

Maßanalytische Bestimmung von Chlorat

Hier wird die maßanalytische Bestimmung von Chlorat gezeigt. Es handelt sich um eine iodometrische Titration. Als Maßlösung dient 0,1 N Natriumthiosulfatlösung.

Geräte:

Analysenwaage, 100ml-Messkolben, Bürette, Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen (200-250 ml), Messzylinder 10 ml und 25 ml, Vollpipette 10 ml, Uhr

Chemikalien:

Natriumthiosulfatlösung 0,1 N

Kaliumiodid

Stärkelösung 1 %

Kaliumbromid

konzentrierte Salzsäure (32 %) (C)



Durchführung:

Von der zu analysierenden Substanz werden geschätzte 10 - 20 mval in 10 ml Lösung eingesetzt. Ich habe technisches Natriumchlorat analysiert. Das Gebinde trägt die Bezeichnung: „Natriumchlorat 65 %“. Es wurden 1000,0 mg abgewogen und im Messkolben zu 200,0 ml gelöst.

Von der Analysenlösung werden mit der Vollpipette 10,0 ml (hier entsprechend 50 mg Substanz) in einen 200 ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen gegeben und darin 1 g Kaliumbromid gelöst. Nach Zugabe von 25 ml Salzsäure 32 % wird der Stopfen aufgesetzt und das Gefäß verschlossen 5-6 Minuten stehen gelassen. Während dieser Zeit färbt sich die Mischung durch ausgeschiedenes Brom braungelb. Nach Ablauf der Reaktionszeit gibt man eine frisch bereitete (!) Lösung von 1 g Kaliumiodid in 25 ml Wasser zu. Jetzt scheidet sich Iod aus, und die Farbe wechselt nach dunkel-rotbraun.

Das ausgeschiedene Iod wird sofort mit 0,1 N Natriumthiosulfatlösung titriert. Wenn die Reaktionsmischung nur noch ganz blass gelb gefärbt ist, gibt man 1 ml Stärkelösung 1 % zu, worauf die tief-blauviolette Farbe des Iod-Stärke-Komplexes auftritt. Nun wird tropfenweise zu Ende titriert, bis die violette Farbe völlig verschwunden ist. Aus dem Verbrauch an 0,1 N Natriumthiosulfatlösung wird die vorgelegte Menge Chlorat berechnet. Ein Milliliter der Maßlösung entspricht 1,774 mg Natriumchlorat oder 2,043 mg Kaliumchlorat.

Bei meinem Versuch habe ich 12,45 ml einer 0,1 N Natriumthiosulfatlösung mit $f = 0,99$ verbraucht. Das entspricht $(12,45 \times 0,99 \times 1,774 \text{ mg}) = 21,88 \text{ mg}$ Natriumchlorat oder – bezogen auf die vorgelegten 50 mg – einem Gehalt von 43,76 % in der Ausgangssubstanz. Die Bezeichnung auf dem Gebinde ist also unrichtig!

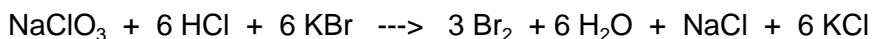
Artikel im Web: <http://illumina-chemie.de/massanalytische-bestimmung-von-chlorat-t3567.html>

Entsorgung:

Die austitrierten Lösungen werden über das Abwassernetz entsorgt

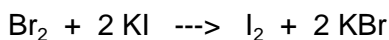
Erklärung:

Iodate, Bromate und Chlorate setzen sich mit Iodiden in saurer Lösung zu Iod um und werden dabei reduziert. Die Reaktionsgeschwindigkeit nimmt jedoch in der genannten Reihenfolge deutlich ab. Während Bromate und Iodate direkt iodometrisch bestimmt werden können, benötigt die Reaktion mit Chlorat ziemlich lange, um quantitativ zu verlaufen. Dabei tritt jedoch der sog Luftfehler auf, das heißt, Iodid wird in saurer Lösung bereits durch den Luftsauerstoff zu Iod oxidiert, wodurch falsche Ergebnisse erhalten werden. Um dieses Problem zu vermeiden, wird ein Umweg eingeschlagen. Zunächst lässt man das Chlorat mit Bromid reagieren, wobei freies Brom entsteht. Bromid wird im Gegensatz zu Iodid in saurer Lösung durch Sauerstoff nicht oxidiert.

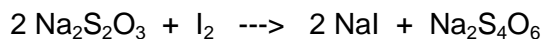


Damit diese Reaktion in einer akzeptablen Zeit quantitativ abläuft, muss die Salzsäurekonzentration der Mischung ziemlich hoch sein. Nach meinen Versuchen muss sie mindestens 20 % betragen. So erhielt ich bei Einsatz von 5 ml Analysenlösung, 1 g KBr und 20 ml Salzsäure 25 % (Endkonzentration 20 % HCl im Ansatz) richtige Ergebnisse. Setzte ich jedoch 10 ml Analysenlösung mit 20 ml Salzsäure von 25 % an (Endkonzentration 16,6 %), so fiel das Ergebnis erheblich zu niedrig aus und schwankte stark. Es muss konzentrierte Salzsäure verwendet werden!

In einem zweiten Schritt wird das Brom mit Iodid quantitativ zu Iod ungesetzt:



welches dann in der bekannten Weise durch Natriumthiosulfat wieder reduziert wird:



Chlorat nimmt 6 Elektronen auf und wird zu Chlorid reduziert. Ein Val Chlorat entspricht somit 1/6 Mol. Das sind für Natriumchlorat $106,44 \text{ g} : 6 = 17,74 \text{ g}$. Ein Milliliter einer 1/10 N-Thiosulfatlösung sind 1/10 Millival und damit äquivalent zu 1,774 mg Natriumchlorat.

Literatur:

Poethke, Walter: Praktikum der Maßanalyse; 2. Auflage 1980, Verlag Harri Deutsch, Thun und Frankfurt/Main; ISBN 3-87144-535-5

Bilder:



Analysensubstanz mit Kaliumbromid und Salzsäure versetzt: Bildung von Brom



Nach Zugabe von Kaliumjodid: Ausscheidung von Iod





Titration mit Natriumthiosulfatlösung