

Тема 8.2 Определение содержания H_2SO_4 и NiSO_4 в смеси кондуктометрическим методом— 6 ч.

Изучите методику «Определение содержания H_2SO_4 и NiSO_4 в смеси кондуктометрическим методом».

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность проведения измерений
4. Обработка результатов
 - 4.1. написать все уравнение в пункте 1 в ионном и сокращенно ионном виде.
 - 4.2. построить график титрования и найти две т.э. (точки излома кривой)
 - 4.3. сделать расчеты по нахождению массы серной кислоты
 - 4.4. сделать расчеты по нахождению массы сульфата никеля

Литература:

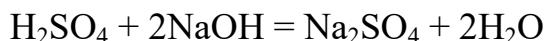
1. Физико-химические методы анализа. Лабораторный практикум: учеб.-метод. пособие для студентов химико-технологических специальностей / Е. В. Радион [и др.]; под ред. Е. В. Радион. – Минск: БГТУ, 2010. – 110 с. – стр. 8-9.

Методика для проведения лабораторного занятия «Определение содержания H_2SO_4 и NiSO_4 в смеси кондуктометрическим методом»

Цель работы: определить массу H_2SO_4 и $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ в смеси методом кондуктометрического титрования с использованием реакций кислотно-основного взаимодействия и осаждения.

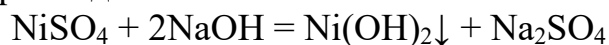
1. Сущность метода

На кривой титрования смеси H_2SO_4 и $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ щелочью наблюдаются два излома. Первый излом соответствует оттитровыванию H_2SO_4 :



В ходе титрования высокоподвижные ионы H^+ ($\lambda^0 = 362$) заменяются менее подвижными ионами Na^+ ($\lambda^0 = 52$), и электропроводность раствора по мере оттитровывания серной кислоты уменьшается.

При дальнейшем прибавлении щелочи происходит осаждение малорастворимого гидроксида никеля:



Так как подвижности ионов Ni^{2+} ($\lambda^0 = 52$) и Na^+ ($\lambda^0 = 52$) одинаковы, то электропроводность раствора при протекании этой реакции меняется незначительно.

После достижения точки эквивалентности (т. э.), соответствующей оттитровыванию сульфата никеля, при дальнейшем добавлении щелочи увеличивается концентрация высокоподвижных ионов OH^- ($\lambda^0 = 205$) и электропроводность раствора возрастает.

Таким образом, объем титранта в первой точке эквивалентности V_1 соответствует оттитровыванию H_2SO_4 , а разность объемов титранта во второй и первой точках эквивалентности ($V_2 - V_1$) соответствует оттитровыванию NiSO_4 .

2. Оборудование, посуда, реактивы

кондуктометр с измерительным датчиком; магнитная мешалка со стержнем; бюретка; стакан вместимостью 150 см^3 ; 0,1 н стандартный раствор NaOH или KOH .

3. Проведение испытаний

Внести 10 см^3 анализируемого раствора в мерную колбу на 100 см^3 и добавить дистиллированной воды. Содержимое перелить в стакан для титрования, опустить в стакан стержень магнитной мешалки и погрузить измерительный датчик в раствор таким образом, чтобы отверстия на защитном корпусе датчика находились в растворе (при необходимости долить дистиллированную воду).

При постоянном перемешивании провести титрование, добавляя в анализируемый раствор по $0,2\text{--}0,5 \text{ см}^3$ стандартного раствора щелочи из бюретки и фиксируя значения электропроводности χ (мСм/см).

Титрование продолжать до тех пор, пока не будет получено 5–8 точек на восходящем участке кривой после второго излома.

4. Обработка результатов

Построить кривую титрования в координатах χ , мСм/см , – V , см^3 . Для нахождения объемов титранта в точках эквивалентности следует продлить линейные участки кривой до пересечений и определить V_1 и V_2 . (как показано на рис. 1)

На основе закона эквивалентов рассчитать массу (г) H_2SO_4 и $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ в анализируемом растворе.

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot V_1 \cdot M_{\text{э}}(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot R}{1000}, \text{ г}$$

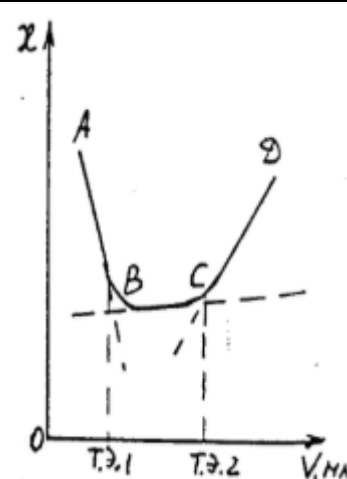


Рис. 1

$$m(\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot (V_2 - V_1) \cdot M_{\text{э}}(\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) \cdot R}{1000}, \text{ г}$$

$$R = \frac{V_{\text{колбы}}}{V_{\text{пипетки}}}, \text{ где}$$

C_{NaOH} – установленная точная молярная концентрация эквивалента рабочего раствора, моль/дм³

V_1 – объем по кривой титрования NaOH, ушедшего на титрование серной кислоты, см³

$V_2 - V_1$ – объем NaOH, ушедшего на титрование сульфата никеля, см³

$M_3(\text{H}_2\text{SO}_4)$ – молярная масса эквивалента H_2SO_4 , г/моль

$M_3(\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$ – молярная масса эквивалента $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, г/моль

1000 – переводной коэффициент объема титранта в литры

R – величина, учитывающая, что на титрование взята аликвотная часть исследуемого раствора

$V_{\text{колбы}}$ – номинальный объем мерной колбы приготовленного анализируемого раствора, см³

$V_{\text{пипетки}}$ – номинальный объем пипетки, с помощью которого отобрана аликвотная часть анализируемого раствора, см³

Данные для оформления лабораторного занятия

$V_{\text{NaOH}}, \text{ см}^3$	$\chi, \text{ мСм/см}$
0	0,5432
0,5	0,4439
0,8	0,3843
1	0,3446
2	0,1460
3	0,1313
3,5	0,1240
4	0,1165
4,5	0,1094
5	0,1021
5,5	0,1860
6	0,2840