

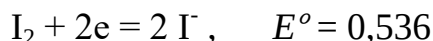
## Лабораторная работа № 6.

### Определение меди(II) методом йодометрии

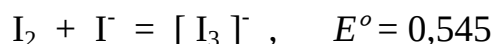
**Цель работы.** Определить содержание меди (II) в контрольном растворе.

#### *Теоретическая часть*

Йодометрический метод анализа основан на окислительно-восстановительных реакциях, связанных с восстановлением  $I_2$  до  $I^-$ -ионов и с окислением  $I^-$  - ионов до  $I_2$ :



Кристаллический йод малорастворим в воде. Поэтому обычно применяют раствор йода в KI, в котором йод связан в комплексное соединение:



Методом йодометрии можно определять как окислители, так и восстановители.

*Восстановители*, легко окисляемые элементарным йодом титруют непосредственно стандартными растворами йода, используя *метод прямого йодометрического титрования*. Так определяют сульфиды, сульфиты, тиосульфаты и другие сильные восстановители. В качестве индикатора применяют чувствительный реактив на йод – *раствор крахмала*, образующий с йодом соединение интенсивно синего цвета. При титровании в присутствии крахмала конечную точку титрования определяют по появлению синей окраски, вызываемой одной лишней каплей йода.

*Окислители* определяют *методом косвенного йодометрического титрования*. Для этого к растворам окислителей добавляют избыток KI, а затем выделившийся в эквивалентном окислителю количестве элементарный йод оттитровывают стандартным раствором тиосульфата натрия  $Na_2S_2O_3$ . Так определяют  $KMnO_4$ ,  $K_2Cr_2O_7$ ,  $KClO_3$ ,  $Cl_2$ ,  $Br_2$ , соли меди (II), нитриты, пероксид водорода и другие окислители.

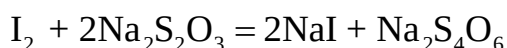
В некоторых случаях применяют и *метод обратного йодометрического титрования*. При этом к раствору определяемого вещества (например,  $S^{2-}$  - иона) добавляют избыточное количество стандартного раствора йода и остаток не вступившего в реакцию с восстановителем раствора  $I_2$  оттитровывают рабочим раствором тиосульфата натрия.

Конец реакции между йодом и тиосульфатом устанавливают по изменению окраски *раствора крахмала*, который добавляют в титруемый раствор в конце титрования вблизи точки эквивалентности, поскольку растворимость йодкрахмального комплекса в воде мала и высокие

концентрации йода разрушают крахмал, причем образуются продукты, являющиеся не полностью обратимыми индикаторами.

Стандартный раствор йода можно приготовить либо исходя из точной навески химически чистого кристаллического йода, либо пользуясь йодом, имеющимся в продаже. В последнем случае титр раствора устанавливают обычно по стандартному раствору тиосульфата натрия.

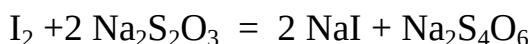
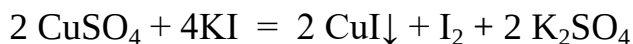
Титрование йода тиосульфатом натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  происходит по уравнению реакции



Стандартный раствор тиосульфата натрия по точной навеске приготовить нельзя, т. к. кристаллический  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  легко теряет кристаллизационную воду. Кроме того, тиосульфат является соединением очень неустойчивым, окисляется кислородом воздуха.

Для стандартизации раствора тиосульфата натрия используют йодат калия  $\text{KIO}_3$ , бромат калия  $\text{KBrO}_3$ , дихромат калия  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , гидройодат калия  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  и др. На практике чаще всего пользуются раствором дихромата калия, используя метод заместительного титрования.

Определение  $\text{Cu}(\text{II})$  методом йодометрии проводят методом заместительного титрования согласно следующим реакциям:



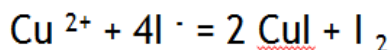
#### ***а) Реакция осаждения***

$$E^0_{\text{Cu}^{2+} / \text{Cu}^+} = +0.15 \text{ В} \quad (1)$$

$$E^0_{\text{Cu}^{2+} / \text{CuI}} = +0.86 \text{ В} \quad (2)$$

Первая пара **восстановитель**, вторая **окислитель**.

#### ***При реакции осаждения***



В ходе реакции **образуется CuI**, концентрация ионов меди ( $\text{Cu}^+$ ) понижается, это приводит к **увеличению  $E^0$ :  $+0.86 > +0.15$ .**

## **Выполнение работы:**

### *Посуда:*

- бюретка для титрования объемом 25 мл;
- пипетка Мора объемом 10 мл;
- пипетка Пастера (капельная пипетка);
- мерная колба объемом 100 мл;
- колба Эрленмейера (коническая колба для титрования);
- мерный цилиндр.

### *Реактивы:*

- стандартный раствор  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0,0500 моль-экв/л);
- 10%-ный раствор KI;
- контрольный раствор соли  $\text{CuSO}_4$ ;
- раствор крахмала;
- дистиллированная вода.

### **1. Подготовить бюретку к работе.**

Бюретку промывают дистиллированной водой, а затем ополаскивают два раза небольшим количеством стандартного раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Наполняют бюретку раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , удаляют пузырьки воздуха и устанавливают уровень жидкости на нуле по нижнему краю мениска.

### **2. Приготовить контрольный раствор.**

Доводят объем контрольного раствора в мерной колбе на 100,0 мл дистиллированной водой до метки. В чистую коническую колбу переносят пипеткой Мора 10,0 мл соли  $\text{CuSO}_4$ , предварительно ополоснув пипетку этим же раствором.

### **3. Титрование контрольного раствора соли акммония.**

В коническую колбу с разбавленным раствором соли  $\text{CuSO}_4$  добавляют мерным цилиндром 10 мл 10%-ного раствора KI. Оставляют колбу в темноте на 3-5 минут. После этого титруют стандартизованным раствором тиосульфата до перехода бурой окраски в светло-желтую. Затем прибавляют 20 капель раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски титруемого раствора от одной капли раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (взмученный осадок  $\text{CuI}$  после окончания титрования должен иметь белый цвет).

### **4. Титрование повторяют до получения 3-х сходимых результатов.**

5. Рассчитывают объем раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , пошедший на титрование ( $V$ , мл), массу ( $m$ , г) и относительную ошибку определения.

### **6. При написании вывода по лабораторной работе необходимо отразить:**

- какой метод титриметрического анализа использовали;
- какой прием и способ выполнения титрования использовали;
- как определяли конечную точку титрования и почему.

| Исходные данные                                                                                                                                                                        | Расчеты                                                                                                                                                                                                                                 |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $V_K = 100,0$ мл<br>$V_{ал} (CuSO_4) = 10,0$ мл<br>$C_H (Na_2S_2O_3) =$<br>$V_1 (Na_2S_2O_3) =$<br>$V_2 (Na_2S_2O_3) =$<br>$V_3 (Na_2S_2O_3) =$<br>$M_{Э(Cu^{2+})} = 63,55$ г/моль экв | $\bar{V} = \frac{V_1 + V_1 + V_3}{3} \text{ (мл)}$ $m_{(CuSO_4)} = \frac{(C_H \cdot V)_{Na_2S_2O_3} \cdot M_{Э(Cu^{2+})}}{1000} \cdot \frac{V_K}{V_{ал}} \text{ (г)}$ $\varepsilon_{отн} = \frac{ m_x - m_{ист} }{m_{ист}} \cdot 100\%$ |

### **Вывод:**

### **Вопросы к лабораторной работе:**

1. Укажите факторы, оказывающие влияние на величину реального (равновесного) потенциала.
2. Как влияет значение рН среды на величину потенциала?
3. Как влияют конкурирующие реакции комплексообразования или осаждения с окисленной (восстановленной) формой на величину потенциала?
4. Назовите способы фиксирования точки эквивалентности в методе редоксиметрии.
5. Что такое редокс-индикаторы и специфические индикаторы? Приведите примеры.
6. Что такое метод иодометрии?
7. Охарактеризуйте окислительно-восстановительную способность пары йод/йодид-ион.
8. Почему применяют раствор йода в KI? Дать пояснение.
9. В каком случае применяется прямая йодометрия? Дать пояснение.
10. В каком случае применяется метод замещения в йодометрии? Дать пояснение.
11. Почему при определении раствора соли  $CuSO_4$  после добавления KI накрывают колбу часовым стеклом, оставляют в темноте и выдерживают 3-5 минут?
12. Назовите индикаторы, применяемые в йодометрии.
13. Почему крахмал прибавляют в самом конце титрования?
14. Является ли раствор йода первичным стандартом? Дать пояснение.
15. Почему необходимо стандартизовать раствор тиосульфата натрия? Дать пояснение.