

Bestimmung von Sulfat (mit Thorin Indikator)

Beschreibung

In dieser Applikation wird die Bestimmung von Sulfat durch Titration mit Bariumperchlorat und Thorin Indikator beschrieben.

Die Titration wird in alkoholischer Lösung durchgeführt. Die Probenlösung sollte vor der Titration min. 70% Isopropanol enthalten.

Falls sich während der Titration an der Elektrode Gasblasen sammeln, kann ein Silikonöl-freier Entschäumer oder ein nicht-schäumendes Netzmittel zugegeben werden.

Der Gehalt an Sulfat wird in mg/l berechnet.

Geräte

Titration	TL 7000, TL 7750 oder TL 7800
Elektrode	Optiline 6
Rührer	TM 235
Laborgeräte	Becherglas 100 mL
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Bariumperchlorat $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ 0,005 mol/L in Isopropanol / Wasser 80/20
2	Isopropanol
3	Perchlorsäure, verd. HClO_4
4	Thorin
6	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten von analytischer Qualität oder besser sein.	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Bariumperchlorat $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ 0,005 mol/L

$\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ 0,005 mol/L in Isopropanol / Wasser 80/20 ist als fertige Maßlösung erhältlich.
1,7 g $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ (wasserfrei) werden in 200 mL Wasser gelöst und mit Isopropanol auf 1L aufgefüllt.

Perchlorsäure verdünnt (~1mol/L)

14,3g Perchlorsäure 70% werden in ca. 80 ml Wasser gegeben und auf 100mL aufgefüllt.

Thorin-Lösung 2 g/L

0,2g Thorin werden in etwas Wasser gelöst und auf 100mL aufgefüllt.

Entschäumer-Lösung

10g Surfynol DF 110 werden mit Isopropanol auf 100ml aufgefüllt. Andere Silikon-freie Entschäumer oder nicht-schäumende Netzmittel können ebenfalls verwendet werden.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit Wasser abgespült. Die Optiline 6 wird trocken gelagert.

Vorbereitung der Probe

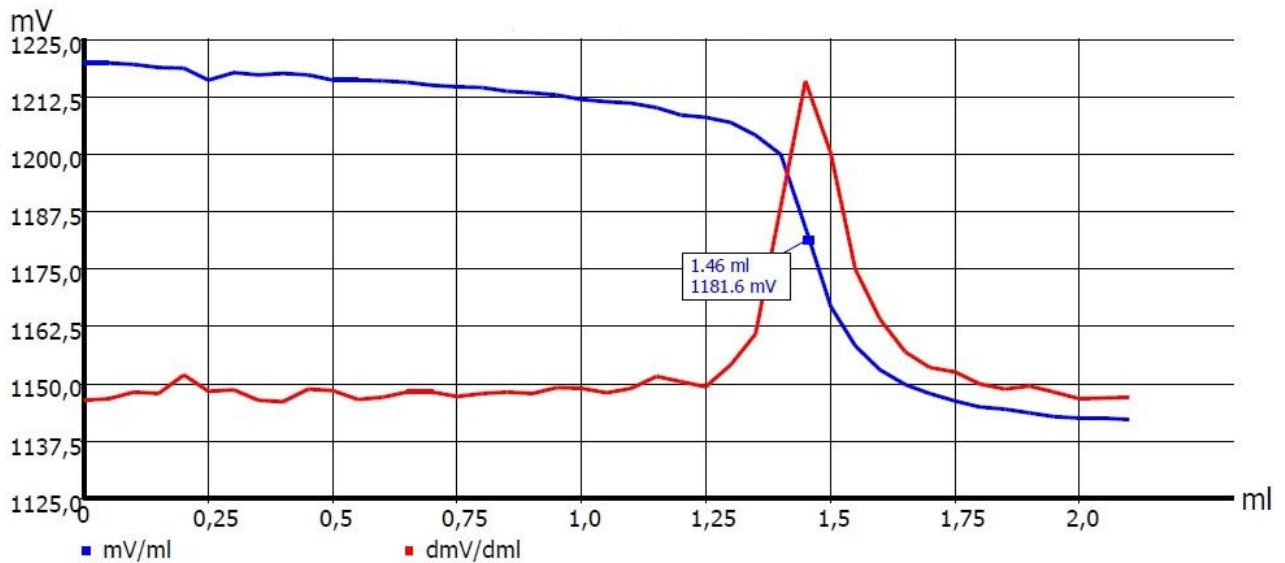
Die Probe wird in ein Becherglas pipettiert und mit dest. Wasser auf ca. 10 - 15ml aufgefüllt. Anschließend wird mit Isopropanol auf ca. 60 - 70 ml aufgefüllt und 0,5 ml verd. HClO_4 zugegeben. Bei alkalischen Proben ist mehr HClO_4 nötig. Nach Zugabe von 5 Tropfen Thorin-Lösung wird mit $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ 0,005 mol/L auf einen Äquivalenzpunkt titriert. Gegebenenfalls wird vor Start der Titration 1 Tropfen Entschäumer-Lösung zugegeben.

Die benötigte Probenmenge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

$$V(\text{mL}) = \frac{150000 * \text{Titer} \left[\frac{\text{mol}}{\text{L}} \right]}{\text{erwarteter Gehalt} \left[\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right]}$$

Titrationsparameter

Proben Titration



Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Linear		
Messwert	mV(E)		
Messgeschwindigkeit		Feste Wartezeit	10 s
Optiline 6 Einstellungen		Wellenlänge	520 nm
		Intensität	Mittel
		Glättung	Stark
Startwartezeit	0 s		
Lineare Schrittweite	0,05 mL		
Vortitration	aus	Titrationsrichtung	fallend
Endwert	Aus	Wartezeit	0 s
EQ	An (1)		
Max. Titrationsvolumen	10 mL	Steigungswert	250
Dosiergeschwindigkeit	100%		
		Füllgeschwindigkeit	30 s

Der mV(E)-Wert sollte zu Beginn der Titration < 2000 mV betragen; optimal ist ein Wert im Bereich von etwa 1000 mV. Dies lässt sich über die Intensität in den Optiline-Einstellungen einstellen.

Berechnung:

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

EQ1		Verbrauch des Titrationsmittel am ersten EQ [mL]
B	0	Blindwert
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels [mol/L]
M	96,06	Molekulargewicht von Sulfat [g/mol]
V		Probenmenge [mL]
F1	1000	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2