

# Bestimmung von Fluorid mit Lanthannitrat

## Beschreibung

Die Bestimmung des Fluorid-Gehaltes erfolgt durch Titration mit wässriger Lanthannitrat-Lösung 0.033 mol/l (0.1N). Diese Bestimmung ist für wässrige oder wasserlösliche Proben geeignet.

Bei sehr kleinen Fluorid-Gehalten kann es vorteilhaft sein, verdünntere Lanthannitrat-Lösungen zu verwenden.

Die Titration sollte bei pH 5 – 6 erfolgen. Als Puffer wird oft ein Acetatpuffer verwendet, was aber zu Überbefunden führen kann. Besser geeignet ist der hier verwendete MES – Puffer. Manchmal kann es auch vorteilhaft sein, wenn der Probe ca. 50% Isopropanol zugesetzt werden.

Die Berechnung erfolgt als mg/l Natriumfluorid.

## Geräte

|                       |                             |
|-----------------------|-----------------------------|
| Titratoren            | TL 5000, TL 7000 oder höher |
| Wechselaufsatz        | WA 20                       |
| Elektrode (Indikator) | F 1100 PLH                  |
| Kabel                 | L 1 A                       |
| Elektrode (Referenz)  | B2920+                      |
| Kabel                 | L 1 N                       |
| Rührer                | Magnetrührer TM 235 / TM 50 |
| Laborgeräte           | Kunststoffbecher 100 ml     |
|                       | Magnetrührstab 30 mm        |

## Reagenzien

|  |  |
|--|--|
| 1  | Lanthannitratlösung 0.033 mol/l        |
| 2  | 2-(N-Morpholino)ethansulfonsäure (MES) |
| 3  | Verdünnte Natronlauge                  |
| 4  | Destilliertes Wasser                   |
| 5  | Isopropanol                            |
| Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein |  |

## Durchführung der Titration

### Reagenzien

La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> – Lösung

14.3g La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> \* 6 H<sub>2</sub>O werden in einem 1l Messkolben eingewogen und mit etwas dest. Wasser gelöst. Nach dem Auflösen wird mit dest. Wasser auf 1l aufgefüllt.

Die Titerbestimmung kann mit Natriumfluorid erfolgen, es werden die gleichen Titrationsparameter wie bei der Proben titration verwendet.

MES - Puffer pH 5,5

97,6 g 2-(N-Morpholino)ethansulfonsäure werden in ca. 900 ml Wasser gelöst, der pH-Wert mit verd. Natronlauge auf pH 5,5 eingestellt und im Messkolben auf 1l aufgefüllt.

### Reinigung der Elektrode

Die Elektroden werden mit destilliertem Wasser gereinigt. Die F 1100 PLH wird trocken aufbewahrt. Für die Lagerung der B2920+ eignet sich KCl Lösung 3 mol/l oder Elektrolytlösung L 911.

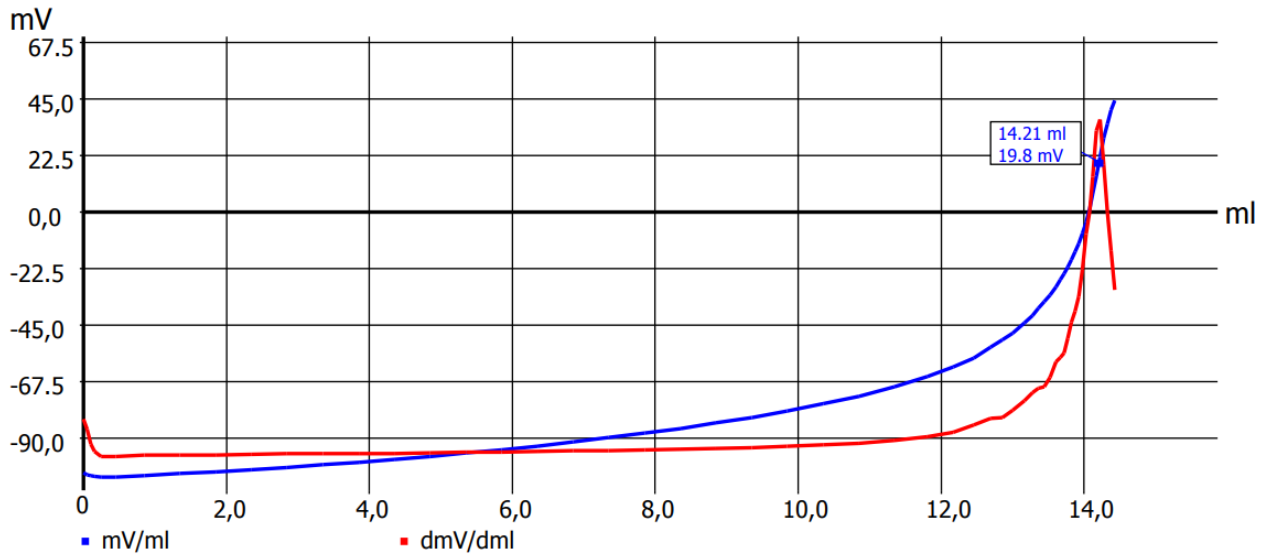
### Probenvorbereitung

Die Probe wird in einen 100 ml Kunststoffbecher eingewogen oder pipettiert und mit destilliertem Wasser auf etwa 60 ml aufgefüllt. Es werden 5 ml der MES-Pufferlösung zugegeben. Der pH-Wert sollte bei etwa pH 5,5 liegen, ggf. muss mehr Pufferlösung zugegeben werden. Anschließend wird mit La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> – Lösung 0.033 mol/l auf einen Äquivalenzpunkt titriert.

Der Verbrauch sollte bei etwa 5 – 15 ml liegen.

# Titrationparameter

## Probentitration



|                             |                        |                      |          |
|-----------------------------|------------------------|----------------------|----------|
| Standardmethode             | --                     |                      |          |
| Methodentyp                 | Automatische Titration |                      |          |
| Modus                       | Dynamisch              |                      |          |
| Messwert                    | mV                     |                      |          |
| Messgeschwindigkeit / Drift | Benutzerdefiniert      | Min. Wartezeit       | 5 s      |
|                             |                        | Max. Wartezeit       | 15 s     |
|                             |                        | Messzeit             | 3 s      |
|                             |                        | Drift                | 3 mV/min |
| Startwartezeit              | 0 s                    |                      |          |
| Dynamik                     | flach                  | Max. Schrittweite    | 0.5 ml   |
|                             |                        | Steigung bei max. ml | 10       |
|                             |                        | Min. Schrittweite    | 0.05 ml  |
|                             |                        | Steigung bei min. ml | 50       |
| Dämpfung                    | keine                  | Titrationrichtung    | steigend |
| Vortitration                | aus                    | Wartezeit            | 0 s      |
| Endwert                     | Aus                    |                      |          |
| EQ                          | An(1)                  | Steigungswert        | 60       |
| Max. Titrationsvolumen      | 20 ml                  |                      |          |
| Dosiergeschwindigkeit       | 100%                   | Füllgeschwindigkeit  | 30 s     |

Bei manchen Proben kann es vorkommen, dass die Titrationskurve sehr flach ist und der Titrator die Titration nicht am EQ beendet. In diesem Fall kann der Steigungswert für den EQ weiter verringert werden.

Zur Titerbestimmung der  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ -Lösung mit Natriumfluorid wird die Referenzsubstanz genauso behandelt wie die Probe und mit den gleichen Einstellungen titriert.

Berechnung:

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

|     |       |  |
|-----|-------|--|
| B   | 0     | Blindwert  |
| EQ1 |       | Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ       |
| T   | WA    | Exakte Konzentration des Titrationsmittels [mol/l] |
| M   | 41,99 | Molekulargewicht von Natriumfluorid                |
| V   | man   | Probenmenge [ml]                                   |
| F1  | 3000  | Umrechnungsfaktor 1                                |
| F2  | 1     | Umrechnungsfaktor 2                                |

Soll die Berechnung nicht als mg/l Natriumfluorid, sondern als mg/l F<sup>-</sup> erfolgen, so wird für M die molare Masse von F<sup>-</sup> 18,998 g/mol eingestellt.

Berechnung der Konzentration der La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> – Lösung bei der Titerbestimmung :

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

|     |       |  |
|-----|-------|--|
| B   | 0     | Blindwert  |
| EQ1 |       | Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ       |
| T   | WA    | Exakte Konzentration des Titrationsmittels [mol/l] |
| M   | 41,99 | Molekulargewicht von Natriumfluorid                |
| W   | man   | Probenmenge [g]                                    |
| F1  | 3     | Umrechnungsfaktor 1                                |
| F2  | 1000  | Umrechnungsfaktor 2                                |