# **Лабораторне заняття № 11**

**Тема: ЙОДОМЕТРІЯ.**

**Мета:** засвоїти теоретичні основи методу йодометрії. Вміти готувати титранти, виконувати їх стандартизацію, а також проводити кількісні визначення з використанням методу йодометрії.

**Теоретичні положення**

Йодометричний метод аналізу базується на окисно-відновних властивостях йоду:

J2 + 2e– = 2J–

Метод йодометрії використовується як для визначення відновників‚ так і для визначення окисників. Основними титрантами в йодометрії є розчини йоду та натрій тіосульфату.

При визначенні відновників розчин‚ що аналізують безпосередньо титрують розчином йоду. При визначенні окисників до розчину‚ що аналізують додають надлишок калію йодиду і йод‚ який виділився титрують розчином натрію тіосульфату.

Індикатором в йодометрії є розчин крохмалю. При титруванні йодом натрію тіосульфату (при визначенні окисників) крохмаль потрібно додавати в кінці титрування до солом’яно-жовтого розчину тому‚ що велика кількість йоду‚ який виділився‚ буде адсорбована крохмалем і сповільнюється реакція взаємодії йоду з натрію тіосульфатом.

Йодометричне титрування необхідно проводити в умовах, щоб запобігти втрати йоду через його леткість. Для цього титрують при охолодженні розчину і по можливості швидко. Треба враховувати і те, що йодид-іони окиснюються киснем повітря:

2I– + O2 + 4H+ → I2 + 2H2O.

Окисненню йодид-іонів сприяє низьке значення рН розчину і дія сонячного світла. Йодометричне титрування не можна проводити в лужному середовищі. Гідроксид-іони викликають реакцію диспропорціонування йоду:

I2 + 2NaOH → NaOI + NaI + H2O.

**5.1. Приготування титранту натрію тіосульфату і встановлення його нормальності***.*

***Прилади та реактиви:***конічні колби‚ піпетки‚ бюретки‚ мірні колби‚ технохімічні ваги‚ натрію тіосульфат‚ натрію карбонат.

***Розчини:*** калію йодид (10 %)‚ сульфатна кислота 2н‚ титрант калію перманганату‚ крохмаль.

**Теоретичні положення**

Кристалічний натрій тіосульфат Na2S2O3·5Н2О є нестабільною речовиною. Він легко втрачає кристалізаційну воду, у розчині розкладається карбон(ІV) оксидом:

Na2S2O3+СО2+Н2О→ NaНСО3+NaНSО3+ S.

Окиснюється навіть киснем повітря: 2Na2S2O3+О2→ 2Na2SО4+2S.

Тому стандартний титрований розчин натрій тіосульфату за точною наважкою приготувати неможливо.

Готують спочатку розчин натрію тіосульфату з приблизною концентрацією, дають декілька днів для стабілізації приготованого розчину і після цього встановлюють титр розчину за установочною речовиною.

Взаємодія натрій тіосульфату з йодом відбувається за рівнянням:

2Na2S2O3+І2→ 2NaІ+Na2S4О6;

2S2O32––2*ē*→ S4О62–.

***Хід роботи***

1. Розраховують наважку натрію тіосульфату необхідну для приготування 250 мл 0‚1н розчину.
2. На технохімічних вагах беруть наважку натрію тіосульфату‚ близьку до розрахованої‚ переносять її в мірну колбу на 250 мл‚ розчиняють в охолодженій дистильованій воді‚ додають 0‚4-0‚5 % (по відношенню до маси натрію тіосульфату) натрію карбонату і доводять розчин до мітки. Колбу залишають в темному місці на 5-6 діб.
3. В колбу для титрування наливають послідовно 8-10 мл 10 % розчину калію йодиду‚ 10-15 мл 2н сульфатної кислоти і точний об’єм 10-15 мл титранту калію перманганату. Добре перемішують вміст колби і витримують в темному місці 5 хв. до закінчення реакції.
4. Суміш розбавляють 50-100 мл води і титрують розчином натрію тіосульфату при безперервному помішуванні до зміни бурого забарвлення розчину в солом’яно-жовтий. Потім додають 1-3 мл розчину крохмалю і титрують до знебарвлення розчину.
5. Титрування проводять 2-3 рази. Знаходять середнє значення і розраховують нормальність розчину натрію тіосульфату.

**5.2. Приготування розчину йоду і встановлення його нормальності.**

***Прилади та реактиви:*** технохімічні ваги‚ мірні колби 250 мл‚ піпетки‚ бюретки‚ конічні колби‚ йод‚ калію йодид.

***Розчини:***титрант натрію тіосульфат‚ крохмаль.

***Хід роботи***

1. Розраховують наважку для приготування 250 мл 0‚1н розчину йоду.
2. На технохімічних вагах зважують наважку йоду‚ близьку до розрахованої.
3. У колбу на 250 мл переносять 5-6 г чистого калію йодиду і розчиняють його у 15 мл води. Потім переносять в колбу наважку йоду і після його розчинення доливають водою до мітки.
4. Відібрану аліквоту розчину 10 мл титрують розчином натрію тіосульфату так‚ як вказано в попередньому визначенні.
5. Титрування повторюють 3 рази‚ визначають середній об’єм і розраховують нормальність йоду.

**5.3. Приклади кількісних визначень методом йодометрії**

**5.3.1. Визначення купрум (ІІ) в мідному купоросі**

***Прилади та реактиви:*** аналітичні терези, циліндри, мірні колби, конічні колби, піпетки, бюретки, купрум сульфат (СuSO4·5H2O).

***Розчини*:** калію йодид (10 %), сульфатної кислоти (2н), титрант розчин натрію тіосульфату, крохмаль.

**Теоретичні положення**

Визначення базується на окисних властивостях Сu2+-іонів:

2CuSO4+4КІ→2CuI+I2+2K2SO4;

Cu2+ + *ē*→Cu+;

2I¯ – 2*ē*→I2;

2Cu2+ + 2I¯→2Cu+ + I2.

***Хід роботи***

1. Зважують точну наважку мідного купоросу (6 г).
2. Розчиняють в мірній колбі на 250 мл.
3. Відбирають піпеткою аліквотну частину розчину (10 мл) в колбу для титрування, додають циліндром 8 мл 10%-ного розчину калію йодиду та 8 мл розчину 2н сульфатної кислоти. Розчин добре перемішують та залишають в темному місці на 5 хвилин.
4. Титрують вміст колби розчином натрію тіосульфату до солом’яно-жовтого кольору, додають 2 мл розчину крохмалю та продовжують титрування до зникнення синього забарвлення. Титрування повторюють 3 рази.

|  |  |
| --- | --- |
| Об’єм досліджуваного розчину CuSO4,  взятий на титрування, см3 | Об’єм робочого титрованого розчину Na2S2O3**.**5Н2О, що пішов на титрування, см3 |
| V1 – 10  V2 – 10  V3 – 10 | V1 –  V2 –  V3 – |
| Vсер. – 10 | Vсер. – |

1. Визначають вміст купруму в мідному купоросі у відсотках.





**5.3.2. Визначення вмісту хрому в калію дихроматі**

***Прилади та реактиви:*** аналітичні терези, циліндри, мірні колби (250 мл), конічні колби, піпетки, бюретки, калію дихромат.

***Розчини*:** калію йодид (10 %), сульфатної кислоти (2н), титрований розчин натрію тіосульфату, крохмаль.

***Хід роботи***

1. Зважують точну наважку калію дихромату (1,2 г) кількісно переносять її в мірну колбу на 250 мл, розчиняють та доводять водою до мітки.
2. Відмірюють піпеткою точний об’єм розчину 10 мл переносять в конічну колбу, додають циліндром 8 мл 10%-вого розчину калію йодиду та 8 мл розчину 2н сульфатної кислоти. Розчин добре перемішують та залишають в темному місці на 5 хвилин.
3. Після цього додають 50-100 мл води і титрують розчином натрію тіосульфату до солом’яно-жовтого кольору, додають 2 мл розчину крохмалю та продовжують титрування до зникнення синього та появи зеленого забарвлення.
4. Титрування повторюють 3 рази.
5. Визначають вміст хрому в калію дихроматі у відсотках.

**5.3.3. Визначення вмісту Na2S в технічному натрію сульфіді**

***Прилади та реактиви:*** аналітичні терези, циліндри, мірні колби (250 мл), конічні колби, піпетки, бюретки, натрію сульфід технічний.

***Розчини:*** титрант йоду, хлоридної кислоти (2н), титрант натрію тіосульфату.

***Хід роботи***

1. Зважують точну наважку (приблизно 1 г) натрію сульфіду кількісно переносять її в мірну колбу на 250 мл, розчиняють та доводять водою до мітки.
2. Відбирають піпеткою точний об’єм розчину 20 мл переносять в конічну колбу. Після цього додають точний об’єм розчину йоду (20 мл), 10 мл розчину 2н хлоридної кислоти.
3. Йод, що не прореагував (надлишок) відтитровують розчином натрію тіосульфату.
4. Титрування повторюють 3 рази. Обчислюють вміст натрію сульфіду в аналізованому розчині в відсотках. Для цього спочатку визначають об’єм розчину йоду, який прореагував із взятим об’ємом аналізованого розчину:

*V(J2) = V1(J2) -* 

де V(J2) – об’єм титрованого розчину, витрачений на реакцію з розчином аналізованого розчину,

V1(J2) – об’єм титрованого розчину йоду, доданого до проби аналізованої речовини.

***Контрольні запитання***

1. В чому суть методу йодометрії ?
2. Який індикатор використовують в методі йодометрії?
3. Назвіть умови виконання йодометричних визначеннях?
4. Як проводиться визначення окисників йодометричним методом?
5. Як проводиться визначення відновників методом йодометрії?
6. Чи можна приготувати титрант натрію тіосульфату шляхом розчинення точної наважки? Чому?
7. Напишіть рівняння реакцій, які лежать в основі кількісних визначень купруму (ІІ) в мідному купоросі, хрому в калію дихроматі, натрію сульфіду в технічному натрію сульфіді.