**Уважаемые студенты. Вам нужно законспектировать две темы: Йодометрия и Комплексонометрия**

**ЙОДОМЕТРИЯ ПЕРЕПИСАТЬ**

**УЧЕБНЫЙ ТЕКСТ**

**Йодометрия** − метод количественного химического анализа,в основе которого лежит окислительно-восстановительная реакция между анализируемым веществом и йодом; широко применяется в лабораторной диагностике.

**Титранты и стандартные вещества**

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

Стандартный раствор иода может быть первичным или вторичным. Образец иода, используемый для получения первичного стандартного раствора, подвергают дополнительной очистке. Очищаемый образец иода вначале растирают с KI (для удаления хлора и брома) и CaO (для удаления воды), а затем подвергают возгонке.

Если раствор иода готовится как вторичный стандартный раствор, то его необходимо подвергнуть стандартизации. В фармацевтической практике раствор иода обычно стандартизируют с помощью стандартного раствора Na2S2O3 0.1 моль/л.

Основными процессами, ведущими к изменению концентрации иода в стандартном растворе, являются улетучивание иода и окисление I- до I2 кислородом воздуха. Последний процесс ускоряется на свету и в присутствии катионов некоторых металлов. Из всего этого следует, что стандартный раствор иода следует хранить в прохладном и защищённом от света месте в сосудах тёмного стекла с притёртыми пробками. Корковые или резиновые пробки для укупорки сосудов использовать нельзя.

Для приготовления стандартного раствора тиосульфата натрия используют Na2S2O3⋅5H2O. Это вещество является неустойчивым. Оно легко подвергается выветриванию, взаимодействует в растворе с CO2, может окисляться кислородом воздуха и разлагаться тиобактериями:

Na2S2O3 + CO2 + H2O → NaHSO3 + S↓ + NaHCO3

2Na2S2O3 + O2 → 2S↓ + 2Na2SO4

Стандартный раствор тиосульфата натрия является вторичным. Для его приготовления навеску Na2S2O3⋅5H2O растворяют в свежепрокипячённой воде. Для увеличения рН в раствор добавляют немного безводного Na2CO3. После приготовления раствор Na2S2O3 выдерживают несколько суток в закрытом сосуде в защищённом от света месте, а затем подвергают стандартизации. Стандартный раствор Na2S2O3 хранят в сосудах тёмного стекла с притёртыми пробками в защищённом от света месте. Для предотвращения взаимодействия данного вещества с CO2 сосуды защищают хлоркальциевыми трубками. Для того чтобы в растворе не развивались тиобактерии, к нему можно добавить небольшое количество антисептика: фенола, бензоата натрия, хлороформа и др.

Для стандартизации растворов Na2S2O3 используют K2Cr2O7 либо стандартный раствор иода. Реакции Na2S2O3 с K2Cr2O7 и другими сильными окислителями протекают нестехиометрично, поэтому стандартизацию тиосульфата натрия проводят способом титрования заместителя:



Первую из данных реакций проводят в кислой среде (H2SO4) и в присутствии 3-4-кратного избытка KI. Иодид-ионов должно хватить не только на реакцию с дихроматом калия, но и на растворение образующегося иода. Реакция взаимодействия K2Cr2O7 и KI требует некоторого времени, поэтому после смешивания реагентов колбу закрывают стеклом и оставляют в защищённом от света месте на 5-10 минут. После этого раствор разбавляют водой (для уменьшения кислотности) и титруют выделившийся иод стандартизируемым раствором Na2S2O3.

Реакцию взаимодействия иода с тиосульфатом натрия **проводят при рН 0-7.** В щелочной среде иод превращается в иодид и гипоиодит, который окисляет тиосульфат не до тетратионата, как I2, а до сульфата.

Если титрование иода тиосульфатом натрия проводить в щелочной среде, то результаты определения концентрации Na2S2O3 в растворе окажутся завышенными.

**Обнаружение конечной точки титрования**

Конечную точку титрования в иодометрии обнаруживают по собственной окраске иода, по исчезновению или появлению окраски иодкрахмального комплекса либо инструментальными методами.

Чувствительность реакции иода с крахмалом уменьшается при нагревании раствора. Вследствие гидролиза крахмал нельзя применять для обнаружения иода в сильнокислых растворах.

Крахмал следует добавлять к титруемому раствору с таким расчётом, чтобы время контакта его с иодом было минимальным, поскольку это может привести к нежелательным последствиям: окислению крахмала иодом, коагуляции крахмала в присутствии иода, выпадению осадка иодкрахмального комплекса. Поэтому **если в титруемом растворе содержится иод** (титрование избытка иода при обратном титровании или титрование иода, образовавшегося при окислении KI), **то крахмал следует добавлять незадолго до достижения конечной точки титрования**, когда окраска раствора станет бледно-жёлтой («соломенно-жёлтой»). Титрование в данном случае заканчивают при исчезновении синей окраски иодкрахмального комплекса. **В случае прямого титрования раствором иода крахмал добавляют в начале титрования**. О наступлении конечной точки титрования свидетельствует появление синей окраски соединения крахмала с иодом.

**Йодометрия** − метод количественного химического анализа,в основе которого лежит окислительно-восстановительная реакция между анализируемым веществом и йодом; широко применяется в лабораторной диагностике.

Основные уравнения:

2I- - 2ē →I2

I2 + 2ē →2I**-**

Титранты: **0.1 *моль/л* раствор тиосульфата натрия;**

**0.1 *моль/л* раствор йода.**

Особенности приготовления титрованного раствора йода:

**- растворение йода в водном растворе йодида калия.**

Особенности приготовления титрованного раствора тиосульфата натрия:

**- свежеперегнанная дистиллированная вода;**

**- добавление антисептиков: бензоат натрия;**

**- введение карбоната или ацетата натрия для создания слабощелочной среды, обеспечивающей полноту протекания реакции в прямом направлении в случае образования ионов Н+ при определении кислородосодержащих веществ.**

Индикатор: **1%-ный раствор крахмала.**

Условия:

**- титрование в нейтральной среде;**

**- комнатная температура;**

**- при определении окислителей раствор индикатора добавляется в конце титрования;**

**- при определении восстановителей раствор индикатора добавляется в начале титрования.**

Титрование: **прямое, обратное, заместительное.**

Применение: **для определения окислителей, восстановителей (настойка йода, сульфит натрия, антипирин и многие другие).**

Mэ (I2) = **126.9 *г/моль*,**

Mэ(Na2S2O3∙5H2O) = **248 *г/моль*,**

fэкв (Na2S2O3∙5H2O) = **1.**

**Практическая работа «Йодометрия» ПЕРЕПИСАТЬ**

**Таблицы оставить пустые**

***Работа № 1*** *«Определение концентрации тиосульфата натрия по исходному*

*раствору дихромата калия»*

1. Градуированной пипеткой 5 мл 0,1 моль/л раствора дихромата калия поместите в колбу для титрования. Добавьте такие же объемы разбавленной 2моль/л серной кислоты и 5%-ного раствора йодида калия.
2. Колбу закройте пробкой, смоченной раствором калия йодида, и поставьте в темное место на 5 минут. Затем добавьте 50 *мл* дистиллированной воды.
3. Бюретку заполните титрантом - раствором тиосульфата натрия.
4. Оттитруйте выделившийся в колбе для титрования йод до бледно желтого окрашивания раствора.
5. Прибавьте 1- 2 *мл* свежеприготовленного раствора крахмала и продолжайте медленно титровать при энергичном перемешивании до исчезновения интенсивно синей окраски.

6. Отметьте по бюретке объем Na2S2O3, пошедший на титрование. Повторите титрование 3 раза. Данные занесите в таблицу и по результатам титрования рассчитайте среднее арифметическое значение V(Na2S2O3).

7.Рассчитайте молярную концентрацию эквивалента тиосульфата натрия.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Сэ(К2Сr2О7) | V(К2Сr2О7) | V(Na2S2O3) | Cэ(Na2S2O3) |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

***Работа № 2*** *«Определение массовой доли настойки йода»*

1. Бюретку довести раствор тиосульфата натрия до нулевой метки.
2. Пипеткой в мерную колбу на 100 мл отмерить 2 мл раствора иода, очищенной водой довести до метки.
3. В колбу для титрования взять 5 мл приготовленного раствора, разбавить его 50 мл воды, добавить 2 мл крахмала.
4. Титровать 0,1 моль/л раствором Na2S2O3 до исчезновения синей окраски.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № опыта | V(Na2S2O3) | Vсредний(Na2S2O3) | Cэ(I2) |
| 1 |  |  |  |
| 2 |  |  |  |
| 3 |  |  |  |

1. Рассчитайте концентрацию йода по формуле:

**Тема занятия** «**Комплексонометрия**»

**ПЕРЕПИСАТЬ МАТЕРИАЛ, ТАБЛИЦУ ОСТАВИТЬ ПУСТОЙ**

**Значение темы:**

Методы комплексонометрического титрования нашли применение в биохимическом и клиническом анализе, в практике санитарно-химических лабораторий, бассейновых инспекций. С их помощью контролируют содержание ряда компонентов (кальция хлора, железа, фосфора, магния, глюкозы в крови, моче) особое значение данного метода в определении жесткости воды и контроле ее состава.

**Условия комплексонометрического титрования**

Титрование катионов раствором комплексона проводится при соблюдении ряда условий:

1. Отсутствие побочных реакций с ионами титруемого металла.
2. Контрастный переход окраски индикатора
3. Строго определенное значение рН титруемого раствора. Оптимальная величина рН = 9.0.

Комплексонометрические индикаторы реагируют на изменение концентрации определяемых ионов металла. Различают две группы индикаторов: специфические и металлохромные. **Специфические**: реагируют только с определенным металлом. Так, ионы Fe3+ можно титровать трилоном Б используя в качестве индикатора реактивы, дающие окрашенные соединения с ионами железа +3, например роданид калия.

Металлохромные индикаторы: органические вещества, чаще всего сами окрашенные, образуют окрашенные соединения с ионами различных металлов.

Металлоиндикатор, добавляемый в титруемый раствор, образует соединение с металлом и титруемый раствор становится окрашенным в определенный цвет. При титровании определяемых катионов раствором комплексона в точке эквивалентности полностью разрушается соединение катиона с индикатором, т.к. весь катион соединяется с комплексоном. Т.к. свободный металлоиндикатор окрашен в другой цвет, в точке конца титрования меняется окраска раствора.

Наиболее часто используют индикатор ЭРИОХРОМ ЧЕРНЫЙ Т(хромоген черный специальный Е1-00) при рН 8,0-10,0 с аммиачной буферной смесью. В этом интервале рН раствор самого индикатора имеет цвет синний с зеленым оттенком, а со многими металлами образует комплексы винно-красного цвета. При титровании с этим индикатором в точке эквивалентности происходит переход окраски из винно-красной в синюю с зеленым оттенком. Недостаток этого индикатора его нестойкость, раствор пригоден не более 10 суток.

Широкое распространение находит так же индикатор ХРОМОГЕН ТЕМНО-СИНИЙ. Этот индикатор окрашен при рН 8.0-10.0 в синий цвет, а его комплексы с ионами металлов – в розовый цвет. Растворы этого индикатора устойчивы и могут храниться более месяца.

МУРЕКСИД – этот индикатор плохо растворим в воде и раствор его неустойчив, поэтому для работы применяют сухую смесь мурексида с хлоридом натрия в соотношении 1/100. В конце титрования окраска из красной становится фиолетовой.

**Практическая работа**

**Определение общей жесткости воды**

Определение жесткости воды основано на образовании прочного комплексного соединения с ионами кальция и магния. Определение проводят титрованием Трилоном Б при рН 10, в присутствии индикатора (Мурексида)

1. в коническую колу на 250 мл вносят 100 мл воды, 5 мл буферного раствора, щепотку индикатора.
2. титруют раствор до изменения окраски из красной становится фиолетовой.
3. титрование повторяют трижды

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № опыта | Объем Трилона Б пошедший на титрование | Средний объем, мл | ОЖ |
| 1 |  |  |  |
| 2 |  |
| 3 |  |

1. 4. Определить жесткость воды можно по формуле:

V1 \*Сн \* 1000

ОЖ= ---------------, где

V2

ОЖ – общая жесткость воды

V1 – объем трилона Б, пошедший на тирование

V2 – объем воды, взятой для исследования

Норма общей жесткости:

- питьевой воды не более 3,5 ммоль/л

- водопроводной без специальной обработки – 5 ммоль/л

**К СЛЕДУЮЩЕМУ ЗАНЯТИЮ ПОДГОТОВИТЬСЯ К КОНТРОЛЬНОЙ РАБОТЕ (тестирование) ПО КОЛИЧЕСТВЕННЫМ МЕТОДАМ.**

**ПОВТОРИТЬ ТЕМЫ:**

**Алкалиметрия**

**Ацидиметрия**

**Перманганатометрия**

**Йодометрия**

**Комплексонометрия**