

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады
по химии 2011/2012 уч. г.
9 и 10 классы

Перманганатометрическое определение содержания нитрит-ионов

Введение

Перманганат калия (KMnO_4) в кислой среде является сильным окислителем, который применяют во многих окислительно-восстановительных титрованиях. Преимуществом KMnO_4 как титранта является его интенсивная окраска, из-за чего не нужно применять индикатор. KMnO_4 не обладает свойствами основного вещества, поэтому его точную концентрацию нужно определять титрованием с помощью основного вещества (например щавелевой кислоты – $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$).

Определение нитрит-ионов методом перманганатометрического обратного титрования

Описание метода

Нитрит-ионы (NO_2^-) окисляются под действием KMnO_4 до нитрат-ионов (NO_3^-). Прямое определение NO_2^- титрованием с помощью KMnO_4 является неточным. Поэтому анализ проводят следующим образом. Сначала содержащиеся в растворе ионы NO_2^- окисляют избытком KMnO_4 . Затем прибавляют раствор щавелевой кислоты в избытке. Избыток щавелевой кислоты определяют титрованием раствором KMnO_4 .

Ход работы

Для анализа пробы отпипетируйте в колбу Эрленмайера объемом 300 см^3 $25,00 \text{ см}^3$ $0,1399 \text{ M}$ раствора перманганата калия и прибавьте примерно 15 см^3 разбавленной (1:4) серной кислоты (для этого используйте центрифугальную пробирку, с помощью которой отмерьте $10 + 5 \text{ см}^3$ раствора). В полученный раствор отпипетируйте $10,00 \text{ см}^3$ анализируемого раствора. Колбу закройте пробкой и дайте постоять 10-15 минут до полного окисления нитрит-ионов.

Прибавьте в колбу $25,00 \text{ см}^3$ $0,02500 \text{ M}$ раствора щавелевой кислоты. Тщательно перемешайте, осторожно взбалтывая (избегайте расплескивания раствора из колбы) и оттитруйте избыток щавелевой кислоты раствором перманганата калия до появления устойчивой розовой окраски. Данная реакция протекает довольно медленно и в конечной точке титрования светло-розовая окраска раствора должна сохраняться в течение нескольких минут.

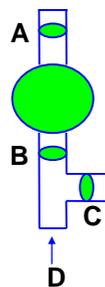
Титрование повторяют до получения трех совпадающих результатов.

Заполните лист для ответов.

Внимание:

1. Из-за интенсивной окраски раствора KMnO_4 затруднительно считывать уровень раствора по нижнему уровню мениска бюретки. Считывайте уровень раствора по верхнему уровню мениска!
2. Для того чтобы не перепутать, маркером пометьте всю свою посуду.
3. После заполнения бюретки снимите с нее воронку!
4. Продумайте внимательно, какую стеклянную посуду в ходе работы надо ополаскивать дистиллированной водой, и какую - следующим раствором.
5. Халат и защитные очки нужно носить все время, в течение которого вы находитесь в лаборатории!
6. Ответ нужно дать с точностью **до четырех значащих цифр**.

Использование насоса для пипетки



1. Откроем зажим **A** и выдавим воздух из насоса. При закрытии зажима **A** в насосе остается вакуум.
2. Поместите пипетку в отверстие **D**.
3. Поместите пипетку в раствор, находящийся в мерной колбе, откройте зажим **B** и заполним пипетку раствором с помощью вакуума. Когда уровень жидкости будет на пару сантиметров выше уровня метки, закроем зажим **B**. Только после этого вынем пипетку из колбы.
4. Осторожно открывая и закрывая зажим **C** доведем мениск уровня раствора точно до метки (вытекающему раствору дайте стечь в отдельную посуду для отходов)
5. Поместите пипетку в коническую колбу таким образом, чтобы пипетка касалась стенки колбы или поверхности раствора. Откроем зажим **C** и дадим жидкости вытечь из пипетки.

Внимание! Насос держать таким образом, чтобы жидкость в него не втекала.