



实 验

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液浓度的标定



一、实验目的

1. 掌握 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制方法和保存条件；
2. 掌握 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液浓度标定的原理和方法。

二、实验原理

硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 一般都含有少量杂质，同时还容易风化和潮解，因此不能直接配制准确浓度的溶液。

另外， $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液易受空气和微生物等的作用而分解：

(1) 溶解的 CO_2 的作用： $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 在中性或碱性溶液中较稳定，当 $\text{pH} < 4.6$ 时即不稳定。溶液中含有 CO_2 时，它会促进 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 分解：

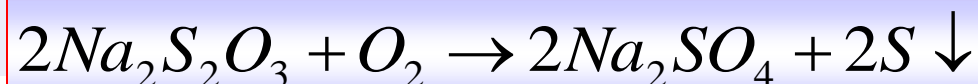


此分解作用一般发生在溶液配成后的最初十天内。



在pH 9~10的硫代硫酸盐溶液最为稳定，所以在 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液中加入少量 Na_2CO_3 。

(2) 空气的氧化作用：



(3) 微生物的作用：这是使 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 分解的主要原因。

为了减少溶解在水中的 CO_2 和杀死水中微生物，应用新煮沸后冷却的蒸馏水配制溶液并加入少量 Na_2CO_3 （浓度约为0.02 %），以防止 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 分解。

另外：日光能促进 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液分解，所以溶液应贮于棕色瓶中，放置暗处，经8~14天再标定，长期使用的溶液，应定期标定。若保存得好，可每两月标定一次。



通常用 $K_2Cr_2O_7$ 作基准物标定 $Na_2S_2O_3$ 溶液的浓度。
采用的滴定方式是 **置换滴定法** → 为什么？

先用基准物 $K_2Cr_2O_7$ 与过量 KI 反应析出定量的 I_2 ：



析出的 I_2 用标准 $Na_2S_2O_3$ 溶液滴定，采用 **淀粉指示剂** 确定终点：



这个标定方法是间接碘法的应用。

碘量法的
方法误差：

- 1、碘误差---碘的挥发
- 2、氧误差--- I^- 被氧化

如何
消除？





三、实验步骤

1. $0.1\text{mol L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制

在台秤称取12.5克的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 固体和0.1克的无水 Na_2CO_3 溶于新煮沸并冷却的500mL水中，溶液贮于棕色试剂瓶中，放置一星期后标定。





2. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液浓度的标定

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
0.10 ~ 0.13 g

250 mL 碘量瓶



预先洗净，标序

~25 mL 水

溶解

20% KI 溶液

10 mL

$3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液

10 mL

盖塞、混匀

2% KI 封口!

暗处反应 5 min

50 mL 水稀释

棕红色



立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定

★ 滴定管预先准备好并读初读数

黄绿色

淀粉溶液

5 mL

深色

继续用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定

暗绿色

读数

★ 注意：要一份一份做，防止碘挥发



四、注意事项

1. 为防止碘误差和氧误差，实验要用碘量瓶。
2. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 与 KI 的反应不是立刻完成的，在稀溶液中反应更慢，因此应等反应完成后再加水稀释。在上述条件下，大约经 5 min 反应即可完成。
3. 淀粉指示剂不能加入过早，否则淀粉与 I_2 过早形成蓝色络合物，大量吸附 I_3^- ，颜色变为深灰色，终点拖长且不敏锐，不好观察。
4. 滴定完了的溶液放置后会变蓝色，如果不是很快变蓝（经过 5 ~ 10 min），那就是由于空气氧化所致，如果很快而且又不断变蓝，说明 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 与 KI 的作用在滴定前进行得不完全，溶液稀释得太早。遇此情况，实验应重做。



准备实验

铜合金 3份
0.18 ~ 0.20 g



250 mL
锥形瓶



★贴名字标签

预习

铜合金中铜含量的测定 p61