

Задания экспериментального тура

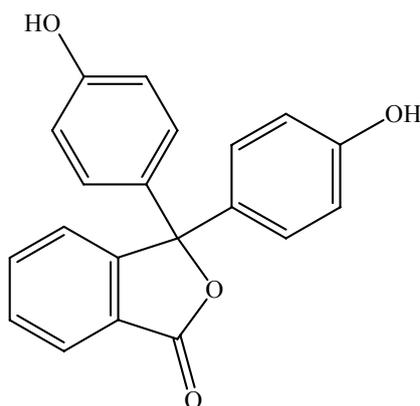
ОДИННАДЦАТЫЙ КЛАСС

Определение концентрации муравьиной и уксусной кислот при совместном присутствии

Задание. Дан водный раствор, содержащий муравьиную и уксусную кислоты. Используя имеющиеся на столе реактивы и оборудование, определите с помощью кислотно-основного титрования и фотометрического метода концентрацию кислот в выданном водном растворе.

Ответьте на следующие вопросы:

1. К каким классам соединений можно отнести фенолфталеин, в результате какого превращения происходит изменение окраски раствора при титровании в присутствии фенолфталеина?



фенолфталеин

2. К какому типу реакций относится реакция муравьиной кислоты с перманганатом калия? Приведите ее уравнение. Почему ее можно использовать для определения муравьиной кислоты в присутствии уксусной?
3. Что такое фотометрический метод анализа? От каких факторов зависит светопоглощение раствора?
4. Какие продукты образуются при реакциях дегидратации муравьиной и уксусной кислот в различных условиях?

Оборудование:

1. Фотометр, 1 кювета с толщиной рабочего слоя 2 см.
2. Колба Эрленмейера вместимостью 250 мл.
3. Пипетки на 1 мл (с делениями) и 10 мл.

4. Бюретка на 25 мл, закрепленная в штативе.
5. Штатив с пробирками.
6. Груша

Реактивы:

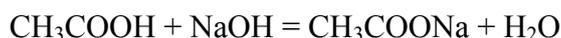
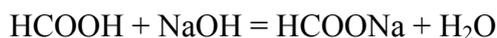
1. Раствор гидроксида натрия известной концентрации (C_{NaOH} , моль/л) (раствор 1).
2. Раствор перманганата калия в 10%-ной серной кислоте (раствор 2).
3. Спиртовой раствор фенолфталеина.
4. Стандартный раствор муравьиной кислоты известной концентрации ($C_{\text{исх}}$, моль/л) для построения калибровочного (градуировочного) графика.
5. Анализируемый раствор (задача) – водный раствор муравьиной и уксусной кислот неизвестных концентраций, которые необходимо определить.

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1. Определение общей концентрации муравьиной и уксусной кислот

Бюретку заполняют раствором 1. В колбу Эрленмейера пипеткой вносят 1 мл анализируемого раствора, примерно 50...100 мл дистиллированной воды, несколько капель раствора фенолфталеина и производят титрование до изменения окраски раствора. Расчет общей концентрации муравьиной и уксусной кислот проводят из следующих соображений.

Реакции, протекающие при титровании, можно представить следующим образом:



Так как обе кислоты являются одноосновными, то при титровании раствора их смеси на 1 моль каждой из них расходуется по 1 молю гидроксида натрия. Таким образом, количество израсходованного гидроксида натрия будет аддитивным (как и объем его раствора). Поэтому, если на титрование заданного объема раствора смеси кислот ($V_{\text{к}}$, мл) будет израсходовано V_{NaOH} мл раствора гидроксида натрия известной концентрации (C_{NaOH} , моль/л), то количество молей гидроксида натрия составит:

$$n = V_{\text{NaOH}} \cdot C_{\text{NaOH}} / 1000$$

- где V_{NaOH} – объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, мл;
 C_{NaOH} – концентрация раствора гидроксида натрия, моль/л;
1000 – пересчетный коэффициент (для перевода объема из мл в л).

Эта величина численно равна общему количеству молей муравьиной и уксусной кислот в титруемом растворе. Тогда общая концентрация этих кислот в растворе составит:

$$C_{\text{общ.}} = 1000 \cdot n / V_{\text{к}}$$

где $V_{\text{к}}$ – объем анализируемого раствора смеси кислот (задачи), мл;
 n – общее количество муравьиной и уксусной кислот, моль;
1000 – пересчетный коэффициент (для перевода объема из л в мл).

Анализ проводят дважды и по полученным результатам рассчитывают среднее значение и отклонение от среднего (в %).

2. Определение концентрации муравьиной кислоты

Построение калибровочного (градуировочного) графика. В 5 пробирок вносят по 10 мл раствора 2 и с интервалом в 5 мин – известные объемы ($V_i = 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0$ мл) стандартного раствора муравьиной кислоты. Содержимое пробирок перемешивают и через 30 мин реакционную смесь из 1-й пробирки переносят в кювету и измеряют оптическую плотность на фотометре при 525 нм. С интервалом в 5 мин фотометрируют растворы смесей из остальных пробирок. (Инструкция по работе на фотометре прилагается).

С учетом разбавления раствором перманганата калия концентрации муравьиной кислоты (C_i , моль/л) в фотометрируемых растворах вычисляют по формуле:

$$C_i = C_{\text{ст}} V_i / (V_i + 10)$$

где V_i – объем стандартного раствора муравьиной кислоты, мл;
 $C_{\text{ст}}$ – концентрация стандартного раствора муравьиной кислоты, моль/л;
10 – объем раствора перманганата калия, мл.

По измеренным значениям оптической плотности при 525 нм строят график зависимости оптической плотности при 525 нм от концентрации муравьиной кислоты (C_i , моль/л) в фотометрируемом растворе.

Определение муравьиной кислоты в анализируемом растворе с неизвестной концентрацией. В пробирку вносят 10 мл раствора 2 и 1 мл анализируемого раствора муравьиной и уксусной кислот неизвестных концентраций. Через 30 мин реакционную смесь переносят в кювету и фотометрируют также при 525 нм.

Содержание муравьиной кислоты (C_x , моль/л) в фотометрируемом растворе определяют по калибровочному (градуировочному) графику и пересчитывают на содержание муравьиной кислоты в анализируемом растворе ($C_{мк}$, моль/л):



Анализ проводят дважды. По полученным результатам определяют среднее значение и отклонение от среднего (в %).

3. Расчет концентрации уксусной кислоты

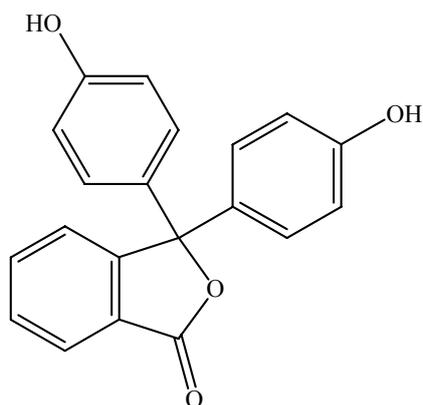
Концентрацию уксусной кислоты ($C_{ук}$, моль/л) вычисляют по разности результатов определения общей концентрации муравьиной и уксусной кислот ($C_{общ}$, моль/л) и концентрации муравьиной кислоты ($C_{мк}$, моль/л):

$$C_{ук} = C_{общ} - C_{мк}$$

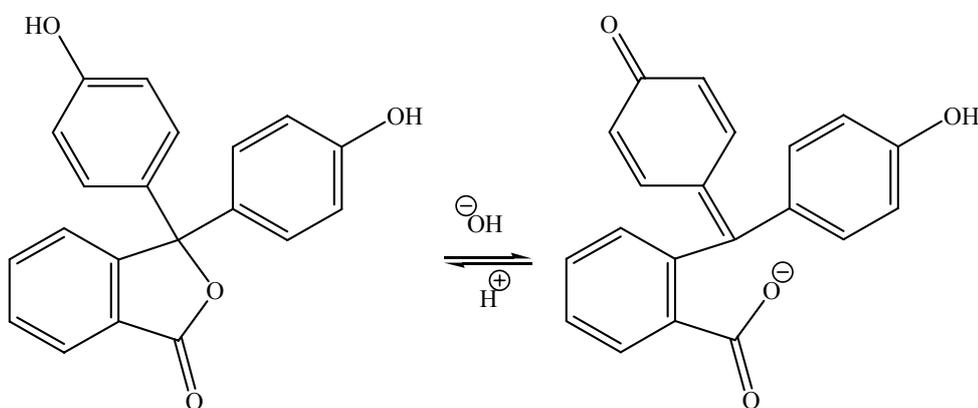
По результатам выполненной работы составьте отчет, содержащий краткое описание хода работы, экспериментальные данные, результаты расчета и статистической обработки (среднее значение и отклонение от среднего в %).

Ответы на теоретические вопросы

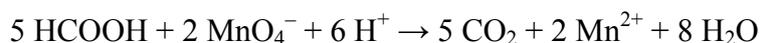
1. Фенолфталеин – трифенилметановый краситель; в соответствии со структурной формулой он может быть отнесен к: ароматическим соединениям, фенолам, лактонам.



Изменение окраски фенолфталеина в условиях кислотно-основного титрования связано с тем, что при рН более 8,2 происходит раскрытие лактонного цикла и образуется анион, в структуре которого имеется отвечающая за окраску хинонметидная группировка:



2. Определение муравьиной кислоты с помощью перманганата калия основано на том, что в отличие от уксусной кислоты, муравьиная обладает восстановительными свойствами и окисляется перманганатом калия. Реакция относится к окислительно-восстановительным:



3. Фотометрический метод количественного анализа основан на зависимости оптической плотности раствора от концентрации поглощающего свет вещества. Эта зависимость носит название «закон Бугера-Ламберта-Бера» и выражается следующим уравнением:

$$A = \varepsilon \cdot C \cdot l,$$

где A – оптическая плотность анализируемого раствора;

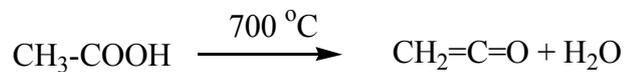
ε – коэффициент экстинкции, $\frac{l}{г \cdot см}$;

C – концентрация определяемого вещества, г/л;

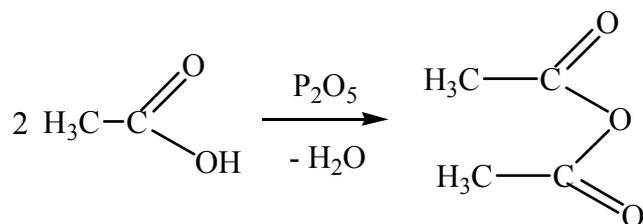
l – толщина рабочего слоя кюветы, см.

В зависимости от способа выражения концентрации (моль/л или г/л) размерность коэффициента экстинкции записывается как $\frac{л}{\text{моль} \cdot \text{см}}$ или $\frac{л}{г \cdot \text{см}}$.

4. При термической дегидратации уксусной кислоты при 700 °С в присутствии триэтилфосфата образуется кетен:



При дегидратации под действием фосфорного ангидрида (пентаоксида фосфора) образуется этановый ангидрид:



При дегидратации муравьиной кислоты под действием концентрированной серной кислоты образуется монооксид углерода – оксид углерода(II):

