Titerbestimmung von Natriumtetraphenylborat (STPB)

Beschreibung

Dieser Applikationsbericht beschreibt das allgemeine Verfahren zur Titerbestimmung von Natriumtetraphenylborat (STPB) zur Tensidtitration.
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.
Zur Titerbestimmung wird hier eine eingestellte Hyamin 1622 – Lösung verwendet. Stattdessen können auch Cetylpyridiniumchlorid oder Papaverin-Hydrochlorid verwendet werden.
Da die Reaktion bei der NIO – Tensidtitration nicht immer stöchiometrisch verläuft, wird hier auch die Bestimmung eines Faktors statt der Konzentration beschrieben. Die Faktorbestimmung unterscheidet sich deutlich von der Titerbestimmung – hier wird kein Referenzmaterial titriert, sondern das zu titrierende Tensid oder ein ähnliches Referenztensid. Berechnet wird, wie viel mg der zu bestimmenden Substanz 1 mL Titrierlösung entspricht.

Geräte

Titrator	TL 7000 oder höher
Wechselaufsatz	WA 10
Elektrode	TEN 1100 PLH
Kabel	L 1 A
Referenz-Elektrode	B 3920+ (NaCl – Elektrolyt)
Kabel	L 1 N
Rührer	TM 235
Laborgeräte	Becherglas 250 ml

Reagenzien

1	Natriumtetraphenylborat (STPB) 0,004 – 0,01 mol/L
2	Bariumchlorid – Lösung 0,1 mol/L (nur für Faktorbestimmung)
3	Natriumchlorid - Lösung 3 mol/L
4	Hyamin 1622 Lösung 0,004 mol/L
5	Gummi Arabicum
6	Polyvinylalkohol
7	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Hyamin 1622
Als fertige Lösung erhältlich.

Bariumchlorid – Lösung 0,1 mol/L
24,43 g Bariumchlorid Dihydrat werden in etwas dest. Wasser gelöst und auf 1,0 L aufgefüllt.

NaCl 3 mol/L
17,53 g Natriumchlorid werden in etwas dest. Wasser gelöst und auf 100 mL aufgefüllt.

Polyvinylalkohol 0,5%
0,5 g Polyvinylalkohol werden in ca. 80 mL 80-90°C warmen Wassers gegeben und unter Rühren gelöst. Nach Abkühlen der Lösung wird auf 100 mL aufgefüllt.

Gummi arabicum Lösung 5%
5 g Gummi Arabicum werden in ca. 80 mL 80-90°C warmen Wassers gegeben und unter Rühren gelöst. Nach Abkühlen der Lösung wird 1 ml Formaldehyd 30% zugegeben auf 100 mL aufgefüllt.

Reinigung und Handhabung der Elektroden

TEN 1100

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser und ggf. einer Lösung von Triton X in dest. Wasser gereinigt. Die Membran der Elektrode darf nicht mechanisch gereinigt werden. Keine Lösemittel zur Reinigung verwenden, die Membran kann dadurch zerstört werden. Die Lagerung erfolgt sauber und trocken.
Bei einer neuen Elektrode oder einer, die längere Zeit nicht benutzt wurde, sind die Potentialsprünge bei den ersten Titrationen meist recht flach. Deshalb sollte die Elektrode vor Verwendung konditioniert werden: Hierzu wird die Elektrode einige Zeit in eine Lösung von 0,5 ml Hyamin 1622 (0,004 mol/L) und 0,2 mL Natriumtetraphenylborat (STPB) (0,01 mol/L) in 80ml Wasser gestellt.

B 2420+

Vor Verwendung muss die Transportsicherung (der durchsichtige Silikonring oberhalb des Schliffdiaphragmas) entfernt werden.
Der Elektrolyt in der Elektrode muss gegen NaCl 3 mol/L ausgetauscht werden. Hierzu wird die Nachfüllöffnung geöffnet und das Schliffdiaphragma nach oben geschoben, so dass der Elektrolyt auslaufen kann. Die Elektrode wird mehrmals mit NaCl 3 mol/L gespült und anschließend mit der NaCl-Lösung befüllt. Die Elektrode wird in NaCl 3 mol/L aufbewahrt.

Titerbestimmung mit Hyamin 1622

Probenvorbereitung

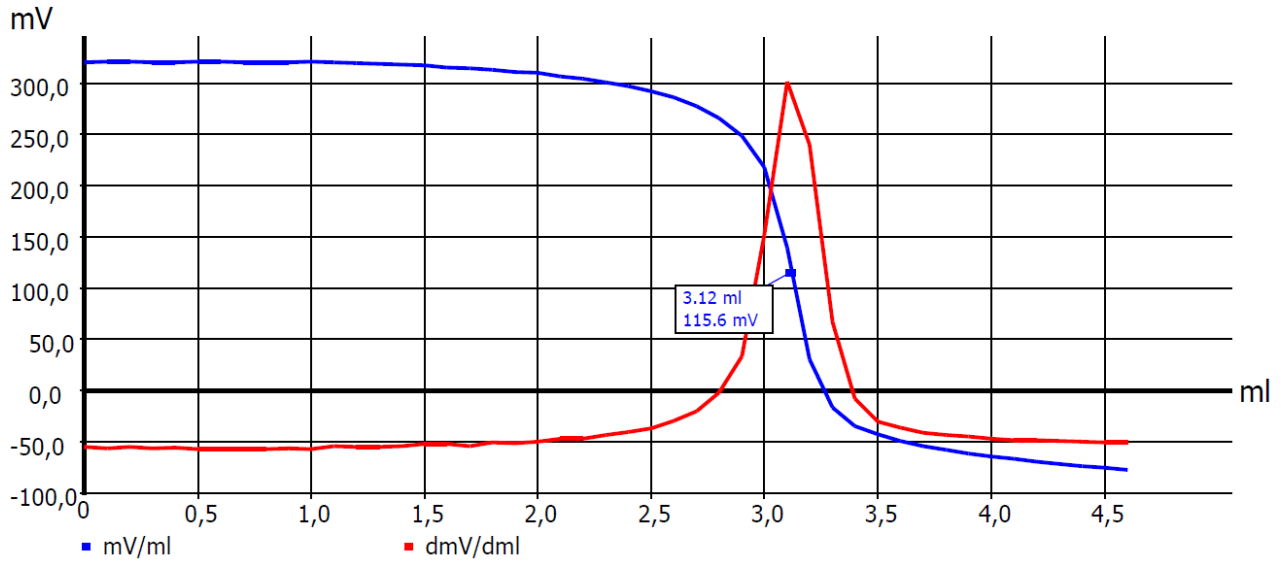
Die Menge Hyamin 1622 – Lösung 0,004 mol/L hängt von der der Konzentration der STPB-Lösung ab. Die Menge sollte so gewählt werden, dass etwa 5 – 10 mL verbraucht werden. Die benötigte Menge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

$$V\ [mL] = 1250 * Konzentration[mol/l]$$

Zur Bestimmung des Titers einer 0,01 mol/L STPB-Lösung werden 12,5 mL Hyamin 1622 0,004 mol/L in ein 250 ml Becherglas gegeben, 1 ml Polyvinylalkohol 0,5% oder Gummi arabicum 5% zugegeben und mit dest. Wasser auf 150 ml aufgefüllt. Anschließend wird mit Natriumtetraphenylborat (STPB) auf einen Equivalenzpunkt titriert.

Titrationsparameter

Titer determination



Standardmethode	--		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	8 s
		Max. Wartezeit	25 s
		Messzeit	4 s
		Drift	3 mV/min
Startwartezeit	5 s		
Lineare Schrittweite	0,1 mL		
Dämpfung	mittel	Titrationsrichtung	fallend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	80
Max. Titrationsvolumen	10 mL		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$T\ [mol/l] = \frac{V * F2}{(EQ - B) * M * F1}$$

B	0	Blindwert
V	man	Probenmenge [mL]
F2	0,004	Konzentration der Hyamin 1622 - Lösung
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
M	1	Molekulargewicht
F1	1	Umrechnungsfaktor

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

Faktorbestimmung mit einem Tensid

Probenvorbereitung

Zur Faktorbestimmung wird das Tensid, das bestimmt werden soll verwendet. Ist dieses Tensid nicht oder nicht in ausreichender Reinheit verfügbar, kann ein ähnliches Tensid verwendet werden.

Die Faktorbestimmung sollte mehrmals mit unterschiedlichen Einwaagen wiederholt werden. Die verwendeten Einwaagen sollten den gesamten Bereich des erwarteten Gehaltes der Probe abdecken, so dass die Linearität der Bestimmung geprüft werden kann. Menge sollte so gewählt werden, dass der Verbrauch bei etwa 5 – 10 mL liegt. Die benötigte Menge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt und ggf. angepasst werden:

$$W\ [g] = 3{,}5 * Konzentration[mol/l]$$

Ca. 5 – 50 mg (0,02 – 0,06 mmol) nicht-ionisches Tensid werden eingewogen, in dest. Wasser gelöst und 10 mL Bariumchlorid 0,1 mol/L zugegeben. 1 ml Polyvinylalkohol 0,5% oder Gummi arabicum 5% werden zugegeben und mit dest. Wasser auf 150 ml aufgefüllt. Anschließend wird mit Natriumtetraphenylborat (STPB) auf einen Equivalenzpunkt titriert.

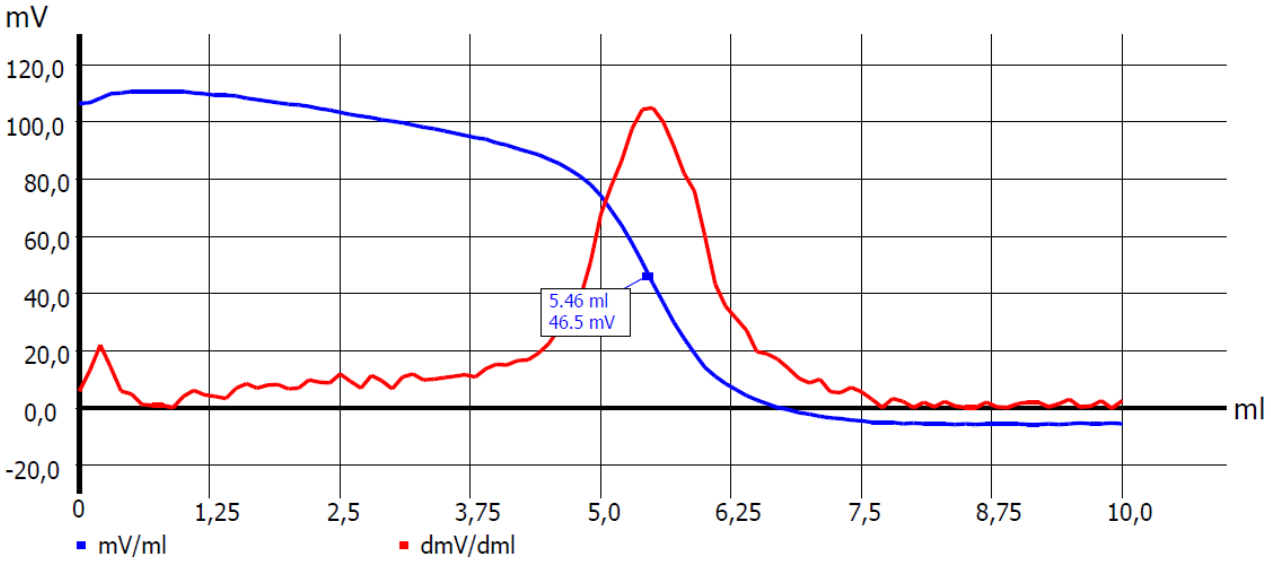
Bei schwer löslichen Proben kann die Löslichkeit durch Zugabe von etwas Methanol oder Ethanol verbessert werden. Achtung: Methanol und Ethanol reduzieren die Lebensdauer der Elektrode, die Zugabe sollte 5% nicht übersteigen.

Aufgrund der sehr kleinen Menge Referenzmaterial ist dieses sehr schwierig zu wiegen. Hier bedient man sich folgender Methode: Eine größere Menge Probe (W_{Sample}) wird in einen Kolben eingewogen. Dazu wird die 50 – 200 fache Menge destilliertes Wasser (W_{H2O}) gewogen und die Probe darin gelöst. Von dieser Lösung wird zur Titration eine aliquote Menge A eingewogen. Die darin enthaltene Probenmenge wird nach folgender Formel berechnet:

$$W\ [g] = \frac{W_{Sample}\ [g]}{(W_{Sample}\ [g] + W_{H2O}[g])} * A\ [g]$$

Titrationsparameter

Faktorbestimmung



Standardmethode	--		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	8 s
		Max. Wartezeit	25 s
		Messzeit	4 s
		Drift	3 mV/min
Startwartezeit	5 s		
Lineare Schrittweite	0,1 mL		
Dämpfung	mittel	Titrationsrichtung	fallend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	80
Max. Titrationsvolumen	10 mL		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$Faktor\ T\ [mg/mL] = \frac{W * F2}{(EQ - B) * M * F1}$$

B	0	Blindwert
W	man	Probenmenge [g]
F2	1000	Umrechnungsfaktor
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
M	1	Molekulargewicht
F1	1	Umrechnungsfaktor

Das Ergebnis der Faktorbestimmung sollte in mg/mL direkt im Wechselaufsatz gespeichert werden.

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG,
SI Analytics
Erich-Dombrowski-Straße 4 • D-55127 Mainz

Tel+ 49 6131 894-5111
TechInfo.xags@xylem.com
xylemanalytics.com

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner Tochterunternehmen.
Technische Änderungen vorbehalten.
© 2025 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.
2026/01/26