

# Titerbestimmung von $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

## Beschreibung

Dieser Applikationsbericht beschreibt das allgemeine Verfahren zur Titerbestimmung von Natriumthiosulfat-Lösungen.

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
Elektrode	Pt 62, Pt 62 RG
Kabel	L 1 A
Rührer	TM 50, TM 235
Laborgeräte	Becherglas 150 ml
	Magnetrührstab 30 mm

## Reagenzien

1	Natriumthiosulfat-Lösung
2	Kaliumiodat Referenzmaterial
3	Kaliumiodid
4	Salzsäure 5%
5	Elektrolytlösung L300 (für Pt 62)
6	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

## Durchführung der Titration

### Reagenzien

Das  $\text{KIO}_3$  Referenzmaterial wird getrocknet, wie in dem entsprechenden Analysezertifikat beschrieben.

### Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser gereinigt. Für die Lagerung der Pt 62 eignet sich die Elektrolytlösung L300. Für die Pt 62 RG kann destilliertes Wasser verwendet werden.

### Probenvorbereitung

Die Menge des volumetrischen Standards hängt von der Größe der Bürette und der Konzentration der  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -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  $\text{KIO}_3$ -Menge kann nach dieser Faustregel abgeschätzt werden:

$$W [g] = 0.5 * \text{Konzentration} [mol/l]$$

Bei kleineren Konzentrationen ist die benötigte Menge Referenzmaterial sehr gering und schwierig zu wiegen. Hier bedient man sich folgender Methode: eine größere Menge  $\text{KIO}_3$  ( $W_{\text{KIO}_3}$ ) wird in einen Kolben eingewogen. Dazu wird die 100 – 200 fache Menge destilliertes Wasser ( $W_{\text{H}_2\text{O}}$ ) gewogen und das  $\text{KIO}_3$  darin gelöst. Von dieser Lösung wird zur Titration eine aliquote Menge A eingewogen. Die darin enthaltene  $\text{KIO}_3$ -Menge wird nach folgender Formel berechnet:

$$W [g] = \frac{W_{\text{KIO}_3} [g]}{(W_{\text{KIO}_3} [g] + W_{\text{H}_2\text{O}} [g])} * A [g]$$

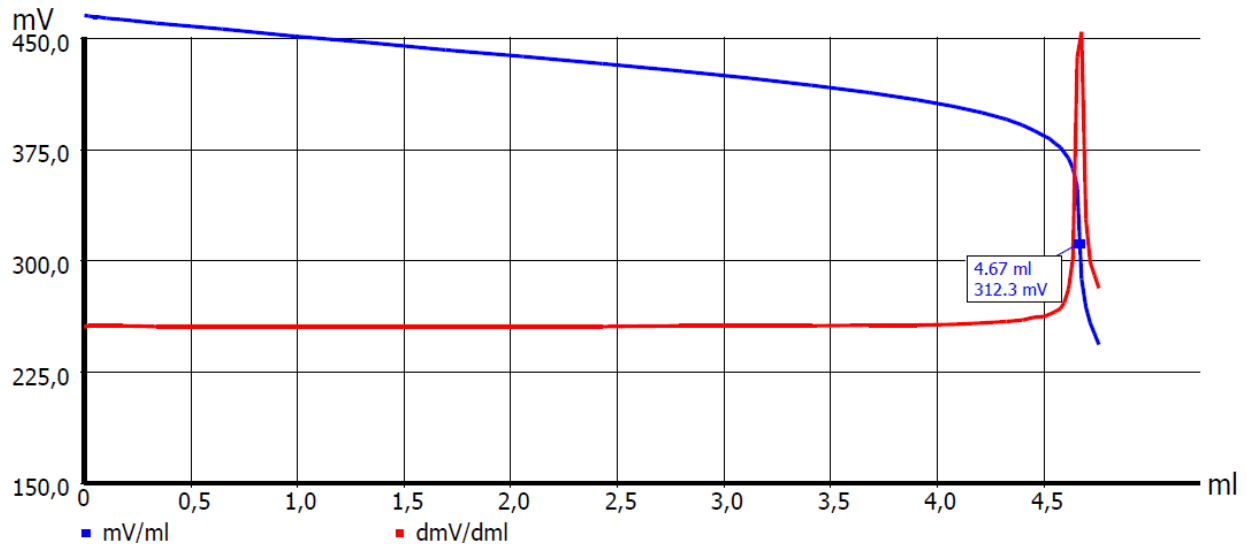
Zur Bestimmung des Titors einer 0,1 mol/l  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung werden 0,05g  $\text{KIO}_3$  Referenzmaterial in ein 150 ml Becherglas auf 0,1mg genau eingewogen und mit destilliertem Wasser auf 80 ml aufgefüllt. 5 ml HCl 5% und ca. 1g KI werden zugegeben. Die Titration wird mit der  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -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	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	3 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	3 s
		Drift	10 mV/min
Startwartezeit	0 s		
Dynamik	mittel	Max. Schrittweite	1.0 ml
		Steigung bei max. ml	10
		Min. Schrittweite	0.02 ml
		Steigung bei min. ml	120
Dämpfung	keine	Titrationrichtung	fallend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	700
Max. Titrationsvolumen	50 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Bei der Titration mit sehr niedrig konzentrierter  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -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	6	Umrechnungsfaktor 2
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am EQ
M	214	Molekulargewicht von KIO <sub>3</sub>
F1	0,001	Umrechnungsfaktor 1

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