

Zubehör für Winkler Titration mit DOA

Die hier enthaltenden Angaben basieren auf den Volumenangaben aus [WOCE](#) und Carpenter, sowie eigenen Erfahrungen. Bei den Reagenzien finden sich hinter der chemischen Formel die Konzentration und als Bezugsquelle die Bestellnummer der Firma [Merck, Darmstadt](#).

1. Reagenzien

1.1. Natriumhydroxid - Natriumiodid

NaOH 320 g/l, 8 molar Merck Nr. 106498 (500, 1000, 5000 g)

Nal 600 g/l, 4 molar Merck Nr. 106523 (100, 250, 1000 g)

1.1.1 Ansetzen der NaOH Lösung (Natronlauge)

Ca. 40% des Wassers in ein Becherglas geben und das NaOH langsam unter rühren zugeben. Bei Bedarf etwas Wasser nachgeben. ACHTUNG: Die Reaktion erzeugt Wärme!

1.1.2 Ansetzen der Nal Lösung

Ca. 35% der Wassermenge in ein Becherglas geben und das Nal unter Rühren zugeben. Bei Bedarf etwas Wasser nachgeben. Die Auflösung kann durch Erwärmung beschleunigt werden. Die fertige Lösung muß gelblich klar sein.

1.1.3 Lösungen zusammengeben

Die beiden Lösungen auf die volle Wassermenge auffüllen und zusammengeben.

1.2. Mangan(II)-chlorid Tetrahydrat

$MnCl_2 \cdot 4H_2O$ 600 g/l, 3 molar Merck Nr. 105927 (100, 1000 g)

Ca. 80% der Wassermenge in ein Becherglas geben und das Mangan(II)chlorid unter Rühren zugeben. Mit Wasser auf die endgültige Konzentration auffüllen.

1.3. Schwefelsäure

H_2SO_4 280 ml/l (28%), 5 molar

Es kann auch Säure mit höheren Konzentration verwendet werden, wenn die Zugabemenge für Sauerstoffproben entsprechend angepaßt (verringert) wird.

1.4. Titer (Natriumthiosulfat-Pentahydrat)

$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 35g/l, 0,14 molar Merck Nr. 106516 (500, 1000 g)

Die genaue Titerkonzentration sollte auf die verwendeten Geräte (Flaschenvolumen, Dosiergerät) und die zu erwartenden Sauerstoffkonzentrationen abgestimmt werden. Siehe hierzu im

speziellen Text zur [Titerkonzentration](#).

1.5. Standardlösung

KIO_3 0,3567 g/l, 0,00167 molar

Alternativ fertige konzentrierte Lösung:

Titrisol 3,567 g KIO_3 für 1 l Maßlösung, Kaliumiodatlösung 1/60 mol/l, 0,1 N Lösung Merck Nr. 109917

Diese Lösung wird mit einer Genauigkeit von 0.2% angegeben. Falls eine bessere Genauigkeit gefordert ist, muß die Standardlösung selbst angesetzt werden.

2. Probenflaschen

Da die Endpunktbestimmung bei DOA optisch erfolgt, müssen die Probenflaschen aus klarem Glas mit senkrechten Wänden sein. Typische Flaschenvolumina liegen im Bereich von 50 bis 250 ml. Hervorragend geeignet sind Weithals-Standflaschen mit Normschliff und Glasstopfen. Diese Flaschen sind u.a. von der Firma Schott in 50, 100 und 250 ml aus DURAN oder Kalk-Soda-Glas erhältlich. Die Verwendung von Enghals-Flaschen ist auch möglich; es ist aber meist nötig, etwas Wasser vor der Titration abzusaugen, um Platz für die Reagenzien, das Rührstäbchen und den Titer zu schaffen.

3. Magnetrührstäbchen

Die Magnetrührstäbchen sollten an die Flaschengröße angepaßt, aber nicht zu klein sein. Für 50 ml Flaschen empfehlen wir die Verwendung von Stäbchen der Größe 20 x 6 mm bis 25 x 7 mm.

4. Reagenzien Dispenser

Da bei der Vorbereitung der Probe ein Teil derselben durch Reagenzien ersetzt wird, müssen die Reagenzien mit hoher Volumengenauigkeit zugegeben werden. Gleiches gilt für die Standardlösung.

4.1 Dispenser Volumen (entsprechend den Reagenzien Volumen)

Die Zugabemengen der NaOH-Nal und MnCl_2 Reagenzien hängen vom verwendeten Flaschenvolumen und der höchsten zu erwartenden Sauerstoffkonzentration ab. Für kleine Flaschen (50 ml) sind Zugaben von je 0,5 ml ausreichend. Größere Flaschen können Zugaben von jeweils 1 ml erfordern. Es muß genug Reagenz zugegeben werden, um mit allen freien Sauerstoffmolekülen reagieren zu können.

Die Zugabe der Schwefelsäure ist entscheidend für die erzielte Genauigkeit. Der pH Wert der Probe vor der Titration muß optimal sein. Carpenter spezifiziert einen Wert im Bereich von 2,0 bis 2,7. Das erscheint uns etwas zu hoch. Nach Grasshoff und anderen empfehlen wir einen pH Wert von etwa 1,0. Bei SiS verwenden wir Zugaben von je 0,5 ml für die Reagenzien und 1 ml Schwefelsäure (50 %) mit 50 ml Flaschen.

Das Volumen der Standardlösung hängt von mehreren Parametern ab. Es sollte so gewählt werden, daß bei der Standardisierung etwas weniger als ein Bürettenvolumen titriert wird. Siehe hierzu im speziellen Text zur [Titerkonzentration](#).

Referenzen

Bigg, P. H., 1967. Density of water in S.I. units over the range 0-40°C. British Journal of Applied Physics, 18, 521-537.

Carpenter, J. H., 1965. The Chesapeake Bay Institute technique for the Winkler dissolved oxygen

method. *Limnology and Oceanography*, 10, 141-143.

Culberson, C. H., 1991. Dissolved oxygen. WOCE Operations Manual, Part 3.1.1 : WHP Operations and Methods, WHP Office Report WHPO 91-1, WOCE Report No. 68/91.

Deutsches Institut für Normung, 1992. Wasserbeschaffenheit; Bestimmung des gelösten Sauerstoffs; Iodometrisches Verfahren (ISO 5813 : 1983). Deutsche Fassung EN 25 813 : 1992.

Dickson, 1996. Determination of dissolved oxygen in sea water by Winkler titration. WHP

European Committee for Standardization, 1992. Water quality; Determination of dissolved oxygen; Iodometric method (ISO 5813 : 1983). ES 25 813.

Grasshoff, K., 1976. Methods of seawater analysis. Verlag Chemie. Chapter 4; Determination of oxygen.

International Standardization Organization, 1983. Water quality - Determination of dissolved oxygen - Iodometric method. ISO 5813 : 1983.

Millero F. J. and A. Poisson, 1981. International one-atmosphere equation of state of seawater. *Deep Sea Res.*, 28, 625-629.

Murray, C. N., J. P. Riley, and T. R. S. Wilson, 1968. The solubility of oxygen in Winkler reagents used for the determination of dissolved oxygen. *Deep Sea Res.*, 15, 237-238.

Weiss, R. F., 1981. Oxygen solubility in seawater. UNESCO Technical Papers in Marine Science. No. 36:22.

Winkler, L. W., 1888. Die Bestimmung des im Wasser gelösten Sauerstoffes. *Ber. dtsh. chem. Ges.*, 21, 2843-2855.

Links

whpo.ucsd.edu

whpo.ucsd.edu/manuals.htm

www.merck.de/german/index.htm

www.schott.com/german

www.schott.com/duran/german/download

WOCE Hydrographic Program Office

WOCE Hydrographic Program Office. Manuals and documentation

Merck KGaA, Darmstadt

Schott

Schott Kataloge

SiS Sensoren Instrumente Systeme GmbH

Mühlenkoppel 12

24147 Klausdorf

Germany

Tel.: +49-431-79972-0

Fax: +49-431-79972-11

Email: info@sis-germany.com

WWW: <http://www.sis-germany.com>

HTML Version dieses Dokumentes: http://www.sis-germany.com/german/doachem_d.htm