

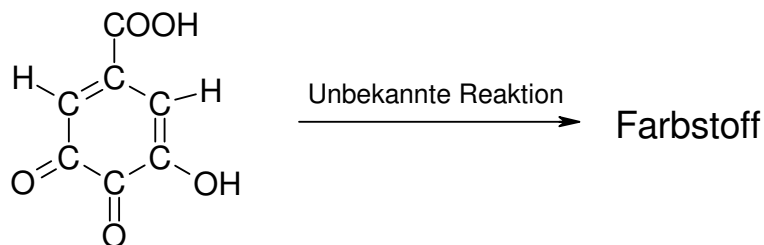
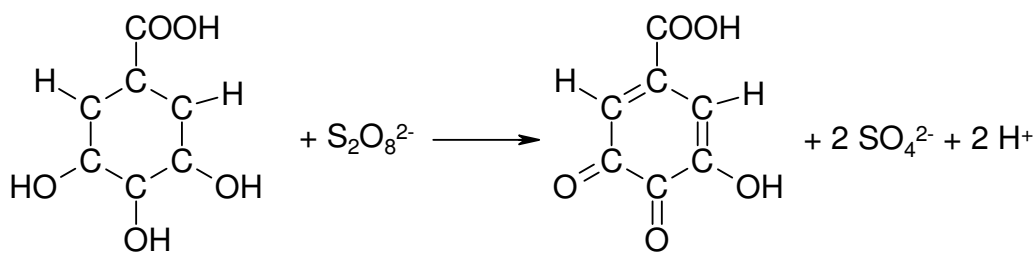
# Bestimmung von Vanadium

## Aufgabe

Es ist eine Kalibrierkurve zu erstellen, mit deren Hilfe der Vanadiumgehalt der Wasserproben A, B und C zu bestimmen ist. Alle Beobachtungen, Messungen und Berechnungen sowie Besonderheiten bei der Behandlung der Proben (Verdünnungen usw.) sind im Laborprotokoll festzuhalten.

## Prinzip

Vanadium als Vanadat,  $\text{VO}_3^-$ , katalysiert die Oxidation von Gallussäure durch Peroxodisulfat in saurer Lösung:



Das Absorptionsmaximum des gebildeten Farbstoffes liegt bei 415 nm. Die Menge des innerhalb eines bestimmten Zeitraums gebildeten Farbstoffs ist abhängig von der Reaktionsgeschwindigkeit. Diese wiederum hängt von der Konzentration der Edukte, der Temperatur im Reaktionsgemisch und von der Gegenwart eines Katalysators, in diesem Fall  $\text{VO}_3^-$ , ab. Hält man die Konzentration der Edukte und die Temperatur konstant, ist die Konzentration des gebildeten Farbstoffs eine Funktion der Konzentration des Katalysators. Das ermöglicht die Erstellung einer Kalibrierkurve. Die nachfolgende Übersicht weist auf eventuelle Interferenzen durch andere Ionen hin.

## Interferenzen

Die Tabelle zeigt, welche Ionen interferieren, wenn die angegebenen Konzentrationen überschritten werden:

Ion	Konzentration mg/L
Cr <sup>6+</sup>	1,0
Co <sup>2+</sup>	1,0
Cu <sup>2+</sup>	0,05
Fe <sup>2+</sup>	0,3
Fe <sup>3+</sup>	0,5
Mo <sup>6+</sup>	0,1
Ni <sup>2+</sup>	3,0
Ag <sup>+</sup>	2,0
U <sup>6+</sup>	3,0
Br <sup>-</sup>	0,1
Cl <sup>-</sup>	100,0
I <sup>-</sup>	0,001

Interferenzen durch Chrom, Kobalt, Molybdän, Nickel, Silber und Uran sind in der Regel zu vernachlässigen, da sie im Allgemeinen in Frischwasser nicht in entsprechenden Konzentrationen auftreten. Bei Kupfer und Eisen kann es jedoch zu Überschreitungen der tolerierbaren Konzentrationen kommen. Sind diese nur gering, kann das Problem durch Verdünnen der Probe gelöst werden.

Problematischer ist die Anwesenheit von Halogeniden, die bereits im Spurenbereich die Bestimmung stören. Interferenzen lassen sich hier nicht in jedem Fall durch Verdünnen der Probe auf ein vertretbares Maß senken. Durch Zugabe von Quecksilber(II)-nitrat lassen sich jedoch die Halgenidionen komplexieren, was die Interferenz minimiert. Es ist jedoch anzumerken, dass bei entsprechender Konzentration auch Quecksilber die Bestimmung stört.

Eine Zugabe von 350 µg Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O je Liter Lösung erlaubt die Bestimmung von Vanadium in Gegenwart von bis zu 100 mg/L Cl<sup>-</sup> und jeweils 250 µg/L Bromid und Iodid. Sofern höhere Konzentrationen vorliegen, müssen die Proben vor Zugabe des Quecksilber(II)-Nitrats entsprechend verdünnt werden.

Die Bestimmungsgrenze der Methode beträgt 0,025 µg/L Vanadium.

## **Geräte**

Thermostatisierbares Wasserbad für 25 °C. Spektralphotometer. 1 L-Messkolben, Pipetten, Bechergläser und Thermometer.

## **Reagenzien**

### **Stammlösung**

Die Stammlösung befindet sich im Labor. 1,00 mL der Stammlösung enthält 2,00 µg V.

### **Standardlösung**

10,00 mL der Stammlösung werden mit demineralisiertem Wasser auf 1 L verdünnt. 1,00 mL der Standardlösung enthält 0,020 µg V.

### **Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-Lösung**

Diese Lösung befindet sich im Labor. Zu ihrer Herstellung wurden 350 mg Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O in 1 L demineralisiertem Wasser gelöst.

### **Ammoniumperoxodisulfatreagenz**

Diese Lösung befindet sich im Labor.

### **Gallussäurelösung**

2 g Gallussäure werden in 100 mL warmem, demineralisiertem Wasser gelöst. Die Lösung wird bis kurz vor dem Siedepunkt erwärmt und durch Filtrierpapier Whatman No. 42 filtriert.

## **Durchführung**

### **Proben**

Es soll der Vanadiumgehalt von drei Proben gemessen werden: Probe A ist Leitungswasser, Probe B stammt von einem Binnensee und Probe C ist Meerwasser.

### **Standards für die Kalibrierkurve**

Aus der Vanadat-Standardlösung sind zunächst Lösungen von jeweils 10 mL anzusetzen, die in 10 mL zwischen 0,00 und 0,16 µg Vanadium enthalten. Mit einer Pipette entnimmt man aus diesen Lösungen jeweils 5 mL und überführt dieses Volumen in ein Reagenzglas. Mit einer Pipette gibt man 5 mL demineralisiertes Wasser zu. Soweit erforderlich, setzt man jeweils 1,0 mL Quecksilber(II)-nitrat zu. Die Inhalte dieser Reagenzgläser sind die Standards für die Kalibrierkurve.

### **Probenvorbereitung**

5 mL Probenwasser werden mit einer Pipette in ein Reagenzglas übergeführt. Mit einer Pipette gibt man 5 mL demineralisiertes Wasser zu. Falls der Vanadiumgehalt in 10,0 mL der jetzt hergestellten Lösung unter 0,08 µg liegt, werden 10,0 mL dieser Lösung eingesetzt. Bei höheren Konzentrationen ist entsprechend zu verdünnen.

### **Halogenide**

Wenn man ganz sicher ist, daß die Analysenlösung keine Halogenide in interferierenden Konzentrationen enthält, kann man die Zugabe von  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  unterlassen. Ansonsten gibt man 1 mL  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -Lösung zu.

### **Thermostatisierung**

Sämtliche Lösungen sind nach der Vorbereitung 30-45 Minuten in einem Wasserbad bei 25 °C zu thermostatisieren.

### **Farbentwicklung und Messung**

1,0 mL  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ -Lösung werden der zu messenden Lösung zugesetzt. Nach gründlicher Durchmischung wird die Lösung ins Wasserbad zurückgestellt.

Man gibt zu jeder Lösung 1,0 mL des temperierten Gallussäure-Reagenzes und stellt die Lösung nach gründlicher Durchmischung ins Wasserbad zurück. Die Farbentwicklung beginnt unmittelbar nach der Zugabe von Gallussäurelösung.

Genau 60 Minuten nach der Zugabe von Gallussäurelösung mißt man die Extinktion bei 415 nm. Als Referenz nimmt man demineralisiertes Wasser. Von jedem gemessenen Wert subtrahiert man die Extinktion desjenigen Standards, der 0,0 µg/L Vanadium enthält.