

Лабораторная работа № 6.

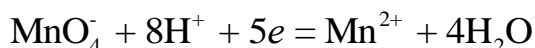
Определение железа (II) методом перманганатометрии

Цель работы. Определить содержание железа (II) в растворе соли Мора. Провести обработку результатов анализа методом математической статистики.

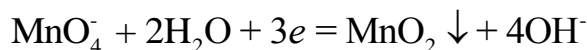
Теоретическая часть

Метод перманганатометрии основан на реакциях окисления восстановителей ионом перманганата. Окисление может проводиться как в кислой, так и в щелочной или нейтральной средах.

При окислении в кислой среде восстановление MnO_4^- до Mn^{2+} протекает следующим образом:



При окислении в слабощелочной или нейтральной среде MnO_4^- восстанавливается до MnO_2 , выпадающего в осадок бурого цвета:



Стандартный окислительно-восстановительный потенциал пары $\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ / \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$ (+1,51 В) гораздо выше, чем E° пары $\text{MnO}_4^- + 2\text{H}_2\text{O} / \text{MnO}_2 + 4\text{OH}^-$ (+0,59 В). Следовательно, окислительная способность перманганата в кислой среде выше, чем в слабощелочной (нейтральной).

В то время как при титровании в кислой среде образуются бесцветные ионы Mn^{2+} , в слабощелочной или нейтральной среде выпадает темно-бурый осадок, затрудняющий фиксирование точки эквивалентности по окраске небольшого избытка перманганата.

Рабочий раствор KMnO_4 не является первичным стандартом. В нейтральной среде выпадает темно-бурый осадок MnO_2 , из-за чего уменьшается концентрация KMnO_4 , что не удовлетворяет требованию химической устойчивости. Обычно берут приблизительную навеску KMnO_4 и приготовленный раствор стандартизируют.

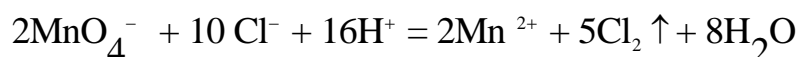
Для стандартизации раствора перманганата калия применяют $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, As_2O_3 , $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, металлическое железо и некоторые другие вещества. Наиболее удобны как установочные вещества щавелевая кислота и ее соли, т. к. они могут быть легко очищены от примесей перекристаллизацией из водных растворов.

2 Н H_2SO_4 нагревают на электроплитке почти до кипения. В нагретый раствор H_2SO_4 вносят стандартный раствор $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ и титруют KMnO_4 .

Соль Мора – двойная смесь сульфата железа (II) и сульфата аммония, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. При титровании раствора соли Мора перманганатом протекает реакция:



Следует иметь в виду, что титрование проводят в сернокислой среде, т.к. в присутствии соляной кислоты реакция между MnO_4^- и Fe^{2+} индуцирует реакцию между MnO_4^- и Cl^- :



Это вызывает повышенный расход раствора KMnO_4 и результат анализа становится неправильным.

Выполнение работы:

Посуда:

- бюретка для титрования объемом 25 мл;
- пипетка Мора объемом 10 мл;
- капельная пипетка;
- мерная колба объемом 100 мл;
- колба для титрования;
- мерный цилиндр.

Реактивы:

- стандартный раствор KMnO_4 (0,05 моль-экв/л);
- контрольный раствор соли Мора $((\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2)$;
- раствор 2н H_2SO_4 ;
- дистиллированная вода.

1. Подготовить бюретку к работе.

Бюретку промывают дистиллированной водой, а затем ополаскивают 2 раза небольшим количеством стандартного раствора KMnO_4 . Наполняют бюретку раствором KMnO_4 , удаляют пузырьки воздуха и устанавливают уровень жидкости на нуле по ***верхнему*** краю мениска.

2. Приготовить контрольный раствор.

Доводят объем контрольного раствора в мерной колбе на 100,0 мл дистиллированной водой до метки. В чистую коническую колбу переносят пипеткой 10,0 мл соли Мора, предварительно ополоснув пипетку этим же раствором.

3. Титрование контрольного раствора соли аммония.

В коническую колбу с разбавленным раствором *соли Мора* добавляют мерным цилиндром 10 мл 2н H_2SO_4 . После чего титруют ее стандартизованным раствором KMnO_4 до появления устойчивой в течение 30 с бледно-розовой окраски от одной лишней капли перманганата.

4. Титрование повторяют до получения 4-х сходимых результатов.

5. Рассчитывают объем раствора KMnO_4 , пошедший на титрование (V , мл), и массу (m , г).

6. При написании вывода по лабораторной работе необходимо отразить:

- какой метод титриметрического анализа изучили;
- какой прием и способ выполнения титрования использовали;
- в какой среде проводили титрование и почему;
- как определяли конечную точку титрования и почему.

<i>Исходные данные</i>	<i>Расчеты</i>
$M_{\text{Э}}(\text{Fe}^{2+}) = 55,85 \text{ г/моль экв}$ $V_{\text{а}}(\text{FeSO}_4) = 10,0 \text{ мл}$ $V_{\text{к}} = 100,0 \text{ мл}$ $C_{\text{н}}(\text{KMnO}_4) =$ $V_1(\text{KMnO}_4) =$ $V_2(\text{KMnO}_4) =$ $V_3(\text{KMnO}_4) =$ $V_4(\text{KMnO}_4) =$	$m(\text{Fe}^{2+}) = \frac{(V \cdot C_{\text{н}})_{\text{KMnO}_4} \cdot M_{\text{Э}}(\text{Fe}^{2+})}{1000} \cdot \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{а}}} \text{ (г)}$ $\bar{m}(\text{Fe}^{2+}) = \frac{m_1 + m_2 + m_3 + m_4}{4} \text{ (г)}$

Обработка результатов анализа методом математической статистики

№	m_i	\bar{m}	$\bar{m} - m_i$	$(\bar{m} - m_i)^2$	
1					$S_{\bar{m}} = \sqrt{\frac{\sum (\bar{m} - m_i)^2}{n(n-1)}}$
2					
3					
4					
Σ					$\varepsilon = t_{0.95} \cdot S_{\bar{m}}$ $\bar{m} \pm \varepsilon, \text{ г}$

Вопросы к лабораторной работе:

1. В чем сущность метода перманганатометрии?
2. Раствор какого вещества используется в перманганатометрии в качестве титранта?
3. Какие вещества можно определять методом перманганатометрии и почему?
4. Почему раствор перманганата калия подлежит стандартизации?
5. Какие вещества являются установочными для перманганата калия?

6. Почему при стандартизации перманганата калия чаще всего необходимо нагревание?
7. В какой среде и почему проводят перманганатометрические определения?
8. Какую кислоту используют для создания среды в перманганатометрии и почему?
9. Как скажется на результатах перманганатометрического титрования использование соляной кислоты для создания среды и почему?
10. Какие свойства проявляет перманганат калия в реакции с солью Мора?
11. В какой среде и почему — кислой или нейтральной — перманганат калия проявляет более сильные окислительные свойства?
12. Чему равен фактор эквивалентности перманганата калия при титровании в кислой среде?
13. Какой фактор эквивалентности у соли Мора при титровании перманганатом калия?
14. Какую роль играют ионы $Mn(II)$, образующиеся при перманганатометрическом титровании?
15. Что такое индуцированная реакция?
16. Как определяют конечную точку титрования в перманганатометрии?
17. Чем обусловлено изменение окраски в конце перманганатометрического титрования?
18. Почему вблизи точки эквивалентности необходимо титрант приливать по каплям в этой работе?
19. Какой способ и прием титрования используется в данной работе?
20. Зачем проводят статистическую обработку результатов?