

Bestimmung von Kupfer komplexometrisch

Beschreibung

Die Bestimmung von Kupfer in sauren Lösungen wie z.B. Galvanikbädern erfolgt durch Titration mit dem Natriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA). Die Detektion erfolgt mit einer Cu-Elektrode. Andere komplexierbare Metalle werden mit titriert.

Für sehr niedrige Konzentrationen können stärker verdünnte EDTA-Lösungen (z. B. 0,05 oder 0,01 mol/L) verwendet werden.

Es wird nur Cu^{2+} nachgewiesen. Wenn die Probe Cu^+ enthält, muss sie durch Kochen mit HNO_3 oxidiert werden.

Die Berechnung erfolgt in $\text{g}_{\text{Cu}}/\text{L}$.

Geräte

| | |
|-----------------|------------------------------------|
| Titратор | TL 5000, TL 7000, TL 7750, TL 7800 |
| Elektrode | Cu 1100 |
| Kabel | L 1 A |
| Bezugselektrode | B 2920+ |
| Kabel | L 1 N |
| Rührer | Magnetrührer TM 235 oder ähnliche |
| Laborgeräte | Becherglas 150 ml |
| | Magnetrührstab 30 mm |

Reagenzien

| | |
|--|------------------------------------|
| 1 | Na_2EDTA 0.1 mol/l |
| 2 | Ammoniakwasser 25% |
| 3 | Ammoniumchlorid |
| 4 | Destilliertes Wasser |
| 5 | Elektrolytlösung L300 |
| Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein | |

Durchführung der Titration

Reagenzien

EDTA 0,1 mol/L

0,1 mol/L EDTA-Lösung ist als gebrauchsfertige Lösung erhältlich.

Die Titerbestimmung der EDTA - Lösung erfolgt wie in der Applikationsschrift „Titerbestimmung von EDTA“ beschrieben.

Pufferlösung pH 10

54,0g Ammoniumchlorid werden in etwas Wasser gelöst, 350ml Ammoniaklösung 25% zugegeben und mit Wasser auf 1,0l aufgefüllt.

Reinigung der Elektroden

Die Elektroden werden mit destilliertem Wasser gereinigt. Die Cu 1100 wird sauber und trocken gelagert, für die Lagerung der Bezugselektrode eignet sich die Elektrolytlösung L3004.

Probenvorbereitung

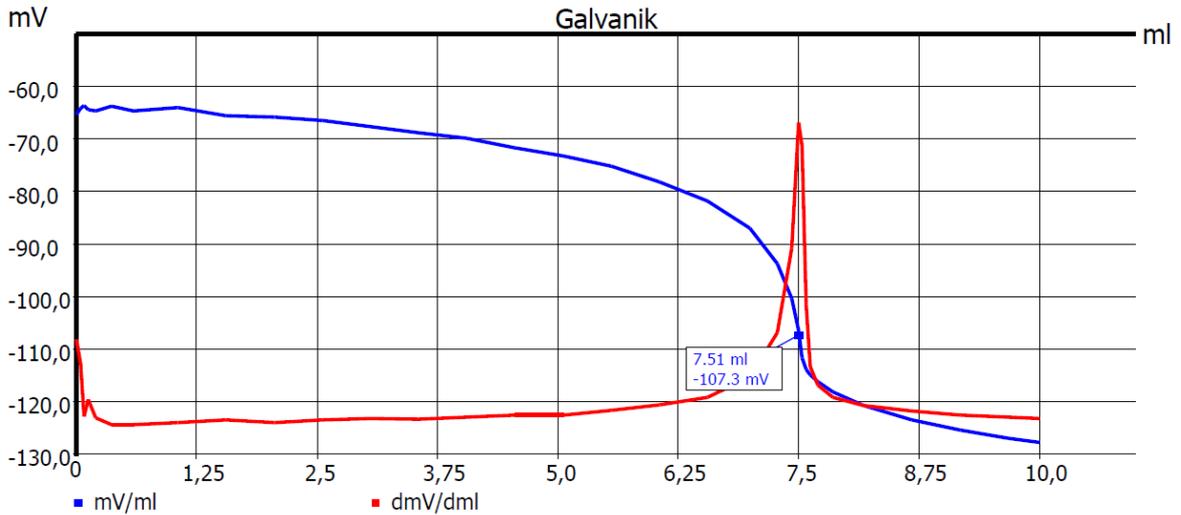
Die Probe wird in ein 150-ml-Becherglas gegeben und 5 ml (oder etwas mehr) Pufferlösung pH 10 zugegeben, bis sich der blaue Tetraamminkupfer(II)-Komplex gebildet hat (es sollte kein ausgefallenes $\text{Cu}(\text{OH})_2$ vorhanden sein). Die Mischung wird mit entionisiertem Wasser auf 80 - 100 ml aufgefüllt und mit EDTA 0,1 mol / L (oder einer niedrigeren Konzentration bei sehr geringem Cu-Gehalt) titriert. Der Verbrauch sollte bei etwa 5 - 15 ml liegen.

Die erforderliche Probenmenge kann nach dieser Faustregel abgeschätzt werden:

$$V(\text{mL}) = \frac{635 * \text{Titer} \left[\frac{\text{mol}}{\text{L}} \right]}{\text{erwarteter Cu - Gehalt} [\text{g/L}]}$$

Titrationparameter

Proben titration



| | | | |
|-----------------------------|------------------------|----------------------|-----------|
| Standardmethode | Total hardness | | |
| Methodentyp | Automatische Titration | | |
| Modus | Dynamisch | | |
| Messwert | mV | | |
| Messgeschwindigkeit / Drift | Benutzerdefiniert | Min. Wartezeit | 5 s |
| | | Max. Wartezeit | 25 s |
| | | Messzeit | 4 s |
| | | Drift | 10 mV/min |
| Startwartezeit | 5 s | | |
| Dynamik | Benutzerdefiniert | Max. Schrittweite | 0.5 ml |
| | | Steigung bei max. ml | 10 |
| | | Min. Schrittweite | 0.05 ml |
| | | Steigung bei min. ml | 70 |
| Dämpfung | keine | Titrationrichtung | fallend |
| Vortitration | aus | Wartezeit | 0 s |
| Endwert | Aus | | |
| EQ | An(1) | Steigungswert | 120 |
| Max. Titrationsvolumen | 20 ml | | |
| Dosiergeschwindigkeit | 100% | Füllgeschwindigkeit | 30 s |

Berechnung:

$$Result [g/l] = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

| | | |
|-----|-------|--|
| B | 0 | Blindwert |
| EQ1 | | Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ |
| T | WA | Exakte Konzentration des Titrationsmittels |
| M | 63,55 | Molmasse von Cu |
| V | man | Probenvolumen [ml] |
| F1 | 1 | Umrechnungsfaktor 1 |
| F2 | 1 | Umrechnungsfaktor 2 |