

Redoxtitration: Iod mit Natriumthiosulfat

Eine Iodlösung, durch Stärkezusatz tiefblau gefärbt, wird mit Natriumthiosulfatlösung titriert. Der Verlauf der Redoxtitration wird mit einer Redoxelektrode verfolgt. Der Umschlag von tiefblau nach farblos zeigt den Äquivalenzpunkt an. Dieser Farbumschlag wird mit einem Eintauchphotometer bestimmt. Farbumschlag und maximale Steigung fallen zusammen.

Hintergrund:

Bei der Weinanalytik wird der Gehalt an Schwefeldioxid bestimmt, in dem gegen Iod titriert wird. Die Konzentration der Iodlösung, die aus Iodid und Iodatlösung hergestellt wird, muss zunächst durch Titration mit einer Thiosulfatlösung bestimmt werden. Diese Reaktion wird hier qualitativ untersucht.

Gefahren



Signalwort: Gefahr



Schutzbrille tragen. Werden gekaufte Maßlösungen verwendet, kann der Versuch ohne Gefahren durchgeführt werden.

Chemikalien

Kaliumiodid H 372 P314
 Kaliumiodat H272 H315 H319 H335 P220 P261 P305 + P351 + P338
 Iod-Lösung 0,05 mol/l, H373 (alternative zum Selbstansatz)
 Salzsäure, 2 mol/l H 290
 Natriumthiosulfat-Lösung 0,1 mol/l
 Stärke, löslich

Materialien

Sensor-CASSY 1 oder 2 (oder gleichwertige Wandler), Computer mit CASSY Lab 2
 pH-Adapter S, 524 0672, mit Redoxelektrode mit BNC-Anschluss
 Eintauchphotometer
 Magnetrührer mit Rührfisch
 Bürette, 50 ml
 Stativ mit 3 Muffen und 3 Klemmen
 Becherglas, 250 ml, niedrige Form
 Messzylinder 50 ml, Messkolben, 250 ml

Redox titration: Iod mit Natriumthiosulfat

Herstellen der Lösungen

KI-Lösung:	8,3 g	auf 250 ml Wasser auffüllen. Gut schütteln.
KIO ₃ -Lösung:	1,78 g	auf 250 ml Wasser auffüllen. Gut schütteln.
Iodlösung:	50 ml	Iodat-Lösung und
	40 ml	Iodid-Lösung und
	4 ml	Salzsäure auf 100 ml Wasser auffüllen und gut schütteln.
Stärke-Lösung:	0,2 g	Stärke (Spatelspitze) in 20 ml Wasser aufkochen.
Na ₂ S ₂ O ₃ -Lsg.:	6,20 g	Na ₂ S ₂ O ₃ × 5 H ₂ O auf 250 ml Wasser auffüllen. Gut schütteln.

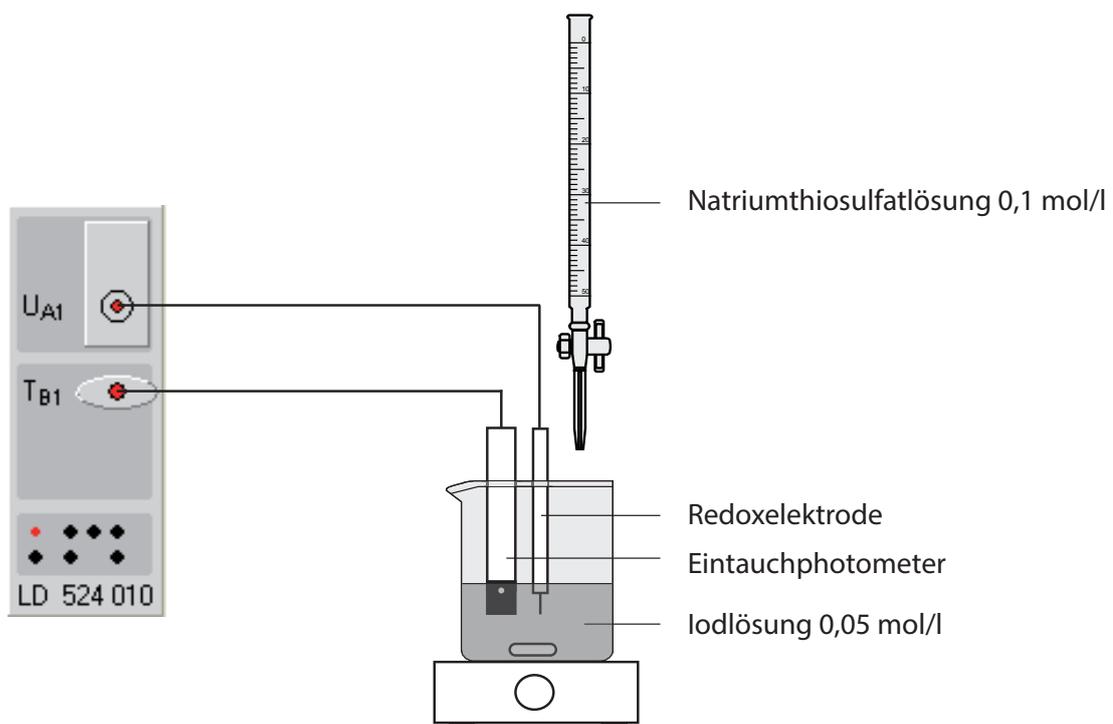
Die Iodlösung ist eigentlich eine Iod/Kaliumiodidlösung. Das gebildete Iod löst sich im Überschuss an Kaliumiodid. Daher wird Kaliumiodid im Überschuss zugegeben. Die Iodkonzentration wird daher durch die Konzentration der Iodatlösung bestimmt. Nach der Gleichung



muss man die Konzentration von Iod, die man erhalten will (hier 0,05 mol/l) mit dem Faktor $\frac{1}{3}$ multiplizieren, da das Iodat/Iod-Verhältnis 1 zu 3 ist. Damit benötigt man eine Konzentration von 0,0166 mol Kaliumiodatlösung. Wird aber die Iodid- und die Iodatlösung im gleichen Volumenverhältnis miteinander gemischt, verdünnt sich die Iodlösung wieder um die Hälfte, so dass mit der doppelten Iodatkonzentration (0,032 mol/l) gearbeitet werden muss.

Die Iodlösung sowie die Natriumthiosulfatlösung sind aber auch als Maßlösung bei Merck in den entsprechenden Konzentrationen erhältlich.

Versuchsaufbau



Stativ, Redoxelektrode und Eintauchphotometer werden am Stativ befestigt.

Redoxtitration: Iod mit Natriumthiosulfat

Einstellungen CASSY - Lab 2

Potential	Bereich:	- 1 ... 1 V
Transmission 612 nm	Bereich	(kein Auswahlbereich vorhanden)
Rechner/Formel	Neu	Volumen $0,5 \cdot n - 0,5$
Messbedingungen	Aufnahme:	manuell
Kurve	Stil:	Linien

Durchführung

- 25 ml Iodlösung werden in ein 250 ml Becherglas (niedrige Form) auf etwa 100 ml mit dest. Wasser aufgefüllt.
- 5 ml Stärkelösung dazugeben.
- Becherglas auf Magnetrührer stellen. Elektrode so aufbauen, dass sie 1 cm tief eintaucht, darauf achten, dass der Rührfisch nicht die Elektrode beschädigt.
- Eintauchphotometer so befestigen, dass der braune Teil eintaucht und nicht vom Rührfisch beschädigt werden kann. Rührer anstellen.
- Bürette aufbauen und mit Natriumthiosulfat-Lösung füllen, auf Null einstellen.
- CASSY LAB 2 öffnen, Potential und Transmission 612 nm aktivieren, für das Potential den Messbereich einstellen, für das Volumen eine neue Formel definieren (Symbol V, Einheit ml, von 0 bis 50 ml), unter Einstellungen **manuelle Messung** auswählen.
- In *Darstellung* die x- Achse mit dem Volumen belegen.
- Das Eintauchphotometer muss noch auf 100 % Durchlässigkeit gestellt werden. Dazu das Photometer entnehmen, in dest. Wasser eintauchen und mit dem 100 % Schalter (unter Einstellungen das Eintauchphotometer 612 nm anklicken) abgleichen. Danach wieder einbauen.
- Wenn die Werte des Eintauchphotometers schwanken, in CASSY-Lab 2 auf gemittelte Werte umstellen.
- Noch vor der ersten Zugabe von Natronlauge die erste Messung mit F 9 aufnehmen.
- Jetzt Bürette langsam öffnen und kontinuierlich zulaufen lassen. Alle 0,5 ml eine Messung mit F 9 aufnehmen.

Hinweis:

Natürlich kann man auch mit einem anderen Intervall die Messwerte manuell aufnehmen. Durch eine andere Formel, wie z.B. „ $0,2 \cdot n - 0,2$ “, muss jede 0,2 ml eine Messung genommen werden.

Will man keine quantitative Auswertung, und nur zeigen, dass der Farbumschlag mit dem Steigung des Redoxpotentials zusammenfällt, kann man auch gegen die Zeit messen und einfach die Natriumthiosulfatlösung gleichmäßig zutropfen lassen.

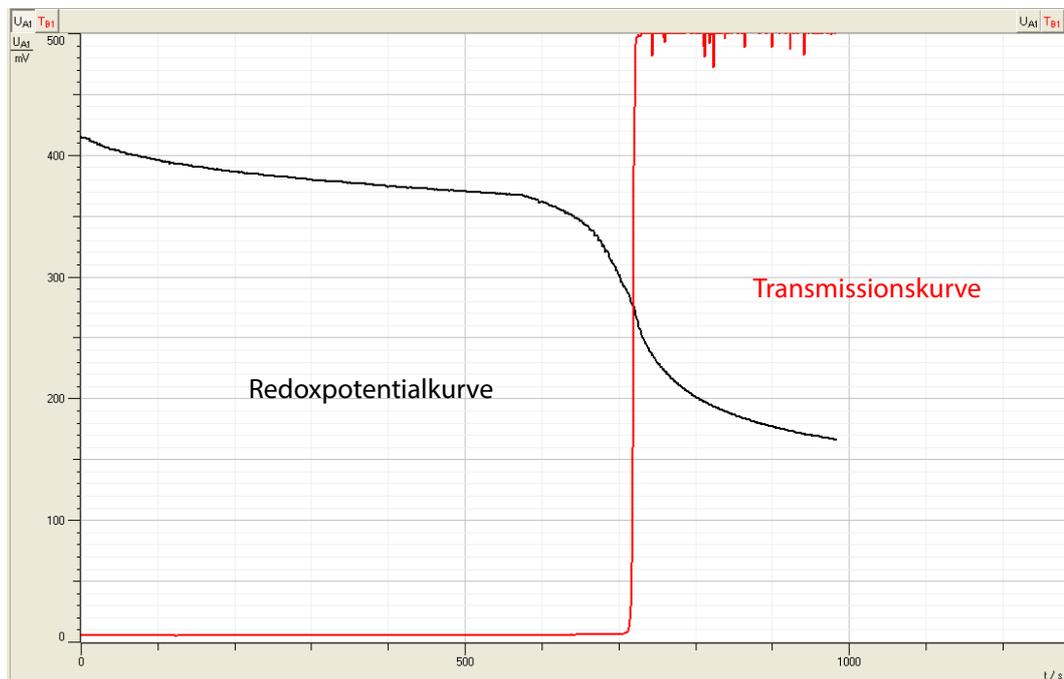
Da es sich um keine Gleichlaufbürette handelt, wird die Kurve etwas verfälscht, was sich aber nicht stark bemerkbar macht.

Beobachtung

Die Lösung besitzt nach der Stärkezugabe eine tiefblaue Färbung. Beim Zutropfen der Natriumthiosulfatlösung nimmt das Potential ab, ein Verlauf wie man ihn von den Säure-Base-Titrationskurven kennt. Im Umschlagbereich der Kurve wird die Lösung farblos. Dies wird durch die schlagartig steigende Transmission ebenfalls angezeigt.

Redoxtitration: Iod mit Natriumthiosulfat

Messkurve



Erklärung

Die schwarze Kurve stellt das Redoxpotential dar, die rote Kurve die Transmission.

Bei der Zugabe von Thiosulfat-Lösung entsteht das farblose Iodidion, das mit dem Stärkeindikator ebenfalls farblos ist.



Das Redoxpotential zeigt den typischen Kurvenverlauf, wie man ihn von einer Säure-Base-Titration einer einprotonigen Säure kennt. Der Äquivalenzpunkt

$$[\text{I}_2] = [2 \text{S}_2\text{O}_3^{2-}]$$

ist erreicht, wenn die Kurve des Redoxpotentials ihre größte Steigung (bzw. Gefälle) hat. Dies kann mathematisch als 1. Ableitung bestimmt werden.

Am Äquivalenzpunkt wurden so viele Thiosulfationen zugegeben, dass alles Iod zu Iodid reduziert wurde. Damit kann kein Iod-Stärkekomplex mehr ausgebildet werden, die Blaufärbung verschwindet, im Diagramm erkennt man dies durch den plötzlichen Anstieg der Transmission.

Zu Beginn der Messung war die Transmission 0 %, am Äquivalenzpunkt steigt sie auf 100 %. Kleine Schwankungen der Transmission sind auf Schlieren zurückzuführen, die durch mangelnde Durchmischung der Lösung auftraten.

Entsorgung:

Die Lösungen können ins Abwassernetz entsorgt werden.

Literatur

Stübs, Renate: Warum ist Schwefeldioxid im Wein? Wie ermitteln wir den Gehalt. In: Chemie in der Schule 45 (1998), Heft 3, S. 152 - 158.

Redoxtitration: Iod mit Natriumthiosulfat
