

Лабораторная работа № 5.

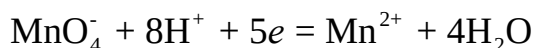
Определение железа (II) методом перманганатометрии

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

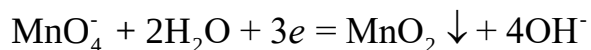
Теоретическая часть

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. Малиново-фиолетовая окраска MnO_4^- исчезает в результате восстановления этого иона до бесцветного Mn^{2+} . Когда же весь восстановитель оттитрован, одна лишняя капля перманганата окрашивает раствор в розовый цвет.

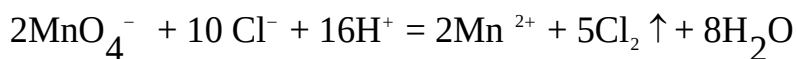
Рабочий раствор KMnO_4 не является первичным стандартом вследствие его восстановления. Обычно берут приблизительную навеску KMnO_4 и приготовленный раствор стандартизируют.

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.

Соль Мора – двойная соль 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:



Титрование проводят в сернокислой среде, т.к. в присутствии соляной кислоты происходит реакция между MnO_4^- и Cl^- :



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

Следует отметить, что Mn^{2+} -ионы играют роль автокатализатора, поэтому вблизи точки эквивалентности титрование проводят по каплям. Первые капли KMnO_4 обесцвечиваются медленно, но как только образуется немного Mn^{2+} , дальнейшее обесцвечивание KMnO_4 происходит быстро. Нужно уловить момент, когда одна лишняя капля KMnO_4 окрасит титруемый раствор в бледно-розовый цвет, не исчезающий в течение 30 с.

Выполнение работы:

Посуда:

- бюретка для титрования объемом 25 мл;
- пипетка Мора объемом 10 мл;
- пипетка Пастера (капельная пипетка);
- мерная колба объемом 100 мл;
- колба Эрленмейера (коническая колба для титрования);
- мерный цилиндр.

Реактивы:

- стандартный раствор KMnO_4 (0,0500 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 2 н 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.

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

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					$\varepsilon = t_{0.95} \cdot S_{\bar{m}}$
					$(\bar{m} \pm \varepsilon), \text{ г}$

Вывод:

Вопросы к лабораторной работе:

1. Что такое реакция окисления-восстановления, в чем сущность метода редоксиметрии?

2. Что такое стандартный электродный потенциал? Что характеризует величина и знак стандартного окислительно-восстановительного потенциала?
3. Какое уравнение связывает величину равновесного потенциала с активностью реагирующих веществ в окислительно-восстановительной реакции?
4. Как определить направление реакции окисления восстановления и полноту ее протекания?
5. Назовите способы фиксирования точки эквивалентности в методе редоксиметрии.
6. В чем сущность метода перманганатометрии, какое вещество используется в качестве титранта?
7. Какие вещества можно определять методом перманганатометрии?
8. В какой среде проводят перманганатометрические определения? Какую кислоту используют для создания среды в перманганатометрии?
9. Какие свойства проявляет перманганат калия в реакции с солью Мора?
10. Чему равен фактор эквивалентности перманганата калия при титровании в кислой среде? Какой фактор эквивалентности у соли Мора при титровании перманганатом калия?
11. Почему раствор перманганата калия подлежит стандартизации? Какие вещества являются установочными для перманганата калия?
12. Почему при стандартизации перманганата калия щавелевой кислотой необходимо нагревание?
13. Какую роль играют ионы $Mn(II)$, образующиеся при перманганатометрическом титровании?
14. Как определяют конечную точку титрования в перманганатометрии? Чем обусловлено изменение окраски в конце перманганатометрического титрования?
15. Зачем проводят статистическую обработку результатов?