

- Phải để yên một thời gian để cho phản ứng xảy ra hoàn toàn
- Phải để yên trong bóng tối vì ánh sáng sẽ làm cho phản ứng phụ sau đây xảy ra nhanh hơn : $4I^- + 2H^+ + O_2 \rightarrow 2I_2 + 2H_2O$

Dung dịch chuẩn $Na_2S_2O_3$ cũng không thể chuẩn bị từ lượng cân được vì $Na_2S_2O_3$ không phải là chất gốc.

c. Phương pháp Dicromate :

$K_2Cr_2O_7$ có tính oxy hóa trong môi trường acid



Dung dịch chuẩn $K_2Cr_2O_7$ chuẩn rất ổn định . Hầu hết các phép chuẩn độ bằng $KMnO_4$ có thể thay bằng $K_2Cr_2O_7$ nhưng phải dùng chất chỉ thị để xác định điểm cuối như Diphenylamin, Diphenylbenzidine. Ưu điểm là có thể sử dụng môi trường HCl mà không cần hỗn hợp bảo vệ Zymmerman .

II. Thực hành:

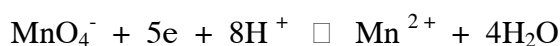
1. Xác định nồng độ $KMnO_4$:

a. Nguyên tắc :

Người ta thường xác định nồng độ của $KMnO_4$ trong môi trường axit qua các chất gốc sau :

- $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$
- $Na_2C_2O_4$ hoặc $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$
- $K_4 [Fe(CN)_6] \dots$

Trong bài này, ta xác định nồng độ $KMnO_4$ bằng chất gốc $H_2C_2O_4 \cdot H_2O$



b. Cách tiến hành :

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch $H_2C_2O_4$ 0,05N vừa pha vào bình nón 250 ml, thêm 2 ml H_2SO_4 3N đun nóng (không được đun sôi). Từ buret nhỏ từng giọt $KMnO_4$ cần xác định, lắc đều tới khi dung dịch có màu hồng bền khoảng 50 giây (làm 3 lần, lấy kết quả trung bình).

2. Xác định nồng độ Fe^{3+} :

a. Nguyên tắc :

- Khử $Fe^{3+} \rightarrow Fe^{2+}$ bằng Zn^0 hoặc bằng $SnCl_2$ trong môi trường acid (ở đây dùng $SnCl_2$) và loại $SnCl_2$ dư bằng $HgCl_2$



- Chuẩn Fe^{2+} vừa được chuẩn bằng KMnO_4



* Chú ý :

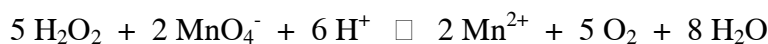
Ion Cl^- làm trở ngại phản ứng. Để tránh ảnh hưởng của ion Cl^- người ta thêm hỗn hợp bảo vệ (gồm 67g $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + 138 \text{ ml } \text{H}_3\text{PO}_4 \text{ d} = 1,7 + 130 \text{ ml } \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ d} = 1,81$ pha trong 1 lít).

b. Cách tiến hành :

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch Fe^{3+} cần xác định vào bình nón 250 ml, thêm 2 - 3 ml $\text{HCl } 1:2$, đun nóng tới $60 - 70^\circ\text{C}$ rồi lấy ra, cho từng giọt dung dịch SnCl_2 5% vào và lắc đều tới khi dung dịch mất màu vàng thêm 1 giọt dung dịch SnCl_2 rồi pha loãng tới gần 100 ml bằng nước cất. Thêm từng giọt dung dịch HgCl_2 5% lắc đều, nếu có kết tủa trắng là được. Còn nếu có kết tủa xám đen thì phải làm lại. Thêm 10 ml hỗn hợp bảo vệ ($\text{MnSO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$). Từ buret nhỏ từng giọt dung dịch KMnO_4 có nồng độ xác định, lắc đều tới khi dung dịch có màu hồng bền khoảng 50 giây. Ghi số ml dung dịch KMnO_4 đã dùng (làm 3 lần, lấy kết quả trung bình).

3. Xác định nồng độ H_2O_2 :

a. Nguyên tắc :



b. Cách tiến hành :

Lấy 10ml dung dịch cần phân tích thêm 3 ml H_2SO_4 3N rồi chuẩn độ bằng dung dịch KMnO_4 đến xuất hiện màu hồng bền khoảng 50 giây, ghi số ml dung dịch KMnO_4 đã dùng (làm 3 lần, lấy kết quả trung bình).

4. Phân tích mẫu: Xác định số gam H_2O_2 trong 1lít dung dịch phòng thí nghiệm (theo hướng dẫn của phòng thí nghiệm)

III. Câu hỏi:

1. Vì sao không thể điều chế dung dịch chuẩn KMnO_4 bằng cách tính theo lượng cân chính xác ?
2. Có thể chuẩn độ dung dịch KMnO_4 bằng dung dịch $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ theo thứ tự ngược lại nghĩa là cho acid $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ở trên buret được không ?
3. Tại sao khi xác định nồng độ dung dịch KMnO_4 phải đun nóng (không được đun sôi) dung dịch đặt ở dưới ?
4. Hãy nêu tác dụng của từng thành phần trong hỗn hợp bảo vệ Zymmerman khi chuẩn độ Fe^{2+} bằng phương pháp permanganat.

5. Bản chất của phép xác định Fe^{3+} bằng phương pháp permanganat là gì. Tại sao khi dùng chất khử là SnCl_2 lại phải loại lượng SnCl_2 dư. Làm thế nào ?
6. Trình bày nguyên tắc xác định nồng độ dung dịch H_2O_2 bằng phương pháp permanganat. Xác định số gam H_2O_2 trong một lít dung dịch mẫu phòng thí nghiệm.

TaiLieuTuoi.com

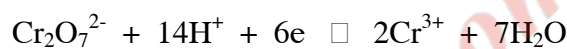
Bài 5. PHƯƠNG PHÁP OXY HOÁ KHỬ PHÉP ĐO DICROMAT VÀ IOD

I. Thực hành:

1. Xác định nồng độ Fe^{2+} :

a. Nguyên tắc :

Dùng $K_2Cr_2O_7$ biết nồng độ, xác định Fe^{2+} trong môi trường axit



Dùng chất chỉ thị diphenylamin có $E_0 = 0,76V$ hoặc diphenylamin sulfonat có $E_0 = 0,84V$ hay acid phenylanthranilic có $E_0 = 1,08V$.

b. Cách tiến hành :

-Với chỉ thị diphenylamin: dùng pipet lấy 10 ml dung dịch Fe^{2+} cần xác định vào bình nón 250 ml. Thêm 1ml H_3PO_4 4N + 5ml HCl 1:2 + 2-3 giọt chất chỉ thị diphenylamin. Từ buret nhỏ từng giọt $K_2Cr_2O_7$ nồng độ xác định, lắc tới khi dung dịch có màu xanh tím. Ghi số ml $K_2Cr_2O_7$ đã dùng (làm 3 lần, lấy kết quả trung bình).

-Với chỉ thị diphenylamin sulfonat: tiến hành tương tự như trên

-Với chỉ thị acid phenylanthranilic: tiến hành tương tự như trên nhưng không thêm acid H_3PO_4 .

-Nhận xét các kết quả phân tích khi sử dụng các chỉ thị trên.

2. Xác định SO_3^{2-} trong Na_2SO_3 :

a. Nguyên tắc :

Chuẩn độ trực tiếp SO_3^{2-} bằng dung dịch $K_2Cr_2O_7$ trong môi trường H_2SO_4 hoặc HCl tới khi đổi màu của diphenylamin. Phản ứng chuẩn độ:



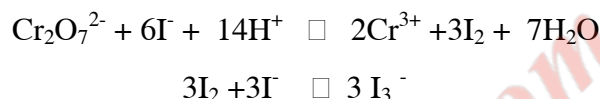
b. Cách tiến hành :

Lấy 10 ml dung dịch cần xác định cho vào bình nón 250 ml, thêm 10 ml HCl 1:2 và 3 - 4 giọt chỉ thị diphenylamin. Pha loãng thành 30 ml. Chuẩn độ bằng dung dịch $K_2Cr_2O_7$ đến khi xuất hiện màu xanh tím. Ghi thể tích dung dịch $K_2Cr_2O_7$ đã dùng (làm 3 lần, lấy kết quả trung bình).

3. Xác định nồng độ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

a. Nguyên tắc :

Lấy một thể tích chính xác dung dịch chuẩn $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ cho phản ứng với lượng dư KI trong môi trường acid để tạo ra lượng tương đương I_3^- . Chuẩn độ I_3^- trực tiếp bằng $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ với chỉ thị hồ tinh bột.



Phản ứng chuẩn độ:



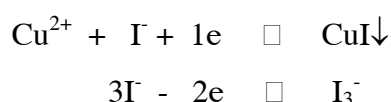
b. Cách tiến hành :

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ có nồng độ xác định vào bình nón 100 ml, thêm 5 ml H_2SO_4 4N + 10 ml KI 5%, lắc nhẹ đầy bình nón bằng kính đồng hồ, để yên ở chỗ tối 10 phút. Từ buret nhỏ từng giọt dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tới khi dung dịch có màu vàng lục + 1 ml hồ tinh bột 1%. Tiếp tục nhỏ từng giọt dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tới khi mất màu xanh tím. Ghi số ml dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ đã dùng (làm 3 lần, lấy kết quả trung bình).

4. Xác định nồng độ Cu^{2+} :

a. Nguyên tắc :

Trong môi trường acid ($\text{pH} = 1 - 2$) Cu^{2+} oxy hóa I^- để tạo thành kết tủa CuI và một lượng tương đương I_3^- . Chuẩn độ lượng I_3^- bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ với chỉ thị hồ tinh bột.



Ngoài ra thường thêm NH_4SCN vào, vẫn đảm bảo làm tăng thế của $\text{Cu}^{2+} / \text{Cu}^+$ làm giảm sự hấp phụ I_2 (dưới dạng I_3^-) trên bề mặt của kết tủa CuI , vì lúc này đã được thay bằng CuSCN



Phản ứng chuẩn độ:

