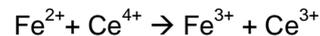


Bestimmung von Fe²⁺ neben Fe³⁺ (cerimetrisch)

Beschreibung

In Proben, die sowohl Eisen(II) als auch Eisen(III) – Ionen enthalten, lässt sich der Gehalt Fe²⁺ neben Fe³⁺ durch Titration mit Cer(IV)sulfat bestimmen.

Dabei wird das Fe²⁺ durch das Ce(IV) zum Fe³⁺ oxidiert:



Fe²⁺ kann bereits durch Luftsauerstoff oxidiert werden, deshalb sollte zügig gearbeitet werden. Die Probenlösung sollte zusätzlich durch CO₂ vor Oxidation geschützt werden, was z.B. durch Zugabe einer Spatelspitze Natriumcarbonat oder Natriumhydrogencarbonat zur (stark sauren) Probenlösung direkt im Titriergefäß erzeugt werden kann.

Soll in einer Probe, die sowohl Eisen (II) als auch Eisen (III) enthält, der gesamte Eisengehalt bestimmt werden, so muss zunächst das Fe³⁺ zu Fe²⁺ reduziert werden. Zur Reduktion des Fe³⁺ kann z.B. Zink verwendet werden.

Geräte

Titratoren	TL 5000 oder höher
Elektrode	Pt 62
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Erlenmeyerkolben 100 ml
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Cer(IV)sulfat – Lösung 0,1 mol/L
2	Schwefelsäure 25%
3	Schwefelsäure konz.
4	Elektrolytlösung L3004 (für Pt 62)
5	Natriumcarbonat
6	Zink (Pulver oder Granalien)
7	Destilliertes Wasser

Durchführung der Titration

Reagenzien

Ce(SO₄)₂ – Lösung 0,1 mol/L

40,43g Ce(SO₄)₂ x 4H₂O und 50 mL H₂SO₄ 96% werden in etwa 750 mL dest. Wasser gelöst. Nach dem Abkühlen wird die Mischung mit dest. Wasser auf 1,0 L aufgefüllt.

Ce(SO₄)₂ – Lösung 0,1 mol/L ist auch als fertige Maßlösung erhältlich.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser gereinigt. Für die Lagerung der Pt 62 eignet sich die Elektrolytlösung L300.

Probenvorbereitung Eisen (II)

Die Probe wird in ein 150 mL Becherglas pipettiert, in etwas dest. Wasser gelöst, 20 mL Schwefelsäure 25% zugegeben, mit dest. Wasser auf 80 mL aufgefüllt und eine Spatelspitze Natriumcarbonat zugesetzt.

Die Lösung wird mit Ce(SO₄)₂ 0,1 mol/L bis zu einem Äquivalenzpunkt titriert.

Die benötigte Probenmenge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

$$V(\text{mL}) = \frac{580 * \text{Titer} \left[\frac{\text{mol}}{\text{L}} \right]}{\text{erwarteter Fe - Gehalt} [\text{g/L}]}$$

Probenvorbereitung Eisen (III)

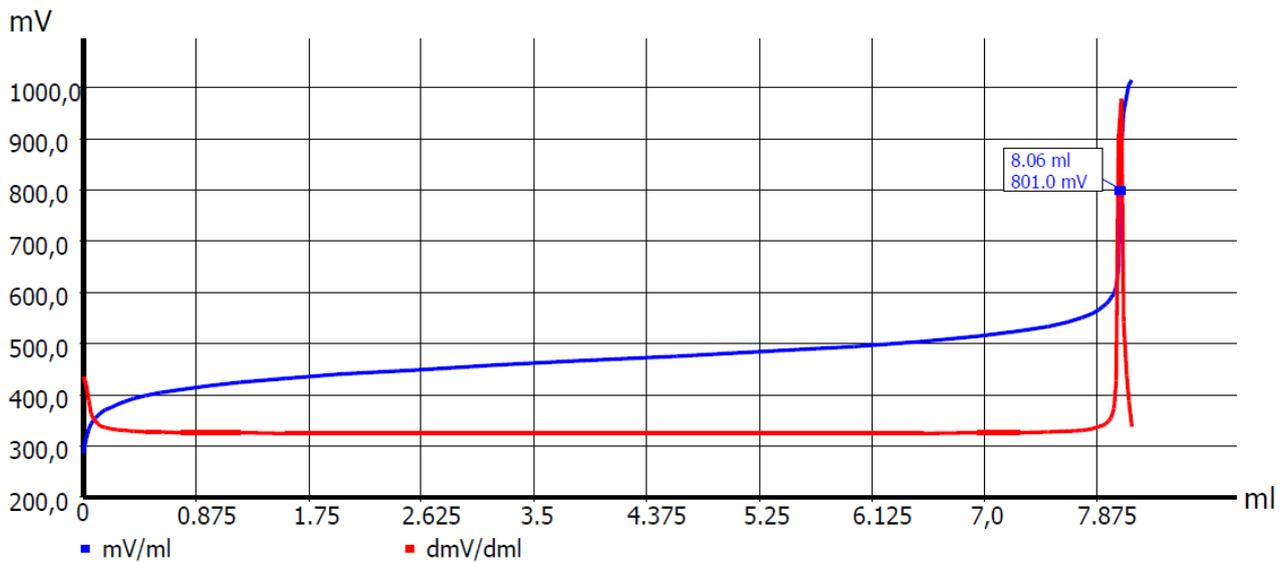
Zur Bestimmung des gesamten Eisens in der Probe, die auch Eisen (III) enthält, wird das vorhandene Eisen (III) mit Zink reduziert.

Die Probe wird in ein 150 mL Becherglas pipettiert und mit dest. Wasser auf ca. 30 mL aufgefüllt. 10 mL konz. Schwefelsäure und ca. 0,5 – 1g Zink werden zugegeben. Die Probe wird gerührt, bis sich das Zink komplett aufgelöst hat und die braune Farbe von Fe³⁺ verschwunden ist. Nicht gelöstes Zink muss vor der Titration durch Filtrieren entfernt werden.

Anschließend wird mit dest. Wasser auf 80 mL aufgefüllt und eine Spatelspitze Natriumcarbonat zugesetzt.

Die Lösung wird mit Ce(SO₄)₂ 0,1 mol/L bis zu einem Äquivalenzpunkt titriert.

Titrationparameter



Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	5 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	3 s
		Drift	10 mV/min
Startwartezeit	5 s		
Dynamik	steil	Max. Schrittweite	1.0 mL
		Steigung bei max. ml	10
		Min. Schrittweite	0.02 mL
		Steigung bei min. ml	230
Dämpfung	keine	Titrationsrichtung	steigend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	1000
Max. Titrationsvolumen	20 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

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

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	55,845	Molekulargewicht Fe
V	man	Probenvolumen [mL]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Fragen? Bitte kontaktieren Sie unser Applikationsteam:

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG, SI Analytics
Hattenbergstraße 10
D-55122 Mainz, Germany
Telefon: + 49 6131 66 5126
Fax: + 49 6131 66 5101
E-Mail: titration@si-analytics.com

SI Analytics
a xylem brand

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG · Hattenbergstr. 10 · D-55122 Mainz · Germany
Telefon: +49 6131.66. 5111 · E-Mail: Info.si-analytics@Xyleminc.com · www.si-analytics.com

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner Tochterunternehmen. Technische Änderungen vorbehalten.
© 2018 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.