

Лабораторная работа № 6.

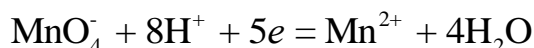
Определение железа (II) методом перманганатометрии

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

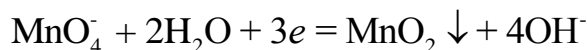
Теоретическая часть

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.

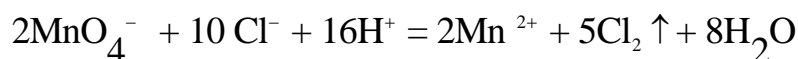
Рабочий раствор KMnO_4 нельзя готовить путем взятия точной навески и растворения ее в определенном объеме воды. Обычно берут приблизительную навеску KMnO_4 и приготовленный раствор стандартизируют.

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 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?
4. Почему раствор перманганата калия подлежит стандартизации?
5. Какие вещества являются установочными для перманганата калия?
6. Почему при стандартизации перманганата калия необходимо нагревание?
7. В какой среде проводят перманганатометрические определения?
8. Какую кислоту используют для создания среды в перманганатометрии?
9. Как скажется на результатах перманганатометрического титрования использование азотной (соляной) кислоты для создания среды?
10. Какие свойства проявляет перманганат калия в реакции с солью Мора?
11. В какой среде — 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. Какой способ титрования используется в данной работе?
19. Зачем проводят статистическую обработку результатов?