

Application Bulletin

Von Interesse für: Allgemein, Pharma, Lebensmittel, Dünger, Zement

G 1, 4, 7, 11, 15

Bivoltametrische Titration von Kalium und/oder Ammonium

Zusammenfassung

Kalium (oder Ammonium) wird mit Natriumtetraphenylborat gefällt und der Reagensüberschuss mit Thallium(I) zurücktitriert. Die Endpunktsindikation erfolgt bivoltametrisch. Ammonium wird in saurer Lösung miterfasst, kann aber durch vorheriges Auskochen aus alkalischer Lösung entfernt werden. Es werden Methoden zur Bestimmung von Kalium neben grösseren Überschüssen an Natrium, Ammonium, Calcium und Magnesium angegeben.

Geräte und Zubehör

- Titrino 702 oder 716 oder 736 oder 751 oder 785 oder Titroprocessor 726 mit Dosino 700 oder Dosimat 685
- Magnet-Schwenkrührer 2.728.0040
- Wechseleinheit(en) 6.3014.223
- Doppel-Pt-Draht-Elektrode 6.0308.100 mit Elektrodenkabel 6.2104.020

Reagenzien

- Kaliumstandard:
1.9068 g KCl p.a. (bei 120 °C getrocknet) werden in dest. H₂O gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt.
1 mL = 1 mg Kalium
- Fällungsmittel, c(STPB) = 0.02 mol/L:
6.8446 g Natriumtetraphenylborat werden in dest. H₂O gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt.
- Titriermittel, c(TiNO₃) = 0.02 mol/L:
5.3274 g TiNO₃ werden in dest. H₂O gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt. Die Titerstellung erfolgt gegen Kaliumstandard.
- Natronlauge: c(NaOH) = 2 mol/L
- Salzsäure: c(HCl) = 2 mol/L

Analysen

1. Kalium allein oder in Gegenwart von Natrium und/oder Magnesium

Ein Probeneinmass, das 1 ... 5 mg Kalium enthalten soll, wird mit dest. H₂O auf ca. 20 mL aufgefüllt. Man versetzt mit 10.0 mL STPB, gibt 2 mL NaOH dazu und titriert den STPB-Überschuss im Modus MET Ipol (2 µA) mit TINO₃ zurück. Geräteparameter siehe Abb. 1. Auf die gleiche Art wird ein Blindwert der STPB-Lösung bestimmt und unter der „Common Variablen“ C30 abgespeichert.

Berechnung:

$$1 \text{ mL } c(\text{STPB}) = 0.02 \text{ mol/L} = 0.782 \text{ mg K}^+$$

$$\text{mg/Einmass K}^+ = (\text{C30} - \text{EP1}) * \text{C01}$$

$$\text{C01} = 0.782$$

$$\text{C30} = \text{Blindverbrauch für 10.0 mL STPB-Lösung}$$

2. Kalium neben Calcium

Hier ist es sehr wichtig, dass mit einem genügend grossen NaOH-Überschuss gearbeitet wird, damit alles Calcium als Ca(OH)₂ gefällt wird. In den meisten Fällen sollte eine Zugabe von 5 mL NaOH genügen. Vorgegangen und berechnet wird wie unter 1. beschrieben.

3. Kalium neben Ammonium

Die Probe wird vor der Fällung mit 1 mL HCl versetzt. Dann gibt man 10.0 mL STPB zu, lässt 1 min reagieren und versetzt mit 3 mL NaOH. Anschliessend titriert man den STPB-Überschuss mit TINO₃ zurück und erfasst damit die Summe von Kalium und Ammonium.

Ein zweites, gleiches Probeneinmass wird mit 3 ... 5 mL NaOH versetzt und 5 min ausgekocht. Das verdampfte Wasser wird während des Siedens immer wieder ergänzt. Nach dem Abkühlen versetzt man mit 10.0 mL STPB und titriert dessen Überschuss mit TINO₃ zurück.

Berechnung:

$$1 \text{ mL } c(\text{STPB}) \text{ oder } c(\text{TINO}_3) = 0.02 \text{ mol/L} = 0.361 \text{ mg NH}_4^+$$

$$\text{RS1} = (\text{C30} - \text{EP1}); \text{ mL 1. Titration}$$

$$\text{RS2, mg/Einmass NH}_4^+ = \text{RS1} - (\text{C30} - \text{EP1}^*) * \text{C02}$$

$$\text{EP1}^* = \text{mL 2. Titration}$$

$$\text{C02} = 0.361$$

Bemerkungen

- Die Bestimmung wird durch starke Oxidationsmittel, Iodid, Sulfid und in leicht saurer Lösung durch Ag⁺, Hg²⁺, Au³⁺ und Cu²⁺ gestört.
- Keine Störungen werden durch Acetat, Chlorid, Nitrat, Sulfat und Phosphat verursacht.
- Nach jeder Titration werden die Pt-Stifte mit einem weichen Papiertuch (Kleenex) gereinigt. (Während der Titration bildet sich auf einem der Stifte ein brauner Niederschlag, der vor der nächsten Titration entfernt werden muss).

Literatur

- Schmidt, H.J.
Massanalytische Bestimmung des Kaliums nach der Dead-Stop-Methode
Fresenius, J. Anal. Chem. 157, (1957) 321 - 338

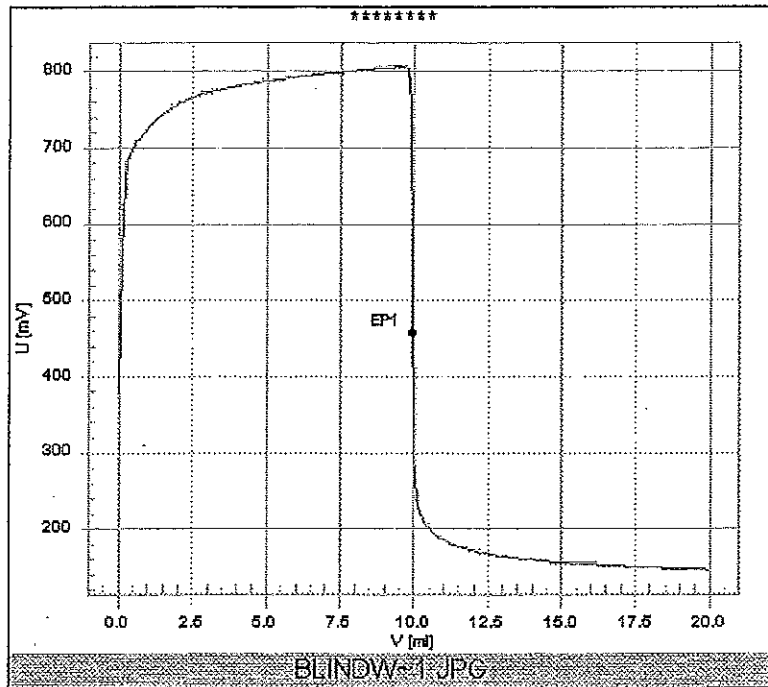
- Amos,W.R. / Sympson,R.F.
Amperometric titration of potassium with sodium tetrphenylborate
Anal.Chem. 31, (1959) 133 - 135
- Grubitsch,H.
Ueber eine amperometrische Schnellbestimmung von Kalium in Zement
Fresenius, J.Anal.Chem. 209, (1965) 313 - 321
- Pucher,S.
Volumetric determination of potassium in cement analysis with polarization current titration
Zement-Kalk-Gips 19, (1966) 282 - 285

Abbildungen

```

'pa
736 GP Titrimo      04268 736.0011
date 99-09-14      time 10:29   8
MET Ipol          *****
parameters
>titration parameters
  V step           0.10 ml
  titr.rate        max. ml/min
  signal drift     OFF mV/min
  equilibr.time    5 s
  start V:         OFF
  pause           0 s
  dos.element:    internal D0
  I(pol)          2 µA
  electrode test:  OFF
  temperature     25.0 °C
>stop conditions
  stop V:         abs.
  stop V          20 ml
  stop U          OFF mV
  stop EP         9
  filling rate    max. ml/min
>statistics
  status:         OFF
>evaluation
  EPC            30 mV
  EP recognition: all
  fix EP1 at U   OFF mV
>preselections
  req.ident:      OFF
  req.smpl size:  OFF
  activate pulse: OFF
  =====
    
```

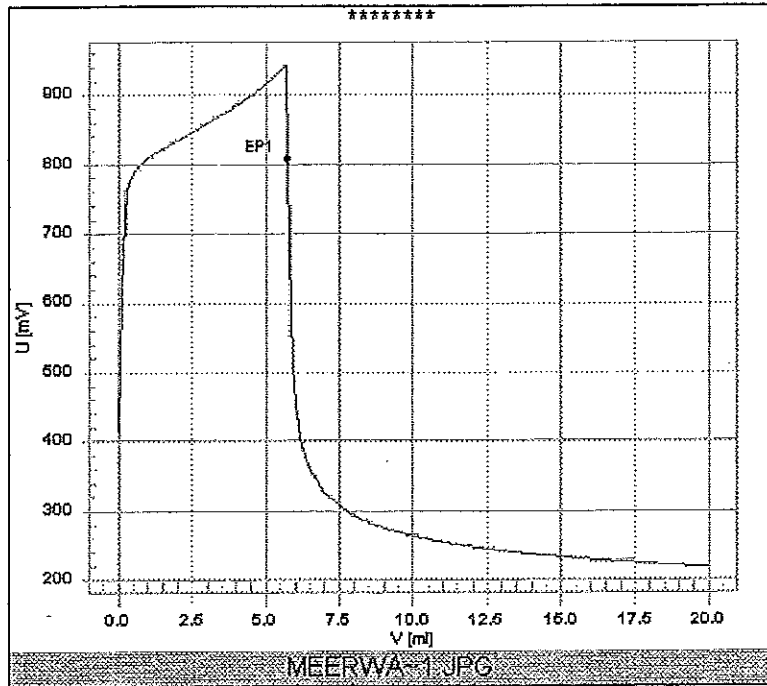
Abb. 1 Parameter Titrimo



```
'fm
736 GP Titrimo      04268 736.0011
date 99-09-14      time 10:30   8
MET Ipol          *****
>calculations
K+=(C30-EP1)*C01/C00;4;mg/ml
C00=                0.5
C01=                0.782
C30=                10
=====
```

```
'fr
736 GP Titrimo      04268 736.0011
date 99-09-14      time 10:29   8
U(init)          190 mV MET Ipol*****
smpI size        0.5 ml
EP1              9.966 ml      457 mV
K+               0.0532 mg/ml
stop V reached
=====
```

Abb. 2 Blindwert (C30) STPB, Titrationskurve und Resultatblock



```
'fm
736 GP Titrimo      04268 736.0011
date 99-09-14      time 11:00  9
MET lpol          *****
>calculations
K+=(C30-EP1)*C01/C00;4;g/l
C00=              10
C01=              0.782
C30=              9.966
-----
```

```
'fr
736 GP Titrimo      04268 736.0011
date 99-09-14      time 11:00  9
U(init)          231 mV MET lpol*****
smpl size        10 ml
EP1              5.750 ml      808 mV
K+               0.3297 g/l
stop V reached
-----
```

Abb. 3 Titrationkurve und Resultatblock Kaliumbestimmung in Meerwasser