ГБОУ гимназия 1505

Цибин Николай 10 «А»

Дипломная работа

**«**Йодометрия. Измерение концентрации Йода в растворе продающимся в аптеке и сравнение этикетки с реальностью**»**

г. Москва 2018

Оглавление

[1 Введение 3](#_Toc510911603)

[2 Глава 1 8](#_Toc510911604)

[2.1 Параграф 1 8](#_Toc510911605)

[2.2 Параграф 2 10](#_Toc510911606)

[2.3 Параграф 3 11](#_Toc510911607)

[2.4 Параграф 4 13](#_Toc510911608)

[3 Глава 2 21](#_Toc510911609)

[3.1 Параграф 1. 21](#_Toc510911610)

[3.2 Параграф 2. 22](#_Toc510911611)

# Введение

Аналитическая химия – раздел химии, изучающий методы исследования химического состава веществ или их смесей [1]. По мнению одного из ведущих отечественных специалистов в области аналитической химии И. П. Алимарина - это наука, развивающая теоретические основы химического анализа веществ и материалов и разрабатывающая методы идентификации, обнаружения, разделения и определения химических элементов и их соединений, а также методы установления химического состава веществ [2]. В школьном курсе рассматривают аспекты аналитической химии, касающиеся части качественного анализа, т.е. исследование состава веществ с помощью качественных реакций. Качественной реакцией называют такую химическую реакцию или другой физико-химический или химический метод, который позволяет однозначно определить состав исходного вещества. Более сложной представляется задача количественного определения веществ и составляющих их ионов. Другими словами, количественный анализ нужен для точного определения количества составных частей вещества [2]. Количественный анализ возможно осуществить с помощью сложного оборудования, но есть способы, вполне соответствующие возможностям школы.

Для оборудования школьного кабинета не предполагается закупка сложного и дорогостоящего оборудования, необходимого для физико-химических аналитических исследований, нашей задачей был поиск методов количественного анализа, реальных для современной школы и доступных для освоения учениками старшей школы.

Ниже приводится перечень рекомендованного оборудования в соответствии с современными нормативными документами

Учебно -практическое и учебно - лабораторное оборудование. Приборы, наборы посуды и лабораторных принадлежностей для химического эксперимента общего назначения:

1. Аппарат (установка) для дистилляции воды
2. Весы (до 500кг)
3. Нагревательные приборы (электроплитка, спиртовка)
4. Доска для сушки посуды
5. Комплект электроснабжения кабинета химии

Демонстрационные

1. Набор посуды и принадлежностей для демонстрационных опытов по химии
2. Набор деталей для монтажа установок, иллюстрирующих химические производства
3. Столик подъемный
4. Штатив для демонстрационных пробирок
5. Штатив металлический
6. Экран фоновый черно - белый (двусторонний)
7. Набор флаконов (250 – 300 мл для хранения растворов реактивов)

Специализированные приборы и аппараты.

1. Аппарат для проведения химических реакций АПХР
2. Горелка универсальная ГУ
3. Источник тока высокого напряжения (25 кВ)
4. Набор для опытов по химии с электрическим током
5. Комплект термометров (0 – 100 0С; 0 – 360 0С)
6. Озонатор
7. Прибор для демонстрации закона сохранения массы веществ
8. Прибор для иллюстрации зависимости скорости химической реакции от условий
9. Прибор для окисления спирта над медным катализатором
10. Прибор для определения состава воздуха
11. Прибор для получения галоидоалканов и сложных эфиров
12. Прибор для собирания и хранения газов
13. Прибор для получения растворимых твердых веществ ПРВ
14. Термометр электронный
15. Эвдиометр
16. Установка для перегонки
17. Установка для фильтрования под вакуумом

На группу 3 – 5 человек

1. 1 Комплекты для лабораторных опытов и практических занятий по химии
2. Весы
3. Набор посуды и принадлежностей для ученического эксперимента
4. Набор для экологического мониторинга окружающей среды
5. Набор посуды и принадлежностей для курса «Основы химического анализа»
6. Набор банок для хранения твердых реактивов (30 – 50 мл)
7. Набор склянок (флаконов) для хранения растворов реактивов
8. Набор приборок (ПХ -14, ПХ -16)
9. Набор по электрохимии лабораторный
10. Набор по тонкослойной хроматографии (подлежит разработке)
11. Нагреватели приборы (электрические 42 В, спиртовки (50 мл))
12. Прибор для получения газов
13. Прибор для получения галоидоалканов и сложных эфиров
14. Штатив лабораторный химический ШЛХ [3]

Как видно из приведенного списка, специализированного оборудования для химического анализа не предусмотрено. Однако современная химическая наука шагнула далеко вперед.

В промышленности широко применяется аналитическая химия, к примеру в металлургии важно как можно точнее определить концентрацию того или иного элемента, или иона. Бывает очень важно определить количественное содержание каждого иона в соединении. Количественный анализ применяется при определении состава растворов в электролитных ваннах. Сейчас потребность в количественном анализе только растет.

Данный раздел так же важен и для науки, так для установления формулы нового соединения используется процентное содержание элементов в нем. В минералогии ни один минерал не поступит на производство, пока не будет достоверно, при помощи анализа, установлен состав и количественное содержание всех элементов в нем.

С точки зрения простого покупателя количественный анализ также может иметь довольно большое значение, т. к. часто имеет место подлог действующих веществ в лекарственных препаратах среди недобросовестных производителей фармацевтической промышленности или некорректная информация о количестве необходимого вещества на упаковке лекарства. Современная химическая наука шагнула далеко в анализе состава веществ.

Целью данной работы было определение возможности использования титриметрического метода, как наиболее доступного, для определения состава лекарственных препаратов, в частности определение концентрации йода в упаковках спиртового раствора йода.

Таким образом, проблема исследования заключается в поиске наиболее подходящего для простого «обывателя» метода количественного анализа, несложного в освоении и достаточно точного для определения количества веществ среди большого числа существующих в современной аналитической химии.

Задачи, поставленные перед работой, заключаются в следующем:

1. Определить сферу распространения аналитической химии в современном обществе.
2. Собрать первичные сведения о методах количественного анализа
3. Раскрыть основные методы количественного анализа
4. Привести аргументы в пользу выбранного нами титриметрического метода
5. Раскрыть особенности титрования
6. Провести анализ медикаментов (на примере спиртового раствора йода).
7. Сделать вывод о соответствии титриметрического метода запросам.

Для реализации поставленной цели были выбраны следующие методы исследования: теоретический - обзор литературных источников и эмпирическое исследование – титрование спиртового раствора йода.

В аналитической химии можно выделить несколько основных групп методов анализа.

* Спектрометрические методы анализа
  + Масс-спектрометрия
  + Атомно-абсорбционная спектрометрия
  + Атомно-эмиссионная спектрометрия
  + Атомно-флуоресцентная спектрометрия
  + Атомно-ионизационная спектрометрия
  + спектрометрия ионной подвижности
* Хроматографические методы
  + Газовая хроматография
  + Жидкостная хроматография
  + Тонкослойна хроматография
  + Ионная хроматография
* Электрические методы
  + электронный парамагнитный резонанс
  + капиллярный электрофорез
* Физико-химические
  + потенциометрия
  + полярография
  + вольтамперметрия
  + микро - и нано-сенсоры

В нашей работе мы хотим рассмотреть титриметрический метод химического анализа как наиболее доступный и достаточно точный для определения состава веществ в лекарственных средствах.

Вернемся к тем методам, которые были использованы в ходе исследования. Титриметрия, один из самых распространенных в аналитической химии методов. Для измерений используются растворы веществ с известной концентрацией, в анализируемый раствор «титр» по каплям добавляется анализирующий раствор до полного протекания реакции. Далее измеряется объем раствора, потраченный на полное протекание реакции, и рассчитывается количество искомого вещества. [4]

# Глава 1

## Параграф 1

**Спектрометрия**

Рассмотрим методы качественного анализа поближе, начнем со **спектрометрических методов.**

Принцип работы данных методов основывается на том, что каждый атом химического элемента обладает конкретными резонансными частотами, за счет чего излучают или поглощают свет при определенной длине волны, строгие границы этих частот и позволяют определить химический элемент.

Ниже приведена схема, показывающая классификацию масс-спектрометрических методов анализа.

В эмиссионных методах, пробу доводят до состояния возбуждения, в результате чего, она начинает излучать фотоны, т.е. можно сказать, что эмиссионная масс-спектрометрия занимается изучением излучаемого веществом (частицей) спектра.

Абсорбционные методы же наоборот, занимаются выявлением веществ с помощью поглощаемого частицами спектра.

**Диапазон определения**

Спектрометрия – позволяет определять вещества при помощи спектров в диапазоне от 200 нм до 40 000 нм.

Точность данного метода обусловлена почти полным отсутствием человеческого фактора. Поскольку обработку спектров производят на ЭВМ установленных на приборах, что почти полностью, исключает человеческий фактор.

**Вывод:**

Спектрометрические методы анализа очень точны, но требуют серьезного оборудования и образования человека, который будет работать за аппаратом. И из-за недоступности данного метода, он не был использован в практической части данной работы.

## Параграф 2

**Хроматографические методы**

Данные методы используются для разделения и анализа различных гомологичных смесей веществ.

Качественный хроматографический анализ - идентификация вещества по его хроматограмме, может быть выполнен сравнением хроматографических характеристик, чаще всего удерживаемого объема (а именно, объема подвижной фазы, пропущенной через колонку от начала ввода смеси до появления данного компонента на выходе из колонки), найденных при определенных условиях для компонентов анализируемой смеси и для эталона.

**Классификация**

1. по агрегатному состоянию подвижной фазы
   1. Газовая
   2. Жидкостная

Тогда могут быть такие варианты

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| № п/п | Наименование метода | Неподвижная фаза |
| 1 | Газо-адсорбционная хроматография | Твёрдая |
| 2 | Газо-жидкостная хроматография | Жидкая на твёрдом носителе |
| 3 | Жидкостная адсорбционная хроматография | Твёрдая |
| 4 | Жидкостная распределительная хроматография | Жидкий поглотитель на твёрдом носителе |

1. По механизму разделения смеси
   1. Адсорбционная
   2. Ионно-обменная
   3. Осадочная
   4. Распределительная хроматография
2. По способу относительного распределения фаз

Данный метод больше подходит для разделения смесей, а не для анализа, поскольку, для анализа данным методом требуется серьёзная аппаратура.

## Параграф 3

Электрические методы

**Основной механизм**

Применение электрохимических методов в количественном анализе базируется на использовании зависимостей величин измеряемых параметров электрохимических процессов (разности электрических потенциалов, тока) от содержания определяемого вещества в анализируемом растворе, участвующего в данном процессе. В аналитической практике электрохимическая система обычно содержит *электрохимическую ячейку,* включающую сосуд с электропроводящим анализируемым раствором, в который погружены электроды. []Рассмотрим электрохимические метода анализа на примере кулометрического метода и электрогравиметрического метода

**Электрогравиметрический метод**

Данный метод основан на выделении из раствора искомого вещества, средством электролиза. И определяют процентное содержание металла, или его оксида в пробе.

Данный метод анализа не может быть использован в ходе практической части данного исследования, поскольку, метод Электрогравиметрического анализа позволяет определять содержание металла (или его оксида) в электролите. А оба объекта нашего исследования нельзя выделить таким методом, поскольку раствор йода не поддаётся электролизу, а раствор марганата хоть и подается электролизу, но. Получить все нужные продукты электролиза можно только из расплава данного соединения.

**Кулонометрический метод**

ляемого вещества. Результаты кулонометрических определений рассчитывают, используя объединенный закон Фарадея:

*m*= *IntFMη*,

где *m*– масса электропревращенного вещества, г;

*I·t*– количество электричества*Q*, Кл;*I*– сила тока, А;*t*– время электролиза, сек;*М*– молярная масса определяемого вещества;*F*– число Фарадея, 96500 Кл;

*n*– число электронов, участвующих в электрохимической реакции;

*η*– выход по току.

Измерив количество электричества, прошедшее через анализируемый раствор, находим искомое количество определяемого вещества. Электролиз в кулонометрической ячейке можно проводить либо при постоянной силе тока (*гальваностатическая кулонометрия*), либо при постоянном потенциале (*потенциостатическая кулонометрия*).

Данный метод не был исспользован в исследовании, поскольку раствор йода не проводит ток.

## Параграф 4

**Титриметрия**

Данный метод основан на измерении объема реактива с известной концентрацией.

В ходе анализа данным методом, протекает химическая реакция сопровождаема тем или иным процессом (признаком химической реакции) будь то изменение (потеря) окраски раствора, выделение (поглощение) газа, выпадение (растворение) осадка.

По объему израсходованного титранта (регента с известной концентрацией) по соотношению коэффициентов в уравнении реакции находится концентрация титруемого вещества (титра).   
Методика: ctrl c, ctrl v

**Требования:**

Титриметрический анализ (титрование) — метод количественного/массового анализа, который часто используется в аналитической химии, основанный на измерении объёма раствора реактива точно известной концентрации, расходуемого для реакции с определяемым веществом. Титрование — процесс определения титра исследуемого вещества. Титрование производят с помощью бюретки, заполненной титрантом до нулевой отметки.

В основе титрования могут лежать разные типы химических реакций, в соответствии с ними выделяют несколько механизмов титрования.

* кислотно-основное титрование — реакции нейтрализации;
* окислительно-восстановительное титрование (перманганатометрия, иодометрия, хроматометрия, цериметрия, броматометрия, ванадатометрия) — окислительно-восстановительные реакции;
* [осадительное титрование](https://ru.wikipedia.org/w/index.php?title=%D0%9E%D1%81%D0%B0%D0%B4%D0%B8%D1%82%D0%B5%D0%BB%D1%8C%D0%BD%D0%BE%D0%B5_%D1%82%D0%B8%D1%82%D1%80%D0%BE%D0%B2%D0%B0%D0%BD%D0%B8%D0%B5&action=edit&redlink=1) (аргентометрия, гексоцианоферратометрия, меркурометрия) — реакции, протекающие с образованием малорастворимого соединения, при этом изменяются концентрации осаждаемых ионов в растворе;
* комплексиметрическое титрование — реакции, основанные на образовании прочных комплексных соединений, например, с комплексоном (обычно ЭДТА), при этом изменяются концентрации ионов металлов в титруемом растворе.

Титриметрический метод анализа разделяют на три типа.

1. Прямое. К определяемому р-ру порционно приливают р-р-определитель.
2. Обратное. К р-р определяемого вещ-ва приливают избыток специального реагента, а потом титруют его остаток, не вступивший в реакцию.
3. Заместительное к раствору определяемого вещества добавляют сначала заведомый избыток специального реагента и затем титруют один из продуктов реакции между анализируемым веществом и добавленным реагентом.

*Требования к реакциям для титриметрического метода*

* Высокая скорость протекания
* Высокая стехометричность— система законов, правил и терминов, обосновывающих расчёты состава веществ и количественных [относительных] соотношений между массами веществ в химических реакциях)
* Удобство фиксации конца и начала реакции. Ярко выраженные признаки начала и конца реакции (потеря/изменение окраски, прекращение выпадения осадка, прекращение выделения газа )

*Требования к оборудованию*

* Полная стерильность
* Идеальная отладка всех механизмов

Требуемое Оборудование: для титриметрического анализа не требуется особого оборудования, а необходимы только: мерные колбы, бюретка, пипетка (с нанесенной на нее шкалой измерения), реагенты.

Данный метод анализа больше подходит для анализа растворов средних и высоких концентраций, поскольку, если раствор слишком низкой концентрации, Сложно зафиксировать изменения уровня жидкости в бюретке, что серьезно затрудняет расчеты.

Титрование, имеет достаточно широкие границы применения, как сказано выше, так же титрование в принципе не имеет погрешности, только погрешность цены деления и человеческий фактор, т.е. человек может слишком поздно или слишком рано зафиксировать конец реакции.

**Йодометрия**

Основным веществом, применяемым в качестве окислителя в иодометрии, является элементарный иод. Иод окисляет все восстановители, окислительно-восстановительный потенциал систем которых меньше Е о I2/2I-.

Кристаллический иод малорастворим в воде. Поэтому обычно в качестве стандартного раствора применяют его раствор в KI.

При растворении иода в растворе иодида калия образуются [I3-]-ионы:

http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_106.files/image6.gif

Нормальный окислительно-восстановительный потенциал системы трииодид—иодид равен +0.5355 в, т. е. окислительно-восстановительные потенциалы систем http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_106.files/image6.gif можно практически считать равными.

Принципиальную схему реакции, протекающей при иодометрических определениях, можно представить следующим образом:

http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_106.files/image9.gif

Следовательно, окислительно-восстановительный потенциал этой системы не зависит от концентрации ионов водорода, если реакции протекают в кислых растворах.

Однако многие вещества, содержащие в своем составе атомы кислорода и вступающие в реакции с I3-, или I-, в присутствии ионов водорода реагируют с образованием нейтральных молекул воды. Например:

http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_106.files/image12.gif

Поэтому окислительно-восстановительные потенциалы таких систем сильно зависят от кислотности раствора.

Применительно к реакции восстановления мышьяковой кислоты в мышьяковистую иодистоводородной кислотой (или иодидами в кислой среде) влияние [Н+] на величину потенциала рассматриваемой системы можно выразить уравнением:

http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_106.files/image15.gif

Наряду с перманганатометрией иодометрический метод титрования также является одним из наиболее широко применяемых ред-окс-методов. Окислительновосстановительный потенциал системы http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_108.files/image1.gif меньше потенциала http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_108.files/image2.gif возможности иодометрического метода достаточно велики. Поскольку иод реагирует не только как окислитель, способный окислять многие неорганические и органические вещества, но и проявляет наряду с этим и другие свойства, используемые в объемном анализе. Титрование иодом основано на следующих реакциях.

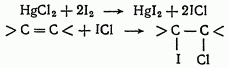
Реакция окисления—восстановления. Элементарный иод или его растворы в KI или в органических растворителях способны окислять: http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_108.files/image3.gif, сульфиды, сульфиты, тиосульфаты, цианиды, роданиды, [гидразин](http://alnam.ru/book_chem.php?id=140), гидроксиламин, фосфористый [водород](http://alnam.ru/book_e_chem.php?id=34), фосфористую кислоту, полифенолы, аскорбиновую кислоту, меркаптаны, мочевую кислоту и др.

Используя восстановительные свойства иодистоводородной [кислоты](http://alnam.ru/book_e_chem.php?id=101) или иодидов, возможно определять иодометрическим методом большое число сильных окислителей, при взаимодействии с которыми иодиды, окисляясь, образуют элементарный иод, титруемый затем тиосульфатом. К таким окислителям относятся: нитриты, гипогалогениты, селениты, перманганаты, бихроматы, иодаты, броматы, перекиси, http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_108.files/image4.gif и многие другие.

[Реакции присоединения](http://edu.sernam.ru/book_act_chem2.php?id=111). Эти реакции широко применяются в аналитической [химии](http://edu.alnam.ru/book_cgc.php?id=2) органических соединений для количественного определения двойных связей в ненасыщенных соединениях:

http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_108.files/image5.gif

Одним из таких способов определения ненасыщенности органических соединений является метод Гюбля, основанный на способности спиртового раствора иода в присутствии хлорида окисной [ртути](http://alnam.ru/book_e_chem.php?id=190) давать продукты присоединения по месту двойной связи:



Стейень ненасыщенности определяется йодным числом, т. е. количеством галогена (в процентах), перечисленном на иод, которое присоединяется анализируемым продуктом, растворенным в индиферентном растворителе (например, в хлороформе). Йодное число является одним из важнейших критериев ненасыщенности органических соединений.

[Реакции замещения](http://edu.sernam.ru/book_act_chem2.php?id=111). Иод способен замещать [атомы водорода](http://scask.ru/book_s_phis3.php?id=30) в ароматических и гетероциклических кольцах органических соединений, например, в ряде фенолов дифенолов и ароматических диаминов.

Реакции образования периодидов. Многие органические основания и красители способны реагировать с водными растворами иодида [калия](http://alnam.ru/book_e_chem.php?id=88), содержащего иод, с образованием нерастворимых в воде продуктов. Например,

http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_108.files/image7.gif

Другие реакции. В анализе широко используются реакции иода, например, с диазосоединениями:

http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_108.files/image8.gif

Преимущества иодометрического метода. Иодометрические определения отличаются большим разнообразием и этим объясняется широкое применение метода в практике заводских, научно-исследовательских и вузовских лабораторий.

1. Иодометрический метод применим для определения многих соединений, не реагирующих непосредственно с иодом или иодидами. В качестве примера приведем очень важный метод иодометрического определения воды по Фишеру и одометрическое определение кислот

2. Иодометрический метод отличается большой точностью, превосходящей точность других окислительно-восстановительных методов.

3. Растворы иода окрашены и поэтому иодометрическое титрование можно осуществлять не прибегая к использованию индикаторов, так как о конечной точке титрования можно судить по исчезновению или появлению окраски иода.

4. Иод хорошо растворим в органических растворителях, поэтому широко применяют не только водные, но и неводные растворы иода для всевозможных иодометрических определений.

Недостатки иодометрического метода. Главнейшие ошибки в иодометрии возникают по ряду причин.

Потери иода вследствие его летучести. Титрование следует проводить в условиях, исключающих потери иода в результате его улетучивания, на холоду и по возможности быстро. Умеренный избыток KI уменьшает эти ошибки титрования. В тех случаях, когда титруемый раствор должен постоять некоторое время для завершения реакции, титрование следует проводить в колбе, снабженной притертой пробкой. Ни в коем случае не разрешается проводить титрование в химическом стакане.

Окисление ионов йода кислородом воздуха:

http://alnam.ru/archive/arch.php?path=../htm/book_a_chem2/files.book&file=a_chem2_108.files/image12.gif

Йодометрическое титрование следует проводить при умеренной кислотности раствора. При хранении стандартных (титрованных) растворов иода надо защищать их от действия прямого солнечного света и хранить их в темных склянках или в закрытых шкафах.

Следует иметь в виду, что некоторые вещества индуцируют окисление йодид-иона кислородом воздуха.

Наличие свободных ионов гидроксила. Ионы гидроксила вызывают реакцию диспропорционирования иода. Поэтому иодометрическое титрование нельзя проводить в щелочной среде.

Недостаточность времени для завершения реакции окисления иодидов окислителями или восстановления иода восстановителями. Там, где это требуется по условиям титрования, необходимо давать достаточное время для достижения полноты желаемой реакции окисления—восстановления.

Адсорбция элементарного иода. Поверхностно-активные вещества и некоторые осадки, получающиеся в процессе иодометрического титрования, обладают способностью удерживать иод.

Поэтому к концу титрования следует тщательно взбалтывать титруемый раствор, содержащий осадок, или вводить органический растворитель для экстракции адсорбированного осадком иода.

Изменение титров стандартных растворов иода и тиосульфата в процессе их хранения и использования. Во избежание этих ошибок необходимо периодически проверять титр тиосульфата по бихромату, а иода по тиосульфату.

Нарушение методики определения в отношении концентраций применяемых растворов, порядка приливания растворов и других условий протекания реакций. Для получения точных и хорошо воспроизводимых результатов необходимо строго придерживаться рекомендуемых методик определения.

# Глава 2

## Параграф 1.

**Подготовка к исследованию**

В теоретической части рассматривались основные достоинства и недостатки титриметрического метода при использовании йода как титранта, и как титра.

К основным достоинствам относится точность метода, окрашенность растворов йода и отсутствие необходимости использования индикаторов, а к недостаткам – соблюдение методики титрования, использование только свежеприготовленных растворов и отсутствие задержек при титровании [5].

Поэтому, для отработки методики титрования, нами было проведено несколько пробных титрований перманганата калия различной концентрации [6].

Перманганатометрия – метода аналитической химии, позволяющий определить количество перманганат ионов в растворе.

Для выполнения практической части работы был выбран титриметрический метод анализа, данный метод был выбран, поскольку он соответствует сразу нескольким требованиям выставленным перед методом проведения работы.

1. Относительная легкость проведения анализа
2. Не требует дорогостоящего оборудования и специального образования
3. В случае ошибки легко все исправить, или же провести новые замеры

Целью практической части данного исследования было определение точности титриметрического метода анализа для раствора йода.

Для достижения этой цели были поставлены задачи

1. Подготовить оборудование для проведения эксперимента
2. Выбрать реакции для анализа.
3. Опробовать реакции на примере титрования р-ра перманганата калия ( K2MnO4 )
4. Провести анализ раствора йода
5. Сравнить полученные результаты с заявленной изначально концентрацией
6. Обработать результаты анализа
   1. Рассчитать погрешность метода
   2. Построить диаграммы.

Методика выполнения эксперимента.

1. Поиск качественных реакций. Лучшими оказались суспензия крахмала для определения наличия йода и 10% раствор гидроксида калия с сульфитом калия для перманганата калия. В первом случае раствор становится фиолетовым, во втором – зеленым.   
   2KMnO4+5K2SO3+3H2SO4=2MnSO4+6K2SO4+3H2O

2KMnO4+K2SO3+2KOH=2K2MnO4+K2SO4+H2O

1. Проведение титрования перманганата калия различной концентрации

Было приготовлено несколько растворов перманганата калия с различной интенсивностью окрашивания (от темно- фиолетовой до бледно-розовой). Раствор объемом 50 мл имел розовую окраску. К раствору было добавлено несколько капель серной кислоты для протекания реакции. Титрант - раствор стандарт-титра оксалата натрия. По каплям раствор добавлялся к перманганату до полного обесцвечивания.

## Параграф 2.

**Титрование спиртового раствора йода**

Титрование спиртового раствора йода из разных упаковок

Титруемое вещество – 100 мл раствор иода

Титрант – свежеприготовленный раствор стандарт-титра тиосульфата натрия (0,1 моль)

Сначала маленькими дозами, а затем каплями раствор тиосульфата добавлялся к раствору иода.

Когда раствор приобрел соломенную окраску, были добавлены 2-3 капли раствора крахмала. Раствор приобрел синюю окраску. После чего раствор тиосульфата добавлялся до полного обесцвечивания.

Результаты практической части.

В таблице №1 представлены результаты анализа растворов йода.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Номер пробы | Объем раствора тиосульфата натрия мл | Масса иода г | Концентрация иода в растворе % |
| 1 | 3,55 | 0,47053 | 4,70 |
| 2 | 3,61 | 0,47061 | 4,71 |
| 3 | 3,52 | 0,47051 | 4,69 |
| среднее. | 3,56 | 0,47055 | 4,70 |
| погрешность | 0,03 | 5E-05 | 0,01 |

Таблица №1

Из данных таблицы видно, что погрешность титриметрического метода достаточно мала.

Результаты измерений отражает диаграмма 1. Она показывает значения результатов в результате титриметрии.

Диаграмма 1

Поскольку заявленный р-р имел концентрацию 5%, а в результате анализа концентрация р-ра соответствует примерно 4,7%. Возможно два варианта, либо раствор не обладает заявленной концентрацией, либо погрешность титрования несколько выше, чем представлено в таблице. Для подтверждения первого предположения необходимо выполнить количественный анализ другими методами, например, спектрометрическим методом. Для подтверждения второй гипотезы необходимо выполнить еще ряд титрований других веществ.

Что и было выполнено. Было взято несколько раствором неизвестной концентрации перманганата калия, выполнено титрование тиосульфатом калия. Результаты титрования приведены в таблице 2.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| |  |  |  | | --- | --- | --- | | №раствора | номер измерения | концентрация % | | 1 | 1 | 20,34 | |  | 2 | 21,27 | |  | 3 | 17,82 | |  | среднее занчение | 19,81 | |  | погрешность | 1,725 | | 2 | 1 | 15,27 | |  | 2 | 14,36 | |  | 3 | 17,02 | |  | среднее значение | 15,55 | |  | погрешность | 1,33 | | 3 | 1 | 10,36 | |  | 2 | 13,65 | |  | 3 | 9,81 | |  | среднее значение | 11,27 | |  | погрешность | 1,92 | |

Обработанные данные приведены в диаграмме 2.



Из таблицы и диаграммы по перманганатометрии видно, что более вероятен вариант большей погрешности при титровании йода, чем фабричная ошибка.

Отчет по практической части:

Был проведен анализ растворов йода, методом титрования. Данные по эксперименту представлены в таблице и отражены на диаграмме 1. Практическая часть работы показала, что методом титрования не всегда можно пользоваться для точного определения концентрации веществ, так как погрешность данного метода довольно высока.

Титрование как метод соответствует выставленным нами требованиям не полностью как метод определения концентраций веществ и ионов в растворе.

Заключение:

Исследование методов аналитической химии и подробное их изучение помогло выявить самый доступный и простой в выполнении метод. Данным методом оказался метод титриметрического анализа сразу про ряду причин. Однако использование метода титрования как точного, вероятно имеет ограничения, которые в рамках нашей работы определить не представляется возможным. Гипотеза, выдвинутая в начале работы подтверждена не полностью. Титриметрический метод можно использовать для количественного анализа состава веществ, но по нашему предположению, он не является достаточно точным.

На основании данных полученных практической части, можно сделать вывод, что титриметрический метод анализа, обладает достаточной точностью для проведения анализа в «полевых» условиях, хотя он уступает в точности спектрометрическим и некоторым электрохимическим методам анализа, его огромным преимуществом является отсутствие, дорогостоящего оборудования, и относительная легкость проведения.

# Список литературы

1. Крешков А. П. Основы аналитической химии. Теоретические основы.Т1. Количественный анализ., стр21
2. Крешков А. П. Основы аналитической химии. Т 2. Йодометрия. Стр 267
3. Крешков А. П. Основы аналитической химии. Т 2. Перманганатометрия. Стр 244
4. <http://chemistrynews.ru/analchem.aspx.htm>
5. https://sites.google.com/site/fihmaiah/istoria-razvitia-analiticeskoj-himii
6. <https://zakonbase.ru/content/part/573553>
7. <https://www.chem-astu.ru/chair/study/PCMA/r3_1.htm>