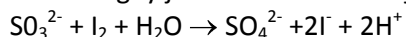


11. Jodometryczne oznaczanie miedzi

Jodometria należy do grupy analiz wolumetrycznych (objętościowych), do oznaczeń typu redox (redoksometryczne). W jodometrii koniec miareczkowania wykrywa się w wyniku pojawienia się albo zniknięcia pierwiastkowego jodu. Jednakże jod, I_2 , jest niemal nierozpuszczalny w wodzie, za to dodatek KI powoduje powstawanie jonów I_3^- ($I_2 + I^- \rightarrow I_3^-$), i rozpuszczalność jodu rośnie.

Stosuje się niekiedy mianowany roztwór jodu w KI jako titrant (miareczkowanie bezpośrednie), jest to możliwe gdy jod utlenia substancję analizowaną, np.:



Znacznie częstsze są jednak jodometryczne miareczkowania pośrednie lub odwrotne. Przykładem tych pierwszych jest oznaczanie miedzi. Polega na utlenieniu jodków do jodu przez jony miedzi(II), która redukuje się do jonów miedzi(I). Porównanie potencjałów standardowych obu zachodzących reakcji półkowych (Cu^{2+}/Cu^+ $E^0=+0.17$ V, $I_2/2I^-$ $E^0=+0.54$ V) sugeruje, że tutaj to jod powinien być utleniaczem. Jest jednak inaczej, bowiem jodek miedzi(I), CuI , jest bardzo słabo rozpuszczalny w wodzie ($K_{s0}=10^{-12}$). Oznacza to, że stężenie jonów Cu^+ w roztworze jest bardzo niskie, zaś potencjał standardowy reakcji półkowej Cu^{2+}/Cu^+ w obecności nadmiaru jodków jest znacznie wyższy (około +0.88 V). W efekcie reakcja, która zachodzi to $2Cu^{2+} + 4I^- \rightarrow 2CuI \downarrow + I_2$ i wytwarza się stechiometryczna ilość jodu, który odmiareczkowujemy mianowanym roztworem tiosiarczanu: $2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^-$

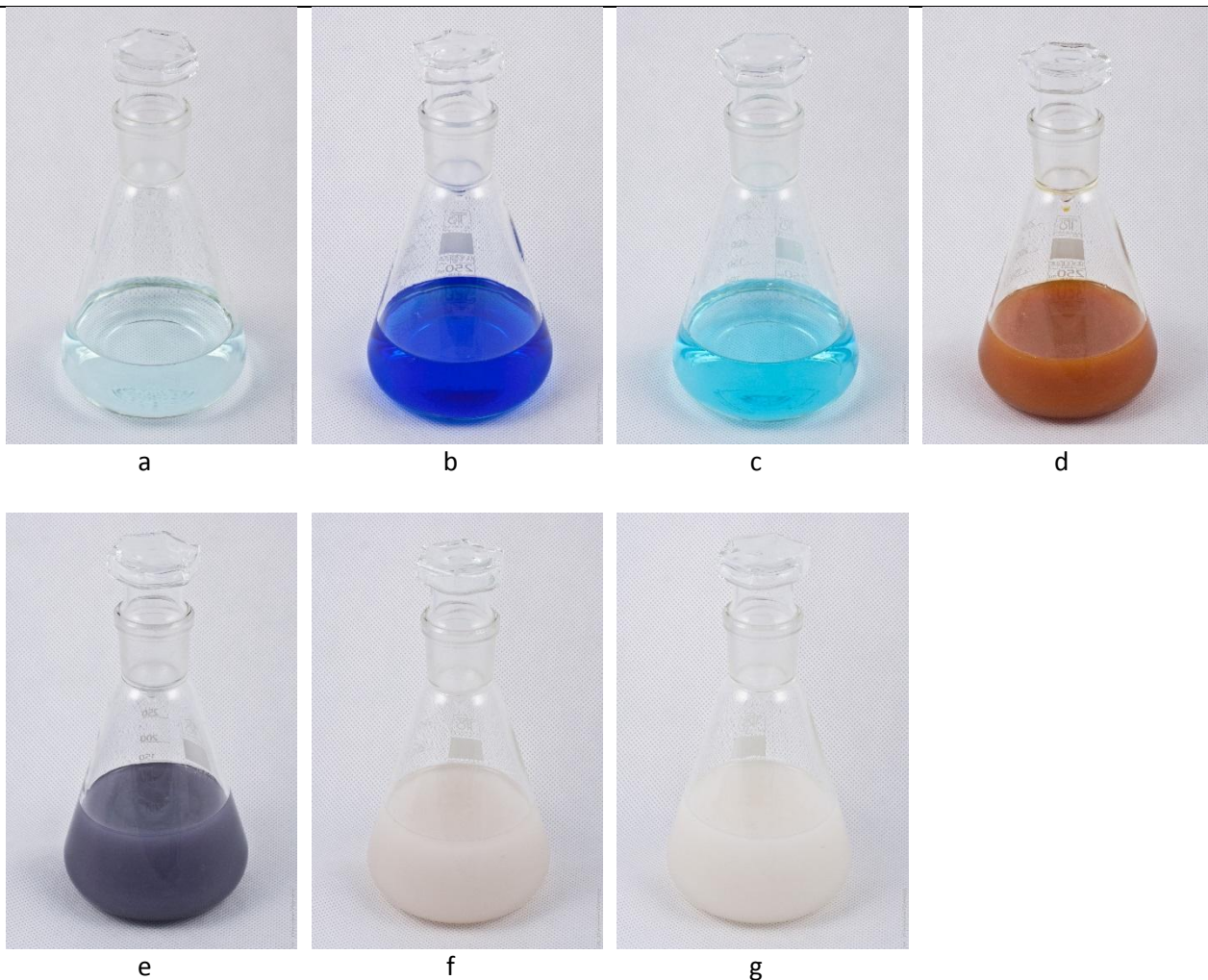
Szkło i odczynniki:

- Dwie kolby stożkowe ze szlifem,
- 0.1 M roztwór $Na_2S_2O_3$ (przygotowany według instrukcji nr 10A),
- świeżo przygotowany przez panią laborantkę roztwór skrobi (jako wskaźnik),
- stały KI (znajduje się w pokoju laboratoryjnym),
- stały KSCN (znajduje się w pokoju laboratoryjnym),
- stężone roztwory amoniaku i kwasu octowego (znajdują się pod wyciągiem).

Procedura

1. Student otrzymuje do analizy 2 identyczne próbki roztworu soli miedzi do 2 kolbek stożkowych ze szlifem.
2. Próbkę zobojętnić stężonym amoniakiem do pojawienia się granatowego zabarwienia amoniakalnego kompleksu miedzi.
3. Dodać stężonego kwasu octowego (powoli) do zniknięcia tego zabarwienia (barwa powinna być z powrotem jasnoniebieska) i jeszcze dodatkowe 2-4 ml. Podczas wykonywania poszczególnych czynności roztwór należy przez cały czas mieszać (pH roztworu powinno wynieść ok. 4).
4. Rozcieńczyć próbki wodą destylowaną do 100 ml, a następnie dodać około 2 g KI (płaska łyżeczka), po dodaniu należy **natychmiast** zamknąć kolbkę korkiem, dobrze wymieszać i odstawić na 5 min. w ciemne miejsce. Kolor roztworu zielony a nie brunatny oznacza, że pH roztworu nie jest prawidłowe. Wtedy należy roztwór wylać i poprosić prowadzącego o nową próbkę do analizy.
5. Odmiareczkować wydzielony jod mianowanym roztworem $Na_2S_2O_3$. Gdy brunatne zabarwienie roztworu przejdzie w jasnożółte dodać kilkanaście kropel świeżo przygotowanego roztworu skrobi oraz płaską łyżeczkę KSCN i kontynuować miareczkowanie roztworem tiosiarczanu do zniknięcia siniego koloru.

Uwaga: Dodanie KSCN nie jest bezwzględnie konieczne, a jedynie nieco poprawia detekcję punktu końcowego.



Pośrednie oznaczanie miedzi wobec skrobi: a) roztwór wydany do analizy, b) roztwór zalkalizowany stężonym amoniakiem, c) roztwór zakwaszony stężonym kwasem octowym, d) jod wydzielony w wyniku dodania do roztworu stałego KI, e) roztwór po dodaniu wskaźnika (skrobi) pod koniec miareczkowania, f) PK miareczkowania, g) roztwór przemiareczkowany. Fot. dr W. Wrzeszcz.

Sprawozdanie

Sprawozdanie powinno zawierać następujące elementy:

- imię i nazwisko osoby przeprowadzającej analizę,
- datę analizy,
- reakcje,
- wszystkie otrzymane wyniki miareczkowań,
- obliczoną średnią z mas jonów Cu w pierwotnych próbkach:

$$m_{\text{Cu}} = V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} M_{\text{Cu}}$$

- ewentualny komentarz.

Literatura: podręczniki

Sprawozdanie

Imię i nazwisko:		Data:		
Temat:	Jodometryczne oznaczanie miedzi			
Miano użytego roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [M]				
M_{Cu} [g/mol]				
Wskaźnik:				
Reakcje:				
Wzór na obliczenie zawartości Cu				
Lp.	$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ [cm^3]	Uwagi	Średnia $V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ [cm^3]	m_{Cu} [g]
1.				
2.				
3.				
4.				