO 7980 (atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren) geeignet.

Für eine getrennte Konzentrationsangabe des Calciums und Magnesiums muss zunächst der Calcium-Gehalt nach DIN 38406 — E 3-2 bestimmt werden. Der Magnesium-Gehalt wird dann aus der Differenz der Stoffmengenkonzentrationen $c(\text{Ca} + \text{Mg})$ und $c(\text{Ca})$ (siehe Abschnitt 5) errechnet.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung einge-

arbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 12691, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS.*

DIN 12695, *Laborgeräte aus Glas — Messpipetten für teilweisen Ablauf, Klasse A und Klasse B.*

DIN 12700-3, *Laborgeräte aus Glas — Büretten, Büretten mit seitlichem Hahn.*

DIN EN 25667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahmeprogrammen (ISO 5667-1:1980); Deutsche Fassung EN 25667-1:1993.*

DIN EN 25667-2, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung zur Probenahmetechnik (ISO 5667-2:1991); Deutsche Fassung EN 25667-2:1993.*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben (ISO 1042:1998); Deutsche Fassung EN ISO 1042:1999.*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3:1994); Deutsche Fassung EN ISO 5667-3:1995.*

DIN EN ISO 7980, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Calcium und Magnesium — Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 7980:1986); Deutsche Fassung EN ISO 7980:2000.*

E DIN EN ISO 8655-4, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 4: Dilutoren (ISO/DIS 8655-4:2000); Deutsche Fassung prEN ISO 8655-4:2000.*

DIN ISO 1773, *Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyer-, Rund- und Stehkolben, enghalsig (ISO 1773:1997).*

3 Bestimmung von Calcium durch komplexometrische Titration

3.1 Grundlage des Verfahrens

Die Calcium-Ionen werden mit einer wässrigen Lösung des Dinatriumsalzes der Ethylendinitrilotetraessigsäure (EDTA) als Titrationsmittel und Calconcarbonsäure als Indikator bei einem pH-Wert zwischen 12 und 13 titriert. Hierbei wird mit den Calcium-Ionen ein roter Komplex gebildet. Magnesium-Ionen werden als Hydroxid gefällt und stören die Bestimmung nicht.

Während der Titration reagieren zunächst die freien Calcium-Ionen mit EDTA, anschließend die an den Indikator gebundenen; dieser schlägt dabei von Rot nach Blau um.

3.2 Störungen

Die Ionen von Aluminium, Barium, Blei, Eisen, Kupfer, Mangan, Strontium, Zink und Zinn können die Bestimmung stören, indem sie bei der Titration mit erfasst werden, oder dadurch, dass der Farbumschlag des Indikators unscharf wird. Bei dem hohen pH-Wert der Titration verursachen Orthophosphat-Ionen in Konzentrationen über 1 mg/l eine Ausfällung des Calciums. Dies führt zu Minderbefunden.

Die Störung durch Carbonat-Ionen wird beseitigt, indem die Probe aufgekocht und dann auf etwa 50 °C abgekühlt wird.

Eine Beeinflussung durch Eisen in Konzentrationen ≥ 10 mg/l kann durch Zugabe von 250 mg Natriumcyanid (Vorsicht, starkes Gift) oder wenigen ml Triethanolamin unmittelbar vor der Titration beseitigt werden. Cyanid-Ionen verringern außerdem die Störung durch Zink, Kupfer und Cobalt; Triethanolamin setzt eine durch Aluminium verursachte Störung herab.

Wenn die Titration zu langsam durchgeführt wird oder wenn der Gehalt an Calcium-Ionen zu hoch ist (> 100 mg/l bzw. $> 2,5$ mmol/l) ist, kann Calciumcarbonat ausfallen. Die Probe ist dann schneller zu titrieren bzw. zu verdünnen.

3.3 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur komplexometrischen Bestimmung von Calcium (E 3) mittels EDTA-Maßlösung als Titrationsmittel und Calconcarbonsäure als Indikator (2):

Verfahren DIN 38406 — E 3-2

3.4 Geräte

3.4.1 Messkolben, Nennvolumen 50 ml und 100 ml, z.B. Messkolben ISO 1042 — A50 — C

3.4.2 Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 250 ml und 500 ml, z.B. Erlenmeyerkolben nach ISO 1773

3.4.3 Dilutoren nach E DIN EN ISO 8655-4, oder **Bürette**, z.B. Nennvolumen 25 ml, z.B. Bürette DIN 12700-3 SGA 25 — 005

3.4.4 Vollpipette, Nennvolumen 2 ml, 20 ml und 50 ml, z. B. Pipette DIN 12691 — VPAS 2

3.4.5 Magnetrührer

3.4.6 Magnetrührstäbe, PTFE-ummantelt (PTFE: Polytetrafluorethen)

3.5 Reagenzien

3.5.1 Allgemeines

Nur Chemikalien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und als Wasser nur destilliertes Wasser oder Wasser mindestens gleichen Reinheitsgrades verwenden.

3.5.2 Natriumhydroxid-Lösung, $c(\text{NaOH}) = 2$ mol/l

— 8 g Natriumhydroxid in 100 ml Wasser (3.5.1) lösen; die Lösung in einer Polyethylen-Flasche aufbewahren und durch möglichst ständigen Luftabschluss dafür sorgen, dass die Lösung carbonatarm bleibt.