

Bestimmung des Sauerstoffgehaltes einer Wasserprobe - Iodometrie



C05

Prinzip

Im alkalischen Bereich reagiert Mangan(II)- chlorid mit dem gelösten Sauerstoff zu gemischten Hydroxiden, die im sauren quantitativ zu Mangan (III)- Ionen reagieren. Diese werden mit Iodid - Ionen reduziert und entstandenes Iod mit Natriumthiosulfat bestimmt.

Vorbe- reitung	Benötigte Geräte	Verwendete Chemikalien									
	☐ Sauerstoffflasche nach Winkler, ca. 100 mL	☐ Mangan(II)chlorid									
	☐ Tropfpipette	□ Natriumhydroxid □ destilliertes Wasser									
	☐ Messzylinder, 100 mL☐ Bürette, 25 mL	☐ Natriumazid									
	☐ Bürettenklammer, Plast	k ☐ Phosphorsäure, konz �� 🛽									
	Herstellen der Lösung										
	Manganchlorid- Lösung:	100g MnCl ₂ *4 H ₂ O werden in 150 mL dest. Wasser gelöst.									
		g NaOH und 60 g KI werden in 150 mL Wasser gelöst. Parallel dazu werden laN ₃ in ca. 20 mL Wasser gelöst und die Lösungen dann vereinigt.									
	Phosphorsäure:	600 mL Phosphorsäure, konz. werden in 400 mL Wasser eingerührt.									

Durchführung

Die Sauerstoffflasche wird möglichst ohne Verwirbelungen z.B. mit einem Rüttnerheber oder ähnlichem Gerät bis zum Überlaufen gefüllt. Dann werden jeweils 1,0 mL Manganchloridlösung und 1,0 mL Fällungsreagenz mit einer Pipette so eingefüllt, dass nur Probenwasser überläuft. Danach wird die Flasche mit dem abgeschrägten Stopfen blasenfrei verschlossen, die Probe wird geschüttelt und, wenn nötig, lichtgeschützt bis max. 2 Tage aufbewahrt. Der am Boden befindliche Niederschlag wird durch vorsichtige Zugabe von 5 mL Phosphorsäure gelöst, die Flasche erneut verschlossen, geschüttelt und 10 Minuten unter Lichtabschluss stehen gelassen. Die Probe wird danach in einen 250 mL Erlenmeyerkolben gegeben und mit der Thiosulfatlösung titriert, bis sie hellgelb geworden ist. Danach gibt man einige Tropfen Stärke zu und titriert bis zum ersten Verschwinden der Blaufärbung.

Die zugesetzten Reagenzien bilden je nach dem Sauerstoffgehalt der Wasserprobe weiße bis kaffeebraune Niederschläge. Das zugesetzte Manganchlorid reagiert mit der Natronlauge unter Bildung von Mangan(II)-hydroxid,

$$Mn^{2+} + 2 Cl^{-} + 2 Na^{+} + 2 OH^{-} -> Mn(OH)_{2} + 2 Na^{+} + 2 Cl^{-}$$

das durch den im Wasser vorhandenen Sauerstoff quantitativ zum braunen Mangan(III)-hydroxid aufoxidiert wird

Auswertung

$$4 \text{ Mn(OH)}_2 + O_2 + 2 \text{ H}_2 O \rightarrow 4 \text{ Mn(OH)}_3$$

Je größer der Sauerstoffgehalt der Wasserprobe, um so stärker bestimmt das bräunliche unlösliche Mangan(III)-hydroxid und je geringer der Sauerstoffgehalt der Probe ist, um so stärker bestimmt das weiße unlösliche Mangan(II)-hydroxid die Farbe des Niederschlages.

Folgende Farben geben einen ersten Hinweis auf den Sauerstoffgehalt:

Farbe	Sauerstoffgehalt (mg/L)				
weiß	<2				
elfenbein	3				
schwachbraun	5				
helles schokoladenbraun	7				
kaffeebraun	>9				

www.kappenberg.comMaterialienMaßanalyse Titration10/20111



Bestimmung des Sauerstoffgehaltes einer Wasserprobe - Iodometrie



C05

Wird dem Hydroxid Salzsäure oder Phosphorsäure hinzugesetzt, so löst sich das Hydroxid unter Freisetzung von Mangan(III) -lonen auf.

$$Mn(OH)_3 + 3 H_3O^+ -> Mn^{3+} + 6 H_2O$$

Die Mangan(III)- Ionen oxidieren die durch das Kaliumiodid hinzugesetzten Iodionen zu elementarem Iod, das der Lösung eine Bernsteinfarbe gibt. Die Mangan(III)- Ionen werden zu Mangan(II)- Ionen reduziert.

$$4 \text{ Mn}^{3+} + 4 \text{ I}^{-} \rightarrow 2 \text{ I}_{2} + 4 \text{ Mn}^{2+}$$

In einer weiteren Redoxreaktion wird das freigesetzte Iod (Oxidationsmittel) mit Natriumthiosulfatlösung (Reduktionsmittel) bestimmt, wobei die Stärkelösung als Indikator fungiert. Freies elementares Iod bildet mit Stärke eine blaue Einschlussverbindung, die Iodidionen dagegen nicht.

$$2 I_2 + 4 S_2 O_3^{2-} \rightarrow 4 I^- + 2 S_4 O_6^{2-}$$

Gesamtreaktion:

$$4 \, \text{Mn(OH)}_2 \, + 1 \, \text{O}_2 + 6 \, \text{H}_3 \text{O}^+ + 4 \, \text{S}_2 \text{O}_3^{2-} + 2 \, \text{Mn}^{3+} \, > \, 4 \, \text{Mn(OH)}_3 + 10 \, \text{H}_2 \text{O} + 4 \, \text{Mn}^{2+} + 2 \, \text{S}_4 \text{O}_6^{2-} + 2 \, \text{M}_3 + 2 \, \text{M}_4 + 2 \, \text{M$$

Das Stoffmengenverhältnis von Sauerstoff zu Thiosulfat-ionen beträgt also 1:4.

Demnach entspricht 1 mL Natriumthiosulfatlösung (0.01mol/L · 0.001 L / 4 · 32 g/mol=) 0,08 mg Sauerstoff.

$$Sauerstoffgehalt = \frac{V \cdot 0.08 \cdot 1000}{V_W^{-}V_R} \text{ in mg/L}$$

V = Volumen in mL verbrauchter Thiosulfat- Lösung

V_W= Volumen der Winkler Flasche in mL

V_R= Volumen an zugesetzten Reagenzien (2,0 mL)

Zur Auswertung der Versuchsergebnisse

Der Sauerstoffgehalt im Wasser, der sich durch den Austausch mit der Luft einstellt, hängt von der Temperatur, dem Druck, dem Salzgehalt und dem Verschmut-zungsgrad ab. Die gemessene Sauerstoffkonzentration (aktueller Sauerstoffgehalt) muss man mit dem theoretisch möglichen Sauerstoffsättigungswert vergleichen. Der theoretisch zu erwartende Sättigungswert lässt sich aus der Tabelle 3 entnehmen. Aus dem Vergleich ergibt sich das sogenannte Sauerstoffdefizit oder Sauerstoffsättigungsdefizit. Darunter versteht man die Fehlmenge an Sauerstoff gegenüber dem Sättigungswert des Wassers. Zahlenmäßig können die Verhältnisse durch den Sättigungindex, das in Prozenten ausgedrückte Verhältnis der aktuellen Sauerstoffkonzentration und der Sauerstoffsättigungskonzentration (Tabelle auf der nächsten Seite) ausgedrückt werden.

Durch Pflanzentätigkeit kann der "Sättigungspunkt" bis zum 4-fachen überschritten werden.

Sauerstoffversorgung von Fischen (in mg/L nach Steger, Handbuch zu Wasserkarten)

	gut	mittel	schlecht	ungenügend
Lachs, Forelle	11-14	9-11	3-6	2
Äsche	9-14	7-9	2-4	1-2
Zander, Hecht	4-14	3-4	1,5-3	1-1,5
Schlei, Wels, Karpfen	3-14	2-3	1-1,5	<1

www.kappenberg.com | Materialien | Maßanalyse Titration | 10/2011 | 2



Bestimmung des Sauerstoffgehaltes einer Wasserprobe - Iodometrie



C05

	Sauerstoffsättigungskonzentration in mg/L O ₂ im Temperaturbereich von 0,0-41,0°C bei einem Atmosphärendruck von 1013 hPa (1013 mbar, Normdruck) nach Wagner (1979) bzw. DIN 38408-G22												
		spnarend											
	°C		,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9	1,0
	0	14,	64	60	55	51	47	43	39	35	31	27	23
	1	12	23	19 70	15 75	10	06 68	03	.99	.95	.91	.87	.83
	2 3	13,	83 45	79 41	75 38	71 34	68 30	64 27	60 23	56 20	52 16	49 12	45 09
	4		09	05	02	.98	.95	.92	.88	.85	.81	.78	.75
	5	12,	75	71	68	.96 65	.95 61	.92 58	.oo 55	.65 52	.81 48	.78 45	.73 42
		12,	/3	7 1	00	03	01	30	33	32	40	45	42
	6		42	39	36	32	29	26	23	20	17	14	11
	7		11	80	05	02	.99	.96	.93	.90	.87	.84	.81
	8	11,	81	78	75	72	69	67	64	61	58	55	53
	9		53	50	47	44	42	39	36	33	31	28	25
	10		25	23	20	18	15	12	10	07	05	02	.99
	11	10,	99	97	94	92	89	87	84	82	79	77	75
	12		75	72	70	67	65	63	60	58	55	53	51
	13		51	48	46	44	41	39	37	35	32	30	28
	14		28	26	23	21	19	17	15	12	10	80	06
	15		06	04	02	.99	.97	.95	.93	.91	.89	.87	.85
	16	9,	85	83	8 1	78	76	74	72	70	68	66	64
	17		64	62	60	58	56	54	53	51	49	47	45
	18		45	43	41	39	37	35	33	31	30	28	26
	19		26	24	22	20	19	17	15	13	11	09	80
	20		08	06	04	02	01	.99	.97	.95	.94	.92	.90
	21	8,	90	88	87	85	83	82	80	78	76	75	73
	22		73	71	70	68	66	65	63	62	60	58	57
	23		57	55	53	52	50	49	47	46	44	42	41
	24		41	39	38	36	35	33	32	30	28	27	25
	25		25	24	22	21	19	18	16	15	14	12	11
					0.0	0.5	0.5			0.0	00	0.0	0.5
	26		11	09	08	06	05	03	02	00	.99	.98	.96
	27	7,	96	95	93	92	90	89	88	86	85	83	82
	28		82	81	79	78	77	75 62	74	73	71	70	69
	29		69	67	66	65	63	62	61	59	58	57	55
	30		55	54	53	51	50	49	48	46	45	44	42
	31		42	41	40	39	37	36	35	34	32	31	30
	32		30	29	28	26	25	24	23	21	20	19	18
	33		18	2 <i>9</i> 17	15	14	13	12	23 11	09	08	07	06
	34		06	05	04	02	01	00	.99	.98	.97	.96	.94
	35	6,	94	93	92	91	90	89	.9 <i>9</i> 88	.38 87	85	.90 84	83
	33	0,	34	93	92	91	30	69	00	07	63	04	63
	36		83	82	81	80	79	78	77	75	74	73	72
	37		72	71	70	69	68	67	66	65	64	63	61
	38		61	60	59	58	57	56	55	54	53	52	51
	39		51	50	49	48	47	46	45	44	43	42	41
	40		41	40	39	38	37	36	35	34	33	32	31
achten:	0	1					ntsorgur		Anorganis				
								_					
Literatur	F. Kappenberg, Chemische Wasseranalysen in der Schule, Seite 34f, Münster 1980												

L.A.Hütter, Wasser und Wasseruntersuchung, Diesterweg, Frankfurt,1988

E.Philipp, Experimente zur Untersuchung der Umwelt, BSV, München 1977

10/2011 www.kappenberg.com Materialien Maßanalyse Titration