**实验题目：碘量法测硫酸铜中的铜含量**

1. **实验目的**

1. 掌握Na2S2O3标准溶液的配制方法；

2. 了解K2Cr2O7标定Na2S2O3溶液的原理和方法；

3. 掌握碘量法测铜的基本原理和操作条件；

4. 了解碘量法的误差来源。

1. **实验原理**

1. Na2S2O3标准溶液的标定

标定基准物：K2Cr2O7

标定反应：

K2Cr2O7 + 6I- + 14H+ = 2Cr3+ + 3I2 + 7H2O

I2 + 2S2O32- = 2I- + S4O62-

计量比：K2Cr2O7 ～6Na2S2O3

标定反应的条件：

(1)开始滴定时酸度应控制在0.8~1.0 mol⋅L-1为宜，酸度高可提高反应速度，过高则I－易被氧化。

(2) K2Cr2O7与KI反应速率较慢，故应在暗处放置一定时间再滴。

(3)指示剂淀粉应在近终点时(溶液呈黄绿色时)加入，滴至蓝色恰好消失，否则大量的I2与淀粉结合成蓝色物质，不易与Na2S2O3反应。

2. 铜含量的测定

测定反应：

2Cu2+ + 4I- = 2CuI↓ + I2

I2 + 2S2O32- = 2I- + S4O62-

计量比：Cu2+～Na2S2O3

测定反应的条件：

(1)近终点时加入KSCN，发生反应

　　　　CuI+SCN- =CuSCN ↓+ I-

6Cu2++7SCN-+4H2O=6CuSCN↓＋SO42-+HCN+7H+

(2)溶液的pH应控制在3.3~4.0

(3)加入NH4HF2，一方面掩蔽Fe3+，另一方面调节溶液的pH

**三、实验器材及药品**

**（1）抽屉里物品详单**

请同学们务必在实验结束后清洗干净，摆放整齐，方便下一个班级使用

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 碘量瓶 | 250mL | 3 | 量筒 | 10mL | 1 |
| 锥形瓶 | 250mL | 3 | 量筒 | 100mL | 1 |
| 棕色试剂瓶 | 500mL | 1 | 烧杯 | 400/500mL | 1 |
| 胶头滴管 | 15cm | 1 | 洗瓶 | 500mL | 1 |
| 玻璃棒 | 15cm | 1 |  |  |  |

**（2）试剂架物品及药品**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 20%KI | 20%NH4HF2 | 2mol/L H2SO4 | 10%KSCN | 0.5%的淀粉 |

**四、实验内容**

1. 0.05mol/L Na2S2O3标准溶液的配制

在边台称取5g Na2S2O3·5H2O加入到棕色瓶中，加400 mL去离子水中，盖紧盖子摇匀，待溶解后，备用。

2. 0.05mol/L Na2S2O3标准溶液的标定

　　到304分析天平室，准确称取0.05-0.07g已烘干的重铬酸钾于250mL碘量瓶中，用约20mL水溶解，加入20%KI溶液5 mL，2mol/L H2SO4 5mL，混匀后，盖好磨口玻璃塞并向瓶塞周围吹入少量去离子水以密封，放于暗处5分钟。然后用50mL水稀释，用0.05 mol/L Na2S2O3标准溶液滴定，当溶液由棕色转变为黄绿色时，加入0.5%淀粉溶液3mL，继续滴定至溶液蓝色褪去呈Cr3+的蓝绿色为止。平行测定三次。

3. 铜含量的测定

准确称取CuSO4·5H2O 0.25g-0.37克于250mL锥形瓶中，用约60mL水溶解并稀释，加入5mL 2mol/L 的H2SO4，2.5mL的NH4HF2溶液，5mL 20％ KI，以0.05mol·L-1的Na2S2O3标准溶液滴定至溶液呈浅黄色，然后加入3mL 0.5%的淀粉溶液，继续滴至浅蓝色，再加入5mL的 KSCN 溶液，摇匀后溶液蓝色加深，继续滴定至蓝色恰好消失为终点。平行测定三次。

**五、注意！！！**

1.现所称药品大部分已减半，请按黑板所示添加。

2.由于K2Cr2O7、CuSO4·5H2O有毒，且称量的量很少，故特意称量出此两种药品，放在边台，供学生参考，请学生称量前务必看一下！

3.在304天平室放了K2Cr2O7、CuSO4·5H2O专用回收盒，若学生将药品洒落，务必用刷子扫入回收盒中，不得倒入水池、垃圾桶、厕所中！！

4.边台上K2Cr2O7、CuSO4·5H2O两种药品的称量瓶各16个，请务必盯住数量！

**六、注意事项**

1.碘量法主要的误差来源是I2的挥发，为了防止I2挥发损失，应该：

(1)加入过量KI，使生成I3-；

(2)K2Cr2O7与KI反应需要暗处放置5min并使用碘量瓶水封；

(3)开始滴定时，滴定速度要适当快些，但不要剧烈摇动溶液，近终点时要慢滴快摇，以免过终点。

(4)三次平行滴定应该反应一份，滴定一份。

2. 淀粉不可过早加入，何时加入可以根据第一份溶液滴定体积估测，最好在终点前1～2mL处加入。

3. 氟氢化胺的酸性溶液腐蚀玻璃，锥形瓶应立即清洗。

**七、数据记录及处理**

表1. Na2S2O3标准溶液的标定结果

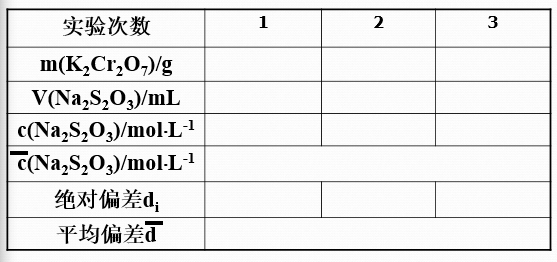


表2. 铜含量的测定结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验编号 | 1 | 2 | 3 | |
| 称取CuSO4质量/g |  |  |  | |
| 消耗Na2S2O3标准溶液体积/ml |  |  |  | |
|  |  |  |  | |
|  |  | | | |
| 个别偏差 |  |  | |  |
| 平均偏差 |  | | | |

**八、思考与讨论**

1. K2Cr2O7与KI反应为什么要在暗处放置5min？放置时间过长或过短有什么不好？

2. 为什么必须滴定至溶液呈淡黄色才能加入淀粉指示剂？开始滴定就加入有何不好？

3. 为什么开始滴定的速度要适当快些，而不要剧烈摇动？

**九、值日生职责**

1.将去离子水下口瓶打满，去离子水龙头在黑板对面的墙上一侧

2.将试剂瓶溶液加满

3.将抽屉按照上面详单整理好

4.将实验台，包括边台擦干净

5.拖地，垃圾倒到卫生间大桶