9 -10 - зертханалық жұмыс

**Мысты иодометрлік әдіспен анықтау**

**Жұмыстың мақсаты**: орын ауыстыру әдісі арқылы калий дихроматы бойынша натрий тиосульфат ерітіндісін стандарттау, мысты иодометрлік әдіс арқылы титрлеу.

Иодометрлік титрлеу әдісі мына теңдеулер арқылы орындалады:

I3- + 2е → 3I-; Е0I3-/3I- = 0,545 B

Иод күші жағынан орташа тотықтырғыш болып есептеледі, сол себепті берілген жүйе тотықтырғыштарды да, тотықсыздандырғыштарды да анықтауға жарамды. Индикатор ретінде крахмал қолданылады, оны ерітіндідегі иодтың негізгі мөлшері титрленіп болған соң қосады.

Мыстың иодометрлік титрлеу әдісі мына реакцияға байланысты:

2Cu2+ + 4I- → 2CuI↓ + I2; Е0Сг2+,I-/CuI = 0,86 B

Реакция толығымен орындалу үшін орта әлсіз қышқылды болу керек және иодидтің артық мөлшері алынады.

Бөлінген иод мөлшері мыстың мөлшеріне эквивалентті болады. Бөлінген иодты натрий тиосульфат Na2S2O3 ерітіндісімен титрлейді:

I2 + 2S2O32- → 2I- + S4O62-

*Реагенттер және қондырғылар*

Калий дихроматы K2Cr2O7, стандартты ерітіндісі.

Күкірт қышқылы H2SO4 1М ерітіндісі.

Калий иодиді KI, 20%-ты ерітіндісі.

Тұз қышқылы HCl (1:1);

Жаңадан дайындалған крахмал, 1,5%-ты ерітінді.

Натрий тиосульфаты Na2S2O3, 0,05М ерітіндісі.

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; бюретка; титрлеуге арналған колбалар 250-300 мл; воронка, өлшеуіш цилиндр.

**Жұмыстың орындалуы**

1. ***Жұмысшы натрий тиосульфат ерітіндісін дайындау***

Натрий тиосульфатын тұрақты қосылыс ретінде пайдалануға болмайтындықтан, оның дәл үлгі массасы арқылы ерітінді дайындай алмаймыз. Натрий тиосульфат ерітіндісінің концентрациясы дайындалғаннан кейін 10 күннен кейін ғана тұрақталады. Бірнеше күнгі уақыт аралығында Na2S2O3 ерітіндісінің титрі жүйелі түрде тексеріледі.

Na2S2O3 ерітіндісінің дәл титрін анықтау үшін калий дихроматы қолданылады.

1. ***Жұмысшы натрий тиосульфат ерітіндісінің титрін анықтау***

Тиосульфат ерітіндісін тікелей калий дихроматымен титрлеуге болмайды, себебі ол барлық күшті тотықтырғыштармен стехиометриялы емес әрекеттеседі. Сол себепті орын ауыстыру әдісі қолданылады және алдымен стехиометриялы реакция пайдаланылады:

Cr2O72- + 6I- + 14H+ → 3I2 + 2Cr3+ + 7H2O

Дихромат мөлшеріне эквивалентті бөлінген иодты тиосульфатпен титрлейді:

I2 + 2S2O32- → 2I- + S4O62-

Титрлеу жүргізетін колбаға өлшеуіш цилиндрмен 5-10 мл 20%-ты калий иодиді және 10-15 мл 1М күкірт қышқылы қосылады. Алынған қоспаға пипеткамен 10,00 мл K2Cr2O7 ерітіндісінің аликвотты бөлігі алынып, бетін шыны ыдыспен жауып, яғни реакция аяғына дейін орындалып және иод ұшып кетпеу үшін қараңғы жерге 5 минутқа қалдырады. Содан соң колба бетіндегі шыны ыдысты алып, дистилденген сумен шайып, 50 мл дистилденген су қосып, алдымен индикаторсыз натрий тиосульфат ерітіндісімен титрлейді. Ерітіндінің түсі қоңыр-сұрдан ашық сарыға ауысқан кезде (қамыс түстес) үстіне 2 мл крахмал қосып, Na2S2O3 ерітіндісінің бір тамшысынан көк түс ашық жасылға ауысқанша титрлеуді жалғастырады. Соңғы тамшыларды ақырын тамызып, үнемі араластырып отыру керек.

Дегенмен де Na2S2O3  мен K2Cr2O7 бір-бірімен әрекеттеспесе де, олардың мөлшерлері бір-біріне эквивалентті. С1V1 = С2V2 формуласын қолдана отырып, натрий тиосульфат ерітіндісінің концентрациясы табылады.

1. ***Зерттелетін ерітіндіден мысты анықтау***

Зерттелетін ерітіндіні 100,00 мл өлшеуіш колбада белгіге дейін сұйылтып, араластырады. Титрлеу жүргізетін колбаға өлшеуіш цилиндрмен 5-10 мл 20%-ты калий иодиді және 10-15 мл 1М күкірт қышқылы және пипеткамен мысерітіндісінің аликвотты бөлігі қосылады. Колбаның бетін шыны ыдыспен жауып, яғни реакция аяғына дейін орындалу үшін қараңғы жерге 5 минутқа қалдырады. Содан соң колба бетіндегі шыны ыдысты алып, дистилденген сумен шайып, натрий тиосульфат ерітіндісімен титрлейді, титрлеуді ерітіндінің түсі қоңыр-сұрдан ашық сарыға ауысқан кезде (қамыс түстес) тоқтатып, үстіне 2 мл крахмал қосып, титрлеуді жалғастырады. Көк түс Na2S2O3 ерітіндісінің бір тамшысынан жоғалып, бірнеше минут қайта пайда болмау керек (ерітіндідегі CuI тұнбасы титрлеу аяғында ашық сұрғылт түсте болу керек). Соңғы тамшыларды ақырын тамызып, үнемі араластырып отыру керек.

Ерітіндідегі мыс мөлшері мына теңдіктен табылады:



|  |  |
| --- | --- |
| Тотығу тотықсыздану титрлеу | <https://www.youtube.com/watch?v=bF1vrYjZxMc> |

***Өзіндік бақылау сұрақтары***

1. Неліктен натрий тиосульфат ертіндісін бірден қолдануға болмайды?
2. Сақтау барысында Na2S2O3 ерітіндісінің концентрациясы қалай өзгереді?
3. Натрий тиосульфат ерітіндісін дайындау ерекшелігін және сақталу жағдайын атаңыз.
4. Натрий тиосульфат ерітіндісін тұрақтандыру үшін қандай әдістер қолданылады?
5. Неліктен I2/I- жүйесі тотықтырғыштарды және тотықсыздандырғыштарды анықтау үшін қолданылады?
6. Иодометрия әдісінде қолданылатын біріншілік стандартты ерітінділерді атаңыз, олардың эквивалентті факторларын көрсетіп, жартылай химиялық реакцияларын жазыңыз.
7. Натрий тиосульфатын стандарттау үшін қолданылатын реакцияларды жазыңыз.
8. Калий бихроматын пайдалану арқылы натрий тилсульфат ерітіндісінің концентрациясы неліктен жанама әдісімен анықталады?
9. Иодометрлік титрлеу қандай жағдайларда орындалады (температура, қышқылдылық және т.б.)?
10. Иодометрия әдісінде қандай индикатор қолданылады? Неліктен крахмал индикаторы титрлеу соңында қосылады?
11. Cu(II) ионының иодометрлік әдіспен анықталу жағдайларын түсіндіріңіз
12. Cu(II) ионының иодометрлік анықталу әдісінде не себепті калий иодидінің артық мөлшері алынады?