

Applikation

TitroLine alpha *plus*

**Volumenprüfung nach
EN DIN ISO 8655/6**

Anwendung

Die Überprüfung von "Volumenmeßgeräte mit Hubkolben" - darunter fallen alle Kolbenbüretten und Titratoren mit eigenem Bürettenteil - geschieht durch die "Gravimetrische Prüfung der meßtechnischen Zuverlässigkeit". Diese Überprüfung sollte in der Regel jährlich erfolgen. Wenn mit aggressiven oder niederschlagbildenden Lösungen gearbeitet wird, ist eine häufigere Überprüfung, z.B. alle 6 oder sogar 3 Monate, empfehlenswert.

Zubehör

- ⇒ Analysenwaage, 4-stellig (0.1 mg)
- ⇒ enghalsiges Glasgefäß, z.B. Erlenmeyerkolben 200 ml oder kleine enghalsige Kunststoffflasche
- ⇒ Thermometer mit 0.1 °C-Einteilung. Maximaler Fehler +/- 0.1 °C.
- ⇒ Stativstange für die Befestigung der Bürettenspitze, oder andere Befestigung an der Waage
- ⇒ Vorratsflasche mit GL 45 Adapter für das bidest. und entgastes Wasser, z.B. TZ 2004
- ⇒ 1 m Dosierschlauch TZ 3415. Ist im Lieferumfang der Wechseleinheiten TA 05, 10, 20 und 50 plus enthalten. Für die Wechseleinheiten alten Types benötigen Sie einen 1 m Schlauch TZ 1601.

Verwendete Reagenzien

CO₂-freies bidestilliertes Wasser

Die Norm schreibt dieses Wasser vor. Man stellt es am besten frisch aus einfach dest. Wasser durch nochmaliges Destillieren her. Es kann auch eine Bidestillationsapparatur verwendet werden. Das noch heiße, frisch dest. Wasser kann zusätzlich mit N₂ entgast werden. In der Praxis für einfache Tests kann auch entsalztes (de-ionisiertes) Wasser destilliert werden. Auch ein Entgasen mit N₂ ist nicht notwendig, wenn das Vorratsgefäß beim Abkühlen mit einem CO₂-Absorptionsmittel vor dem Eindringen von CO₂ geschützt wird.

CO₂-Absorptionsmittel

Als CO₂-Absorptionsmittel kann man Ba(OH)₂, NaOH-Plätzchen oder Natronkalk verwenden. Es gibt auch fertige gefüllte Absorptionsröhrchen.

Versuchsaufbau

- ⇒ Die Vorratsflasche mit dem CO₂- freiem dest. Wasser füllen.
- ⇒ Den Erlenmeyerkolben oder die Kunststoffflasche auf die Waage stellen
- ⇒ Bürettenspitze an der Stativstange oder an einer anderen Befestigung montieren. Sie darf während der Messung nicht mit dem Erlenmeyerkolben in Berührung kommen. Bürettenspitze von oben in den Waagenraum führen.
- ⇒ Vorratsflasche an die Titrator anschließen und mit dem Spül/Füllprogramm des jeweiligen Gerätes (siehe Gebrauchsanleitung) den Dosieraufsatz füllen. Es ist darauf zu achten, das sich anschließend keine Luftblasen im Zylinder befinden.
- ⇒ Die Waage tarieren (auf null stellen).
- ⇒ Nun wartet man ein paar Minuten, damit sich die Luft über dem dosierten Wasser im Erlenmeyerkolben mit Wasserdampf sättigen kann.

Versuchsdurchführung

Allgemeine Versuchsdurchführung

- ⇒ Wassertemperatur auf 0.1 °C genau ablesen.
- ⇒ Es werden jeweils 10 mal 10%, 50 % und 100 % des Bürettenvolumens (Nennvolumen) ausgestoßen (insg. 30 Dosierungen). Bei einer einfachen Überprüfung kann die Anzahl der Wiederholungen auf 4 mal reduziert werden. Sollte der Erlenmeyerkolben zwischendurch zu voll werden, etwa 80 % des Wassers entleeren, etwas warten und dann fortfahren.
- ⇒ Taste F 10/DOS drücken gewünschtes Volumen eingeben und mit <ENTER> bestätigen. Wenn keine Tastatur TZ 2835 angeschlossen sein sollte, kann man über die R/D-Taste am Titrator auch fest vorgegebene Dosiervolumen abrufen.
- ⇒ Waagenwert in gramm ablesen. Werte notieren! Sie können dazu den Tabellenvordruck (Tabelle II) verwenden.
- ⇒ Nach jedem Dosierschritt Waage tarieren und Bürette füllen.
- ⇒ Die Reihenfolge der Dosiervolumina kann frei gewählt werden.
- ⇒ Die Seriennummer- und Typ des Titrators, Aufsatzgröße und Seriennummer des Aufsatzes, Datum, Uhrzeit und Name des Prüfers notieren.

Auswertung

Berechnung des dosierten Volumens

Die auf der Waage abgelesene Masse muß mit dem Luftauftrieb korrigiert werden, um daraus das exakt dosierte Volumen zu berechnen:

$$V_{\text{ber}} = m_{\text{abg}} * Z$$

V_{ber} : aus den Wägedaten berechnetes Volumen
 m_{abg} : an der Waage abgelesene Masse in g
 Z : Umrechnungsfaktor, der den Auftrieb des dest. Wassers bei einer bestimmten Temperatur und Druck berücksichtigt. Siehe dazu Tabelle I "Korrekturfaktor Z ".

Beispiel:

m_{abg} : 1.993 g
Temp.: 24.1 °C (nehmen Sie den Wert für 24 °C)
Luftdruck: 971 mbar oder 97.kPa (nehmen Sie den Wert für 96 kPa)
 Z **1.0037**

Berechnung des Mittelwertes

Bilden Sie die Summe aus den 10 Messungen und teilen Sie durch 10, um den Mittelwert zu berechnen:

$$V_{\text{mittel}} = \text{sum } V_{\text{ber}} / 10$$

Beispiel:

$$V_{\text{mittel}} = 19.88 / 10 \\ = 1.988$$

Berechnung der Richtigkeit

Berechnen Sie den Systematischen Fehler f_s der Kolbenbürette in ml:

$$f_s = V_{\text{mittel}} - V_{\text{dos}}$$

oder den relativen Fehler in % bezogen auf das Nominalvolumen der Kolbenbürette:

$$f_s = 100 (V_{\text{mittel}} - V_{\text{dos}}) / V_{\text{nenn}}$$

V_{dos} : Sollvolumen, in diesem Fall 2.000 ml.
 V_{nenn} Nennvolumen der Kolbenbürette, zB 20,00 ml

Beispiel:

$$f_s = 100 (1.988 - 2.000) / 20 \\ = 0.06 \%$$

Berechnung der Präzision

Die zufällige Messabweichung der Kolbenbürette als Wiederholstandardabweichung s wird berechnet mit:

$$s = \sqrt{\frac{\text{sum } (V_{\text{ber}} - V_{\text{mittel}})^2}{n - 1}}$$

n : n ist die Anzahl der Messungen, in diesem Fall 10.

oder die relative Standardabweichung (Varianz) CV

$$CV = \frac{100 * s * V_{\text{dos}}}{V_{\text{mittel}} * V_{\text{nenn}}}$$

Tabelle I: Korrekturfaktor Z für dest. Wasser als Funktion der Temperatur und des Luftdrucks:

Temperatur in °C	Luftdruck in kPa					
	80.0	85.3	90.7	96.0	101.3	106.7
15.0	1.0018	1.0018	1.0019	1.0019	1.0020	1.0020
15.5	1.0018	1.0018	1.0019	1.0020	1.0020	1.0021
16.0	1.0019	1.0020	1.0020	1.0021	1.0021	1.0022
16.5	1.0020	1.0020	1.0021	1.0022	1.0022	1.0023
17.0	1.0021	1.0021	1.0022	1.0022	1.0023	1.0023
17.5	1.0022	1.0022	1.0023	1.0023	1.0024	1.0024
18.0	1.0022	1.0023	1.0024	1.0024	1.0025	1.0025
18.5	1.0023	1.0024	1.0025	1.0025	1.0026	1.0026
19.0	1.0024	1.0025	1.0025	1.0026	1.0027	1.0027
19.5	1.0025	1.0026	1.0026	1.0027	1.0028	1.0028
20.0	1.0026	1.0027	1.0027	1.0028	1.0029	1.0029
20.5	1.0027	1.0028	1.0028	1.0029	1.0030	1.0030
21.0	1.0028	1.0029	1.0030	1.0030	1.0031	1.0031
21.5	1.0030	1.0030	1.0031	1.0031	1.0032	1.0032
22.0	1.0031	1.0031	1.0032	1.0032	1.0033	1.0033
22.5	1.0032	1.0032	1.0033	1.0033	1.0034	1.0035
23.0	1.0033	1.0033	1.0034	1.0035	1.0035	1.0036
23.5	1.0034	1.0035	1.0035	1.0036	1.0036	1.0037
24.0	1.0035	1.0036	1.0036	1.0037	1.0038	1.0038
24.5	1.0037	1.0037	1.0038	1.0038	1.0039	1.0039
25.0	1.0038	1.0038	1.0039	1.0039	1.0040	1.0041
25.5	1.0039	1.0040	1.0040	1.0041	1.0041	1.0042
26.0	1.0040	1.0041	1.0042	1.0042	1.0043	1.0043
26.5	1.0042	1.0042	1.0043	1.0043	1.0044	1.0045
27.0	1.0043	1.0044	1.0044	1.0045	1.0045	1.0046
27.5	1.0046	1.0046	1.0047	1.0048	1.0048	1.0049
28.0	1.0046	1.0046	1.0047	1.0048	1.0048	1.0049
28.5	1.0047	1.0048	1.0048	1.0049	1.0050	1.0050
29.0	1.0049	1.0049	1.0050	1.0050	1.0051	1.0052
29.5	1.0050	1.0051	1.0051	1.0052	1.0052	1.0053
30.0	1.0052	1.0052	1.0053	1.0053	1.0054	1.0055

Z Werte in ml/g

Tabelle II:

Titration:
Temperatur:
Luftdruck:
Z-Faktor aus Tabelle I:
Prüfer:
Datum/Uhrzeit:

10 % des Nennvol.	Volumen 1 [ml]	Masse [g]	Vber [ml]	Vber – V mittel [ml]
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
Mittelwert V mittel				

50 % des Nennvol.	Volumen 2 [ml]	Masse [g]	Vber [ml]	Vber – V mittel [ml]
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
Mittelwert V mittel				

Tabelle II: Fortsetzung

Titration:
Temperatur:
Luftdruck:
Z-Faktor aus Tabelle I:
Prüfer:
Datum/Uhrzeit:

100 % des Nennvol.	Volumen 3 [ml]	Masse [g]	Vber [ml]	Vber – V mittel [ml]
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
Mittelwert V mittel				

Ort, Datum

Unterschrift Prüfer

Beispiel

Nominalvolumen: **20 ml.**
 Dosiertes Volumen; 10 % des Nominalvol.: **2.00 ml**
 Temperatur °C: **22.8 °C**
 Luftdruck: **101.3 kPa**
 Z-Faktor: **1.0035**

10 % des Nennvol.	Volumen 1 [ml]	Masse [g]	Vber [ml]	Vber – V mittel [ml]
1	2.000	1.987	1.994	0.001
2	2.000	1.985	1.992	- 0.001
3	2.000	1.995	2.004	0.011
4	2.000	1.982	1.989	- 0.004
5	2.000	1.979	1.986	- 0.007
6	2.000	1.985	1.992	-0.001
7	2.000	1.978	1.985	-0.008
8	2.000	1.994	2.001	0.008
9	2.000	1.990	1.997	0.004
10	2.000	1.982	1.989	-0.004
Mittelwert V mittel			1.993	

Richtigkeit

Systematischer Fehler:

$$f_s = \frac{1.993 - 2.00}{- 0.007 \text{ ml}}$$

Relativer Fehler:

$$f_s = \frac{100 * 0.007/20}{- 0.04 \%}$$

Präzision

Berechnen Sie nun die Differenz $V_{\text{ber}} - V_{\text{mittel}}$ (siehe Tabelle Spalte 3) für jeden Wert und bilden Sie die Summe aus dem Quadrat = $(2.850 * 10^{-4})$ Teilen Sie den Wert mit 9 und ziehen Sie die Wurzel:

$$s = 0.00586 \text{ ml}$$

$$cv = 0.029\%$$

Ergebnis:

Die Genauigkeit (Richtigkeit+ Präzision) der Kolbenbürette ist - 0.04 % +/- 0.03 %.

Die zulässige Fehlergrenze einer Kolbenbürette mit 20 ml Nennvolumen ist nach EN ISO 8665/3, 0.2 +/- 0.07 %.

Die zulässige Fehlergrenze einer Kolbenbürette von Schott ist 0.1 +/- 0.05 %.

LITERATUR

EN DIN ISO 8655/3 und 8655/6

12.01.2004

Schott-Geräte GmbH
Hattenbergstraße 10
D-55122 Mainz

Telefon
Telefax
e-mail:

06131-66 5062/5118
06131-66 5001
titration@schott.com

SCHOTT