

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования
«Белорусский государственный педагогический университет
имени Максима Танка»

Суханкина Н.В., Козлова-Козыревская А.Л.

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.
КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**

Практикум

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

Минск
2017

Печатается по решению редакционно-издательского совета БГПУ

Рецензенты:

Мельситова И. В., доцент кафедры аналитической химии БГУ,
кандидат химических наук, доцент;
кафедра химии УО «Витебский государственный университет
имени П.М. Машерова» (заведующий О. М. Балаева-Тихомирова)

Суханкина, Н.В.

Аналитическая химия. Количественный химический анализ: практикум / Н. В. Суханкина. А. Л. Козлова-Козыревская. – Минск : БГПУ, 2017. – 96 с.
ISBN 978-985-541-386-9.

В пособии излагается сущность гравиметрического и титриметрического методов анализа, описываются техника работы и основные аналитические операции, приводятся методики определения различных веществ методами осаждения и отгонки, кислотно-основного, комплексонометрического и окислительно-восстановительного титрования.

Адресуется студентам педагогических вузов, обучающихся по химико-биологическим специальностям, а также магистрантам и аспирантам при изучении ими современных методов химического анализа.

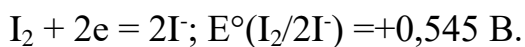
ISBN 978-985-541-386-9

**УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73**

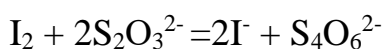
© Суханкина Н. В.,
Козлова-Козыревская А. Л., 2017
© оформление. БГПУ, 2017

ЙОДОМЕТРИЯ

В основе йодометрических определений лежит полуреакция:



Пара $\text{I}_2/2\text{I}^-$ может играть роль окислителя или восстановителя в зависимости от величины потенциала второй реагирующей пары. Восстановители ($E^\circ < +0,545 \text{ В}$) определяются прямым методом с использованием в качестве титранта раствора йода. Окислители ($E^\circ > +0,545 \text{ В}$) определяются в большинстве случаев по методу замещения: добавляют к окислителю избыток йодида калия, а выделившийся йод оттитровывают стандартным раствором тиосульфата натрия:



Методы, основанные на прямом окислении веществ растворами йода, иногда называют йодиметрическими, а методы, в которых окисляется йодид с последующим титрованием выделившегося йода, – йодометрическими. Однако эта терминология соблюдается не строго и обе группы методов часто называют йодометрическими.

В качестве индикатора в йодометрии применяют свежеприготовленный раствор крахмала. При взаимодействии с йодом крахмал образует комплексно-адсорбционное соединение, окрашенное в интенсивный синий цвет. Чувствительность этой реакции очень высока, порядка 10^{-5} моль/л, вследствие этого йодометрия является одним из самых точных методов титриметрического анализа.

Работа 2.15. Приготовление и стандартизация раствора тиосульфата натрия

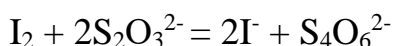
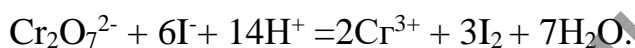
Сущность метода

Тиосульфат натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ не является первичным стандартом: его растворы неустойчивы в кислых средах, тиосульфат разлагается под действием CO_2 , окисляется кислородом воздуха, а также разлагается

тиобактериями, которые всегда находятся в воздухе и легко попадают в раствор.

Стандартизацию раствора тиосульфата натрия следует проводить не менее чем через 5 дней после его приготовления, поскольку в первое время после приготовления раствора в нем протекают все перечисленные процессы, часть из них ведет к увеличению концентрации, а часть – к уменьшению.

Для стандартизации раствора обычно используют дихромат калия, но поскольку тиосульфат реагирует с сильными окислителями нестехиометрично, используют метод замещения. Сначала к смеси KI и H₂SO₄ прибавляют точно отмеренный объем стандартного раствора K₂Cr₂O₇, а затем оттитровывают йод, выделившийся в количестве, стехиометричном K₂Cr₂O₇, исследуемым раствором тиосульфата:



Конечную точку титрования устанавливают с помощью крахмала, по переходу синей окраски соединения йода с крахмалом в светло-зеленую окраску ионов Cr³⁺, остающихся в растворе.

Реагенты и оборудование

- K₂Cr₂O₇, 0,008M раствор
- H₂SO₄, 1M раствор
- Na₂S₂O₃, приблизительно 0,05M раствор
- KI, 10% раствор
- крахмал, 1% раствор
- бюретка; пипетки емкостью 10–20 мл; мерный цилиндр емкостью 50–100 мл; колбы для титрования.

Методика определения и расчет

В колбу для титрования наливают мерным цилиндром 15 мл 1M H₂SO₄ и 15 мл 10% раствора KI, затем добавляют пипеткой 10 мл стандартного

раствора дихромата калия. Для завершения реакции смесь помещают на 3–5 минут в темное место, затем разбавляют дистиллированной водой и титруют по каплям раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до бледно-желтой окраски раствора, добавляют 1–2 мл 1% раствора крахмала и продолжают титровать медленно при энергичном перемешивании до перехода окраски раствора из синей в зеленоватую (цвет ионов Cr^{3+}). Иногда через 10–15 мин оттитрованный раствор снова синееет. На результатах это не отражается, так как окраска появляется вследствие медленного окисления кислого раствора KI кислородом воздуха. Появление синей окраски раствора сразу же после окончания титрования указывает на то, что выделение йода из KI дихроматом калия прошло не до конца, и разбавление было проведено слишком рано. Такое титрование неправильно.

Точное титрование повторяют 2-3 раза и из сходящихся результатов берут средний.

Концентрацию раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ рассчитывают по формулам, учитывая коэффициенты стехиометрии.