

# Titerbestimmung von KOH in Alkohol

## Beschreibung

Dieser Applikationsbericht beschreibt das allgemeine Verfahren zur Titerbestimmung von Kalilauge in Alkohol für nicht-wässrige Titrationsen. Das Verfahren ist auch auf andere alkalische Titriermittel wie Tetrabutylammoniumhydroxid anwendbar.

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 7000, TL 7750, TL 7800   |
| Wechselaufsatz | WA 10, WA 20, WA 50         |
| Elektrode      | N 6480 eth oder ähnliche    |
| Kabel          | L 1 A                       |
| Titrierspitze  | Lange Titrierspitze TZ 1643 |
| Laborgeräte    | Magnetrührer TM 235         |
|                | Becherglas 150 oder 250 ml  |

## Reagenzien

|                                                      |                                                      |
|------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|
| 1                                                    | KOH - Lösung, von der der Titer bestimmt werden soll |
| 2                                                    | Kaliumhydrogenphthalat (KHPht) Referenzmaterial      |
| 3                                                    | Natronkalk                                           |
| 4                                                    | Destilliertes Wasser                                 |
| Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein |                                                      |

## Durchführung der Titration

### Reagenzien

#### KOH in Alkohol

KOH in Alkohol ist als fertige Maßlösung erhältlich.

Kalilauge nimmt schnell CO<sub>2</sub> aus der Luft auf und wird dadurch unbrauchbar. Die Lösung muss deshalb mit einem CO<sub>2</sub>-Absorptionsmittel wie Natronkalk vor CO<sub>2</sub> geschützt werden. Hierzu wird auf die Vorratsflasche ein mit Natronkalk gefülltes Trockenröhrchen gesteckt.

#### Kaliumhydrogenphthalat

Das Kaliumhydrogenphthalat Referenzmaterial wird getrocknet, wie in dem entsprechenden Analysezertifikat beschrieben.

### Reinigung und Handhabung der Elektroden

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser gereinigt.

Zur Aufbewahrung wird die Elektrolytlösung verwendet, mit der auch die Elektrode gefüllt ist.

### Probenvorbereitung

Die Menge des volumetrischen Standards hängt von der Größe der Bürette und der Konzentration des Titriermittels ab. Die Menge sollte so gewählt werden, dass etwa die Hälfte des Bürettenvolumens verbraucht wird. Am gebräuchlichsten ist die 20-mL-Bürette. Die benötigte Menge an KHPht kann nach dieser Faustregel abgeschätzt werden:

$$W [g] = 2 * Konzentration[mol/l]$$

Bei kleineren Konzentrationen (z.B. 0,01 mol/l) ist die benötigte Menge Referenzmaterial sehr gering und schwierig zu wiegen. Hier bedient man sich folgender Methode: eine größere Menge KHPht ( $W_{KHPht}$ ) wird in einen Kolben eingewogen. Dazu wird die 100 – 200 fache Menge destilliertes Wasser ( $W_{H_2O}$ ) gewogen und das KHPht darin gelöst. Von dieser Lösung wird zur Titration eine aliquote Menge A eingewogen. Die darin enthaltene KHPht-Menge wird nach folgender Formel berechnet:

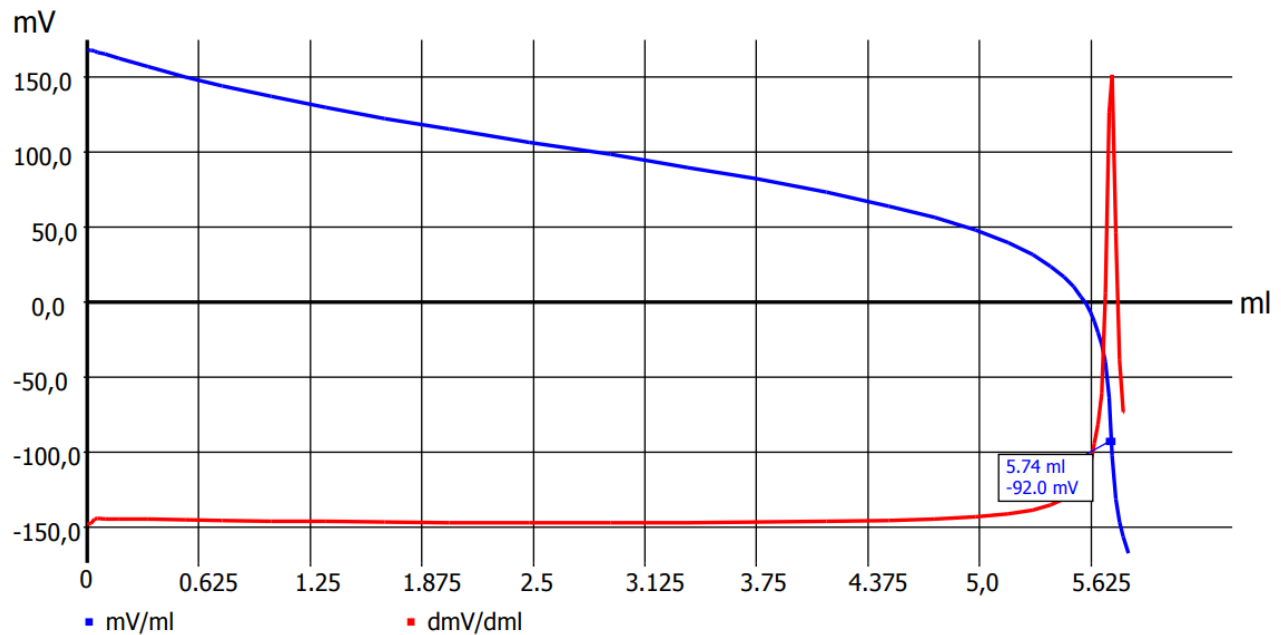
$$W [g] = \frac{W_{KHPht} [g]}{(W_{KHPht} [g] + W_{H_2O} [g])} * A [g]$$

Zur Bestimmung des Titers einer 0,1 mol/l KOH werden ca. 0,2g Referenzmaterial in ein 150 ml Becherglas auf 0,1mg genau eingewogen und mit destilliertem Wasser auf 60-80 ml aufgefüllt und mit KOH bis zu einem Äquivalenzpunkt titriert.

Weicht der angegebene Gehalt des KHPht-Referenzmaterials von 100 % ab, muss die Probenmenge zur Berechnung der Konzentration muss korrigiert werden:

$$W = \frac{Weight * spez. Gehalt \%}{100}$$

## Titrationparameter



|                             |                        |                      |           |
|-----------------------------|------------------------|----------------------|-----------|
| Standardmethode             | Titer KOH              |                      |           |
| Methodentyp                 | Automatische Titration |                      |           |
| Modus                       | Dynamisch              |                      |           |
| Messwert                    | mV                     |                      |           |
| Messgeschwindigkeit / Drift | individuell            | Min. Wartezeit       | 3 s       |
|                             |                        | Max. Wartezeit       | 15 s      |
|                             |                        | Messzeit             | 2 s       |
|                             |                        | Drift                | 10 mV/min |
| Startwartezeit              | 0 s                    |                      |           |
| Dynamik                     | steil                  | Max. Schrittweite    | 1.0 ml    |
|                             |                        | Steigung bei max. ml | 15        |
|                             |                        | Min. Schrittweite    | 0.02 ml   |
|                             |                        | Steigung bei min. ml | 230       |
| Dämpfung                    | schwach                | Titationsrichtung    | fallend   |
| Vortitration                | aus                    | Wartezeit            | 0 s       |
| Endwert                     | aus                    |                      |           |
| EQ                          | Ein(1)                 | Steigungswert        | 700       |
| Max. Titrationsvolumen      | 20 ml                  |                      |           |
| Dosiergeschwindigkeit       | 100%                   | Füllgeschwindigkeit  | 30 s      |

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   | 204,22 | Molekulargewicht von KHPht            |
| F1  | 1      | Umrechnungsfaktor 1                   |

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