

9. DETERMINAZIONE VOLUMETRICA DEL CALCIO E DEL MAGNESIO NELLE ACQUE.

Per determinare nelle acque potabili il contenuto in calcio e in magnesio, cioè la così detta durezza, si seguono generalmente i metodi di Boutron-Buodet e di Clark, che si fondano essenzialmente sulla formazione di saponi di calcio e di magnesio, incapaci di produrre schiuma a differenza dei saponi di sodio e potassio.

Tali determinazioni, se danno risultati di buona attendibilità per la pratica, non sono però idonei a svelare il contenuto in calcio ed in magnesio in un'acqua.

Inoltre il valore della durezza di un'acqua è influenzato, oltre che dalla quantità di calcio e magnesio, anche da altri ioni che vi possono essere presenti (alluminio, ferro, ecc.).

Per tali ragioni, quando occorre determinare quantitativamente il calcio ed il magnesio in un'acqua si ricorre ai classici metodi dell'analisi ponderale ⁽¹⁾.

Per il calcio si segue comunemente anche il metodo volumetrico al permanganato, in base al quale si determina l'acido ossalico. Pure per il magnesio viene proposto da qualche tempo un metodo volumetrico, secondo il quale si scioglie il fosfato di magnesio ammonico, separato per filtrazione, in un eccesso di acido cloridrico a titolo noto; determinando poi l'eccesso dell'acido impiegato, è possibile risalire al quantitativo di magnesio ⁽²⁾. Sono stati impostati anche metodi volumetrici per la determinazione combinata di calcio e magnesio ⁽³⁾.

Con ricerche sistematiche comparative ho voluto sperimentare la possibilità di semplificare ulteriormente il procedimento della determinazione del calcio e del magnesio contemporaneamente presenti, conservando l'esattezza necessaria ai risultati analitici.

Il metodo che mi è risultato ben rispondente a una tale premessa, si basa sulla consecutiva precipitazione del calcio e del magnesio entro lo stesso bicchiere.

PARTE SPERIMENTALE.

Il calcio viene precipitato come ossalato, il magnesio come fosfato ammonico magnesiaco.

Il precipitato si raccoglie quantitativamente sullo stesso filtro; si determina quindi prima il magnesio del fosfato doppio per via alcalimetrica, poi il calcio, determinando l'acido ossalico dell'ossalato precipitato.

Il reattivo più adatto è risultato il seguente:

Ossalato di ammonio	gr. 40
Fosfato bisodico (crist. $12H_2O$) »	40
Acetato di ammonio »	16
Acido acetico »	9,6

acqua al volume di cm^3 1.000.

A 300-400 cm^3 di soluzione contenente i sali di calcio e magnesio, portati all'ebollizione, si aggiungono cm^3 30 della suddetta soluzione reattiva pure bollente; e dopo mezz'ora circa cm^3 120 di ammoniaca al 10 %. Il liquido così trattato si lascia in riposo per cinque o sei ore. Il precipitato formatosi si raccoglie quindi su filtro di carta liscia e lo si lava dapprima con soluzione di ammoniaca al 2 %, poi con soluzione di ammoniaca al 0,5 %.

Si lava ancora a fondo con alcool a 50° e a 90° per asportare dal precipitato l'ammoniaca, ed infine con un po' di etere etilico per togliere ogni traccia di alcool dal precipitato. Il precipitato privato dell'etere, per esposizione all'aria, si porta in un bicchiere e lo si addiziona con una quantità nota di acido solforico N/10, si diluisce con un po' di acqua distillata e si titola l'eccesso di acido impiegato con una soluzione N/10 di idrato sodico, in presenza di indicatore metilarancio.

Ogni cm^3 di acido solforico N/10 usato per la neutralizzazione corrisponde a grammi 0,001216 di magnesio.

Nello stesso bicchiere dove è stato determinato il magnesio, si determina successivamente la quantità di calcio con il noto metodo di analisi volumetrica riportato dal Treadwell.

Riporto alcuni risultati di determinazioni di calcio e magnesio eseguite con il metodo suddetto.

	Valori trovati				Valori trovati		
	in grammi				in grammi		
		Valori teorici	Errori			Valori teorici	Errori
		in grammi	%			in grammi	%
1	Ca	0,04232	0,04217	5	Ca	0,04313	0,04308
	Mg	0,02317	0,02310		Mg	0,04079	0,04083
2	Ca	0,05381	0,05360	6	Ca	0,07894	0,07901
	Mg	0,02143	0,02116		Mg	0,03287	0,03292
3	Ca	0,08688	0,08690	7	Ca	0,06287	0,06291
	Mg	0,02918	0,02892		Mg	0,01589	0,01630
4	Ca	0,07468	0,07477	8	Ca	0,09949	0,10027
	Mg	0,05827	0,05835		Mg	0,01820	0,01820

ANALISI DI ACQUE.

Accertata con le varie determinazioni l'esattezza del metodo, ho determinato il calcio e il magnesio in tre acque che scaturiscono nel Lazio: l'Acqua Marcia, l'Acqua del Peschiera e l'Acqua Acetosa del governatorato di Roma.

Per l'Acqua Marcia e l'Acqua Acetosa si conoscono i risultati di analisi assai vecchie; per l'Acqua del Peschiera esiste un'analisi eseguita in occasione del progetto del costruendo acquedotto.

Oltre che con il metodo volumetrico, ricercai il calcio e il magnesio anche per via ponderale e l'accordo dei due risultati è stato molto buono.

Prelevato un litro delle acque in esame, ho acidificato con ac. cloridrico ed evaporato in capsula a bagno maria fino al volume di 300 cm³ circa. In seguito ho operato come già sopra descritto.

ACQUA MARCIA (*prelevati litri 1*).

Analisi volumetrica	Ca gr. 0,09265; Mg gr. 0,02018
» ponderale	Ca gr. 0,0927; Mg gr. 0,0202

ACQUA DEL PESCHIERA (*prelevati litri 1*).

Analisi volumetrica	Ca gr. 0,0972; Mg gr. 0,0246
» ponderale	Ca gr. 0,0970; Mg gr. 0,0245

ACQUA ACETOSA (*prelevati litri 1*).

Analisi volumetrica	Ca gr. 0,2658; Mg gr. 0,04097
» ponderale	Ca gr. 0,2653; Mg gr. 0,04090

CONCLUSIONE.

Ogni qualvolta si debba determinare il contenuto in sali di calcio e di magnesio di un'acqua, si può sostituire, vantaggiosamente al metodo ponderale il metodo volumetrico come sopra esposto.

RIASSUNTO

Per ricercare per via volumetrica il contenuto in calcio e magnesio di un'acqua, l'autore ha precipitato successivamente, nello stesso bicchiere, il calcio e il magnesio in essa presenti, rispettivamente come ossalato di calcio e come fosfato ammonico magnesiaco.

Il magnesio è stato determinato per primo, dosando per via alcalimetrica il fosfato doppio, poi il calcio, determinando l'acido ossalico dell'ossalato relativo.

SUMMARIUM

Ut computetur volumen calcis et magnesi quae in aqua contineantur, Auctor curavit ut in eodem poculo antea calx praecipitet, deinde magnesium, concreto calcis oxalato et phosphato ammonico magnesiaco.

Magnesium primum computatur, perpendendo alcalimetrica ratione phosphato duplici; deinde calx, perpendendo oxalati acido oxalico.

Roma. — Istituto Superiore di Sanità - Laboratorio di Chimica.

BIBLIOGRAFIA

(¹) O. BRUCK, « Gravimetrische Bestimmung des Ca und seine Abtrennung von Mg », Z. An. Chem. 81 (99).

(²) P. L. HIZPARD, Journ. Ind. Eng. Chem. 11, 753 (1919).

(³) A. M. VASSILIEV e R. HENDEL, « Schnelles und Kombiniertes Bestimmungsverfahren von Ca und Mg », Zavodsk. Lab. 5 (1933); G. A. KORJENIOVSKI, « Gleichzeitige Bestimmung von Ca und Mg », Zav. Lab. 1936 T. 5; RAFFAELLI, « Determinazione volumetrica del Ca e del Mg nel latte », Ann. Chim. 1938-39.

