



Application Note AN-T-102

Standardisierung von Salzsäure mit TRIS

Korrektur-Titer verbessert die Genauigkeit der Ergebnisse

Titriermittel werden normalerweise gebrauchsfertig gekauft. Der zertifizierte Wert ist jedoch nur bei einer bestimmten Temperatur gültig, da die Dichte des Titriermittels mit der Temperatur schwankt. Mit der Zeit und vor allem nach dem Öffnen der Flasche Ihres Titriermittels ändern sich dessen Eigenschaften aufgrund der Verdunstung von Wasser und der Aufnahme von Kohlendioxid. Aus diesem Grund ist es notwendig, die genaue Konzentration Ihrer Titriermittel-Lösung regelmäßig mit einem Primärstandard zu bestimmen. Um die genannten Schwankungen zu korrigieren, wird ein so genannter "Titerfaktor" angewendet.

Im Falle von Salzsäure als Titriermittel ist der zu verwendende Primärstandard TRIS (Tris(hydroxymethyl)aminomethan). TRIS ist inert, sublimiert nicht und reagiert mit Salzsäure nach einer definierten chemischen Reaktion.

Mit den automatischen Titratoren der Marke Metrohm kann der Titer einfach und schnell bestimmt werden. Vordefinierte Berechnungsformeln, die in Metrohm-Titriergeräten bzw. -Software implementiert sind, sowie die automatische Speicherung des Titerfaktors machen die Standardisierung zu einer einfachen Aufgabe.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

TRIS mit hohem Reinheitsgrad wird für die Standardisierung von Salzsäure verwendet. TRIS wird mehrere Stunden lang in einem Trockenofen

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Eine geeignete Menge TRIS-Standard wird genau in ein Becherglas eingewogen und mit entionisiertem Wasser aufgelöst. Die Lösung wird gegen Salzsäure titriert, bis der Äquivalenzpunkt erreicht ist.

Die Probenmenge muss entsprechend dem Bürettenvolumen gewählt werden (Äquivalenzpunkt zwischen 10-90% des Bürettenvolumens).

Wird eine kleine Zylindereinheit (2 oder 5 mL) für die Titration verwendet, empfiehlt es sich, eine Stammlösung herzustellen und ein Aliquot davon für die Titration zu verwenden. Dies erhöht die Genauigkeit für diese Büretten.

getrocknet und anschließend in einem Exsikkator auf Umgebungstemperatur abgekühlt.

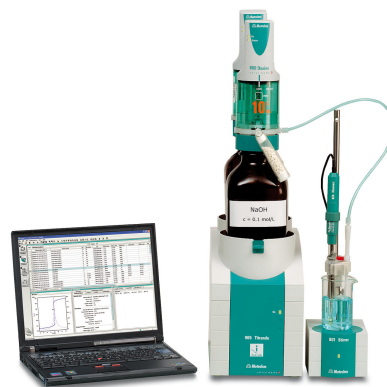


Abbildung 1. 905 Titrando mit tiamo. Beispielaufbau für die Titerbestimmung von Salzsäure.

ERGEBNISSE

Eine sechsfache Bestimmung ergab einen mittleren Titerwert von 1,0069 mit einer absoluten Standardabweichung von 0,0037 und einer relativen Standardabweichung von 0,37 %.

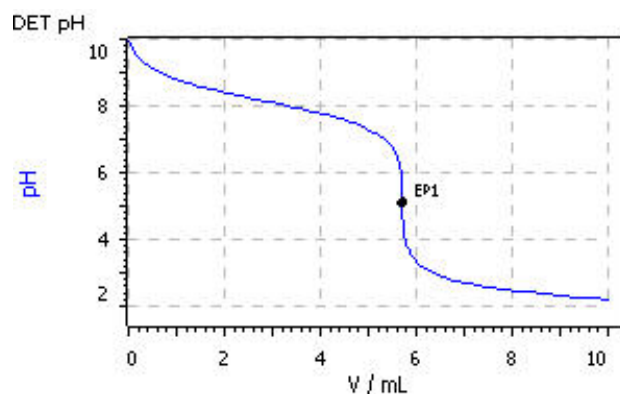


Abbildung 2. Beispielkurve für eine Titerbestimmung von Salzsäure mit TRIS als Primärstandard.

FAZIT

Die Bestimmung des Titers von Salzsäure erfolgt schnell und reproduzierbar.

Die einfache, schnelle und präzise Titerbestimmung mit automatischen Titratoren von Metrohm führt zu zuverlässigen Titrationsanalysen. Vordefinierte

Berechnungsformeln, die in diesen Titratoren bzw. in der Software implementiert sind, sowie die automatische Speicherung des Titerfaktors machen die Standardisierung zu einer einfachen Aufgabe.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



905 Titrando

High-end-Titrator für die potentiometrische Titration mit einem Messinterface zur Verwendung mit den Dosino-Dosierungssystemen.

- bis zu vier Dosier-Systemen des Typs 800 Dosino
- dynamische (DET), monotone (MET) und Endpunkttitration (SET)
- Messung mit ionenselektiven Elektroden (MEAS CONC)
- Dosierfunktionen mit Überwachung, Liquid Handling
- vier MSB-Anschlüsse für zusätzliche Rührer oder Dosier-Systeme
- intelligente Elektroden "iTrode"
- USB-Anschluss
- Verwendung mit OMNIS-Software, *tiamo*-Software oder Touch Control
- Erfüllt GMP/GLP- und FDA-Anforderung wie 21 CFR Part 11, falls erforderlich



Unitrode

Kombinierte pH-Elektrode für die pH-Titration. Sie eignet sich besonders für:

- pH-Titrationen in schwierigen, viskosen oder alkalischen Proben
- bei erhöhter Temperatur

Das Festschliffdiaphragma ist gegen Verschmutzung unempfindlich.

Referenzelektrolyt: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol / L}$, Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung.

Alternativ: Referenzelektrolyt für Titrationen bei $T > 80^\circ\text{C}$: Idrolyt, Aufbewahrung in Idrolyt.