

Йодометрия

Йодометрия - титриметрический метод анализа, в основе которого лежат реакции:

- $I_2 + 2e = 2I^-$ - восстановление свободного йода до иодид - ионов
- $2I^- - 2e = I_2$ - окисление иодид - ионов до свободного йода

• Титранты

Рабочие растворы:

- раствор $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ (для определения окислителей)
- раствор I_2 (для определения восстановителей)
- 5-10% раствор KI (для определения окислителей)



Приготовление рабочего раствора

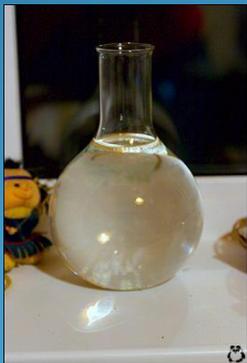
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ сильный восстановитель, приготовить по точной навеске нельзя, т.к. он является кристаллогидратом (содержит воду). Растворы $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ неустойчивы, легко реагируют с кислородом воздуха и с углекислым газом:



Титр его меняется в течение 5-7 дней, в течение которых он взаимодействует с микроорганизмами, находящимися в воде, поэтому, для его

приготовления используют свежеприготовленную охлажденную воду очищенную.

Для стабилизации тиосульфата к нему добавляют натрий (NaHCO_3)



Стандартизация

Для установки концентрации тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ используется раствор дихромата калия с $\text{C}^{1/6}[\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7]$, приготовленный из свежеперекристаллизованного $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

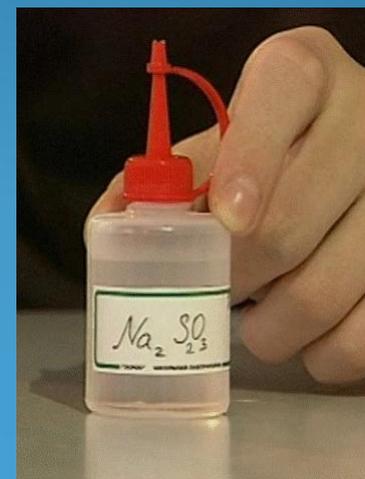
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ непосредственно реагирует с $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, но нет способа зафиксировать точку эквивалентности, поэтому применяют способ титрования заместителя.

К раствору $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в присутствии H_2SO_4 (20%) добавляют вспомогательный рабочий раствор KI . В результате реакции выделяется свободный йод, в количестве эквивалентном дихромату калия. Для полного выделения йода раствору дают постоять 10 минут в темном месте.

ХИМИЗМ



Выделившийся йод оттитровываем тиосульфатом натрия:

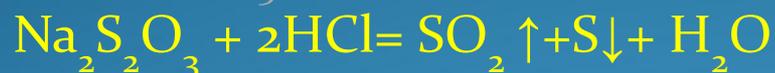


Условия титрования

Среда - нейтральная

НЕЛЬЗЯ титровать в кислой среде,

т.к $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ разрушается



НЕЛЬЗЯ титровать в щелочной, т.к идет побочная реакция



гипоиодид, который еще более сильный окислитель, чем I_2 .

Титрование проводится на холоде, во избежание

улетучивания йода, и чувствительность крахмала понижается

Фиксирование точки эквивалентности

Индикатор - 1% раствор крахмала

Крахмал растирают в ступке с небольшим количеством холодной воды, выливают тонкой струей

в кипящую воду,

кипятят 2-3 минуты, охлаждают,

хранят в хорошо закупоренной склянке.

Раствор быстро портится, хранится 2-3 дня,

цвет комплекса крахмал-йод темно синий.

Если окраска черная, буро-красная или фиолетовая

то крахмал испорчен. Для стабилизации крахмала

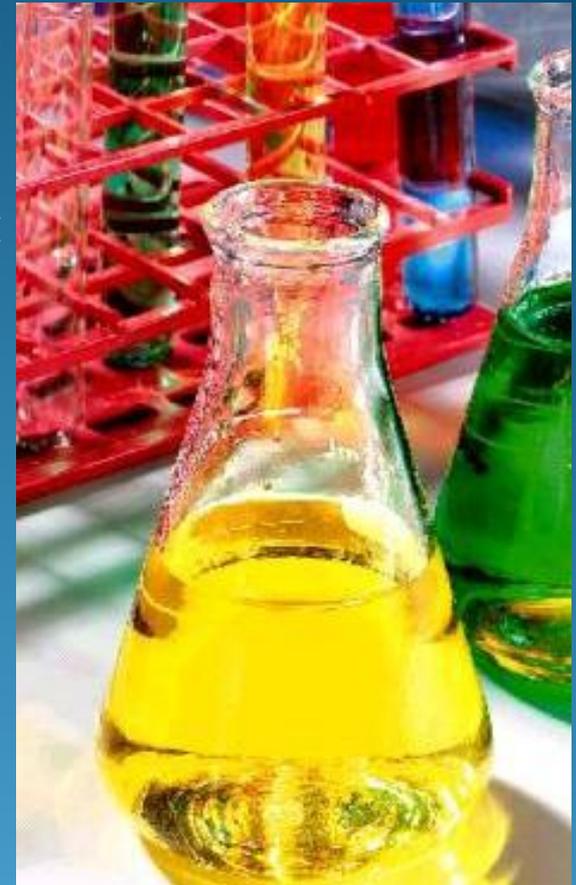
используют салицилат натрия или хлорид цинка.

Индикатор добавляют в конце титрования, когда раствор приобрел

соломенно-желтую окраску и основная часть иода оттитрована, т.к. при

большой концентрации иода синяя окраска крахмала долго не исчезает и

можно перетитровать раствор.



После того, как раствор окрасился в соломенно - желтый цвет, добавляем индикатор, раствор приобретает темно синюю окраску.



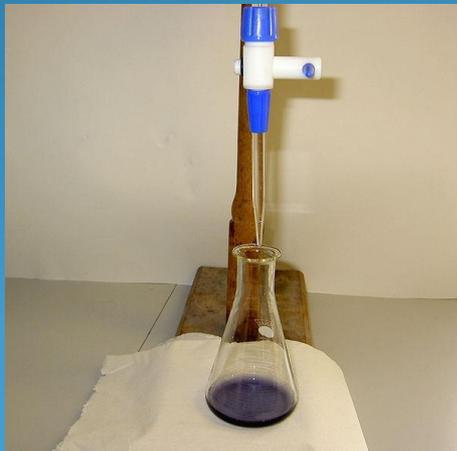
Продолжаем до исчезновения синей окраски.



Способы титрования

Прямое

Определяемое вещество
непосредственно титруют
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ или раствором I_2



Обратное

к определяемому веществу
добавляют избыток р-ра I_2
непрореагировавший йод
оттитровывают $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



Титрование

заместителя
к опр-му веществу
в кислой среде добавляем
вспомогательный
рабочий раствор KI ,
выделяется
эквивалентное количество I_2
которое оттитровывают
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Расчет навески тиосульфата натрия для приготовления рабочего раствора

- $M[\text{f Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}] = 248 \text{ г/мл}$
- $a = \frac{C[\text{f Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}] \cdot V \cdot M[\text{f Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]}{1000}$