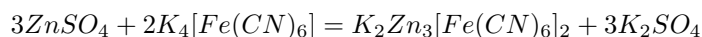


Лабораторна робота № 17. Визначення Цинку методом амперометричного титрування

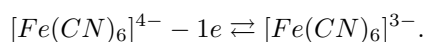
Ульяницький Олександр

11 лютого 2010 р.

Об'ємне визначення Цинку гексаціанофератом калію ґрунтується на реакції утворення паганорозчинної сполуки, згідно рівняння:



Еквівалентний об'єм гексаціаноферату калію може бути визначений амперометричним методом. За умов проведення досліду іони Zn^{2+} електрохімічно не активні, а гексаціаноферат здатний оборотно окиснюватися на платиновому, анодно поляризованому електроді, згідно рівняння:



Отже, до досягнення точки еквівалентності, струм в індикаторному ланцюгу не протікає, внаслідок зв'язування $[Fe(CN)_6]^{4-}$ -іонів присутніми в досліджуваному зразку іонами цинку(II). Після точки еквівалентності в системі з'являється надлишок $[Fe(CN)_6]^{4-}$, який окиснюється на аноді і в індикаторному ланцюгу починає протікати струм, величина якого збільшується із збільшенням вмісту $[Fe(CN)_6]^{4-}$ в розчині.

Спеціальні прилади, реактиви, посуд

1. Установка для амперометричного титрування АУ-4М.
2. Мікроамперметр М-244.
3. Платиновий електрод.
4. Каломельний електрод з агар-агаровим містком.
5. Стандартний розчин $K_4[Fe(CN)_6]$, 0,08 моль/л.
6. Стандартний розчин $ZnSO_4$, 0,1 моль/л.
7. Сульфатна кислота, 0,7 моль/л.

Порядок виконання роботи

Підготувати до роботи установку АУ-4М згідно інструкції. На передній панелі приладу перемикач “чувст.” перевести в положення “З”, перемикач “компенс.” — в положення “0”, тумблер “поляризов.-гальван.” — в положення “поляризов.”, перемикач “мотор” — в положення “2”. Перемикач гальванометра поставити в положення “10 мкА”.

Вибір потенціалу робочого електрода.

1. В стакан ємністю 50 мл вміщують 25,0 мл розчину фонового електроліту (0,7 моль/л H_2SO_4), занурюють електроди, якір магнітної мішалки та вмикають установку. Записують вольтамперну криву системи. Для цього ручкою вольтметра змінюють (з шагом 0,5 В) напругу, що подається на робочий електрод, в інтервалі від 0 до 3 В та записують відповідні показання гальванометра.
2. До розчину п. 1 додають 0,2 мл стандартного розчину $K_4[Fe(CN)_6]$ та знімають вольтамперну криву, повторюючи операції п. 1.
3. Залежності, отримані в п. 1, 2 представляють у вигляді графіків в координатах “ I , мкА — E , В”. Знаходять оптимальну для подальшої роботи область потенціалів, як область, де спостерігається максимальна різниця $I_2 - I_1$ (область потенціалів, де відбувається 28 максимальне окиснення жовтої кров’яної солі $K_4[Fe(CN)_6]$ і ще не помітне окиснення фонового електроліту).

Кількісне визначення цинку. Учбову задачу отримують в мірну колбу ємністю 100 мл, доводять до мітки розчином фонового електроліту, та перемішують. Аліквоту отриманого розчину (25,0 мл) піпеткою переносять (обов’язково користуватися грушею!) в стакан та занурюють електроди. Ручкою вольтметра встановлюють вибраний в п. 3 потенціал робочого електрода та вмикають прилад. Після встановлення рівноваги записують показання гальванометра, додають із мікробюретки стандартний розчин $K_4[Fe(CN)_6]$ порціями по 0,1 мл і кожного разу записують показання гальванометра. Титрування продовжують до різкого відхилення стрілки гальванометра.

Отримані дані представляють у вигляді таблиці (Табл. 2) та графіка в координатах “ I , мкА — $V_{K_4[Fe(CN)_6]}$, мл”. За зломом на графіку визначають об’єм доданого титранту в точці еквівалентності.

Розрахунок кількості Цинку в задачі проводять за формулою:

$$g = \frac{N \cdot V \cdot E \cdot V_{\text{заг}}}{V_{\text{ал}}}, \quad (1)$$

де N — нормальність титранта, моль/л; V — еквівалентний об’єм титранта, мл; E — маса еквіваленту цинку, г/моль; $V_{\text{заг}}$ та $V_{\text{ал}}$ — загальний об’єм розчину задачі та об’єм її аліквотної частини, мл.

Дослід проводять ще двічі, дані обробляють статистично.

Результати

З Рис. 1 видно що оптимальним (тобто що має найбільшу різницю $I_2 - I_1$) потенціал для амперометричного титрування цинку є 1,4 В. Із Рис. 2, 3, 4 та використовуючи формулу 1 визначили наважки (Табл. 3).

Висновок

На лабораторній роботі було визначено наважку цинку(II) у розчині задачі методом амперометричного титрування 0,08 М розчиним $K_4[Fe(CN)_6]$

Табл. 1: Дані для визначення оптимального потенціалу амперометричного титрування

E , В	I , мкА		різниця $I_2 - I_1$, мкА
	фоновий електроліт	+0,2 мл $K_4[Fe(CN)_6]$	
0,1	0	0	0
0,2	0	0	0
0,3	0	0	0
0,4	0	0	0
0,5	1	8	7
0,6	1	12	11
0,7	1	18	17
0,8	1	23	22
0,9	2	27	25
1,0	3	31	28
1,1	4	34	30
1,2	5	37	32
1,3	6	40	34
1,4	7	44	37
1,5	12	41	29
1,6	23	43	20
1,7	29	47	18
1,8	40	53	13
1,9	50	62	12
2,0	61	71	10
2,1	72	80	8
2,2	81	89	8
2,3	93	100	7
2,4	103	111	8
2,5	116	122	6

Табл. 2: Дані кривої титрування задачі розчином $K_4[Fe(CN)_6]$ при потенціалі 1,4 В

$V_{\text{доданого розчину, мл}}$	$I, \text{мкА}$		
	дослід 1	дослід 2	дослід 3
0,0	2	5	3
0,1	2	5	3
0,2	2	6	3
0,3	1	7	4
0,4	1	6	3
0,5	1	6	3
0,6	1	5	3
0,7	1	5	4
0,8	1	5	4
0,9	1	5	3
1,0	1	4	3
1,1	1	4	3
1,2	3	5	4
1,3	18	13	16
1,4	36	28	33
1,5	49	40	48
1,6	61	49	56
1,7	71	59	67
1,8	74	64	
1,9	82		
2,0	86		

Табл. 3: Розраховані значення наважки (g) для трьох дослідів

№ досліду	$V_{\text{т.е., мл}}$	$g, \text{г}$
1	1,17	36,72
2	1,19	37,35
3	1,19	37,35

Табл. 4: Статистична обробка результатів амперометричного титрування цинку 0,08 М розчином $K_4[Fe(CN)_6]$, $P = 0,95$, $n = 3$

$g, \text{г}$	$\langle x \rangle$	S^2	S	S_x	Δx
36,72 37,35 37,35	37,14	$2,2 \cdot 10^{-2}$	$1,48 \cdot 10^{-1}$	$8,57 \cdot 10^{-2}$	$3,69 \cdot 10^{-1}$

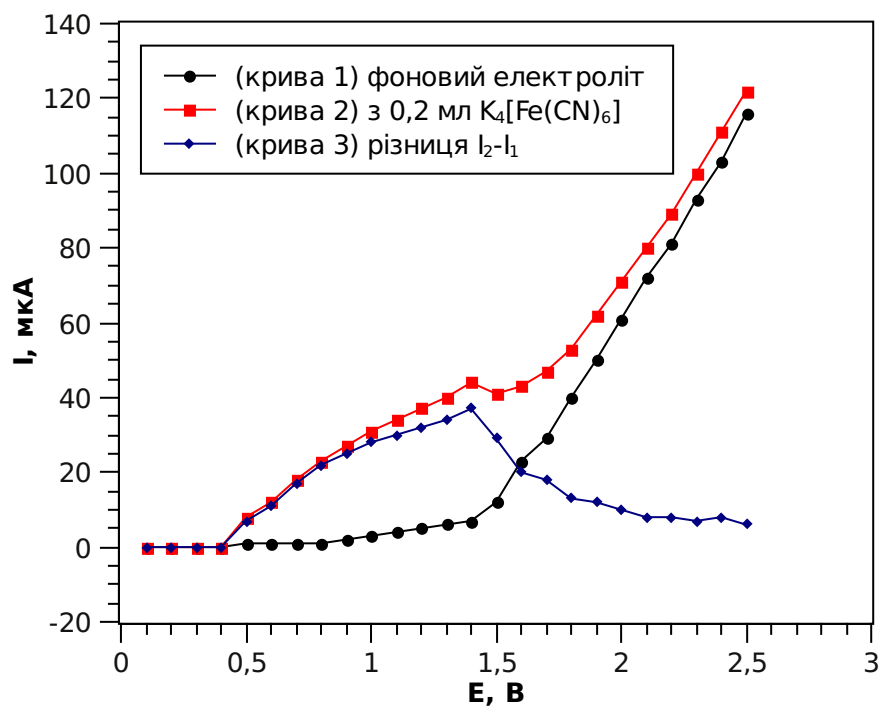


Рис. 1: Вольтамперометрична крива для визначення оптимального потенціалу титрування

при потенціалі 1,4 В: $37,14 \pm 3,69 \cdot 10^{-1}$ г, відносна похибка становить: $\varepsilon = 0,99\%$.

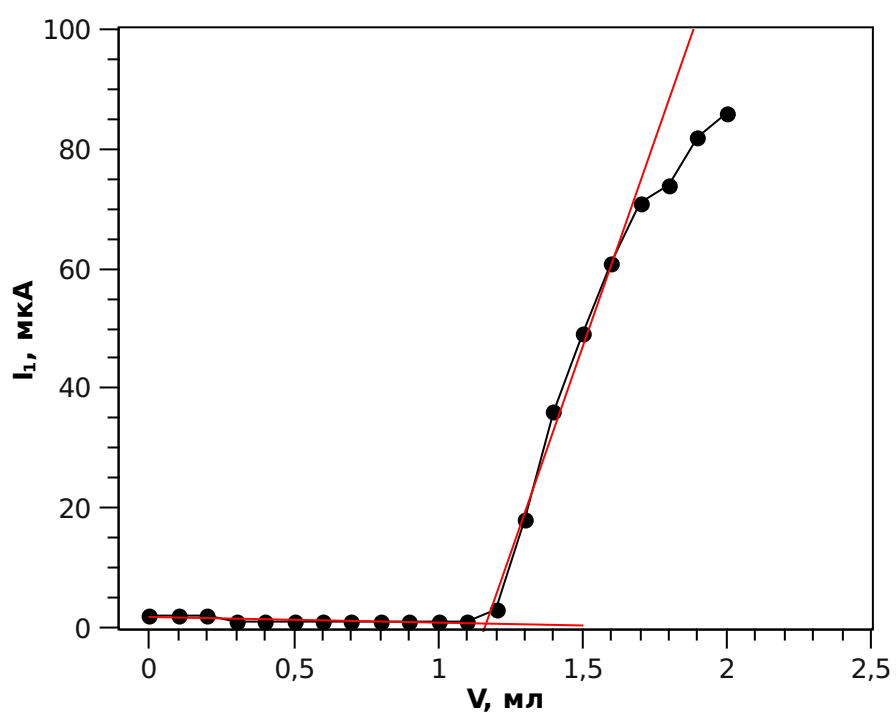


Рис. 2: Крива титрування задачі розчином $K_4[Fe(CN)_6]$ при потенціалі 1,4 В (дослід 1)

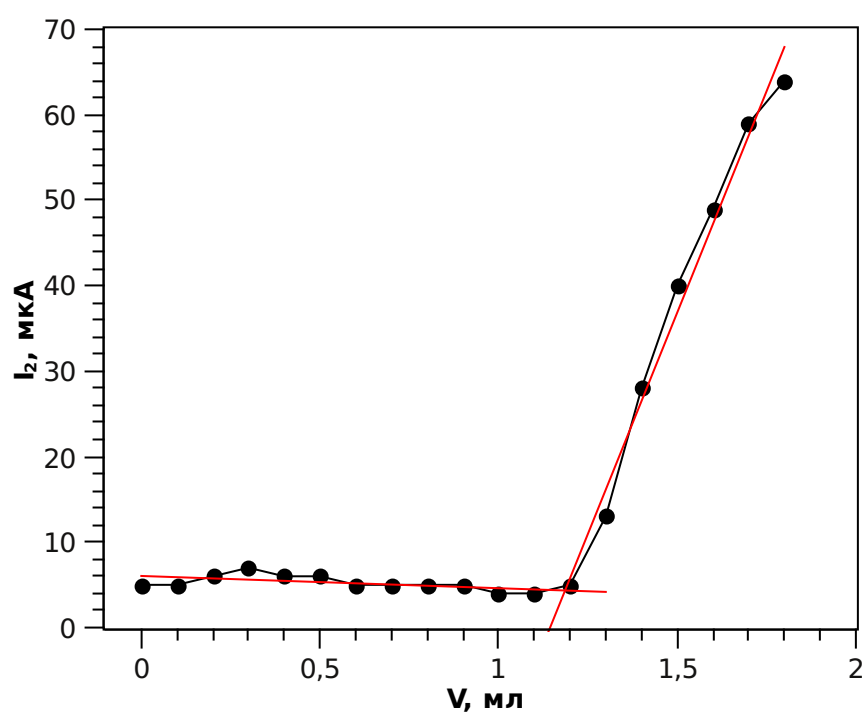


Рис. 3: Крива титрування задачі розчином $K_4[Fe(CN)_6]$ при потенціалі 1,4 В (дослід 2)

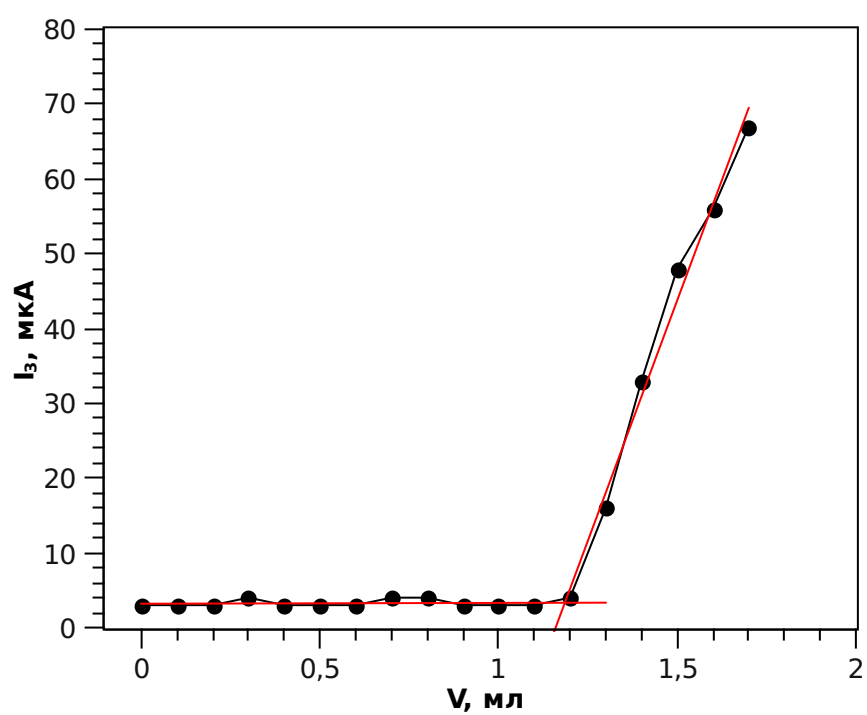


Рис. 4: Крива титрування задачі розчином $K_4[Fe(CN)_6]$ при потенціалі 1,4 В (дослід 3)