
Ćwiczenie: Jodometryczne oznaczenie ditlenku diwodoru w środowisku kwasowym.

Wstęp

Jodometryczne oznaczanie ditlenku diwodoru jest przykładem miareczkowania pośredniego. Do zakwaszonego roztworu ditlenku diwodoru (utleniacza) dodaje się jednorazowo znaczny nadmiar KI. Ditlenek diwodoru w kwasowym środowisku utlenia jony jodkowe do wolnego jodu. Zamiast ditlenku diwodoru miareczkuje się wydzielony jod, którego ilość jest równoważna ilości ditlenku diwodoru w badanej próbce. Do zakwaszenia roztworu stosuje się kwas siarkowy (VI).

Mimo wysokiego potencjału utleniającego ($E^{\circ}_{\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}^+/\text{H}_2\text{O}} = +1,77 \text{ V}$; $E^{\circ}_{\text{I}_2/2\text{I}^-} = +0,54 \text{ V}$) reakcja z jodkiem przebiega stosunkowo wolno. W celu jej przyspieszenia do próbki dodaje się molibdenian (VI) amonu, który działa katalizująco.

Wydzielony jod odmiareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczuanu (VI) sodu w obecności skrobi, która z jodem tworzy kompleks o barwie granatowej. Zanik granatowego zabarwienia wskazuje punkt końcowy miareczkowania.

Odczynniki: mianowany roztwór $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $1 \text{ mol/dm}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4$, KI cz.d.a. – substancja stała, 1 % roztwór skrobi, molibdenian (VI) amonu

Wykonanie oznaczenia

1. Otrzymaną do analizy próbkę w kolbie miarowej pojemności 100 mL uzupełnić wodą destylowaną do kreski a następnie dokładnie wymieszać.
2. Pipetą jednomiarową przenieść 20 mL próbki do kolby stożkowej zamykanej doszlifowanym korkiem oraz dodać 20 mL roztworu H_2SO_4 .
3. Kolejno do kolby dodać szpatułką szczyptę molibdenianu (VI) amonu, a następnie ok. 2 g KI. Kolbę zamknąć, wymieszać i odstawić w ciemne miejsce na 5 min.
4. Biuretę napęlić titrantem tak, by nie pozostały w niej żadne pęcherzyki powietrza i ustawić poziom titranta w punkcie 0,0 mL.
5. Wydzielony jod odmiareczkować mianowanym roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dodając, pod koniec miareczkowania (roztwór staje się jasnożółty), skrobi jako wskaźnika.
6. Zużyta na wykonanie miareczkowania objętość titranta zanotować, a następnie wykonać drugie miareczkowanie (pkt 2-5).
7. Jeśli objętości otrzymane z dwóch miareczkowań nie różnią się o więcej niż 0,2 mL, obliczyć wartość średnią i zanotować w sprawozdaniu. Jeśli różnica przekracza 0,2 mL wykonać kolejne miareczkowanie (pkt 2-5).
8. Korzystając z wartości średniej obliczyć zawartość ditlenku diwodoru w otrzymanej próbce.

Obliczenie błędów bezwzględnego i względnego wyników pomiaru

Błąd bezwzględny (E_{bez}) - bezwzględna wartość różnicy między wartością prawdziwą (x) a wartością otrzymanego wyniku pomiaru (x_i).

$$E_{bez} = |x - x_i|$$

Błąd bezwzględny jest zawsze wyrażany w takich jednostkach jak wartość prawdziwa.

Błąd względny (E_{wzgl}) - iloraz błędu bezwzględnego (E_{bez}) i wartości prawdziwej (x).

$$E_{wzgl} = \frac{E_{bez}}{x} \cdot 100 [\%]$$

Błąd względny jest wartością niemianowaną wyrażoną w procentach. Dzięki błędowi względnemu można porównać dokładność pomiarów wykonanych różnymi metodami analitycznymi. Umożliwia wybór bardziej efektywnej metody pomiaru.