

Сумский государственный университет
Кафедра общей химии

ЛАБОРАТОРНЫЙ ЖУРНАЛ
по аналитической химии

Студента группы _____

Ф.И.О. _____

СумГУ, 2012

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ В ТЕХНИЧЕСКОЙ СЕРНОЙ КИСЛОТЕ

Цель: изучить теоретические основы метода кислотно-основного титрования. Определить содержание серной кислоты в технической серной кислоте.

Теоретические сведения

Для выполнения работы используется метод нейтрализации, в основе которого положена реакция взаимодействия ионов водорода с гидроксид ионами:



Количество серной кислоты определяют по стандартному раствору щелочи (NaOH или KOH). Стандартные растворы кислот (серной или хлороводородной) и щелочей (NaOH или KOH) не могут быть непосредственно приготовлены, так как первые бывают чаще в растворе, точная концентрация которых неизвестна, а вторые поглощают из воздуха CO_2 и пары воды, изменяя свой вес. Поэтому титры этих веществ устанавливаются путем титрования по соде либо щавелевой кислоте.

Реакция нейтрализации обычно не сопровождается внешними изменениями, по которым можно было бы судить о конце реакции. Поэтому для фиксирования точки эквивалентности используют индикаторы.

Индикаторы обычно изменяют вою окраску не строго в эквивалентной точке, а с некоторыми отклонениями от нее, поэтому выбирают индикатор так, чтобы погрешность при этом была мала и не отражалась на результатах титрования.

Приготовление титрованного раствора щавельной кислоты

Молярная масса эквивалента щавелевой кислоты равна:

$$m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = 90.02 / 2 = 45.01 \text{ г/моль}$$

Рассчитаем навеску щавелевой кислоты для приготовления 0.1 н. раствора. Навеску кислоты готовили из фиксаля в мерной колбе объёмом 1 л. Массу навески рассчитывают по формуле.

$$m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = (m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} V_{\text{колбы}}) / 1000 = \underline{\hspace{2cm}}$$

Титр полученного раствора:

$$T_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} / V_{\text{колбы}} = \underline{\hspace{2cm}}$$

Приготовление примерно 0,1 н. раствора гидроксида натрия и установление его титра

Молярная масса эквивалента гидроксида натрия равна:

$$m_{\text{NaOH}} = 40.01 / 1 = 40.01 \text{ г/моль}$$

Рассчитаем массу навески гидроксида натрия для приготовления 1 л 0.1 н. раствора:

$$m_{\text{NaOH}} = (m_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{колбы}}) / 1000 = \underline{\hspace{10cm}}$$

Работу выполняют следующим образом.

В одну бюретку, предварительно чисто вымытую и сполоснутую дистиллированной водой, наливают через воронку небольшое количество приготовленного раствора щелочи. Ополаскивают её этим раствором, выливают его в раковину и затем наполняют бюретку до нулевого деления раствором NaOH. Вторую бюретку таким же образом заполняют титрованным раствором щавелевой кислоты.

В три конических колбочки отмеривают из бюретки точно по 20 мл щавелевой кислоты, каждый раз заполняя бюретку до нуля, приливают в каждую колбочку по 2-3 капли фенолфталеина и нагревают колбочки на электрической плитке до кипения. Горячий раствор титруют щелочью при постоянном взбалтывании. При титровании под конические колбочки подкладывают лист белой бумаги, что облегчает определение конца титрования. Сначала щелочь приливают значительными порциями, затем меньшими, а под конец по каплям. Титрование заканчивают, когда бледно-розовое, едва заметное окрашивание не исчезает в течение 1 минуты. Записывают, сколько щелочи пошло на титрование. Титрование повторяют три раза.

Полученные при титровании 3 результата должны отличаться друг от друга не более, чем на 0,2 мл. При каждом титровании бюретка должна заполняться раствором до нулевой метки.

Из полученных трех результатов титрования находят среднее арифметическое.

$$V_{\text{срNaOH}} = (V_1 + V_2 + V_3) / 3 = \underline{\hspace{10cm}}$$

Рассчитывают титр раствора NaOH:

$$T_{\text{NaOH}} = (m_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot T_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}) / (V_{\text{срNaOH}} \cdot m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}) = \underline{\hspace{10cm}}$$

Определив титр, рассчитывают нормальность раствора NaOH:

$$N_{\text{NaOH}} = (T_{\text{NaOH}} \cdot 1000) / m_{\text{NaOH}} = \underline{\hspace{10cm}}$$

Контрольное определение

Получают у преподавателя мерную колбу с исследуемым раствором серной кислоты. Отбирают из колбы пипеткой 10 мл раствора серной кислоты и переносят раствор в коническую колбу на 100-150 мл, приливают 2-3 капли фенолфталеина и титруют стандартным раствором гидроксида натрия до появления малинового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Титрование повторяют 2-3 раза.

Полученные при титровании и 3 результата должны отличаться друг от друга не более, чем на 0,2 мл. При каждом титровании бюретка должна заполняться раствором до нулевой метки.

Из полученных трех результатов титрования находят среднее арифметическое:

$$V_{\text{ср NaOH}} = (V_1 + V_2 + V_3) / 3 = \underline{\hspace{10cm}}$$

Обработка результатов анализа

Нормальную концентрацию раствора серной кислоты рассчитывают по формуле:

$$N_{\text{H}_2\text{SO}_4} = (N_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}}) / V_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \underline{\hspace{10cm}}$$

Вычисляют массу серной кислоты в растворе:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = (N_{\text{H}_2\text{SO}_4} m_{\text{H}_2\text{SO}_4} V_{\text{колбы}}) / 1000 = \underline{\hspace{10cm}}$$

Вывод: _____

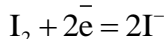
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ОКИСЛЕНИЕ Cu^{2+} В РАСТВОРЕ МЕДНОГО КУПОРОСА

Цель: изучить теоретические основы метода редоксиметрии. Определить содержание ионов меди в растворе медного купороса.

Теоретические сведения

В основе всех йодометрических определений лежат окислительно-восстановительные процессы, связанные с превращением элементарного йода в ионы I^- или обратно:

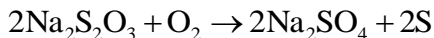
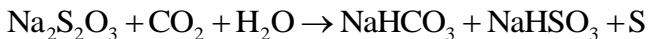


Стандартный окислительно-восстановительный потенциал системы $\text{E}^0\text{I}_2/2\text{I}^- = +0.54$ В занимает промежуточное положение между значениями для сильных окислителей и сильных восстановителей. Следовательно, методом йодометрии могут быть определены как восстановители ($\text{Na}_2\text{SO}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, H_2SO_4 , H_2S и др.), так и окислители (KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, MnO_2 , Cl_2 , Br_2 и др.).

При определении ионов Cu^{2+} используются растворы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ с приготовленным титром $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ с установленным титром.

Приготовление раствора тиосульфата натрия

Приготовить титрированный раствор тиосульфата натрия путем взятия точной навески не представляется возможным, так как соль на воздухе легко выветривается. В водных растворах тиосульфат может разлагаться угольной кислотой и кислородом воздуха:



Поэтому раствор тиосульфата вначале готовят приблизительно требуемой концентрации, дают ему постоять около 10 дней и только после этого устанавливают его титр по приготовленному стандартному раствору $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Рассчитывают навеску $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ для приготовления 500 мл примерно 0,1 н. раствора.

Молярная масса $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ равна 248,19 г. Молярная масса его эквивалента

$$m_{\text{эNa}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{248,19}{1} = 248,19 \text{ г/моль}$$

Для приготовления 500 мл 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ необходимо взять навеску:

$$m_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_{\text{эNa}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \cdot N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \cdot V_{\text{колбы}}}{1000}$$

Навеску берут на теххимических весах, растворяют в 500 мл дистиллированной воды в плоскодонной колбе. Колбу закрывают и хранят в темноте.

Приготовление стандартного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Бихромат калия является хорошим исходным веществом для установления титра раствора тиосульфата натрия. Его легко можно получить в химически чистом виде путем перекристаллизации воды. Растворы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ очень устойчивы.

Молекулярная масса эквивалента $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ равна

$$m_{\text{эK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \frac{m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{6} = \frac{294,22}{6} = 49,03 \text{ г/моль}.$$

Для приготовления 0,1 н. раствора бихромата калия в мерной колбе емкостью 200 мл необходимо взять навеску I:

$$m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \frac{m_{\text{эK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot N_{\text{эK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{колбы}}}{1000}$$

На аналитических весах точно отвешивают в бюксе навеску $K_2Cr_2O_7$ приблизительно равную 0,9806 г, количественно переносят ее в мерную колбу емкостью 200 мл, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки, перемешивают несколько раз.

Вычисляют титр полученного раствора $K_2Cr_2O_7$. Предположим, что взятая навеска равна 1,0025 г. Тогда титр приготовленного раствора $K_2Cr_2O_7$

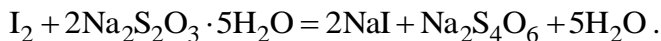
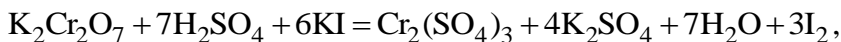
$$T_{K_2Cr_2O_7} = \frac{m_{K_2Cr_2O_7}}{V_{\text{колбы}}}.$$

Нормальность приготовленного раствора $K_2Cr_2O_7$

$$N_{K_2Cr_2O_7} = \frac{m_{K_2Cr_2O_7} \cdot 1000}{V_{\text{колбы}} \cdot m_{\text{экв}} K_2Cr_2O_7} = \frac{T_{K_2Cr_2O_7} \cdot 1000}{m_{\text{экв}} K_2Cr_2O_7}.$$

Установление титра раствора тиосульфата

Установление титра тиосульфата натрия может быть проведено по йоду, выделенному в кислой среде определенным количеством стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$ по реакциям:



В три конические колбы емкостью 200-250 мл вливают 10 мл 10% раствора KI и 20 мл 2 н. раствора H_2SO_4 , если появилось желтое окрашивание, его уничтожают добавкой одной капли раствора тиосульфата. После этого в каждую колбу прибавляют по 10 мл стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$, закрывают их стеклом и на 5 минут ставят в затемненное место, после этого вливают в колбы приблизительно по 50 мл дистиллированной воды и сразу же титруют

из бюретки рабочим раствором тиосульфата, титр которого следует определить. Титрование ведется до ослабления концентрации выделившегося йода (до соломенно-желтой окраски раствора), после чего в раствор прибавляют 10 капель растворенного крахмала и титруют снова тиосульфатом до исчезновения синей окраски и резкого перехода ее в травяно-зеленую. По результатам трех титрований определяют средний объем тиосульфата и приступают к расчету титра и нормальности рабочего раствора.

Расчет нормальности раствора тиосульфата натрия производят по формуле

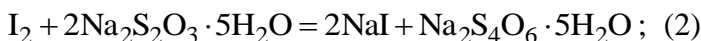
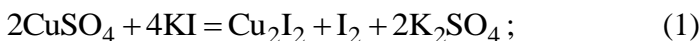
$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{спNa}_2\text{S}_2\text{O}_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}}$$

Титр раствора тиосульфата вычисляют по формуле

$$T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \cdot m_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}}{1000}.$$

Определение ионов меди в растворе медного купороса (контрольная задача)

Йодометрическое определение Cu^{2+} в растворе CuSO_4 основано на реакциях:



Реакция (1) является обратимой, поэтому необходим незначительный избыток KI, чтобы сдвинуть равновесие вправо. Небольшая добавка раствора H_2SO_4 ускоряет реакцию.

Полученный раствор в мерной колбе (на 50, 100, 200, 250 мл) разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают, закрыв пробкой. Отбирают пипеткой 10 мл анализируемого раствора в

коническую колбочку емкостью 150-200 мл, туда же прибавляют 20-25 капель 2 н. раствора H_2SO_4 , 10 % раствора KI и сразу же титруют рабочим раствором тиосульфата натрия, осторожно, до значительного ослабления бурой окраски. Затем прибавляют 20 капель раствора крахмала и титруют до исчезновения синей и появления бледно-розовой окраски. Выполняют 3 титрования. Отсчет по бюретке записывают в рабочий журнал. Из исходных отсчетов берут средний и рассчитывают содержание ионов Cu^{2+} в объеме колбы.

Обработка результатов анализа

Нормальная концентрация приготовленного раствора медного купороса равна

$$N_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \cdot V_{\text{спNa}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}}{V_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}}.$$

В приготовленном объеме раствора медного купороса (в навеске $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) содержится:

$$m_{\text{Cu}^{2+}} = \frac{m_{\text{Cu}^{2+}} N_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \cdot V_{\text{колбы}}}{1000}.$$

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА ОСАЖДЕНИЕМ $K_4[Fe(CN)_6]$

Цель: изучить теоретические основы метода осаждения. Определить содержание цинка в навеске сульфата цинка осаждением $K_4[Fe(CN)_6]$.

Теоретические сведения

Сущность методов осаждения состоит в том, что определяемое вещество (ион) количественно переводится в осадок. О количестве веществ судят по объему рабочего раствора, израсходованного на титрование, причем образовавшийся осадок не исследуется. Точность этого метода определяется полнотой осаждения определяемого вещества и точностью определения конца реакции.

Для уменьшения адсорбции осадком различных ионов необходимо титровать медленно и после каждого прибавления рабочего раствора тщательно перемешивать раствор.

Метод осаждения цинка $K_4[Fe(CN)_6]$ основан на осаждении иона Zn^{2+} в нейтральном или слабокислом растворе титрованным раствором $K_4[Fe(CN)_6]$. В случае $ZnSO_4$ реакция идет по уравнению



Для фиксирования эквивалентной точки применяется индикатор дифениламин, который относится к группе окислительно-восстановительных индикаторов.

Область перехода индикатора дифениламина равна 0,73-0,79 В. При потенциалах, меньших 0,73 В, преобладает восстановительная форма индикатора (дифениламин), благодаря чему раствор остается бесцветным. При $E = 0,79$ В и выше преобладает окисленная форма (дифенилбензидинфиолетовый), и раствор имеет интенсивную сине-фиолетовую окраску. В пределах от 0,73 В до 0,79 В наблюдается постепенное изменение окраски раствора из бесцветной в сине-фиолетовую.

$K_4[Fe(CN)_6]$ является комплексной солью железа (II), которая обладает свойствами восстановителя, при окислении ее образуется соответствующая соль железа (III) - $K_4[Fe(CN)_6]$, являющаяся окислителем. Смесь обеих солей представляет собой окислительно-

восстановительную пару, потенциал которой определяется уравнением

$$E = 0.36 + \frac{0.59}{1} \lg \frac{[\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}]}{[\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}]} \quad (1)$$

Если к отмеренному объему титрованного раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ прибавить немного раствора $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, то окислительный потенциал будет значительно ниже требуемого для перемены окраски введенного в него индикатора дифениламина, и он останется бесцветным. При титровании указанного раствора исследуемым раствором цинка по мере осаждения ионов $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ в виде $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ окислительный потенциал раствора будет в соответствии с уравнением (1) повышаться. Когда же ионы $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ будут осаждены практически нацело, он повысится настолько, что область перехода дифениламина будет достигнута, и он изменит свою окраску на сине-фиолетовую. В указанной работе титрование проводится в обратном порядке. К кислому раствору соли цинка прибавляют растворы $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ и дифениламина, раствор окрашивается в сине-фиолетовый цвет. При титровании этого раствора раствором $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ он расходуется на осаждение иона Zn^{+2} , и поэтому окраска все время остается сине-фиолетовой до тех пор, пока Zn^{+2} не будет практически полностью осажден в виде $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. После этого первая же избыточная капля $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ понизит окислительный потенциал, раствора настолько, что он обесцветится.

В качестве рабочих титрованных растворов этого метода используют приблизительно 0,05 М раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ и 0,1 М раствора ZnSO_4 . Титр $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ устанавливают, титруя им другой рабочий раствор, т.е. ZnSO_4 . Его готовят из точной навески (около 6,5 г на 1 л) х.ч. металлического цинка, который растворяют в 2 н. растворе H_2SO_4 . Раствор переносят в литровую мерную колбу и разбавляют водой до метки. Титры обоих растворов выражают по цинку.

Так $T \text{ ZnSO}_4/\text{Zn}$ находят делением величины взятой навески

металлического цинка на величину объема полученного раствора $K_4[Fe(CN)_6]$, если титр устанавливается путем титрования $ZnSO_4$. Например, $T_{ZnSO_4/Zn} = 0.006480 \cdot 28$ г/моль и затраченный объем его равен 28 мл, то количество цинка в этом объеме равно $0.006480 \cdot 28$ г. Разделив это количество на объем употребленного при титровании раствора $K_4[Fe(CN)_6]$, получают его титр по цинку.

Ход определения

Берут точную навеску $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ с таким расчетом, чтобы после его растворения в мерной колбе получилось 250 мл приблизительно 0,1 М раствора. К аликвотной его части (25 мл) прибавляют 50 мл воды, 2 г $(NH_4)_2SO_4$, 20 мл 6 н. раствора H_2SO_4 , 2-3 капли 1% раствора $K_3[Fe(CN)_6]$ и 3 капли индикатора – 1% раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте. Спустя некоторое время, когда появится голубая окраска раствора, титруют его рабочим раствором $K_4[Fe(CN)_6] \sim 0,5$ М. Титрование продолжают пока раствор не будет перетитрован на 1-2 мл до получения желто-зеленой окраски.

Далее введенный избыток $K_4[Fe(CN)_6]$ медленно оттитровывают обратно титрованным раствором $ZnSO_4$ до резкого изменения окраски от одной капли.

Точное титрование повторяют 2-3 раза, из полученных данных берут среднее.

К израсходованному на титрование объему раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ прибавляют поправку на индикатор, равную 0,05 мл (при трех каплях индикатора). Производят расчет содержания цинка на основании полученных данных.

Обработка результатов анализа

Допустим, что первоначально к 25 мл исследуемого раствора соли цинка прибавлено 34,00 мл раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ с титром

$$T_{K_4[Fe(CN)_6]/Zn} = \frac{T_{ZnSO_4/Zn} \cdot V_{ZnSO_4}}{V_{K_4[Fe(CN)_6]}} =$$

$$= \frac{0.006480 \cdot 25}{34} = 0.004765 \text{ г/мл.}$$

На обратное титрование избытка $K_4[Fe(CN)_6]$ израсходовано 1,25 мл раствора $ZnSO_4$ с титром

$$T_{ZnSO_4/Zn} = \frac{m_{Zn}}{V_{\text{колбы}}} = \frac{6,4800}{1000} = 0,006480 \text{ г/мл.}$$

Прибавив к затраченному объему $K_4[Fe(CN)_6]$ поправку, получим 34,05 мл, которые соответствуют

$$m_{Zn} = \frac{T_{K_4[Fe(CN)_6]/Zn}}{V_{ZnSO_4}} = 0.004765 \cdot 34.05 = 0.1622 \text{ г.}$$

Но при обратном титровании было введено в раствор

$$m_{Zn} = V_{ZnSO_4} \cdot T_{ZnSO_4/Zn} = 1.25 \cdot 0.006480 = 0.0081 \text{ г.}$$

Следовательно, в 25,00 мл исследуемого раствора содержится $0,1622 - 0,0081 = 0,1541$ г цинка. На всю навеску (250 мл раствора) это составит

$$0,1541 \cdot 10 = 1,541 \text{ г.}$$

Вычислите массовую долю цинка в навеске.

Вывод: _____
