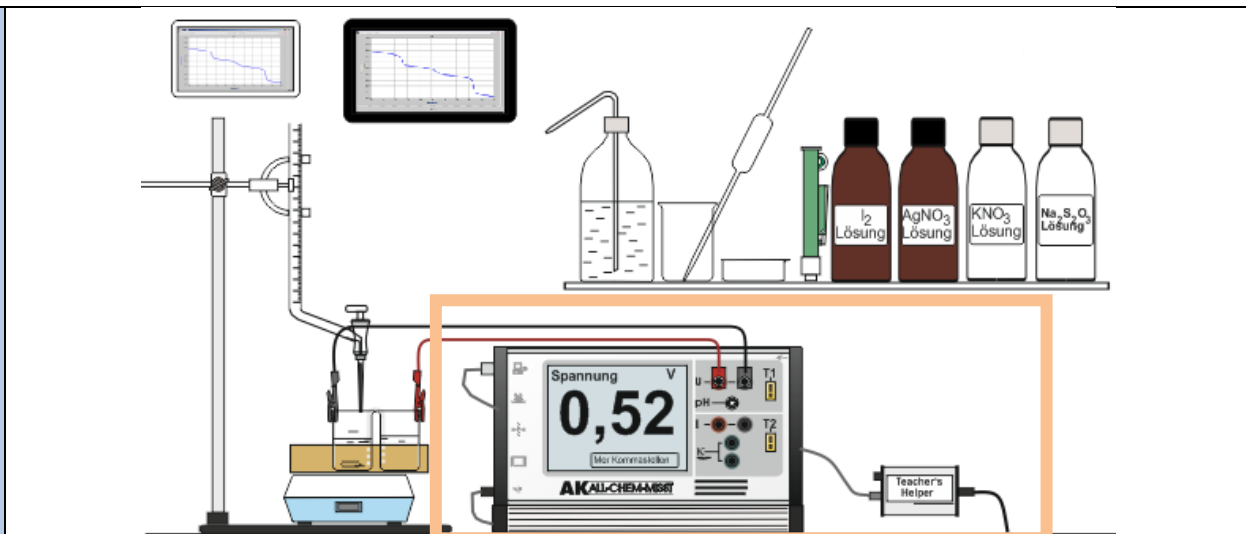




**Prinzip**

Die Probe der Iodlösung wird mit Natriumthiosulfatlösung ( $c = 0,1 \text{ mol/L}$ ) titriert und potenziometrisch verfolgt. Es kommt zu einem Reaktionsgleichgewicht dessen Gleichgewichtskonstante es zu berechnen gilt.



**Aufbau und Vorbereitung**

**Benötigte Geräte**

- Eins der folgenden Geräte:
- a) ALL-CHEM-MISST II oder
  - b) ACM II Junior / Netzteil
  - c) AK MultiAdapter U/I
  - d) Vernier Go!link + EA-BTA (evtl-BNC-Adap.)
  - e) Greisinger Handgerät pH(GMH35XXX)
  - f) LD Mobile Cassy+U/IAAdapterS o. Che.-Box
- USB-Kabel / Netzteil
  - Teacher's Helper /Netzteil
  - Tablet, Laptop o. Smartphone
  - 2 Krokodilklemmen
  - Stativ, Klemme

**Verwendete Chemikalien**

- Experimentierkabel, rot
  - Experimentierkabel, schw.
  - AK Experimentierklotz
  - Filterpapier
  - 2 Silberblechstreifen
  - Kristallisierschale
  - Magnetrührer
  - Rührmagnet
  - Pipettierhilfe
  - 2 Bechergläser, 50 mL
  - Pipette, 10 mL
  - Bürette, 25 mL
- Silbernitrat-Lsg.,  
 $c = 0,1 \text{ mol/L}$
  - Kaliumnitrat-Lsg.,  
 $c = 1 \text{ mol/L}$
  - Natriumthiosulfat-Lsg.,  
 $c = 0,1 \text{ mol/L}$
  - Iodlösung,  
 $c \approx 0,05 \text{ mol/L}$










**Vorbereitung des Versuchs**

- ▶ Die Geräte entsprechend der Zeichnung (hier als Beispiel All-Chem-Misst II dargestellt) bereitstellen.
- ▶ Rührfisch und 10 mL der Iodlösung in das Becherglas geben und diese auf den Magnetrührer stellen.
- ▶ Das „Bezugsbecherglas“ mit etwa 20 mL Silbernitratlösung ( $c = 0.1 \text{ mol/L}$ ) füllen und mit einem in Kaliumnitratlösung (in kleiner Kristallisierschale) getränkten Filterpapier mit dem „Analysenbecherglas“ verbinden.
- ▶ Die Bürette mit der Natriumthiosulfatlösung spülen und füllen. Auf die Nullmarkierung einstellen.
- ▶ Den ALL-CHEM-MISST II (Eingang: U) über den Teacher's Helper mit Kabeln und Krokodilklemmen an die Silberbleche anschließen.

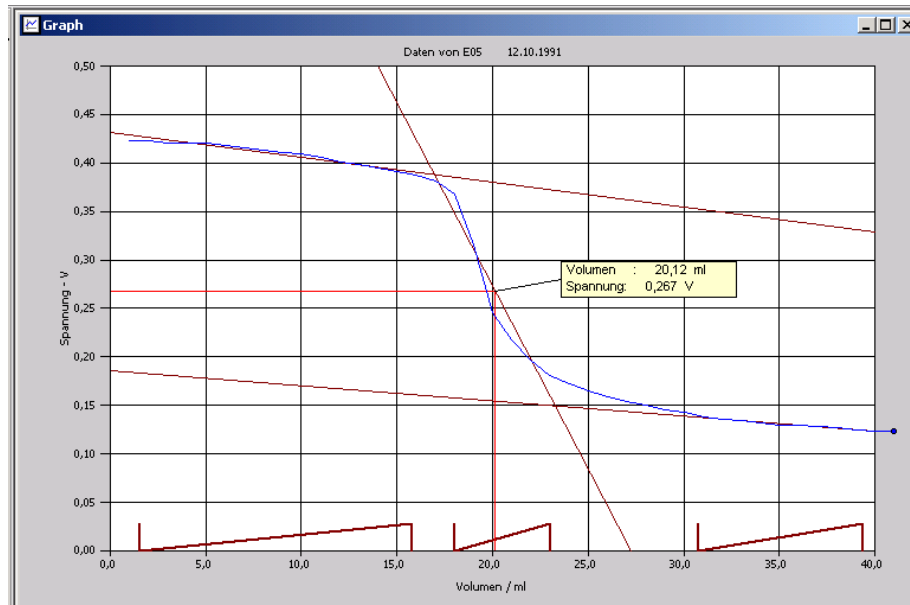
**Vorbereitung an den Tablets/ Laptops (Clients)**

- ▶ Am Tablet/ Laptop/ Smartphone Einstellungen oder mit **WLAN** eine Verbindung herstellen: **ak.net** anwählen und warten bis die Verbindung eingebucht ist.
- ▶ Browser z.B. **Firefox/Safari** aufrufen, in die Adresszeile (URL-Zeile) - nicht in der (Google-Suchzeile!!) **http://labor.ak** eingeben. - Es erscheinen 3 Bildschirme ...
- ▶ Anschluss und Einschalten der Messgeräte
  - a) ACM II bzw. b) ACM II Junior mit Netzteil verbinden, dann **nach 7 s!!** über USB mit TH verbinden
  - c) AK MultiAdapter U/I bzw. d) Vernier Go!Link (mit EA-BTA) über USB mit TH verbinden
  - e) Greisinger GMH 35XXX über USB-Schnittstellenkonverter mit TH verbinden und mit „ON“ anschalten  
Ein Spannungs-Wert (mV) muss zu sehen sein! Evtl. Fehler vorher beheben!
  - f) LD Mobile Cassy mit Messmodul und per USB TH verbinden und mit „Menü“ anschalten oder Netzteil anschließen. Ein Spannungs-Wert muss zu sehen sein – sonst mit den Tasten „U“ einstellen.






- ▶ **AK MiniAnalytik** wählen. Im erschein Bild können die Menüicons neben- oder (bei kleinen Bildschirmen) untereinander angeordnet sein.
  - ▶ Icon 'Messen'  (2. Von links) und **Mit Messgerät verbinden (Gerätename)** antippen
  - ▶ **Messgrößen-Auswahl:**  **Spannung (U)** 
  - ▶ **Konfiguration-Methode** y-Achse U Min  **0,00** V und Max  **0,5** V  
Nachkomma  **2** und Linie  **ja**
  - ▶  **x- Achse: Volumen (auf Tastendruck)**
  - ▶ x-Achse Vol. Intervall  **0,5** mL und Vol. Max  **40,0** mL  
Nachkomma  **1** und 
- Der Messbildschirm wird aufgebaut und Werte angezeigt.

- ▶ Zur **Messwertaufnahme** bei **0,0 mL** **Messwert Aufzeichnen** drücken.
- ▶ Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach **jeweils 0,5 mL** einen **Messwert** mit **Messwert Aufzeichnen** speichern.
- ▶ Zum Beenden **Messung beenden**




Durch-  
führung


Speichern

- ▶ Icon oben links  und **Speichern unter** wählen  
▶ Unter ‚Projekt Speichern‘ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel)  **E05 User** und 

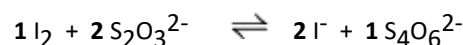
Excel-  
Export

- ▶ Icon oben links  und **Datenreihen exportieren** wählen  
Unter ‚Datenreihen Speichern‘ Projekt  **E05 User** auswählen und **Speichern**
- ▶ Je nach Gerät mit ‚Speichern unter‘ noch Pfad aussuchen und bestätigen

Öffnen  
bei  
Bedarf

- ▶ Ist der Teacher's Helper nicht mehr zu erreichen: Browser z.B. **Firefox/Safari** aufrufen, in die Adresszeile (URL-Zeile) - nicht in der (Google-Suchzeile!!)  **http://labor.ak** eingeben. -
- ▶ Icon oben links  und **Laden** "Projekt Laden" **E05 User** direkt auswählen und → anklicken

**Prinzip:** Die Reaktion verläuft nach folgender Gleichung:



**Berechnung der Iodkonzentration**

**Prinzip:** Im Äquivalenzpunkt gilt:  $2 \cdot c(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) = c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) \cdot V(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$



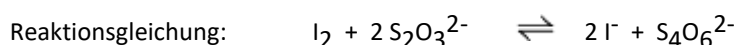
Am Tablet/ Laptop

Auswertung

Die Bestimmung des Äquivalenzpunktes erfolgt nach der Drei-Geraden-Methode oder mit Hilfe der im Programm vorgesehenen automatischen Wendepunktsbestimmung.

- ▶ Icon 'Auswerten' (3. von links) **Drei-Geraden-Methode**
- ▶ Folgen Sie den Anweisungen (mit 'Abhaken') **1.** für die **Vorperiode**, **2.** **Hauptperiode** und **3.** **Nachperiode**
- ▶ Dann auf **Berechnen** tippen.
- ▶ Evtl. die Position des Ergebniskästchens ändern.

Berechnung der Gleichgewichtskonstanten:

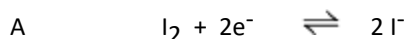


Auf diese Gleichung wird das Massenwirkungsgesetz angewendet:

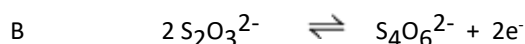
$$K = \frac{c^2(I^-) \cdot c(S_4O_6^{2-})}{c(I_2) \cdot c^2(S_2O_3^{2-})}$$

Auf den Oxidations- und den Reduktionsvorgang wird nun getrennt die Nernstsche Gleichung angewendet.

Erweiterung



$$U_1 = U_{0A} + \frac{0,059V}{2} \cdot \lg \frac{c(I_2)}{c^2(I^-)}$$



$$U_2 = U_{0B} + \frac{0,059V}{2} \cdot \lg \frac{c(S_4O_6^{2-})}{c^2(S_2O_3^{2-})}$$

Im Gleichgewichtszustand ist die Potenzialdifferenz der beiden Teilreaktionen gleich null. Es gilt daher:

$$0 = U_1 - U_2$$

$$0 = U_{0A} + \frac{0,059V}{2} \cdot \lg \frac{c(I_2)}{c^2(I^-)} - [U_{0B} + \frac{0,059V}{2} \cdot \lg \frac{c(S_4O_6^{2-})}{c^2(S_2O_3^{2-})}]$$

$$\frac{(U_{0A} - U_{0B}) \cdot 2}{0,059} = \lg \frac{c(S_4O_6^{2-})}{c^2(S_2O_3^{2-})} + \lg \frac{c^2(I^-)}{c(I_2)} = \lg K$$

Man erhält einen Zusammenhang zwischen den Normalpotenzialen und dem Massenwirkungsgesetz. Um den Logarithmus der Gleichgewichtskonstanten zu bestimmen, benötigt man lediglich die Normalpotenziale der beiden Teilreaktionen. Diese ergeben sich (allerdings in etwas komplizierterer Weise) aus dem Titrationsdiagramm.

1) Bestimmung des Normalpotenzials von  $I_2 / 2 I^-$  ( $U_{0A}$ )

$U_{0A}$  ist dann gleich  $U_1$ , wenn Zähler und Nenner des logarithmischen Ausdrucks in der Gleichung A gleich sind:

$$c(I_2) = c^2(I^-)$$

Der Index 0 soll sich auf das Iod (vorher) der Index 1 auf das Iodid und der Index w auf den Äquivalenzpunkt beziehen.

Im Äquivalenzpunkt gilt:  $c_0 \cdot V_0 = 1/2(c_1 \cdot V_W) \implies c_0 = \frac{c_1 \cdot V_W}{2 \cdot V_0}$

Aus einem Iodmolekül entstehen immer zwei Iodidionen. Die Anzahl der Iodidionen entspricht aber immer gerade der Anzahl der zugegebenen Thiosulfationen. Die aktuelle Iodkonzentration erhält man, wenn man von der



Anfangsstoffmenge des Iods die Hälfte der zugegeben Thiosulfatstoffmenge abzieht.

$$\frac{c_0 \cdot V_0 - 1/2(c_1 \cdot V_1)}{V_0 + V_1} = \left( \frac{c_1 \cdot V_1}{V_0 + V_1} \right)^2$$

Die Lösung ergibt sich durch langwieriges Umformen und Lösen der quadratischen Gleichung:

$$(c_0 \cdot V_0 - 1/2(c_1 \cdot V_1)) \cdot (V_0 + V_1) = c_1^2 \cdot V_1^2$$

$$c_0 V_0^2 - 1/2 c_1 V_0 V_1 + c_0 V_0 V_1 - 1/2 c_1 V_1^2 = c_1^2 V_1^2$$

$$c_1^2 V_1^2 + 1/2 c_1 V_1^2 + 1/2 c_1 V_0 V_1 - c_0 V_0 V_1 - c_0 V_0^2 = 0$$

$$(c_1^2 + 1/2 c_1) V_1^2 + (1/2 c_1 V_0 - c_0 V_0) V_1 - c_0 V_0^2 = 0$$

$$V_1^2 + \frac{(1/2 c_1 V_0 - c_0 V_0)}{(c_1^2 + 1/2 c_1)} V_1 + \frac{-c_0 V_0^2}{(c_1^2 + 1/2 c_1)} = 0$$

$$V_{1,2} = - \frac{(1/2 c_1 V_0 - c_0 V_0)}{(2(c_1^2 + 1/2 c_1))} \pm \sqrt{\left( \frac{(1/2 c_1 V_0 - c_0 V_0)}{(2(c_1^2 + 1/2 c_1))} \right)^2 + \frac{c_0 V_0^2}{(c_1^2 + 1/2 c_1)}}$$

2) Bestimmung des Normalpotenzials von  $S_4O_6^{2-} / 2 S_2O_3^{2-}$  ( $U_{OB}$ )

$U_{OB}$  ist dann gleich  $U_2$ , wenn Zähler und Nenner in dem logarithmischen Ausdruck in der Gleichung B (s.o.) gleich sind:

$$\frac{c(S_4O_6^{2-})}{c^2(S_2O_3^{2-})} = 1$$

Dabei ist die Stoffmenge an Tetrathionationen im Äquivalenzpunkt (Beginn dieser Betrachtung) genau gleich der Stoffmenge an Iod zu Beginn der Titration. Da keine Reaktion mehr abläuft, braucht man nur noch so viel Thiosulfat zutropfen zu lassen, bis die obige Bedingung erfüllt ist.

In der Gleichung oben stehen zwar Konzentrationen. Da aber das Volumen dasselbe ist, sind die Stoffmengen und Konzentrationsquotienten identisch.

$$\frac{c_0 \cdot V_0}{V_0 + V_W + V_2} = \left( \frac{c_1 \cdot V_2}{V_0 + V_W + V_1} \right)^2$$

$$(c_0 \cdot V_0) \cdot (V_0 + V_W + V_2) = c_1^2 \cdot V_2^2$$

$$c_1^2 \cdot V_2^2 - c_0 V_0 V_2 - c_0 V_0 V_W - c_0 V_0^2 = 0$$

$$V_2^2 - \frac{c_0 V_0}{c_1^2} V_2 - \frac{c_0 V_0 V_W - c_0 V_0^2}{c_1^2} = 0$$

$$V_{1,2} = - \frac{-c_0 V_0}{2c_1^2} \pm \sqrt{\left( \frac{c_0 V_0}{2c_1^2} \right)^2 + \frac{c_0 V_0 V_W - c_0 V_0^2}{c_1^2}}$$

Wenn man nur die Differenzen der Potentiale haben möchte braucht man nicht zu berücksichtigen, dass nicht mit einer Wasserstoffelektrode als Bezugselement gemessen wurde, sondern mit einer Silberelektrode. Will man auch die Normalpotentiale bestimmen, muss das Potenzial der Vergleichselektrode von den abgelesenen Werten abgezogen werden.

Beachten:



Entsorgung

Schwermetallbehälter

Literatur

Institut Dr. Flad, Praktikumsunterlagen