

Тема 4.5. Определение массовой доли перекиси водорода – 6 ч.

Изучите ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия. Пункт 3.3. Определение массовой доли перекиси водорода

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность проведения измерений
4. Обработка результатов
5. Результат анализа записать в соответствии с пунктом 3.3.4

Источники:

1. ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия Пункт 3.3. Определение массовой доли перекиси водорода
2. Методика в соответствии с ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия.

Определение массовой доли перекиси водорода (Методика в соответствии с ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия)

1. Аппаратура, материалы и реактивы

- Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.
- Секундомер механический или часы песочные.
- Колба Кн-1-250-24/29 ТС, Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.
- Цилиндр 1-50 или 3-50 по ГОСТ 1770.
- Бюретка 1-2-50-0,1, 2-2-50-0,1 или 3-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.
- Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.
- Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х.ч., ч.д.а., раствор концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.
- Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., ч.д.а., ч., разбавленная 1:4 (по объему).
- Натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839, высушенный при 100-105 °С до постоянной массы
- Вода, дистиллированная по ГОСТ 6709.

2. Подготовка к проведению анализа

2.1 Установку титра (поправочного коэффициента) раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³ (по ГОСТ 25794.2-83)

0,1500-0,2500 г щавелевокислого натрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 8 см³ серной кислоты, нагревают до 70-80°С и титруют из бюретки раствором

марганцовокислого калия. При этом титрование сначала проводят очень медленно, не прибавляя последующей капли, пока предыдущая полностью не обесцветится. В конце титрования титруют быстрее до появления не исчезающей в течение 1 мин розовой окраски раствора.

Температура раствора в конце титрования должна быть не менее 60 °С. Титр (поправочный коэффициент) раствора марганцовокислого калия рассчитывают по формуле

$$K = \frac{m \cdot 1000}{M_{\text{э}} \cdot V}$$

K – титр (поправочный коэффициент) раствора марганцовокислого калия, моль/дм³;

m – масса щавелевокислого натрия, г;

1000 – коэффициент объемного пересчета;

***M*_э** – молярная масса эквивалента Na₂C₂O₄, 67,00 г/моль;

V – объем раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование, см³.

3. Проведение анализа

0,1500-0,2000 г перекиси водорода помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, содержащую 25 см³ воды, 20 см³ раствора серной кислоты, перемешивают и титруют раствором марганцовокислого калия до розовой окраски, не исчезающей в течение минуты.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без добавления перекиси водорода.

4. Обработка результатов

Массовую долю перекиси водорода (***X***) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0017 \cdot K}{m} \cdot 100$$

где

V – объем раствора марганцовокислого калия концентрации ***c*** ($\frac{1}{5}$ KMnO₄) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V*₁** – объем раствора марганцовокислого калия концентрации ***c ($\frac{1}{5}$ KMnO₄) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

0,0017 – масса перекиси водорода, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно ***c*** ($\frac{1}{5}$ KMnO₄) = 1 моль/дм³, г/см³;

K – титр (поправочный коэффициент) раствора марганцовокислого калия концентрации ***c*** ($\frac{1}{5}$ KMnO₄) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

m – масса пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,10%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,15\%$ при доверительной вероятности 0,95.