

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

Titration	TL 5000 oder höher
Wechselaufsatz	WA 20 (nur für TL 7000 oder höher)
Elektrode	Pt 62 oder Pt 62 RG
Kabel	L 1 A (nur für Elektroden mit Steckkopf)
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Becherglas 150 ml
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Natriumthiosulfat-Lösungen, von der der Titer bestimmt werden soll
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 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 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 KIO_3 (W_{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 KIO_3 darin gelöst. Von dieser Lösung wird zur Titration eine aliquote Menge A eingewogen. Die darin enthaltene KIO_3 -Menge wird nach folgender Formel berechnet:

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

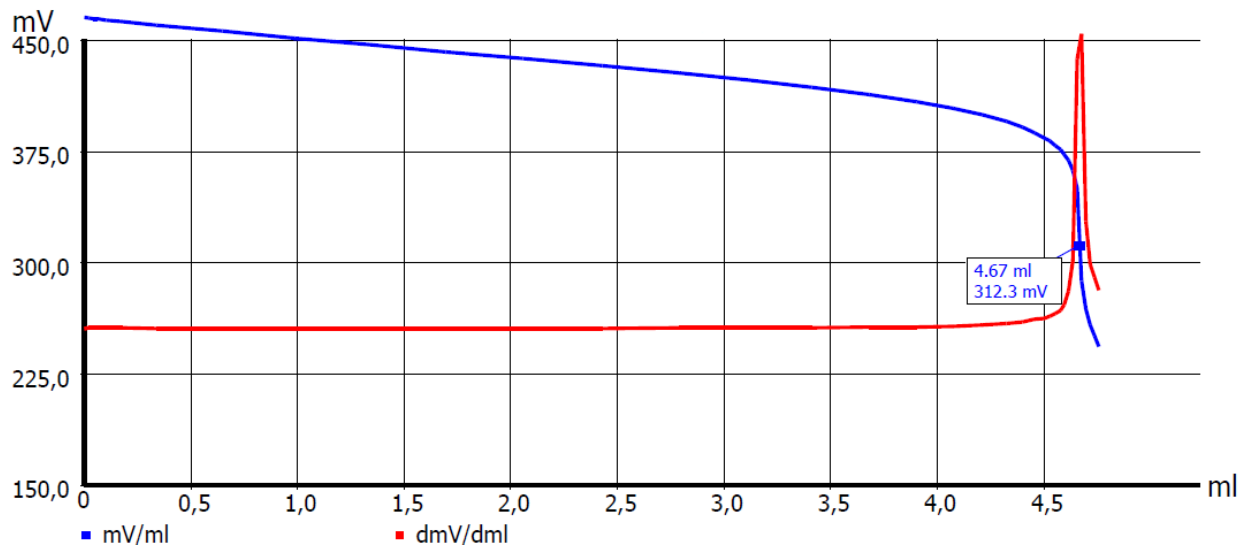
Zur Bestimmung des Titers einer 0,1 mol/l $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung werden 0,05g KIO_3 Referenzmaterial in ein 150 ml Becherglas auf 0,1mg genau eingewogen und mit destilliertem Wasser auf 80 ml aufgefüllt. 5 ml HCl 5% und ca. 1g KI werden zugegeben. Die Titration wird mit der $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -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:

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

Titrationsparameter

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 ₃
F1	0,001	Umrechnungsfaktor 1

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

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.