

Titerbestimmung von EDTA

Beschreibung

Dieser Applikationsbericht beschreibt das allgemeine Verfahren zur Titerbestimmung von EDTA-Lösungen. Als Referenzmaterial kommt CaCO_3 oder Zink zum Einsatz.

Der Titer ist eine dimensionslose Zahl von etwa 1 zum Korrigieren der angegebenen Konzentration. In der Software der Titriergeräte und den Applikationsberichten von SI Analytics® beschreibt der Begriff "Titer" die exakte Konzentration in mol/l und nicht den dimensionslosen Faktor.

Geräte

Titratoren	TL 5000, TL 7000 oder höher
Wechselaufsatz	WA 20 (nur für TL 7000 oder höher)
Elektrode	Cu 1100 PLH, Ca 1100 PLH
Kabel	L 1 A
Bezugselektrode	B 2920+
Kabel	L 1 N
Rührer	TM 50, TM 235
Laborgeräte	Becherglas 150 ml
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Na_2EDTA - Lösung
2	Calciumcarbonat Referenzmaterial
3	Zink Referenzmaterial
4	Ammoniakwasser 25%
5	Ammoniumchlorid
6	Kupfer-EDTA Lösung 0.1 mol/l ($\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{-EDTA}$)
7	Salzsäure ca. 25%
8	Destilliertes Wasser
9	Elektrolytlösung L300
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

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 / Ca 1100 wird sauber und trocken gelagert, für die Lagerung der Bezugs elektrode eignet sich die Elektrolytlösung L300.

Probenvorbereitung

Das CaCO₃ oder Zink Referenzmaterial wird wie im zugehörigen Analysenzertifikat beschrieben getrocknet.

Die Menge des volumetrischen Standards hängt von der Größe der Bürette und der Konzentration der EDTA-Lösung ab. Die Menge sollte so gewählt werden, dass etwa die Hälfte des Bürettenvolumens verbraucht wird. Am gebräuchlichsten ist die 20 ml Bürette. Die erforderliche CaCO₃-Menge kann nach dieser Faustregel abgeschätzt werden:

$$W [g] = 1 * Konzentration[mol/l]$$

Bei kleineren Konzentrationen ist die benötigte Menge Referenzmaterial sehr gering und schwierig zu wiegen. Hier verwendet man am besten einen flüssigen Ca-Standard (z.B. 1000mg/l).

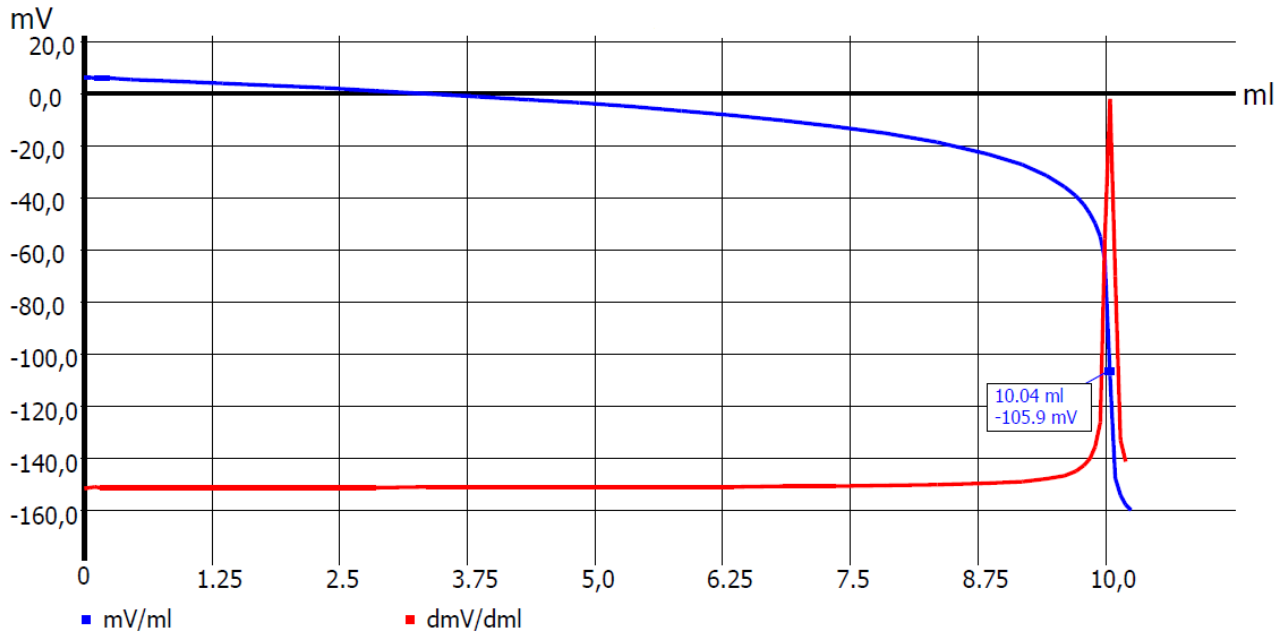
Zur Titerbestimmung einer 0,1 mol/l EDTA-Lösung werden ca. 0,1 g CaCO₃ (oder Zink) in ein 150 ml Becherglas eingewogen und ca. 4 ml HCl 25% zugegeben. Nachdem sich das CaCO₃ (oder Zink) komplett gelöst hat, wird auf 60 ml aufgefüllt und der pH-Wert mit Ammoniakwasser schwach sauer bis neutral eingestellt. Anschließend werden 5 ml Pufferlösung pH 10 und 1 ml Cu-EDTA zugegeben. Die Titration wird mit der EDTA-Lösung bis zu einem Äquivalenzpunkt durchgeführt. Der Verbrauch sollte etwa 5 - 15 ml betragen.

Wenn sich der spezifizierte Gehalt des volumetrischen Standards signifikant von 100% unterscheidet, muss die Einwaage zur Berechnung der Konzentration korrigiert werden:

$$W = \frac{\text{Probenmasse} * \text{spezifiziertem Gehalt \%}}{100}$$

Titrationparameter

Probentitration



Standardmethode	Titer EDTA		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	5 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	3 s
		Drift	5 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	120
Dämpfung	keine	Titationsrichtung	fallend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	120
Max. Titrationsvolumen	20 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Bei der Titration mit sehr niedrig konzentrierter EDTA-Lösung wird der Potentialsprung am EQ flacher. In diesem Fall sollte der Steigungswert für den EQ reduziert werden.

Berechnung:

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

B	0	Blindwert
W	man	Probenmenge [g]
F2	1000	Umrechnungsfaktor 2
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am EQ
M	100,09	Molekulargewicht von CaCO ₃
F1	1	Umrechnungsfaktor 1

Wird als Referenzmaterial statt CaCO₃ Zink verwendet, so muss für M die molare Masse von Zink mit M = 65,38 eingesetzt werden.

Das Ergebnis der Titerbestimmung sollte in mol/l direkt im Wechselaufsatz gespeichert werden.