

Лабораторна робота № 1.7

Йодометрія

Цей метод титриметричного аналізу заснований на реакції:

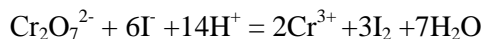


Таким чином, йод є окислювачем середньої сили, тому дану систему використовують для визначення як окисників, так і відновників.

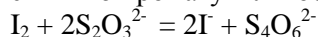
В якості індикатору в йодометрії застосовують свіжоприготовлений 1%-ний розчин крохмалю. Під час взаємодії крохмалю з йодом відбуваються два процеси: комплексоутворення й адсорбція, в результаті яких утворюється сполука синього кольору, чутливість реакції крохмалю з йодом велика, але різко падає зі збільшенням температури. Крохмаль потрібно додавати в титрований розчин лише тоді, коли основну кількість йоду вже відтитровано, інакше спостерігається перевитрата натрій тіосульфату (титранта).

Стандартизація розчину натрій тіосульфату за розчином калій біхромату

Титрувати натрій тіосульфат – один з найважливіших робочих розчинів в йодометрії – безпосередньо калій біхроматом неможливо, так як він реагує зі всіма сильними окислювачами (біхромат, перманганат, бромат і тому подібне) нестехіометрично, тому для встановлення титру тіосульфату за біхроматом застосовують метод заміщення. Спочатку використовують реакцію між біхроматом та йодидом:



Йод, що виділяється в еквівалентній біхромату кількості, відтитровують тіосульфатом:



Для протікання першої реакції необхідна порівняно висока концентрація гідроген-іонів (для підвищення потенціалу системи $Cr_2O_7^{2-}/2Cr^{3+}$), великий надлишок йодиду (для зниження потенціалу системи $I_3^-/3I^-$ та для розчинення йодиду, що виділяється), а також потрібен деякий час, так як швидкість реакції невелика. Хоча реакція йоду з тіосульфатом протікає значно швидше, ніж реакція тіосульфату з гідроген-іонами:



Все ж таки перед титруванням йоду необхідно знизити концентрацію гідроген-іонів розбавленням.

Оскільки калій біхромат відповідає усім вимогам, що пред'являють до вихідних речовин, можна приготувати його розчин точної концентрації шляхом розчинення певної наважки в відповідному об'ємі. Розраховують наважку калій біхромату, потрібну для приготування 0,05н розчину біхромату в об'ємі 250 см³.

Наважку зважують на аналітичних терезах, переносять у мірну колбу, розчиняють у невеликій кількості дистильованої води та після закінчення розчинення доводять водою до риски та перемішують.

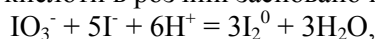
Піпеткою відбирають 20-25 см³ приготовленого розчину калій біхромату в конічну колбу, розбавляють до 40-50 см³ дистильованою водою, потім додають 10 см³ розбавленої (1:4) сульфатної кислоти та 2г сухого калій (амоній) йодиду, виваженого на технічних терезах.

Колбу закривають годинниковим склом і залишають у темному місці на 3-5 хвилин для повного виділення йоду. Потім йод, що виділився, титрують тіосульфатом до блідо-жовтого забарвлення, додають 1-2 см³ розчину крохмалю та продовжують повільно титрувати під час енергійного перемішування до зникнення синього забарвлення розчину. При цьому розчин не знебарвлюється повністю, так як у ньому залишаються іони Хрому (III), які забарвлюють розчин у зеленкуватий відтінок.

Розраховують нормальну концентрацію розчину натрій тіосульфату.

Йодометричне визначення кислот

Йодометричне визначення кислоти в розчині засновано на реакції:



яка проходить кількісно та дуже швидко. Якщо до розбавленого розчину хлоридної кислоти додати в надлишку нейтральний розчин калій йодиду та йодату, то гідроген-іони виділяють еквівалентну їм кількість вільного йоду, який відтитровують натрій тіосульфатом.

Для проведення визначення до отриманого розчину кислоти додають 50 см³ води, по 20 см³ 0,2н розчину калій йодату та 0,2н розчину калій йодиду та титрують натрій тіосульфатом до солом'яно-жовтого кольору. Потім додають крохмаль і продовжують титрувати тіосульфатом до знебарвлення розчину.

Результат виражають у грамах кислоти.

Титриметричне йодометричне визначення Купруму в сплавах

Сутність методу: метод заснований на відновленні Купрум (II) до Купрум (I) калій йодидом та титруванні I₂, що виділився, розчином натрій тіосульфату Na₂S₂O₃.

Хід аналізу

Наважку сплаву масою 0,1-0,2г поміщають у конічну колбу на 250 мл, приливають 10 мл HNO₃ (1:1) та розчиняють під час нагрівання; приливають 1 см³ насиченого розчину сечовини (100 г у 100 мл гарячої води) для видалення нітроген оксидів. Стіни колби обливають холодною водою, розбавляють до 100 мл, відтитровують, приливають 20 мл 20%-ного свіжоприготовленого розчину KI і титрують 0,1н розчином Na₂S₂O₃.

Розраховують у відсотках вміст Купруму.

Визначення кількості Купруму в розчині

Визначення купруму засновано на тому, що в кислотному середовищі іони Купруму (II) відновлюються йодид-іонами до одновалентних, а йодид окислюється до молекулярного. Йод, що виділився, титрують тіосульфатом у присутності крохмалю в якості індикатору.

Напишіть рівняння реакції.

Розчин солі Купруму, що аналізують, доводять дистильованою водою до 40 см³, додають 10 см³ 2н розчину сульфатної кислоти та 2г калій йодиду. Накривають колбу годинниковим склом і залишають стояти 2-3 хвилини до повного виділення йоду. Йод, що виділився, титрують тіосульфатом спочатку без індикатору до переходу темно-бурого кольору суспензії в жовтий і потім у присутності крохмалю до переходу синього кольору в тілесний. Розраховують вміст Купруму в розчині в грамах.

Контрольні питання до лабораторної роботи № 1.7

1. У чому полягає сутність йодометрії?
2. Який індикатор та робочі розчини використовують у методі йодометрії? Назвіть особливості застосування індикатора.
3. Перерахуйте умови, які необхідно дотримувати під час йодометричних визначень?
4. Як проводять визначення окисників методом йодометрії?
5. Як проводять визначення відновників методом йодометрії?
6. Чи можна приготувати розчин натрій тіосульфату шляхом розчинення точної наважки? Чому?
7. Напишіть рівняння реакцій, які лежать в основі кількісних визначень Купруму в мідному купоросі, Хрому в калій дихроматі, натрій сульфіді в технічному натрій сульфіді.
8. Які методики застосовують у методі йодометрії? У чому суть прямого, зворотного та непрямого титрувань? Як обчислити кількісний вміст речовини в препараті за результатами зворотного титрування?
9. Чи можна йодометричним методом визначити As (III) та As (V)?