

Versuchsprotokoll

Einleitung/Aufgabe

1. Reaktionsgleichung für die Umsetzung von Iod mit ASC:

[fehlt]

Warum handelt es sich um eine Redox-Reaktion?

Die beiden OH-Gruppen der Ascorbinsäure neben der Doppelbindung werden **oxidiert**, d.h. in diesem Fall werden zwei Wasserstoff-Atome abgespalten und 2 Elektronen übertragen. Das Iod-Molekül fungiert als Oxidationsmittel und wird **reduziert**, indem es die Elektronen aufnimmt und eine insgesamt negative Ladung erhält

Welche Oxidationszahlen werden verändert?

Die beiden C-Atome der Ascorbinsäure, welche vor der Reaktion die beiden OH-Gruppen binden, haben beide je eine Oxidationszahl von +I, Iod hat zunächst als Element die Oxidationszahl 0.

Nach der Reaktion haben die beiden C-Atome eine Wertigkeit von je +II, Iod auf Grund der aufgenommenen Elektronen eine Wertigkeit von -I.

Welchen Indikator benutzt man und warum?

Als Indikator wird eine Stärkelösung verwendet. Iod oxidiert in der Lösung bevorzugt die Ascorbinsäure, bis diese komplett reagiert hat. Erst dann bindet Iod an die Stärke. Da Iod ursprünglich eine rotbraune Färbung hat, bei der Reaktion mit ASC farblos wird und im Iod-Stärke-Komplex blau gefärbt ist, zeigt eine blaue Färbung der Lösung das Ende der Reaktion von Iod mit ASC an.

Berechnung der Äquivalenzverhältnisse

1 mol Iodlösung reagiert mit 1 mol Ascorbinsäure (Verhältnis **1:1**)

1 ml 0,05-M(0,05mmol/ml) Iodlösung reagiert mit 0,05ml 0,1-M(0,05mmol/ml) ASC

Berechnung der Stoffmenge von ASC mit: $n = c \cdot V$ $\Leftrightarrow n = c \cdot V$ $n =$ Stoffmenge in mol

Stoffmengenkonzentration $c =$

$V =$ Volumen in l

Einsetzen der Werte: $n = 0,05\text{mmol/ml} \cdot 1\text{ml} = \mathbf{0,05\text{ mmol}}$

Berechnung der Masse von ASC mit: $m = M \cdot n$ $M =$ molare Masse

m = Masse in g

Molare Masse der Ascorbinsäure: 176,13 g/mol

Einsetzen Der Werte: $m = 176,13 \text{ mg/mmol} * 0,05 \text{ mmol} = 8,807 \text{ mg}$

$m_{\text{ASC}} = \mathbf{8,807 \text{ mg}}$

daraus folgt die **Äquivalenzmasse**: 1ml 0,05-M Iodlösung reagiert mit 8,807mg Ascorbinsäure.

Methode

Titration des Standards

1. Einwaage von ca. 150mg Ascorbinsäure mit der Analysenwaage (Firma Sartorius, Typ A 200S, genau bis 0,0001g, max. 200g) in drei 250ml-Bechergläser (genaue Einwaage siehe *Ergebnis*)
2. Mit einer Vollpipette 10ml Schwefelsäure ($c = 1 \text{ mol/l}$), mit einer Messpipette 1ml Stärkelösung (1,0g Stärke auf 100ml H_2O) hinzugeben und mit ungefähr 80ml destilliertem Wasser auffüllen
3. Das Becherglas auf einen Magnetrührer stellen, einen Rührfisch hinzugeben und einschalten
4. Solange Iodlösung ($c = 0,05 \text{ mol/l}$) in das Becherglas titrieren, bis die Lösung sich blau verfärbt (= Äquivalenzpunkt)
5. Verbrauchte Iodlösung ablesen und notieren
6. Wiederholung ab 3. mit den anderen Proben

Herstellen der Probelösung

7. Je eine Vitamin-C-haltige Brausetablette (ASC-Gehalt siehe *Ergebnis*) in drei Bechergläser mit 10ml Schwefelsäure und ca. 80ml destilliertem Wasser lösen

Durchführen der Bestimmung

8. Becherglas auf den Magnetrührer stellen, 1ml Stärkelösung hinzugeben
9. Rührfisch dazugeben und einschalten
10. Bis zum Äquivalenzpunkt (=Blaufärbung) mit Iodlösung titrieren
11. Bürettenstand ablesen und notieren
12. Durchführung ab 8. mit den restlichen Proben wiederholen

Ergebnis

Titration des Standards

Probe	1	2	3
Einwaage	150,60m g	150,90m g	150,70m g
prakt. Verbrauch	18,50ml	19,00ml	18,85ml

(V_{prak})

Berechnung des Mittelwertes der Einwaage: $\frac{\text{Probe 1+2+3}}{3} = 150,73\text{mg}$

M_E = **150,73mg**

Berechnung des Mittelwertes des prakt. Verbrauchs: $\frac{\text{Probe 1+2+3}}{3} = 18,78\text{ml}$

M_{pV} = **18,78ml**

Berechnung der Äquivalenzmasse:

18,78ml 0,05-M Iodlösung reagieren mit 150,73mg ASC

1ml 0,05-M Iodlösung reagiert mit (150,73mg/18,78 =) **8,026mg** ASC

Bestimmung des ASC-Gehaltes in der Brausetablette

Nach Angabe des Herstellers enthält eine Brausetablette der Firma "Ja" 180mg Ascorbinsäure. Die Einwaage der drei Brausetabletten ist daher nicht nötig, weil in jeder der gleiche Anteil ASC enthalten sein sollte, selbst wenn sie eine unterschiedliche Masse haben.

Probe	1	2	3
prakt. Verbrauch (V _{prak})	22,95ml	22,25ml	22,25ml

Berechnung des Mittelwertes: $\frac{\text{Probe 1+2+3}}{3} = 22,48\text{ml}$

M_{pV} = **22,48ml**

Berechnung des Gehaltes an ASC in der Brausetablette anhand der Äquivalenzmasse:

1ml 0,05-M Iodlösung reagiert mit 8,026mg ASC

22,48ml Iodlösung reagieren mit (8,026mg*22,48 =) **180,42mg** ASC

Nach meinen Berechnungen ist also in einer Brausetablette die Menge von 180,42mg ASC enthalten.

Diskussion

Ich habe bewusst am Schluss die Äquivalenzmasse in die Rechnung mit einbezogen, welche aus meiner ersten Titration hervorging (8,026mg ASC pro 1ml 0,05-M Iodlösung) und nicht die (eigentliche korrekte) Äquivalenzmasse aus meiner Berechnung vor dem Versuch (8,807mg ASC pro 1ml 0,05-M Iodlösung).

Theoretisch hätte ich also, mit der korrekten Äquivalenzmasse rechnend und ausgehend davon, dass die Angabe des Herstellers von 180mg ASC pro Tablette stimmen, folgendes Titrations Ergebnis haben müssen:

180mg
----- = 20,44 → d.h. ich hätte einen Mittelwert des prakt. Verbrauchs von
20,44ml erzielen
8,807mg müssen.

Meine Abweichung liegt also bei (22,48ml - 20,44ml =) **2,04ml**

Fehlerquellen

In der Reihenfolge der Versuchsdurchführung kann es zu folgenden Fehlern kommen:

1. Durch unzureichendes Schwenken des Becherglases ist die Konzentration in einzelnen Ebenen im Glas unterschiedlich.
2. Unzureichende Reinigung der Volumenmessgeräte vor der Benutzung.
3. Ungenaue Durchführung des weiteren Versuches, betrifft Einfüllen der Iodlösung in die Bürette, exakte Titration bis zum Äquivalenzpunkt und Ablesen der verbrauchten Lösung am Meniskus der Flüssigkeitsanzeige.
4. Individuelles Einschätzen des Äquivalenzpunktes bei schwach bis starker Blaufärbung.
5. Fehler in der Rechnung.

Da meine aus der Titration berechnete Äquivalenzmasse von der tatsächlichen nur um 0,781mg abweicht, gehe ich davon aus, dass in meiner Titration des Standards kaum Fehler enthalten sind.

Die spätere Abweichung der verbrauchten Iodlösung von der Menge, die ich eigentlich hätte verbrauchen müssen, ist einerseits auf den "falschen" Wert für die Äquivalenzmasse, andererseits vielleicht auf ungenaues Ablesen der Bürette (bei dunkler Iodlösung) oder unsauberes Arbeitsmaterial zurückzuführen.