

4
МІНІСТЕРСТВО АГРАРНОЇ ПОЛІТИКИ УКРАЇНИ
БІЛОЦЕРКІВСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ АГРАРНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

ЕКОЛОГІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ
Кафедра неорганічної та аналітичної хімії

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

Методичні вказівки
для забезпечення самостійної роботи студентів
з модуля “Дихроматометрія”

Біла Церква
2004

УДК 543.2.062(076.5)

Рекомендовано вченою радою
екологічного факультету
(Протокол № 9 від 08.07.2004р.)
та методичною комісією університету
(Протокол №12 від 14.07.2004р.)

Укладач: **Л. М. Філіпова**

Методичні вказівки для забезпечення самостійної роботи студентів з модуля “Дихроматометрія” /Л. М. Філіпова. – Біла Церква, 2004. – 7 с.

У методичних вказівках подано теоретичний матеріал та хід аналізу для практичного виконання роботи методом дихроматометричного титрування студентами агрономічного, біолого-технологічного, екологічного факультетів та факультету ветеринарної медицини.

Рецензент: доцент **І. В. Шваюк**

© БДАУ, 2004

Тема 1. ДИХРОМАТОМЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ

(агрономічний, біолого-технологічний, факультет ветмедицини – 2 год лабораторно-практичних занять, екологічний – 2 год лекцій, 2 год лабораторно-практичних занять)

Мета заняття. Одержати поняття про метод дихроматометрії, його значення.

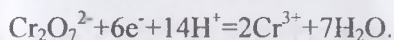
План

1. Значення методу.
2. Хімізм процесу.
3. Хід аналізу та обрахунки результатів.

Навчальні посібники

1. Цитович И.К. Курс аналитической химии. – М.: Высш. шк., 1985.
2. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – 4-е изд. – М., 1972.
3. Бабко А.К., Пятницкий И.В. Количественный анализ. – М., 1968.
4. Крешко А.П. Основы аналитической химии. – 3-е изд.: Т. II. – М., 1970.

Дихроматометричне титрування – один із методів окисно-відновного титрування, який базується на використанні дихромату калію $K_2Cr_2O_7$ як окисника. При дії на відновники дихромат – іон $Cr_2O_7^{2-}$ приймає шість електронів і відновлюється до Cr^{3+} :

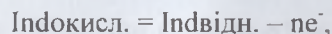


Відповідно, еквівалентна маса дихромату калію дорівнює 1/6 молярної маси. З рівняння реакції видно, що відновлення аніонів $Cr_2O_7^{2-}$ до катіонів Cr^{3+} відбувається у присутності іонів H^+ . Тому титрують дихроматом у кислому середовищі. Окисно-відновний потенціал системи $Cr_2O_7^{2-} = 2Cr^{3+}$ великий і становить 1,36 В при $[H^+] = 1$ моль/л., завдяки тому в кислому середовищі дихромат калію є сильним окиснювачем.

Тому дихроматометрію використовують для визначення майже всіх відновників, які визначаються перманганатометрично. Дихроматометрія має навіть деякі переваги перед перманганатометрією.

Дихромат калію легко одержати в хімічно чистому вигляді перекристалізацією з водного розчину із наступним висушуванням при $t^{0} 150^{\circ}C$. Тому стандартний розчин його готують розчиненням точної наважки. Розчини дихромату калію стійкі при зберіганні в закритій посудині. Він не окиснює (без нагрівання) хлорид – іони, тому ним титрують відновники за наявності HCl .

Індикатором при дихроматометрії є дифеніламін, який забарвлює розчин у синій колір при незначному надлишку дихромату. Дифеніламін належить до редокс-індикаторів. Це окисно-відновні системи, які змінюють забарвлення при переході відновленої форми в окиснювальну і навпаки, що записується так:

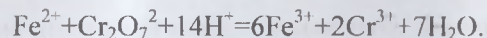


де $n\text{e}^{-}$ – кількість електронів.

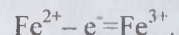
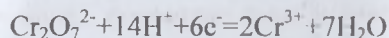
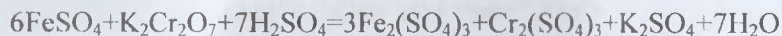
Дихроматометрія використовується для визначення іонів Fe^{2+} в розчинах HCl або в сірчаноокислих розчинах. Хлорид-іони не перешкоджають визначенню, якщо концентрація їх не перевищує 1 моль/л. Але при титруванні солі Fe^{2+} в розчині нагромаджуються катіони Fe^{3+} , зростає окисно-відновний потенціал системи $\text{Fe}^{3+}=\text{Fe}^{2+}$, тому синє забарвлення може з'явитися до настання точки еквівалентності. Щоб зменшити окисно-відновний потенціал системи $\text{Fe}^{3+}=\text{Fe}^{2+}$, до розчину крім дифеніламіну і HCl додають H_3PO_4 , яка зв'язує іони Fe^{3+} у комплекс $[\text{Fe}(\text{PO}_4)_2]^{3-}$.

Хід аналізу та обрахунки результатів визначення Fe^{2+} в розчині

Реакція проходить так:



Визначення відбуваються в прямому титруванні досліджуваного розчину стандартним розчином дихромату калію в присутності дифеніламіну.



У мірну колбу на 100 мл потрібно взяти незначну кількість досліджуваного розчину, довести до 100 мл дистильованою водою і додати 1–2 краплі індикатора дифеніламіну, 3 мл H_3PO_4 і 5 мл розбавленої (1:4) H_2SO_4 .

Протитрувати досліджуваний розчин дихроматом калію до появи стійкого синьо-фіолетового забарвлення. Титрування повторити тричі і взяти середні показники кількості дихромату калію, витраченого на титрування.

Вирахувати масу заліза в досліджуваному розчині

Наприклад, на титрування 10,0 мл розчину солі Fe^{2+} пішло в середньому 8,25 мл 0,1003 N розчину дихромату калію. Тоді нормальна концентрація солі:

$$N = 0,1003 \times 8,25 / 10 = 0,08275.$$

Відновлювальна еквівалентна маса заліза при дихроматометричному титруванні дорівнює 55,85 г/моль. Звідси маса Fe^{2+} в 100 мл досліджуваного розчину буде:

$$m = N \times E \times V = 0,08275 \times 55,85 \times 0,1 = 0,4624 \text{ г.}$$

Порядок опрацювання завдання: ознайомитись з теоретичним матеріалом по темі; виконати роботу відповідно до поданого ходу аналізу; відповісти на контрольні та тестові завдання.

Місце опрацювання: кафедра неорганічної та аналітичної хімії, лабораторії №523, 526.

Методи контролю: представити письмово оформлену роботу викладачу.

Контрольні питання

1. На чому основано дихроматометричне титрування?
2. Чому дорівнює еквівалентна маса дихромату калію при взаємодії його з залізом (II)?
3. У чому переваги дихромату калію перед перманганатом калію?
4. Що називають редокс - індикаторами?
5. Для чого при дихроматометрії додають до досліджуваного розчину ортофосфорну кислоту?

Тестові завдання

1. Дифеніламін використовують для визначення катіонів:
 - а) Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} ;
 - б) Fe^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} ;
 - в) Ba^{2+} , Mg^{2+} , Ni^{2+} .
2. Дихроматометричне титрування базується на:
 - а) реакціях ОВР;
 - б) реакціях нейтралізації;
 - в) реакціях заміщення;
 - г) реакціях розкладу.
3. При додаванні індикатора при дихроматометрії дифеніламіну розчин набуває:
 - а) синього забарвлення;
 - б) фіолетово-синього;
 - в) червоного;
 - г) блакитного.

4. Ортофосфорну кислоту при дихроматометрії додають:

- а) для зменшення окисно-відновних потенціалів;
- б) для збільшення окисно-відновних потенціалів;
- в) для нейтралізації катіонів Fe^{3+} ;
- г) для зв'язування іонів заліза (III) в комплексну сполуку.

5. Еквівалентна маса заліза при дихроматометричному титруванні дорівнює:

- а) 55,85 г/моль;
- б) 68,35 г/моль;
- в) 125,64 г/моль;
- г) 91,36 г/моль.

6. Еквівалентна точка титрування при дихроматометрії встановлюється:

- а) при досяганні еквівалентності;
- б) при додаванні індикатора дифеніламіну;
- в) при підвищенні концентрації іонів Fe^{3+} ;
- г) при зменшенні концентрації іонів Fe^{3+} .

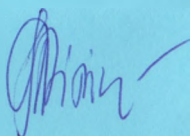
7. До редокс-індикаторів належать:

- а) дифеніламін, дифеніламіносультфонат натрію, феніл-атранілова кислота;
- б) дифеніламін, фенолфталеїн, мурексид;
- в) хромоген чорний спеціальний ЕТ - 00, дифеніламін, лакмус;
- г) універсальний індикатор, мурексид, дифеніламін.

Дихроматометрія
Методичні вказівки
для забезпечення самостійної роботи студентів

Філіпова Лариса Миколаївна

Редактор В.І. Драчук
Комп'ютерна верстка: Л.Ю. Губіна



Здано до складання 8.09.2004. Підписано до друку 8.11.2004.
Формат 60x84^{1/16}. Ум. др. арк. 0,41. Зам. 2451. Тираж 100. Ціна – 60 к.
Сектор оперативної поліграфії РВІКВ БДАУ.
09117, Біла Церква, Соборна площа, 8/1; тел. 3-11-01.