

Megjegyzések ivó- és ásványvizek alkáliiontartalmának klasszikus módszerrel történő meghatározásához

id. SARUDI IMRE

Szeged Városi Minőségvizsgáló Intézet

Érkezett: 1966. május 18.

Az ivó- és ásványvizeknél a nátrium- és káliumtartalom meghatározásának klasszikus munkamenete lényegében abban áll, hogy az összes kationokat eltávolítjuk az alkáliionok mellől majd az alkálisók összegét meghatározzuk. Az alkálifémeket mint kloridokat vagy mint szulfátokat mérjük. A kálium meghatározása valamilyen súlyszerinti eljárással történik; a nátrium mennyiségét a különbségből számítjuk ki. A platinkloridos módszert már aligha használják. A perklorátos módszert az utóbbi években mindinkább a tetrafenilborát-eljárás szorítja ki.

Tanulmányommal a klasszikus munkamenet gyakorlati részleteire vonatkozó néhány megjegyzést valamint módosító javaslatot kívánok közölni. Kísérleti eredményeim újabb bizonyítékokat szolgáltatnak a módszer pontossága mellett, azonkívül egy általam kidolgozott új munkamenet leírását is közlöm.

A) Mésztejes módszer

A vas, alumínium, mangán és magnézium elválasztása az alkálifémektől a „mésztejes módszer”-rel történik, melyet *H. Neutauer* (1) alkalmazott először. *R. Fresenius* (2) és *L. Grünhut* (3) vezették be a módszert az ásványvízelemzésbe.

Az oldat $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -ra nézve telített legyen, hogy a magnézium tökéletesen leváljék. A szakirodalom szerint a felhasználandó mésztejet közvetlenül a meghatározás előtt frissen kell készíteni, tiszta alkálifémmentes kalciumkarbonát kiizítása és a mész szakszerű oltása útján. A mésztej ilyen módon való készítése körülményes és sok időt vesz igénybe. Azonkívül az oldat telítése kalciumhidroxiddal nem lesz tökéletes, ha a mészoltást nem kellő gonddal végeztük. A helytelenül készült mésztej nem egyenletesen sűrű folyadék, hanem kászerű külsejű és a megoltatlan mész csomós részecskéit tartalmazza. Felhasználásának az a következménye, hogy a magnézium részben oldatban marad. Gyakorlatomban a frissen készült mésztej helyett sokkal jobbnak bizonyult a kész, analitikailag tiszta kalciumhidroxid alkalmazása. A porszerű $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -t közvetlenül, azaz vízzel való előzetes elkeverés nélkül, adjuk az oldathoz. Neves vegyszergyárak készítményei megbízható tisztaságúak.

A vízminta szulfáttartalmát előzetesen el kell távolítanunk, ha az alkáli-fémek összegét mint kloridokat (és a káliumot mint perklorátot) akarjuk mérni. Egészen kismennyiségű szulfátot minden aggály nélkül mint bárium-szulfátot választathatunk le; míg erősen szulfátos vizeknél a báriummal való leválasztás nem ajánlatos; mivel ismeretes a bárium-szulfát tulajdonsága alkáliionokat magába zárni.

Különösképpen keserűvizeknél vezet a báriummal való szulfátleválasztás jelentékeny negatív hibákhoz. A báriumos leválasztással szemben sokkal előnyösebbnek tartom a szulfátot ólomnitráttal leválasztani. Az ólom-szulfát ugyanis sokkal kisebb mértékben ragad alkáliionokat magával. De még ezek sem vesznek

el a meghatározás számára, ha a leszűrt és kimosott ólomszulfátot kénhidrogénnel elbontjuk és az ólomszulfidot leszűrjük. A szüredék az ólomszulfát melletti alkálifémeket tartalmazza, amelyek most már analitikailag hozzáférhetők.

A klasszikus eljárás egyik hiányossága a térfogathiba, mely a mésztejjel elegyített oldatnak a mérőlombik jeléig való feltöltésekor lép fel. A főtömegében Ca- és $Mg(OH)_2$ -ből álló csapadék ismeretlen térfogatot foglal el. A szakirodalom szerint ajánlatos a 250 ml-es mérőlombik jeléig feltöltött oldatot a térfogatkiegyenlítés céljából a jelen felül vízzel hígítani; és pedig 1 g kalciumhidroxidon felül adagolt minden g $Ca(OH)_2$ után 0,25 ml vizet az oldathoz adni. Egyeszerű számolás megfontolás meggyőző arról, hogy ez az eljárás nem szabatos. A csapadéktérfogat kielégítően pontos meghatározására illetőleg a javítótevényt megállapítására alkalmasnak találok térfogatossá elemzési eljárásomat, melyet eredetileg a tej tejcukortartalmának polarimetriás meghatározása részére dolgoztam ki; a derített tejmintában fellelő térfogathiba figyelembevétele végett.

*Munkamenet**

A vizsgálandó víz kiindulási mennyiségét úgy választjuk meg, hogy végül legfeljebb 2,5 g alkálilokridot mérjünk: Kevés alkáliónt tartalmazó vizekből megfelelően nagyobb mennyiséget (500–2000 g) mérünk be; azt sósavval meg-savanyítjuk, és a sav eltávolítása céljából majdnem szárazra pároljuk be.

Kevés szulfátot tartalmazó vizek. A lemért vízmennyiséget, melyet a szükséghez képest bepároltunk, 250 ml-es mérőlombikba öblítjük és a 80–100 ml térfogatú folyadékhoz 3 g porszerű, analitikai tisztaságú $Ca(OH)_2$ -t adunk. A csekély szulfáttartalom leválasztása végett a számított mennyiségű és 3 tizedes pontossággal lemért báriumkloridot kevés vízben oldva adjuk az oldathoz. A folyadékot a lombik mozgatásával alaposan átkeverjük, a jelig feltöltjük, majd a dugóval lezárt lombikot kb. 20 percig erőteljesen rázzuk. A folyadék feltöltését kalciumhidroxiddal nagyon kényelmesen a mágneses keverő segítségével érhetjük el úgy, hogy a jelig való feltöltés után a pálcika alakú keverőtestet a lombikba csúsztatjuk és a folyadékot $\frac{1}{2}$ –1 óra hosszat örvénylő mozgásban tartjuk. Miután a csapadék a lezárt lombikban néhány óráig állott és a felette levő oldat kitisztult, az oldatot közepes keménységű száraz szűrőn szűrjük és a víztiszta szüredékből száraz mérőlombik segítségével 200 ml-t lemérünk.

A lemért oldatrészletet 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba* öblítjük, kevés ammóniát adunk hozzá, felforraljuk és a kalciumot 3 g ammóniumkarbonát (kb. 30 ml vízben) frissen készült oldatával leválasztjuk. Néhány kristály ammónium-oxalát hozzáadása után rövid ideig forralunk, hogy ezzel a csapadék szemcsenagyságát növeljük majd a lombikot $\frac{1}{2}$ órára a forró vízfürdőre tesszük. Ezután a csapadék feletti oldatot 9 cm-es, közepes keménységű szűrőn öntjük át, a csapadékot kb. 50 ml vízzel dekantáljuk; majd a szűrőre visszük és a szűrőt 8–10-szer hideg vízzel mossuk. A szüredéket és mosóvizet 0,75–1 l-es porcel-láncsészében fogjuk fel. Mivel a csapadék mindig egy kevés alkáliónt tart vissza, újból leválasztással tisztítjuk. E célból vizsugárral öblítjük vissza az Erlenmeyer-lombikba. A szűrőn maradt csapadékrészecskéket 2 n sósav rácepegtetésével leoldjuk és végül a szűrőt forró vízzel néhányszor kimossuk. A sósavas folyadékot a mosóvízzel együtt az Erlenmeyer-lombikban fogjuk fel, a csapadékot további sósavhozáadással teljesen feloldjuk, az oldatot bepárolócsészébe öblítjük és szárazra pároljuk. A csésze tartalmát kevés vízben oldjuk, az oldatot az előbb használt Erlenmeyer-lombikba öblítjük és a kalcium leválasztását 3 g ammóniumkarbonáttal ugyanolyan módon megismételjük. A kalciumkarbonátot az előző-

* Teljesség kedvéért az eredeti módszert teljes részletességében közlöm.

* Nagyon jól beválik a Schott -féle ún. sarkos lombik.

leg használt szűrőn szűrjük és hideg vízzel néhányszor mossuk. Mindkét kalciumleválasztás egyesített szüredékeit egy nagyobb porcelláncsészében 20–30 ml-re bepároljuk, egy 100 ml-es pohárba öblítjük át, néhány kristály ammóniumoxalátot és egy kevés ammóniát adunk hozzá a gyengén lúgos kémhatás fellépéséig. Néhány órai állás után, az esetleg levált, finomszemű kalciumoxalátot kis, kemény szűrőn szűrjük. Ezután a szüredéket porcelláncsészében (kb. 12 cm átmérőjű) szárazra pároljuk, a csészét kb. 1 órára szárítószekrénybe (110°–120°) helyezzük, majd az ammóniumsók elűzése végett légfürdőben (Babotölcsér) hevítjük. A lehült maradékot kevés, forró, sósavas vízben oldjuk, az oldatot közepes keménységű kis szűrőn szűrjük és a szűrőt forró vízzel mossuk. Az alkáliloridok oldatát, mely egy kevés ammóniumkloridot még tartalmaz, egy nagyobb 60–70 ml fedővel együtt lemezt porcelántégelyben szárazra pároljuk és a tégely tartalmát szárítószekrényben kezdetben 110–120°-on, későbbben 150–160°-on amennyire lehetséges víztelenítjük. Ezután légfürdőben hevítjük a tégelyt az ammóniumsók teljes elűzéséig, miközben a tégely peremére szállott ammóniumklorid-réteget közvetlen lánggal mérsékelt hevítéssel elűzzük. A tégelytartó háromszögre helyezt és fedelével zárt tégelyt először egészen kis lánggal óvatosan hevítjük, míg a söréteg pattogzása (dekapitálása) megszűnik. Végül néhány percig kissé erősebb lánggal hevítjük (de még nem vörös izzásra). A fedett tégelyt lehűlés után mérjük. Eredmény: összes alkáliloridok. Az alkálisók melletti idegen szennyező anyagok meghatározása végett a tégely tartalmát kevés hideg vízben oldjuk, az oldahatatlant kis szűrőn leszűrjük, a szűrőt lemezt porcelántégelyben elhamvasztjuk és a maradék súlyát az alkáliloridok súlyából levonjuk. Sok magnéziumot tartalmazó vizeknél az alkáliloridokat kis mennyiségű magnéziumra * vizsgáljuk. Az alkáliloridok 25–30 ml térfogatú oldatában a magnéziumot mint $Mg_2P_2O_7$ -t határozzuk meg; és a $MgCl_2$ -ra -átszámított** értéket az alkáliloridok összegéből levonjuk.

Sok szulfátot tartalmazó vizek

A szulfát leválasztását a vízminta szulfáttartalmának ismeretében egészen kis ólomfelesleggel végezzük. Csapadékkémszer: 1 n $Pb(NO_3)_2$ -oldat; pontosan ismert ólomtartalommal. A vízminta szulfáttartalmát ismernünk kell; azt előzetesen gravimetriásan határozzuk meg.

A vizsgálandó víz kiindulási mennyiségét úgy választjuk meg, hogy abban legfeljebb 1 g SO_4 legyen. Nagyobb mennyiségű klorid ne legyen jelen. Sok klorid eltávolítása céljából a lemezt vízmintát néhány ml tömény salétromsavval (1+1) leöntjük és az oldatot teljesen bepároljuk. Miután az utóbbi művelet még egyszer megismételtük, a nitrátok oldatát 250 ml-es pohárba öblítjük és 80–100 ml-re hígítjuk. Sok szulfátot tartalmazó vizek bepárlásánál legtöbbször durván kristályos nehezen oldódó kalciumszulfát marad vissza. Erre tekintet nélkül a csésze tartalmát maradéknélkül a pohárba öblítjük. Ezután bürettából vékony sugárban 1 n ólomnitrátoldatot adunk az oldathoz folytonos keverés közben. Annyi legyen a kémszeroldat mennyisége, amennyit a vízmintában levő SO_4 mennyiségének megfelelően számítottunk. Kémszerfelesleg: kb. 0,1 ml. A csapadékos folyadékot kb. 5 percig erősen kavarjuk; néhány percig várunk, míg az ólomszulfát leülepedett, és ezután közepes keménységű szűrőn át egy 250 ml-es mérőlombikba szűrünk. A csapadékot kevés vízzel a szűrőre visszük és 5–6-szor mossuk. Az adott kísérleti körülmények között a szüredék rendszeren 20–40 mg SO_4 -t tartalmaz. Hogy ezt a maradék szulfátot is leválasszuk, 0,15 g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ -t adunk az oldathoz*. Az elemzés további menetében (az oldat

* Rendszeren 1–2 mg Mg marad oldatban.

** Átszámítási tényező: 0,8557.

* A bárium feleslege később az ammóniumkarbonátos kalciumleválasztás során leválik.

telítése kalciumhidroxiddal; a mész leválasztása ammóniumkarbonáttal stb.) az A), alatt közöltek szerint járunk el. Az ammóniumkarbonátos Ca-leválasztás erősen bepárolt szüredékében a nitrátokat ismételt sósavas bepárlás útján kloridokká alakítjuk. Ezt követi az ammóniumsók elűzése. Eredmény: a szulfátmentes alkáliloklidok összege.

Az ólomszulfát vizsgálata alkálifémekre

Az ólomszulfátot vízszugár segítségével a szűrőről egy 300 ml-es Erlenmeyer-lombikba öblítjük, az öblítővizet 80–100 ml-re hígítjuk, néhány csepp tömény salétromsavval megsavanyítjuk és a folyadékot a lombik gyakori mozgatása közben kénhidrogénnel telítjük. 40–50 perc alatt az ólomszulfát tökéletesen átalakult, ami abból is látszik, hogy a kékszürke ólomszulfidon fehér részecskék már nem láthatók. A nehéz csapadékot, mely gyorsan ülepszik, közepes keménységű szűrőn szűrjük és hideg vízzel mossuk. A szűrés és mosás csak néhány percet vesz igénybe. A szüredék az alkálifémeket és a kénhidrogén hatására az ólomszulfátból felszabadított kénsavat tartalmazza. Platinacsészében vízfürdőn kénsavig bepároljuk s a kénsavat légfürdőben való hevítéssel teljesen elűzzük. Maradék: alkáliszulfátok. Hogy ez utóbbiakat kloridokká alakítsuk, a csésze tartalmát kevés vízben oldjuk; a 10–15 ml térfogatú oldatot kis pohárban ammóniával lúgosítjuk az ammóniaszag fellépéséig, kb. 0,2 g porított báriumkarbonátot adunk hozzá és 1/2 óráig vízfürdőn melegítjük gyakori kevergetés közben. Ezután az oldathatatlant közepes keménységű, kis szűrőn szűrjük és kevés vízzel mossuk. A szüredék az alkálifémeket mint karbonátokat tartalmazza. Az oldatot sósavval megsavanyítjuk és a sósavas főldathoz adjuk (az ammóniumsók elűzése előtt).

1 n ólomnitrátoldat készítése: 165,615 g analitikailag tiszta $Pb(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ 1000 ml-re oldunk. Neves vegyszergyárak készítményei egészen kis mennyiségű (0,1% alatt) tartalmaznak alkáliszulfátot. Teljesen alkálifémmentes ólomnitrátoldatot analitikailag tiszta fémólm salétromsavas oldásával készíthetünk. 20,721 g ólomot 1/2 l-es Kjeldahl-lombikban kb. 100 ml salétromsavval (1 térf. töménység + 1 térf. víz elegye) öntünk le. Kezdetben enyhe melegítéssel segítjük elő az oldási folyamatot. Teljes feloldás után a lombik tartalmát csészébe öblítjük és vízfürdőn szárazra bepároljuk. Az oldást és bepárlást még 2-szer megismételjük. Teljes lehűlés után a csésze tartalmát mérőlombikban 200 ml-re töljük fel; 1 g SO_4 leválasztásához elméletileg 20,82 ml n 1 ólomoldat szükséges. Ismeretlen pontosságú ólomnitrátoldat ólomtartalmát súly szerinti elemzéssel ellenőrizzük.

Az elemzés' eredményeinek kiszámításánál azt kell figyelembe vennünk, hogy az eredetileg bemért ásványvíznek csak 4/5 részében végeztük az alkáliónok meghatározását.

A csapadéktérfogat meghatározása a) mésztejes leválasztásnál. (A térfogathiba kiszámítása)

A mésztejes módszernél használt 250 ml-es mérőlombikba ugyanazt a vízmennyiséget mérjük be mint az alkálifémek meghatározásánál; és 3 g kalciumhidroxidot; majd 50 ml 1/5 n $KBrO_3$ -oldatot adunk hozzá. A jelíg feltöltött és a kalciumhidroxiddal telített folyadék szüredékében, 2 g káliumjodid és 3–4 ml 4 n sósav hozzáadása után, a bromátot 1/10 n nátriumtioszulfát oldattal megtitrljuk. A csapadék jelenléte miatt a bromátoldat titere nem pontosan a pipetta és mérőlombik térfogatarányának mértékében csökken, hanem attól eltérően kisebb mértékben. A titer növekedése a számított titerhez képest, a csapadéktérfogat mértéke. A számított titer (T) viszonya a talált titerhez (T1):

$\frac{T}{T_1}$ a javítótényezőt adja meg, mellyel az alkálifémek analitikailag talált mennyiségét szoroznunk kell. A mérőlombik térfogatának (250 ml) $\frac{T}{T_1}$ -vel való szorzata egyenlő a jelig feltöltött oldat valóságos térfogatával. A tiszta desztillált vízzel és 3 g Ca(OH)_2 -dal végzett modellkísérletnél $\frac{T}{T_1} = 0,994$ viszonzyszámot; egy másik kísérletnél pedig hol 3 g Ca(OH)_2 mellett 0,10 Mg volt jelen, a 0,992 értéket találtam. A valóságos oldattérfogatok: 248,5 és 248 ml voltak.

B) Az oxalát-arsenát-módszer

A szerző módszere.

A kalciumot mint oxalátot és közvetlenül utána a magnéziumot mint magnéziumammóniumarzenátot választjuk le. A feleslegben levő arsenátot a Ca/Mg-leválasztás közös szüredékéből a legegyszerűbb módon olyképpen üzzük el, hogy az öt vegyértékű arzént erős sósavas közegben ammóniumjodid hozzáadásával három vegyértékűvé redukáljuk, mely formájában az arzén (mint AsCl_3 és AsJ_3) a bepárlás és az ammóniumsók elűzése során kvantitatív elillan. A le-mért alkálilokridok mellett legfeljebb az arzén nyomait lehet kimutatni. Több kísérlettel sikerült bizonyítanom, hogy kb. 0,15 g As maradék nélküli elűzése minden nehézség nélkül sikerül (negatív Gutzeit-próba a maradékban).

Az arzén eltávolítása kénhidrogénes leválasztással itt kevésbé kényelmes művelet; nagyobb alkálisókonzentráció mellett még hibás eredményhez is vezet annál fogva, hogy a szulfidcsapadék alkáliionokat zár magába.

Munkamenet

A meghatározás előfeltétele, hogy a vízminta Ca- és Mg- tartalmát legalább jól megközelítőleg ismerjük, hogy a csapadékkémszerek alkalmazandó mennyisége felől tájékozva legyünk; és másrészt, hogy az arsenát túlnagy feleslegét elkerüljük. Ennek a feltételnek részletes vízelemzéseknel könnyen eleget teszünk, ha a Ca/Mg-meghatározást az alkáliionok előtt végezzük el. Általánoságban a térfogatosan meghatározott Ca/Mg-keménység is jó támpontot szolgáltat.

Szulfátmentes, avagy kevés szulfátot tartalmazó vizek

A le-mért vízmintát, mely legfeljebb 0,2 g Ca-t és legfeljebb 0,1 g Mg-t tartalmaz, sósavval egészen gyengén megsavanyítjuk, szükséghez képest bepároljuk, és 250 ml-es pohárban 60 – 70 ml-re hígítjuk. A forrásig hevített oldathoz 1 n oxálsavat, majd a forró oldathoz folytatólag cseppenként 2 n ammóniát adunk gyenge ammóniaszag fellépéséig. Az oldatot szobahőmérsékletre hűtjük le, és 2%-os arzénsavoldatot adunk hozzá. Mindkét csapadékkémszert kb. 1½-szeres feleslegben alkalmazzuk. Ezután bürettából 1 n ammóniaoldatot adunk az oldathoz folytonos keverés közben; percenként 10 – 12 cseppet; mindaddig amíg a folyadék határozottan ammoniaszagú lesz. A lassú leválasztás célja az, hogy a magnéziumammóniumarzenát-csapadék kristályosan váljék le. Miután a folyadék-térfogat 1/3-ának megfelelő mennyiségű tömény ammóniát adtunk a folyadékhoz, a csapadékot 20 – 24 óráig állni hagyjuk. Ezután közepes keménységű szűrőn szűrünk és a csapadékot 8 – 10-szer mossuk. Mosófolyadék: tömény ammónia + 96%-os alkohol + víz, egyenlő térfogatarányú elegye. Mivel a csapadék még alkálisót tartalmaz, feloldjuk és újra leválasztjuk. E célból a csapadékot vízsugárral a leválasztáshoz használt pohárba öblítjük; ülepedni hagyjuk

és a felette levő tiszta oldatot az előbb használt kis szűrőn öntjük át. Ezután 10–20 ml forró 2 n sósavat öntünk a szűrőre; a lecesepegő savat a pohárba a csapadékhoz engedjük folyni; melegítés és kevergetéssel siettetjük a csapadék feloldódását*; a szűrőt forró vízzel utánamoszuk majd az oldatot forró vízzel 50–60 ml-re hígítjuk. A kalciumot 2 n ammóniumacetát oldat csepenkénti hozzáadásával választjuk le, melyből megközelítőleg annyit adunk az oldathoz, mint amennyi 2 n sósavat vettünk a csapadék oldásához. Ezután szobahőfokra hűtjük le a folyadékot és a magnéziumot a fent leírt módon választjuk le 1 n ammóniával és utána tömény ammónia hozzáadásával. Utoljára még kb. 2 ml 1 n oxálsav és néhány csepp arzénsavoldat hozzáadásával tesszük a leválást teljessé. 20–24 órai állás után a csapadék feletti tiszta oldatot kis szűrőn öntjük át és a csapadékot csupán dekantálással mossuk 2-szer egymásután, egyenként 20–30 ml mosófolyadékkal. Ezután a szűrőt 1–2-szer ki mossuk és a két leválasztás szüredékeit egyesítjük. A folyadékot porceláncsészében bepároljuk az alkohol és ammónia teljes eltávozásáig és 10–20 ml tömény sósavat majd 1–1,5 g ammoniumjodidot adunk hozzá. A jódkiválástól erősen barnaszínű oldatot szárazra pároljuk és a maradékot az ammóniumsók, AsCl_3 és AsJ_3 és a J elűzése végett légfürdőben hevítjük. Ezután a lehűlt maradékot kevés forró vízben oldjuk, kevés ammóniumjodidot és 15–20 ml tömény sósavat adunk az oldathoz; szárazra pároljuk és légfürdőben ismételten hevítjük, amíg gőzök eltávóása már nem észlelhető. Utoljára a csésze tartalmát 20–30 ml forró sósavas vízben oldjuk, az oldatot egy közepes keménységű kis szűrőn szűrjük és az alkáliloklidok összegét az A) alatt leírt módon határozzuk meg.

Kismennyiségű szulfátot (0,1 g alatt) a leírt vízminta bepárlása közben a számított mennyiségű és 3 tizedes pontossággal leírt báriumkloriddal (kevés vízben oldva) választjuk le. A kellő mértékig bepárolt oldatot közepes keménységű, kis szűrőn szűrjük; szükséghez képest tovább pároljuk be és a Ca/Mg-leválasztáshoz 250 ml-es pohárban 60–70 ml-re hígítjuk.

Sok szulfátot tartalmazó vizek. A leírt vízmintát, mely legfeljebb 1 g SO_4 -t tartalmaz, ugyanolyan módon készítjük elő és a szulfátot a számított mennyiségű 1 n $\text{Pb}/\text{NO}_3/2$ -tal választjuk le, mint ahogy azt fentebb a részletes módszerrel leírtam. Az ólomszulfát kb. felére bepárolt szüredékében a Ca/Mg-leválasztást eszközöljük, mikor a csekély mennyiségű ólomfelesleg is leválik. Az arzénfelesleg és az ammóniumsók elűzése után a szulfáttartalom maradékát távolítjuk el, mely az ólomszulfát szüredékében van jelen. A szulfáttartalmú alkáliloklidokat 30–40 ml forró vízben oldjuk, az oldatot ammóniával gyengén meglúgosítjuk, kb. 0,6 g porított báriumkarbonátot adunk hozzá és gyakori kevergetés közben vízfürdőn $1/2$ óráig melegítjük. Ezután a csapadékot közepes keménységű szűrőn szűrjük és hideg vízzel mossuk. A sósavval megsavanyított szüredéket szárazra pároljuk, gyengén hevítjük és az alkáliloklidok összegét ismert módon meghatározzuk.

Ha kisebb pontossággal is megelégszünk, akkor eltekinthetünk a Ca és Mg 2-szeri leválasztásától. Kevés kalcium- és magnéziumnál; avagy csekély alkáli-iontartalom mellett, 1-szeri leválasztás mellett is a technikai elemzések igényeit kielégítő eredményeket kapunk.

Egészen kevés kalcium- és magnéziumnál (10 mg és ennél kevesebb a leírt vízmintában) közönséges ivóvízelemzéseknél az alábbi leegyszerűsített munkamenet ajánlható:

A leírt és 30–40 ml-re bepárolt, gyengén sósavas vízmintához Reichert-Meissl-lombikban 6–7 ml 1 n oxálsavat, 5 ml 2%-os arzénsavoldatot és 5 ml 2 n ammóniát adunk. Néhány perc múlva 30–35 ml tömény ammóniát adunk

* A kalciumoxalát lassan oldódik; míg a magnéziumammóniumarzenát könnyen megy oldatba.

hozzá és az oldatot 110 ml-re töltjük fel. A ledugaszolt lombikban állott folyadékot 20–24 óra múlva száraz, kemény szűrőn szűrjük és a szüredékből mérő-lombik segítségével 100 ml-t lemérünk. Az arzénfelesleg elűzése és az összes alkálilokridok meghatározása az előzőekben leírt módon történik. A talált eredményt 1,1-del szorozzuk, hogy a Reichert – Meissl-lombik 110 ml térfogatára átszámítsuk.

2%-os arzénsavoldat készítése

2,788 g analitikai tisztaságú As_2O_3 -t 250 ml-es Kjeldahl-lombikban 40 ml Lunge-féle savkeverékkel (3 térf. tömény salétromsav + 1 térfogat tömény sósav) leöntünk és a reakciókeveréket szobahőfokon állni hagyjuk. Kb. 1 óra múlva az arzéntrioxid teljesen feloldódott. 1 napi állás után még 10 ml tömény salétromsavat adunk hozzá és az elegyet még 1 napig állni hagyjuk. A most már eléggé kihalványult oldatot bepárlócsészébe öblítjük, vízfürdőn amennyire csak lehet bepároljuk; a folyékony maradékot 10–20 ml vízben oldjuk és az oldatot bepároljuk. A felhígítást és bepárlást még 2-szer megismételjük. Ezután az arzénsavat, mely idegen szavaktól most már mentes, 200 ml-es mérőlombikba öblítjük és a jelig töltjük fel. 0,1 g Mg leválasztásához elméletileg 29,2 ml 2%-os arzénsavoldat szükséges.

Kísérleti eredmények

Az előzőekben A) és B) alatt leírt módszerek pontosságát egyrészt modell-kísérletekkel ellenőriztem, másrészt azáltal, hogy a módszereket természetes vízmintákra alkalmaztam. Amint az 1. és 2. táblázat adatai mutatják, mindkét módszerrel az ásványvízelemzés igényeinek megfelelő pontosság érhető el. A 3. táblázat szerint természetes vízminták mindkét módszerrel nyert elemzési adatai egymással jól megegyeznek. Ez azt bizonyítja, hogy a klasszikus „mésztejes módszer” és az „oxalát arzenátos eljárás” pontosság tekintetében egymással egyenlő értékű.

1. táblázat

A nátrium meghatározása mint NaCl; a Mg előzetes leválasztása kalciumhidroxiddal („Mésztejes módszer”)

Sorszám	Bemért + NaCl g	Talált NaCl g	Különbőség mg	Jelenlevő magnéziumsó
1	2,5008 0,8 = 2,0006	2,0000	-0,6	2,500 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
2	2,4922 0,8 = 1,9938	1,9918	-2,0	2,500 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
3	2,4952 0,8 = 1,9962	1,9960	-0,2	2,500 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
4	2,5174 0,8 = 2,0139	2,0130	-0,9	2,000 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$
5	1,2852 0,8 = 1,0282	1,0292	+1,0	1,250 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
6	0,5780 0,8 = 0,4624	0,4614	-1,0	1,000 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

+ , NaCl – meghatározás a bemért vízmennyiség 4/5-részeiben.

A modern vízanalitikában az alkáliionok meghatározásának klasszikus módszere helyébe az egyszerűen és gyorsan kivitelezhető lángfotometriás eljárás lépett. Ennek ellenére sem tartottam feleslegesnek a mésztejes módszerrel nyert tapasztalataimat valamint egy új, de ugyancsak gravimetriás módszert közölni, mivel egyes körülmények között a tisztán kémiai módszerekre lehetünk ráutalva. Ez utóbbiakat (mint a klasszikus analitikát egyáltalában) nem nélkülözhetjük.

A nátrium meghatározása mint NaCl; a kalcium előzetes leválasztása mint kalciumoxalát, a magnézium leválasztása mint magnéziumammónium arzenát

Sorszám	Bemért NaCl g	Talált NaCl g	Különbég mg	Oldatban jelen volt Ca és Mg
1	3,6224	3,6234	+1,0	0,20 g Ca + 0,06 g Mg
2	1,9992	1,9990	-0,2	0,02 g Ca + 0,02 g Mg
3	0,9996	1,0007	+1,1	0,05 g Ca + 0,05 g Mg
4	2,2348	2,2349	+0,1	0,10 g Ca + 0,10 g Mg
5	1,0235	1,0243	+0,8	0,005 g Ca + 0,005 g Mg

Megjegyzés: Az 5. sz. kísérletnél a Ca – Mg leválasztása Reichert – Meissl-lombikban; a Na meghatározása a 110 ml-re feltöltött oldat szüredékének 100 ml-ében.

Természetes vizek alkálióntartalma (Na-ban kifejezve); meghatározás:

I. Mésztejes módszerrel;
II. Oxalát-arzenát módszerrel;

Sorszám	Elnevezés	A forrás helye	mg Na 1000 g vízben		A víz jellemzése
			I.	II	
1	„Anna-víz”	Szeged	347,2	346,2	Hőforrás
2	„Jodaqua”	Sóshartyán	6664	6667	Konyhasós forrásvíz jódbromtart.
3	„Salvus”	Bükkszék	6710	6718	Alkálikus konyhasós forrásvíz
4	„Mira”	Jászkarajenő	4740	4718	Keserűvíz
5	„Nagy András kútja”	Hódmezővásárhely	63,1	69,2	Ártézi kútvíz

Megjegyzés: Az 1. és 5. vízminták saját mintavételből származnak; a 2., 3. és 4. minták a kereskedelemből származó palackozott ásványvizek.

A 4. mintához: a kissé nagyobb eltérés abban leli magyarázatát, hogy a II. eljárásnál a nagy Mg-tartalom (3839 mg/1000 g) miatt csak aránylag kis vízmennyiségben (25,655 g) történhetett a meghatározás. Az eredmény átszámításánál 1000 g vízre, jelentékenyen érvényesült a meghatározás hibája. Az elemzés hibája az I. eljárásnál feltehetően kevésbé érvényesül a végeredményben; tekintettel az itt alkalmazható nagyobb kiindulási mennyiségre. ($82,906.08 = 69,090$ g.)

I R O D A L O M

- (1) Neubauer, H.: Z. analyt. Chem. 39, 481, 1900; 43, 15, 1904; 46, 311, 1907.
- (2) Fresenius, R.: A Börner, A. Juckenack, I. Tillmans: Handbuch der Lebensmittelchemie. Berlin. 1941. I. Springer. 111 old. A fejezet feldolgozása R. Fresenius-től.
- (3) Grünhut, L.: König, L.: Untersuchung von Nahrungs-, Genussmitteln und Gebrauchsgegenständen. Berlin. 1918. I. Springer 661 old. A fejezet feldolgozása L. Grünhut-tól.
- (4) Sarudi, I.: Z. U. L. 91, 342, 1950.

ПРИМЕЧАНИЯ К ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ АЛКАЛИ-ИОНОВ В ПИТЬЕВЫХ И МИНЕРАЛЬНЫХ ВОДАХ КЛАССИЧЕСКИМ МЕТО- ДОМ

И. Шаруди

Автор контролировал точность классического — применением известного молока — метода определения алкали-ионов в естественных водах. Разработал новый метод что связано с осаждением кальция в виде оксалата; а магния в виде мышьяково-аммониевого магния перед определением алкали-ионов („оксалатный-мышьяковый метод“). Точность обоих методов проверял исследованиями моделей и анализами естественных вод.

BEMERKUNGEN ZUR BESTIMMUNG DES ALKALIIONGEBHALTES VON TRINK- UND MINERALWASSER MIT KLASSISCHER METHODE

I. Sarudi sen.

Verfasser kontrollierte die Genauigkeit der zur Bestimmung des Alkaliiongehaltes von natürlichen Wasser dienenden klassischen, sog. Kalkmilchmethode; auch arbeitete er eine neue Methode aus, bei welcher das Kalzium als Oxalat, das Magnesium als Magnesiumammoniumarsenat vor der Bestimmung der Alkalimetalle abgeschieden wird („Oxalat-Arsenat-Verfahren“). Die Zuverlässigkeit beider Methoden wird mittels Modellversuchen und Analysen natürlicher Wasser bewiesen.

REMARKS TO THE DETERMINATION OF THE CONTENTS OF ALKALI IONS IN DRINKING AND MINERAL WATERS BY THE CLASSICAL METHOD

I. Sarudi, sen.

The accuracy of the classical, so-called lime milk method for the determination of the contents of alkali ions in natural waters was checked by the author. Besides, a novel method was developed where, prior to the determination of alkali metals, calcium is precipitated as oxalate while magnesium as magnesium ammonium arseniate (“oxalate-arseniate method”). The reliability of both methods was proved by model experiments and by analyses carried out with natural waters.

REMARQUES CONCERNANT LE DOSAGE PAR LA MÉTHODE CLASSIQUE DES IONS ALCALINS DANS LES EAUX POTABLES ET MINÉRALES

I. Sarudi sen.

L'auteur a contrôlé la précision de la méthode du dosage classique de la teneur en ions alcalins des eaux naturelles avec emploi du lait de chaux et a aussi élaboré une méthode nouvelle dans laquelle il précipite avant le dosage des métaux alcalins le calcium comme oxalate et le magnésium comme ammoniumarsénate de magnésium («méthode à oxalatearsénate»). Il démontre l'exactitude des deux méthodes avec des expériences modèles et des analyses faites avec des eaux naturelles.