



PROTOKOLL ANALYTIK

Versuch 1.5

Redoxtitration

Bestimmung des Wassergehalt von Flüssigkeiten und Feststoffen
(Iodometrie)

Gruppe 2.4 (BCUC4)

Teilnehmer:

Willy Messerschmidt
Roman-Luca Zank

Datum der Versuchsdurchführung: 29.05.2020 (Online)

Abgabedatum: ???

Merseburg den 10. Juni 2020

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	2
1.1	Aufgaben:	2
2	Theorie	2
2.1	Art der Titration	2
2.2	Konkrete chemische Reaktion	2
2.3	Unterschied zwischen biamperometrischer und bivoltametrischer Titration .	2
3	Geräte und Chemikalien	3
4	Durchführung	3
5	Ergebnisse und Berechnungen	4
5.1	Manuelle Berechnung der relativen Standardabweichung	5
5.2	Manuelle Titerbestimmung	5
5.3	Manuelle Bestimmung des Wassergehaltes	5
6	Diskussion	5
6.1	Bedeutung der Driftkorrektur	5
6.2	Bewertung der Feuchtigkeit	6
6.2.1	Isopropanol	6
6.2.2	Polyamid	6
6.2.3	Risiken von Wasser bei der Polymerverarbeitung	6
7	Fehlerbetrachtung	6
	Anhang	7
	Literaturverzeichnis	7

1 Einleitung

Der Wassergehalt von flüssigen und festen Werk-, Betriebs- und Hilfsstoffen muss für ihre technische Anwendung in vielen Bereichen gemessen werden. Ein Bestimmungsverfahren stellt dabei die KARL-FISCHER-Titration dar. Im Verlauf des hier beschriebenen Praktikumsversuches wurde eine Flüssigkeitsprobe und eine Feststoffprobe analysiert.

1.1 Aufgaben:

- Versuchen Sie den angezeigten bzw. Ausgedruckten Titer (mg Wasser/mg Titrierlösung) nachzurechnen. Können Sie die Berechnung nachvollziehen ?

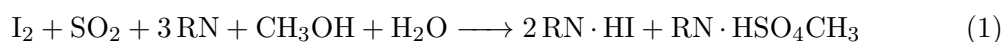
2 Theorie

2.1 Art der Titration

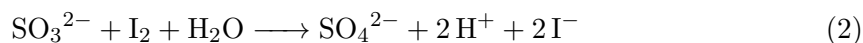
Die in diesem Versuch angewendete Art der Titration ist eine Redoxtitration. Redox titration zeichnen sich dadurch aus, dass sie auf einer Redoxreaktion beruhen. Redoxreaktionen sind die chemische Reaktion mit Elektronenübergang bei der ein Oxidationsmittel mit einem Reduktionsmittel reagiert.[1] Bei einer Titration handelt es sich um eine Methode zur quantitativen Analyse einer Probe. Es wird die Konzentration eines Analyten bestimmt, indem dieser mit dem zudosierten Titriermittel zur Reaktion gebracht wird.[2] Die bekannte Konzentration des Titriermittels erlaubt anschließend, unter Annahme eines vollständigen Stoffumsatzes, die Berechnung der ursprünglichen Analytkonzentration. Der Punkt, an welchem die Reaktion des Titriermittels mit dem Analyten abgeschlossen ist, heißt Äquivalenzpunkt und kann auf eine Vielzahl von Wegen erkannt werden. Im hier betrachteten Falle kommt die bivalentmetrische Indikation zum Einsatz. Deren Funktion ist im Kapitel 2.3 in aller Kürze dargestellt.

2.2 Konkrete chemische Reaktion

Die hier angewendete Redoxreaktion beruht auf der Reduktion von Iod. Daher auch der Name Iodometrie. Die zusammengefasste Reaktionsgleichung ist als Gleichung (1) nachfolgend aufgeführt. Dabei steht RN stellvertretend für die organische Base Imidazol.



Die zugrundeliegende Redoxreaktion ist in Gleichung (2) dargestellt. Aus ihr geht der Zusammenhang zwischen dem Vorhandensein von Wasser und der Reduktion des Iodes hervor.



2.3 Unterschied zwischen biamperometrischer und bivalentmetrischer Titration

Die Biamperometrie beruht auf der Messung des fließenden Stromes bei konstanter Spannung. Bei der Bivalentmetrie ist es genau umgekehrt. Die Spannung wird bei konstanter Stromstärke gemessen.[3][4]

3 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- Trockenofen Mettler-Toledo DO-302
- Waage
- Titrator T50, KARL-FISCHER-Titrator (Fa. Mettler)
- Computer
- Mikroliterspritze

Proben/Chemikalien:

- KARL-FISCHER-Reagenz (Einkomponentig)
- deionisiertes Wasser
- Isopropanol (2-Propanol)
- Polyamid

4 Durchführung

Tatsächlich wurde das Praktikum nicht durch die Autoren dieses Protokolls durchgeführt. Aus diesem Grund wird an dieser Stelle auf die Beschreibung der Versuchsdurchführung in der angehängten Praktikumsanweisung verwiesen.

5 Ergebnisse und Berechnungen

Tab. 1: Messwerte zur Titerbestimmung

Probengröße Wasser [g]	Konz. [$\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$]	Ti- ter	DRIFT [$\frac{\mu\text{g}}{\text{min}}$]	DRIFT-V [$\frac{\mu\text{L}}{\text{min}}$]	Dauer [min]	V_{EQ} [mL]
0,005	4,810	0,962	4,3	0,7	1,55	1,041
0,005	5,190	1,038	1,1	0,2	1,37	0,964
0,005	5,682	1,136				
Mittelwert	5,227	1,045				
Standard- abweichung	0,437	0,087				
rel.Strd.abweichung	8,36%	8,36%				

Tab. 2: Messwerte zur Isopropanol-Probe

Probengröße Isopropanol [g]	m% H_2O	m(H_2O) [mg]	DRIFT [$\frac{\mu\text{g}}{\text{min}}$]	DRIFT-V [$\frac{\mu\text{L}}{\text{min}}$]	Dauer [min]	V_{EQ} [mL]
0,4037	0,0036	0,0145	28,6	5,5	1,18	0,00925
0,3716	0,3553	1,2303				
Mittelwert	0,180	0,667				
Standard- abweichung	0,249	0,923				
rel.Strd.abweichung	138,55%	138,34%				

Tab. 3: Messwerte zur Isopropanol-Probe/2-Propanol

Probengröße Isopropanol [g]	m% H_2O	m(H_2O) [mg]
0,7401	0,0435	0,3219
0,08851	0,0384	0,3399
0,9157	0,0431	0,3947
0,9442	0,0379	0,3579
Mittelwert	0,0407	0,3536
Standardabweichung	0,0030	0,0311
rel.Strd.abweichung	7,33%	8,79%

Tab. 4: Messwerte zur Polyamid-Probe

Probengröße Polyamid [g]	m% H_2O	m(H_2O) [mg]
0,1996	2,3217	4,6341
0,2028	1,9189	3,8915
Mittelwert	2,1203	4,2628
Standardabweichung	0,2848	0,5251
rel.Strd.abweichung	13,43%	12,32%

5.1 Manuelle Berechnung der relativen Standardabweichung

Die manuelle Berechnung der relativen Standardabweichung erfolgt analog der Gleichung (3).

$$\begin{aligned}s_{rel} &= \frac{s}{\bar{x}} \\ &= \frac{0,2848\%}{2,1203\%} \\ &= 0,134321 = \underline{\underline{13,43\%}}\end{aligned}\quad (3)$$

5.2 Manuelle Titerbestimmung

Die Berechnung des Titers f der KF-Lösung ist in Gleichung (4) beispielhaft für ein Wertepaar dargestellt. Die verwendeten Werte entstammen der ersten Zeile der Tabelle 1.

$$\begin{aligned}f &= \frac{c_{ist}}{c_{soll}} \\ &= \frac{\frac{m_{Probe} + Drift \cdot Dauer}{V_{EQ} + Drift \cdot V}}{c_{soll}} \\ &= \frac{\frac{0,005 \text{ g} + 4,3 \frac{\mu\text{g}}{\text{min}} \cdot 1,55 \text{ min} \cdot 10^{-6}}{1,0405 \text{ mL} + 0,7 \frac{\mu\text{L}}{\text{min}} \cdot 1,55 \text{ min} \cdot 10^{-3}}}{5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}} \cdot 10^3 \\ &= \underline{\underline{0,9614}}\end{aligned}\quad (4)$$

5.3 Manuelle Bestimmung des Wassergehaltes

Beispielhaft wird nachfolgend in Gleichung (5) die manuelle Berechnung des Wassergehaltes der flüssigen Probe Isopropanol dargestellt. Dazu wurden Messwerte der Tabelle 2 für die Berechnung verwendet. Für den Titer wurde der Mittelwert aus Tabelle 1 genutzt.

$$\begin{aligned}Wassergehalt[\%] &= \frac{(V_{EQ} + t \cdot DRIFTV) \cdot \bar{c} + DRIFT \cdot t}{m_{Probe}} \\ &= \frac{(0,00925 \text{ mL} + \frac{1,18 \text{ min} \cdot 5,5 \frac{\mu\text{L}}{\text{min}}}{1000}) \cdot 5,22732 \frac{\text{mg}}{\text{mL}} + \frac{28,6 \frac{\mu\text{g}}{\text{min}} \cdot 1,18 \text{ min}}{1000}}{1000 \cdot 0,4037 \text{ g}} \cdot 100\% \\ &= \underline{\underline{0,028741\%}}\end{aligned}\quad (5)$$

6 Diskussion

6.1 Bedeutung der Driftkorrektur

Der Drift wurde als linearer Zusammenhang vom Messgerät durch Kalibrierung erfasst. Die Einbeziehung des Massen- und Volumendriffs erlaubt es die wiederkehrende Abweichung des Messgerätes zu berücksichtigen und damit eine größere Genauigkeit des erhaltenen Ergebnisses. Eine absolute Abweichung wird dabei durch Multiplikation mit der Messdauer erhalten.

6.2 Bewertung der Feuchtigkeit

6.2.1 Isopropanol

Die Feuchtigkeitsmesswerte des Isopropanols sind in der Tabelle 2 einzusehen. Der mittlere gemessene Wassergehalt von 0,0407% ist sehr gering. Isopropanol ist in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar.[5] Daher ist der Wassergehalt plausibel. **nicht plausibel !**

6.2.2 Polyamid

Die Feuchtigkeitsmesswerte des Polyamids sind in der Tabelle 4 einzusehen. Der mittlere gemessene Wassergehalt von 2,1203% ist deutlich höher als beim Isopropanol. **Was sagt mir das jetzt**

6.2.3 Risiken von Wasser bei der Polymerverarbeitung

Die gebräuchlichsten Alltagspolymere sind Thermoplaste. Sie werden zur Verarbeitung und Umformung meist erwärmt. Enthaltenes Wasser verdampft dabei. Kann es nicht entweichen, so baut sich Druck auf. Dieser Druck könnte Verarbeitungsmaschinen wie etwa Strangpressen mechanisch bis zur Zerstörung belasten. Wasserdampf kann für Korrosion an ungeschützten Stahlteilen sorgen. Austretender Wasserdampf oder herausgeschleudeter heißer Kunststoff kann auch Personen durch Verbrennungen schädigen. Wasser wirkt, als polare Substanz, außerdem als Trennmittel für den Kunststoff. Daher kann enthaltenes Wasser auch für Fehlstellen im Material verantwortlich sein. **nochmal mit Vorbereitung ergänzen**

7 Fehlerbetrachtung

Die zur Auswertung zugeteilten Werte waren zum Teil kaum auswertbar. Daher sind in den Tabellen des Kapitels 5 sind einige Lücken zu erkennen. Die Auswertung der Messungen einiger Ethanol-Proben wurde unmöglich. Teilweise sind Messergebnisse auch nicht nachvollziehbar. So zum Beispiel die enorme Differenz zwischen den Messungen der Isopropanol-Probe in Tabelle 2. Unklar ist warum man für den gleichen Stoff, 2-Propanol, auch Isopropanol genannt, zwei unterschiedliche Namen verwendet und sie in separaten Versuchen untersucht hat.

Dadurch, dass der Versuch nicht von den Autoren selbst durchgeführt wurde sind Rückschlüsse auf eventuell geschehene Missgeschicke oder grobe Anwendungsfehler, die die gefundenen Diskrepanzen erklären könnten, kaum mehr möglich.

Messungenauigkeiten der Waage und der Mikroliterspritze können, wie auch Messfehler des Titrators, einen gewissen Fehler verursacht haben. Viel entscheidender erscheinen allerdings die Anwendungsfehler. Diese erstrecken sich von Übertragungsfehlern zu Abweichungen in der Handlungsreihenfolge oder der nicht-Einhaltung von vorgegebenen Zeiten und Hinweisen.

Ebenfalls ist nicht klar ob bei der Analyse mit der Ofentechnik alle Bauteile, die die Probe enthalten, luftdicht verschlossen waren. War dies nicht gegeben, könnte der Wassergehalt durch Wasserverlust an die Umgebung oder zusätzliche Luftfeuchte verfälscht werden.

Auch verunreinigte oder überalterte Geräte und Chemikalien könnten Abweichungen verursacht haben.

Literatur

- [1] HELMENSTINE, Anne Marie: *Redox Titration Definition (Chemistry)*. Version: Feb. 11, 2020. <https://www.thoughtco.com/definition-of-redox-titration-604635>, Abruf: 05.06.2020
- [2] FA.METTLER-TOLEDO: *Titration*. <https://www.mt.com/de/de/home/library/FAQ/lab-analytical-instruments/titration.html>, Abruf: 05.06.2020
- [3] DICKENHORST, B.: *Biamperometrie*. <http://www.bdsoft.de/demo/index.htm?/demo/chemie/analytik/elektrochemisch/biamperometrie.htm>, Abruf: 05.06.2020
- [4] DICKENHORST, B.: *Bivoltametrie*. <http://www.bdsoft.de/demo/index.htm?/demo/chemie/analytik/elektrochemisch/bivoltametrie.htm>, Abruf: 05.06.2020
- [5] *2-Propanol*. <https://www.chemie.de/lexikon/2-Propanol.html>, Abruf: 09.06.2020