ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 14

Окислительно-восстановительное титрование. Иодометрия

Иодометрическим титрованием называется титриметрический метод анализа, основанный на определении количества йода, затраченного для полного протекания реакции с веществом, обладающим восстановительными свойствами, либо выделившегося в результате реакции KI с веществом, обладающим окислительными свойствами.

В основе иодометрических определений лежит следующее равновесие:

$$[I_3]^- + 2\bar{e} \leftrightarrows 3I^- ; \qquad E^0 = +0{,}545 \text{ В}$$

В качестве титрантов в иодометрическом титровании используют иод и тиосульфат натрия.

Задача 1. Стандартизация раствора тиосульфата натрия

Для стандартизации растворов тиосульфата натрия используют бихромат калия. Реакции $Na_2S_2O_3$ с $K_2Cr_2O_7$ и другими сильными окислителями протекают нестехиометрично, поэтому стандартизацию раствора тиосульфата натрия проводят способом заместительного титрования: при взаимодействии $K_2Cr_2O_7$ с избытком KI образуется эквивалентное первому веществу количество иода, который затем титруют стандартизируемым раствором $Na_2S_2O_3$:

$$Cr_2O_7^{2-} + 6I^- + 14H^+ = 2Cr^{3+} + 3I_2 + 7H_2O$$

$$I_2 + S_2O_3^{2-} = 2I^- + S_4O_6^{2-}$$
$$(\text{или } [I_3]^- + S_2O_3^{2-} = 3I^- + S_4O_6^{2-})$$

Конечную точку титрования в иодометрии обнаруживают, чаще всего, по исчезновению или появлению окраски иод-крахмального комплекса.

Ход работы

1) В три колбы для титрования вносят по 15 мл 10%-ного раствора KI. В каждую из колб вносят по 5 мл раствора H_2SO_4 (1:4) и по 10 мл 0,05н. раствора $K_2Cr_2O_7$. Нет необходимости отмерять растворы иодида калия

и серной кислоты пипеткой (можно использовать цилиндр), а раствор $K_2Cr_2O_7$ – необходимо. (Почему?)

2) Колбы для титрования накрывают часовым стеклом и ставят в темное место приблизительно на 5 минут. (Почему?)

3) Бюретку готовят к титрованию как обычно, заполняя ее стандартизируемым раствором тиосульфата натрия.

4) Начинают титрование без индикатора, который добавляют в конце титрования, когда окраска титруемого раствора станет бледно-желтой. (Почему?) В качестве индикатора используют крахмал, после добавления которого раствор окрашивается в синий цвет.

5) Конечной точкой титрования считают момент перехода окраски анализируемого раствора из синей в бледно-зеленую.

6) Титрование проводят 3 раза. По усредненному значению объема тиосульфата натрия рассчитывают его концентрацию.

$$N\,(Na_2S_2O_3) = N\,(K_2Cr_2O_7) \cdot V\,(K_2Cr_2O_7) / V(Na_2S_2O_3)$$

7) При выполнении последующих иодометрических определений в расчетах используют полученное значение концентрации тиосульфата натрия.

Задача 2. Определение меди

Определение меди проводят методом заместительного титрования, которое основано на реакции:

$$2Cu^{2+} + 4I^- = 2CuI\downarrow + I_2$$

Медь(II) в данном случае выступает в качестве окислителя. В результате окисления иодид-ионов образуется иод, количество которого определяют, оттитровывая его раствором тиосульфата натрия. Количество тиосульфата натрия эквивалентно количеству выделившегося иода, которое, в свою очередь, эквивалентно и количеству меди(II), вступившей в реакцию. Таким образом, по объему раствора $Na_2S_2O_3$, израсходованного на титрование иода, рассчитывают количество вступившей в реакцию меди(II).

Ход работы

1) Бюретку готовят к титрованию, как обычно, и заполняют ее раствором тиосульфата натрия.
2) У лаборанта получают мерную колбу с анализируемым раствором соли меди и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.
3) В колбу для титрования помещают 15-20 мл 10% раствора KI. Вносят туда же пипеткой 10 мл раствора соли меди из мерной колбы и 3 мл раствора H_2SO_4 (1:4). Колбу для титрования накрывают часовым стеклом и ставят в темное место приблизительно на 5 минут.
4) Побуревший от выделившегося иода раствор титруют из бюретки раствором тиосульфата натрия до тех пор, пока окраска не станет соломенно-желтой. После этого прибавляют несколько капель раствора крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания синего раствора.
5) Титрование проводят 3 раза. По полученному усредненному значению объема тиосульфата натрия рассчитывают содержание меди (в граммах) в выданной пробе, не забывая при этом учесть объем аликвоты взятого на титрование раствора.
6) Рассчитывают относительную погрешность определения.

Задача 3. Определение сульфитов

Это определение основано на реакции:

$$SO_3^{2-} + I_2 + H_2O = SO_4^{2-} + 2H^+$$

В данном случае используют метод обратного титрования (титрования по избытку): к определяемому раствору сульфита добавляют точно известное количество стандартного раствора иода, а спустя 5 минут оттитровывают его избыток стандартным раствором тиосульфата натрия.

Ход работы

1) Берут точную навеску анализируемого образца (0,15-0,30 г).
2) Навеску образца количественно переносят в мерную колбу на 100 мл, растворяют ее, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.
3) В колбу для титрования вносят 10 мл полученного раствора, прибавляют пипеткой 15 мл 0,05н. раствора иода. Колбу закрывают часовым стеклом и оставляют в темноте на несколько минут.

4) Избыток иода оттитровывают стандартным раствором тиосульфата натрия. В качестве индикатора используют крахмал, который добавляют в конце титрования, когда титруемый раствор будет иметь бледно-желтую окраску. Титруют до обесцвечивания синего раствора. Титрование проводят 3 раза; полученные результаты усредняют.
5) Рассчитывают содержание сульфит-ионов (в %) в выданном образце.
6) Рассчитывают относительную погрешность определения.

Задача 4. Определение соляной кислоты

Определение сильных кислот иодометрическим методом основано на реакции:

$$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ = 3I_2 + 3H_2O$$

В данной реакции расходуются H^+-ионы, выделяется эквивалентное их количеству количество иода, который оттитровывают тиосульфатом натрия.

Ход работы

1) У лаборанта получают конические колбы с раствором HCl. В колбы с анализируемым раствором добавляют по 10 мл 10 %-ных растворов KI и KIO_3. Колбы закрывают часовым стеклом и оставляют в темноте на несколько минут.
2) Выделившийся в реакции иод оттитровывают стандартным раствором тиосульфата натрия. В качестве индикатора используют крахмал, который добавляют в конце титрования, когда титруемый раствор будет иметь бледно-желтую окраску. Титруют до обесцвечивания синего раствора. Титрование проводят 3 раза, полученные результаты усредняют.
3) Рассчитывают содержание соляной кислоты (в граммах) в выданной пробе.
4) Рассчитывают относительную погрешность определения.

Вопросы для контроля

1. Сущность иодометрического метода анализа. Охарактеризуйте пару $I_2/2I^-$ в соответствии с ее положением в таблице стандартных потенциалов и возможность применения ее в анализе.
2. Назовите и поясните условия проведения иодометрических определений.
3. Почему возникает необходимость стандартизации раствора тиосульфата натрия и как ее проводят? Напишите уравнения реакций.
4. Как иодометрическим методом определяют восстановители? Почему восстановители напрямую не титруют раствором иода? Приведите примеры, напишите уравнения реакций и формулы для расчета результата.
5. Как иодометрическим методом определяют окислители? Как называется этот метод? При выполнении какой работы Вы уже его использовали? Приведите примеры, напишите уравнения реакций и выведите формулу для расчета результата.
6. Как иодометрическим методом определяют сильные кислоты? Приведите примеры, напишите уравнения реакций и выведите формулу для расчета результата.
7. С какой целью при определении меди к титруемому раствору добавляют серную кислоту?
8. Как объясняется направление реакции, используемой для иодометрического определения меди?