НАЦІОНАЛЬНИЙ АВІАЦІЙНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Кафедра хімії і хімічної технології

**КУРСОВА РОБОТА**

**(пояснювальна записка)**

з дисципліни «Аналітична хімія та інструментальні

методи аналізу»

Тема: Перманганатометричне визначення заліза у магнітному залізняку

Виконав: студентка 310 групи факультету екологічної безпеки

Каплійова Т.О.

Керівник: канд.хім.наук, доцент Войтко І.І.

Київ 2006

**НАЦІОНАЛЬНИЙ АВІАЦІЙНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**

**Кафедра хімії і хімічної технології**

**ЗАВДАННЯ**

**на виконання курсової роботи**

студентки Каплійової Тетяни Олексіївни

**Тема курсової роботи**: Перманганатометричне визначення заліза у магнітному залізняку

1.Термін виконання роботи: з 1.09.2006р. до 7.12.2006р.

2.Вихідні дані до роботи:

- магнітний залізняк;

- метод аналізу – перманганатометрія.

3.Етапи курсової роботи:

- опрацювання літератури по темі - з 1.09.2006р. до 20.10.2006р.;

- написання 1 частини роботи - з 21.10.2006р. до 15.11.2006р.;

- написання 2 частини роботи - з 16.11.2006р. до 01.12.2006р.;

- оформлення роботи - до 7.12.2006р.

4.Завдання видав \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ (І.І.Войтко)

(підпис викладача)

“\_\_\_\_\_\_\_\_”\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_2006р.

6.Завдання прийняв до виконання \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ (Каплійова Т.О.)

(підпис студента)

**Курсова робота захищена з оцінкою ------------------------**

Голова комісії:------------------------ С.В.ІВАНОВ

Члени комісії:------------------------- І.І.ВОЙТКО

------------------------- О.А.СПАСЬКА

**РЕФЕРАТ**

Пояснювальна записка до курсової роботи

” Перманганатометричне визначення заліза у магнітному залізняку ”: 22с., 7 літературних джерел.

Об’єкт дослідження – магнітний залізняк.

Мета роботи – розроблення надійного і точного методу визначення заліза у магнітному залізняку.

Метод дослідження – перманганатометричний метод, що ґрунтується на титруванні окиснювачем —перманганатом калію. Відповідно в його основі лежить окисно-відновна реакція, яка може проводитися як в кислому, так і в лужному (чи нейтральному) середовищах.

МАГНІТНИЙ ЗАЛІЗНЯК, МАГНЕТИТ, ТИТРИМЕТРІЯ, ПЕРМАНГАНАТОМЕТРІЯ, КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ.

**ЗМІСТ**

**ВСТУП** ........................................................................... ...................................5

**1. ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ**..........………………………………… …………..6

1.1.Магнітний залізняк……………… ……………………………………...6

1.2.Загальна характеристика методу перманганатометрії…………… ….7

1.3.Методи визначення заліза в магнітному залізняку………… …………8

1.3.1. Визначення заліза дихроматним методом ……………………....8

**2. ПЕРЕЛІК НЕОБХІДНИХ ДЛЯ АНАЛІЗУ ОБЛАДНАННЯ, ПОСУДУ, РЕАКТИВІВ І РОЗЧИНІВ**…………………………………………….………10

2.1. Посуд…………………………………………… …………………………10

2.2. Реактиви і розчини…………………………………………… . ………… 10

2.3. Обладнання………………………………………………………… ..…… .11

**3. МЕТОДИКА ПЕРМАНГАНОМЕТРИЧНОГОВИЗНАЧЕННЯ ЗАЛІЗА У МАГНІТНОМУ ЗАЛІЗНЯКУ**…………………………………………… ..11

3.1. Приготування та зберігання розчину перманганату………………… . 11

3.2. Встановлення титру робочого розчину перманганату…………… ….. 12

3.3. Перманганатометричне визначення заліза……………………………..14

3.3.1. Схема методу………………………………………………………15

3.3.2. Розкладання проби та видалення сторонніх елементів……… 17

3.3.3. Хід аналізу……………………………………………………… …18

3.4. Розрахункова частина…………………………………………………....19

**ВИСНОВКИ**..........................................................................................................21

**ЛІТЕРАТУРНІ ДЖЕРЕЛА**................................................................................22

**ВСТУП**

Класифікацію і промислову оцінку руд проводять за вмістом заліза в рудах. Залізо буває у вигляді двовалентного і тривалентного. У лабораторіях при хімічному аналізі руди визначають роз­чинне залізо і залізо загальне. Під розчинним залізом розуміють ту кількість його, яка безпосередньо розкладається соляною кис­лотою. Під загальним залізом розуміють усе залізо, що місти­ться в даній пробі. У більшості залізних руд вміст загального заліза практично дорівнює вмісту розчинного, хоч у деяких маг­нетитових рудах різниця між загальним і розчинним залізом досягає 5% і більше. Отже, при визначенні загального вмісту заліза треба намагатись повністю розкласти нерозчинний лишок, щоб залізо все перейшло в розчин.

Існують різні способи визначення заліза. Ваговим методом тепер користуються дуже рідко, оскільки він забирає багато часу при майже однаковій точності з об'ємними методами.

Об'ємні методи визначення заліза, якими користуються в ла­бораторній практиці, ґрунтуються на кількісному відновленні всього заліза в даній пробі до двовалентного або на окисненні всього заліза до тривалентного.

Практично в заводських лабораторіях використовують мето­ди, які ґрунтуються на титруванні окиснювачами — дихроматом калію або перманганатом калію. В даній курсовій роботі розроблюється перманганатометричний метод відкриття заліза. Даний метод розроблюється на основі літературних даних та базується на окисно-відновної реакції. Окиснення може проводитися як в кислому, так і в лужному (чи нейтральному) середовищах.

**1. ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ**

1.1. Магнітний залізняк.

Залізними рудами називають такі мінеральні речовини, в яких міститься залізо в кількості, вигідній для виплавки з них металу безпосередньо чи з попередньою їх обробкою (збагачен­ня тощо).

Руди заліза в Україні — це здебільшого породи, які містять безводні окисли заліза, наприклад: магнетит Fе3О4, гематит Fе2О3.

Є також водні окисли заліза, такі, як гетит Fе2О3\*Н2О, лимоніт [Fе2О3\*3Н2О]\*хН2О. Зустрічаються також карбонати за­ліза, наприклад сидерит FеСО3.

Магнетит, або магнітний залізняк, Fе3О4, або Fе2О3\* FеО, має магнітні властивості, він притягує залізо. Магнетит забарвлений в чорний колір і містить велику кількість заліза (часом навіть понад 72%). Густина магнетиту 4,9—5,2, твердість 5—6.

У природі магнітний залізняк часто зустрічається із значни­ми домішками титану. Такий залізняк називають титаномагне­титом. Гематит, або червоний залізняк, Fе2О3 магнітних власти­востей не має. Його забарвлення — від червоно-бурого до чор­ного. Густина 5—5.3, твердість 5—6. Цей залізняк містить до 70% заліза.

Бурий залізняк 2Fе2О3\*3Н2О залежно від умов залягання має забарвлення від жовтого до чорного. Густина його 3—4.4. У такому залізняку вміст заліза доходить до 55%. У бурому залізняку міститься хімічно зв'язана вода (до 12—14%).

Сидерит, або залізний шпат, FеСО3 має колір від світло-жовтого до чорного залежно від умов його утворення. Густина до 3.9, твердість до 4. Вміст заліза до 48%.

Крім перелічених руд, залізо зустрічається у сполуках з сір­кою (пірит FеS2) та у вигляді силікатних руд (ферліт 2FеО \*SіО2 та ін.). Проте ми на цих рудах спинятись не будемо, бо з них безпосередньо заліза не добувають. Пірит, наприклад, вико­ристовують у хімічній промисловості для добування сірчистого газу, з якого виробляють сірчану кислоту, а недогарки, які при цьому утворюються, використовують у чорній металургії.

Руди заліза містять як домішки різні елементи, які при виплавлені чавуну так чи інакше впливають на його якість, тому їх завжди треба заздалегідь визначати. Такими елементами є кремній, сірка, фосфор, миш'як, марганець, алюміній, хром, ти­тан, ванадій, кобальт, цинк, нікель та ін.

1.2.Загальна характеристика методу перманганатометрії.

Метод перманганатометрії базується на реакціях окиснення відновників іоном перманганату. Окиснення може відбуватися як у кислому, так і в лужному (або нейтральному) середовищі.

При окисненні в кислому середовищ марганець (VII) в складі KMnO4, що застосовується для окиснення, відновлюється до Mn2+, причому утворюється сіль марганцю (II).

Наприклад, реакція з солями заліза (II) перебігає за рівнянням:

5Fe2+ + MnO4- + 8H+→5Fe3++ Mn2+ + 4H2O

Відновлення MnO4- до Mn2+ перебігає з приєднанням п’яти електронів:

MnO4- + 8H+ + 8е → Mn2+ + 4H2O

Тому молярна маса еквіваленту KMnO4 дорівнює:

Е=158.03/5=31.61 г

При окисненні в лужному або нейтральному середовищі марганець (VII) відновлюється до марганцю (IV), причому утворюється диоксид марганцю MnO2, точніше, його гідрат MnO(ОН)2, що випадає у вигляді бурого осаду:

MnO4-+ 3H2O +3е → MnO(ОН)2 + 4ОН-

З цього слідує, що молярна маса еквіваленту KMnO4 буде:

Е=158.03/3=52.68 г

Стандартний потенціал пари MnO4-/ Mn2+ (+ 1.51 в) набагато більший, ніж стандартний потенціал пари MnO4-/ MnO2↓ (+ 0.59 в). З вище сказаного можна зробити висновок, що окиснююча властивість перманганату в кислому середовищі набагато вища, ніж в лужному середовищі.

В той час як при титруванні в кислому середовищі утворюються майже безбарвні Mn2+-іони, що залишаються в розчині в лужному чи нейтральному середовищі, темно бурий осад, який випадає, сильно ускладнює фіксацію точки еквівалентності за забарвленням невеликого надлишку перманганату при титруванні. Тому в титрометричному аналізі використовують найчастіше реакції окиснення перманганатом в кислому середовищі.

1.3. Методи визначення заліза в магнітному залізняку.

Залізо в магнітному залізняку визначають титрометричним методом. В лабораторній практиці застосовують переважно перманганатометричний та дихроматний методи.

1.3.1. Визначення заліза дихроматним методом.

*Відновлення заліза алюмінієм.* На аналітичних терезах зва­жують годинникове скло і на ньому точно зважують підготовлену для аналізу залізну руду. Наважку повністю переносять у хімічний стакан, доливають концентровану соляну кислоту і, злегка нагріваючи, розчи­няють. Через 4—5 хвилин від початку розчинення у стакан з кислотою добавляють алюміній і накривають годинни­ковим склом. Коли руда розчиниться, на годинникове скло, яким накривають стакан, насипають ще трохи металічного алюмінію, швидко висипають весь алюміній у стакан, закривають його го­динниковим склом і нагрівають, поки алюміній повністю розчи­ниться. При цьому відбувається відновлення заліза алюмінієм:

ЗFеС3 + А1 = ЗFеС12 + АІСІз.

Одночасно з цією реакцією відбувається реакція між алюмінієм і соляною кислотою:

2А1 + 6НС1 = 2А1С13 + ЗН2 ↑

Реакція відбувається досить бурхливо, і виділюваний водень може захоплювати дрібнісінькі частинки рідини, що може при­звести до помітних втрат, а звідси — до занижених результатів.

*Відновлення заліза хлоридом олова (II) .* До наважки руди доливають концентровану соля­ну кислоту і заздалегідь приготовлений розчин хлориду олова (II), накривають годинниковим склом і злегка нагрі­вають. Тривалентне залізо відновлюють далі зазда­легідь приготовленим розчином хлориду олова (II), приливаючи його краплями з бюретки (можна з піпетки) і енергійно перемішуючи розчин. Приливають краплями доти, доки забарвлення з буро-коричневого перейде в світло-жовте. Розчин у колбі розводять до певного об'єму, охоло­джують до 20—25° С, добре перемішують і приливають туди 2-% розчин хлориду ртуті (II). Після цього має утво­ритись невелика кількість шовковистого білого осаду. Якщо цьо­го не станеться або випаде велика кількість сірого чи чорного осаду, то це вказує на неправильне виконання аналізу і його треба переробити.

*Титрування.* У колбу з відновленим залізом добавляють декілька крапель індикатора дифеніламіну, добре перемішують, дають постояти і титрують розчином дихромату калію. Процес титрування проводять швидко до появи світло-зеленого забарвлення, яке поступово переходить у темно-зелене.

Додавання краплями продовжують доти, доки розчин забарвиться в темно-синій або яскраво-фіолетовий колір.

**2. ПЕРЕЛІК НЕОБХІДНИХ ДЛЯ АНАЛІЗУ ОБЛАДНАННЯ, ПОСУДУ, РЕАКТИВІВ І РОЗЧИНІВ**

Для проведення лабораторного дослідження перманганатометричного методу аналізу визначення заліза є необхідними наступні посуд, реактиви і розчини та обладнання.

2.1. Посуд.

Бюретки на 25-50 мл (бажано зі скляним краном )

Стакани або колби на 100 мл

Вимірювальна колба на 1000 мл

Фарфорові тиглі

Піпетка

Вата

Мірний циліндр

Годинникове скло

2.2. Реактиви і розчини.

Титрований розчин перманганату калію

Сірчана кислота розведена (1:4)

Ортофосфорна кислота

Розчин хлориду олова (II)

Соляна кислота (густина 1,18—1,19, ч. д. а.).

Амальгамований цинк

Суміш Рейнгарда-Циммермана (MnSO4, H3PO4 , H2SO4)

2.3. Обладнання.

Аналітичні ваги.

Технічні ваги.

**3. МЕТОДИКА ПЕРМАНГАНОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ЗАЛІЗА У МАГНІТНОМУ ЗАЛІЗНЯКУ**

Методика перманганатометричного визначення заліза у магнітному залізняку полягає в наступному.

3.1. Приготування та зберігання розчину перманганату.

Титрування перманганатом проводять без індикатора. Оскільки одна крапля розчину KMnO4 навіть при концентрації його, рівній 0.01 н., забарвлює в кінці титрування 50 мл розчину в чіткий рожевий колір, немає необхідності вживати 0.1 н. розчину перманганату. Звичайно застосовують його 0.02-0.05 н. розчини.

Звідси витікає, що приготувати розчин перманганату за точною наважкою неможливо. Титр його необхідно встановлювати не раніше ніж через 7-10 днів після приготування розчину.

Для того щоб розчин KMnO4 був досить стійким і титр його не змінювався, осад MnO2, який присутній в ньому в якості домішок, а також утворений в результаті окиснення перманганатом органічних речовин та аміаку, що містяться в воді, необхідно видалити, так як він каталітично прискорює розклад KMnO4. Необхідно також пам’ятати, що перманганат окиснює гуму, коркові пробки, папір та інші речовини, тому необхідно уникати дотикання розчину з ними. Так, не можна фільтрувати розчин KMnO4 через паперові фільтри, а необхідно користуватися скляними фільтрувальними тиглями чи зливати розчин з осаду MnO2 сифоном.

Зберігати розчин перманганату необхідно в темряві чи в склянках з темного скла, так як світло прискорює розклад KMnO4:

4MnO4-+ 2H2O →4MnO2↓ + 4OH- + 3O2↑

Для приготування розчину KMnO4 беруть на технічних терезах наважку, яка необхідна для отримання 1 л 0.02 н. розчину. Вона дорівнює 0.02\*31.61 г, тобто біля 0.63 г. Далі відмірюють великим мірним циліндром 1 л дистильованої води для розчинення наважки. Так як кристали KMnO4 розчиняються доволі повільно, частину взятої води нагрівають майже до кипіння та невеликими порціями її обробляють при ретельному перемішуванні наважки KMnO4 в стакані чи колбі. Час від часу обережно зливають рідину з кристалів в іншу колбу, змінюючи її новою порцією гарячої води. Приготований охолоджений розчин переливають в склянку ємністю 1 л, додають туди ж воду, що залишилася та, ретельно перемішавши, залишають на 7-10 днів. Склянку закривають пробкою і зберігають в темряві (краще готувати розчин в склянці з темного скла). По закінченню цього терміну сифоном обережно зливають з осівших пластівців MnO2 (чи профільтровують через скляний фільтруючий тигель).

3.2. Встановлення титру робочого розчину перманганату.

Для встановлення титру розчину KMnO4 запропоновано багато стандартних речовин, наприклад H2C2O4\*2H2O, Na2C2O4, As2O3, K4[Fe(CN)6]\*3H2O, металічне залізо та ін.

Найбільш зручними є Na2C2O4  та H2C2O4\*2H2O. Обидві ці речовини повинні бути хімічно чистими та строго відповідати своїм формулам.

Очистка Na2C2O4 легко досягається перекристалізацією солі з води та висушуванням при 240-250 0С . Оксалат натрію не гігроскопічний, не містить кристалізаційної води та не змінюється при зберіганні. Щавлеву кислоту очищують дещо важче, ніж Na2C2O4 ; вона також не гігроскопічна, але містить кристалізаційну воду, та на відміну від Na2C2O4 здатна випаровуватися.

Сумарна реакція, що перебігає при титруванні цих речовин перманганату, відповідає рівнянню:

5C2O42- + 2MnO-4 + 16H+ → 2Mn2+ +8H2O + 10CO2↑

Окиснення C2O42- - іонів відбувається за схемою:

C2O42- - 2e ↔ 2 CO2

Відповідно, молярні маси еквіваленту Na2C2O4  та H2C2O4\*2H2O дорівнюють :

Е (Na2C2O4) = 134.00/2 = 66.00 г

Е (H2C2O4\*2H2O) = 126.06/2 = 63.03 г

*Приготування розчину стандартної речовини.* На аналітичних терезах беруть точну наважку біля 0.02 \*67.0\*0.25 = 0.335 г Na2C2O4  чи 0.02\*63.03\*0.25 = 0.315 г H2C2O4\*2H2O , переносять її без втрат в мірний циліндр ємністю 250 мл , розводять в холодній дистильованій воді, розбавляють розчин до мітки водою та ретельно перемішують. Потім вираховують та записують нормальність розчину.

*Титрування.* Поміщають колбу для титрування 15 - 20 мл 2 н. розчину сірчаної кислоти та нагрівають до 80 – 85 0С.

Піпеткою беруть аліквотну частину (25.00 мл) отриманого розчину вихідної речовини та вносять в нагрітий розчин сірчаної кислоти (нагрівати та кип’ятити кислі розчини щавлевої кислоти не рекомендується, так як вона розкладається).

Розчин KMnO4 поміщають в бюретку та встановлюють рівень рідини на нулі. Якщо нижній край меніску в бюретці погано видно, то можна всі розрахунки робити по верхньому краю меніска.

Далі розчин KMnO4 приливають краплями до гарячого розчину вихідної речовини. Кожну наступну краплю додають тільки після того, як зникне забарвлення від попередньої краплі. Перші краплі розчину KMnO4 обезбарвлюються доволі повільно. Але як тільки утворюється не багато Mn2+ , що є каталізатором для даної реакції, подальше обезбарвлення відбувається практично миттєво. Потрібно вловити момент, коли одна крапля перманганату забарвить весь розчин в не зникаюче протягом 30 хв блідо-рожеве забарвлення.

Точне титрування проводять не менше трьох разів та з вихідних розрахунків (різниця між ними повинна бути не більше 0.1 мл) беруть середнє.

*Розрахунок.* За використаними на титрування об’ємами розчинів KMnO4 та вихідної речовини й нормальності його розчину звичайним способом находять нормальність розчину перманганату.

3.3. Перманганатометричне визначення заліза.

Одним з найважливіших в перманганатометрії є визначення заліза (II). При титруванні KMnO4 заліза (II) воно окиснюється до заліза (III):

5Fe2+ + MnO4- + 8H+→5Fe3++ Mn2+ + 4H2O

Якщо в розчині присутнє залізо (II), то його титрування проводиться просто. Розчин підкислюють сірчаною кислотою і титрують перманганатом до появи в розчині блідо-рожевого забарвлення. Воно проявляється більш чітко при додаванні до розчину, що титрується, декількох мілілітрів концентрованої ортофосфорної кислоти, яка утворює з Fe3+ безбарвне комплексне з’єднання, і тому забарвлення розчина в кінці титрування переходить з безбарвного в рожевий. При відсутності ортофосфорної кислоти в розчині забарвлення його в кінцевій крапці змінюється від жовтого до рожевого, що ускладнює спостерігання рожевого забарвлення.

Якщо досліджений розчин містить домішки Fe3+ чи якщо необхідно визначати залізо в розчині, що містить Fe3+, то залізо попередньо відновлюють до Fe2+. Для цього застосовують декілька способів. Можна залізо відновити сірководнем, різноманітними металами та амальгамами, розчином хлориду олова (II) та ін.

3.3.1. Схема методу.

До кислого розчину солі тривалентного заліза (III) підливають невеликий надлишок розчину хлориду олова (II)

2FeCl3 + SnСl2 = 2FeСl2 + SnCl4

Надлишок SnCl2 необхідно перед титруванням окиснити, оскільки інакше перманганат калію витрачатиметься на окиснення не тільки двовалентного заліза, але і двовалентного олова. Хлористе олово окиснюють розчином двохлористої ртуті (сулеми)

SnCl2 + 2HgCl2 = SnCl4 + Hg2Gl2

При цьому випадає осад каломелі (Hg2Cl2), який лише дуже поволі реагує з перманганатом. Підготовлений таким чином холодний розчин хлориду заліза (III) титрують робочим розчином КМnО4 до появи рожевого забарвлення.

При відновленні тривалентного заліза хлоридом олова (II) необхідно звертати увагу на те, щоб надлишок SnCl2 був дуже малий — не більше 2—3 крапель. При великому надлишку хлорид олова (II) відновлює сулему, а також каломель до металевої ртуті:

SnCl2 + HgCl2 = SnCl4 + Hg SnCl2 + Hg2Cl2 = SnCl4 + 2Hg

Ртуть виділяється у вигляді дуже дрібно роздроблених крапель і у такому вигляді легко окиснюється перманганатом калію.

Щоб можна було встановити той момент, коли додана достатня кількість хлориду олова (II), розчин хлориду заліза (III) перед відновленням нагрівають майже до кипіння. Це приводить до значного посилення інтенсивності жовтого забарвлення унаслідок зменшення дисоціації хлоридного комплексу заліза. Ознакою повноти відновлення заліза є зникнення жовтого забарвлення розчину; обезбарвлення гарячого розчину від збільшення надлишку 1—2 крапель розчину хлориду олова (II) добре помітно.

Розчин перед титруванням необхідно охолодити і розбавити кілька разів холодною дистильованою водою. У гарячому розчині можливе окиснення соляної кислоти перманганатом калію.

Окиснення іонів двовалентного заліза перманганатом йде за рівнянням

5Fe2+ + МnО4- + 8Н+ = 5Fe3+ + Мn2+ + 4Н2О або

5FeCl2 + КМnО4 + 8НС1 = 5FeCl3 + КС1 + МnС12 + 4Н2О

Під час титрування в розчині з'являється все більше тривалентного заліза, яке в кислому середовищі забарвлене в жовтий колір; тому в точці еквівалентності спостерігається перехід забарвлення від жовтого до рожевого. Цей перехід не дуже добре сприймається нашим оком. Для збільшення різкості переходу забарвлення до розчину перед титруванням додають небагато фосфорної кислоти, яка утворює з іонами тривалентного заліза безбарвне комплексне з'єднання

Fe2+ + 2Н3РО4 = H3[Fe(PO4)2]+ ЗН+

Титрування двовалентного заліза краще всього проводити в розчині сірчаної кислоти, оскільки при цьому не відбувається ніяких побічних реакцій. Проте, як було відмічено, залізняк, що містить різні оксиди заліза, які розчинні в соляній кислоті значно легше, ніж в сірчаній кислоті. Титрування в розчині соляної кислоти ускладнюється зв'язаною реакцією окиснення соляної кислоти. Активні проміжні оксиди, що утворюються під час реакції перманганату з двовалентним залізом, окиснюють частково соляну кислоту до хлора; частина хлора виділяється з розчину у вигляді газу. Внаслідок цього перманганату витрачається більше, ніж необхідно для окиснення двовалентного заліза, і результати визначення виходять підвищеними.

Зв'язаного окиснення соляної кислоти не спостерігається в тому випадку, якщо розчин містить значний надлишок іонів двовалентного марганцю.

3.3.2. Розкладання проби та видалення сторонніх елементів.

Титрування перманганатом застосовується найчастіше при аналізі залізняку. Методи розкладання проби полягають майже завжди в обробці наважки концентрованою соляною кислотою

Fe2O3 + 6НС1 = 2FeCl3 + ЗН2О

Щоб прискорити розчинення, до розчину підливають небагато SnCl2. Хлорид олова (II) відновлює тривалентне залізо, внаслідок чого концентрація Fe3+ зменшується, і стан рівноваги реакції зміщується вправо. Силікатний залишок, що не розчинився, фільтрують і у разі потреби (якщо він містить залізо, що видно по темному кольору залишку) піддають додатковій обробці (сплаву).

У отриманому розчині соляної кислоти безпосередньо визначають залізо. Дуже рідко доводиться мати справу з елементами, що заважають, і усувати їх вплив. До таких елементів відносяться ванадій, молібден і вольфрам, які іноді можуть знаходитися в незначній кількості в залізняку. При відновленні заліза хлоридом олова (II) ці елементи також відновлюються до нижчих ступенів окиснення і потім титрують перманганатом. У разі їх присутності аналіз ускладнюється і для визначення заліза доводиться користуватися іншими методами або вводити ряд додаткових операцій.

При розчиненні різних матеріалів іноді доводиться додавати азотну кислоту, причому в розчині можуть залишитися оксиди азоту, що викликає побічні процеси; так, оксиди азоту каталітично прискорюють окиснення заліза киснем повітря. Ця обставина має значення також для інших методів визначення заліза (йодометричний або із застосуванням редуктора). Тому в тих випадках, коли для розкладання застосовується азотна кислота, оксиди азоту ретельно видаляють кип’ятінням розбавленого розчину; надійніше видалити повністю азотну кислоту шляхом випаровування розчину з надміром соляної або сірчаної кислоти.

3.3.3. Хід аналізу.

*Розчинення наважки .*Наважка мілко подрібненої руди беруть з таким розрахунком, щоб отримати приблизно 100 мл 0,1 н. розчину солі заліза; наприклад, якщо руда містить близько 50% Fe2O3, зважують на аналітичних вагах 1,5 г руди. Наважку переносять в стакан місткістю 250—300 мл, туди ж вливають 15—20 мл концентрованої соляної кислоти, і вміст стакана нагрівають на плитці до тих пір, поки на дні його залишиться тільки незначний сірувато-білий залишок (кремнієва кислота і ін.).

Під час розчинення стакан повинен бути накритий годинниковим склом. Щоб прискорити розчинення, в стакан вливають небагато розчину хлориду олова (II). Після закінчення розкладання наважки знімають годинникове скло, ополіскують його водою і переливають вміст стакана разом із залишком, що не розчинився, в мірну колбу місткістю 100 мл. Стінки і дно стакана ретельно обмивають водою, збираючи промивну воду в ту ж мірну колбу. Розчин в колбі після охолоджування доводять до мітки дистильованою водою і добре перемішують. Для кожного титрування відбирають піпеткою 20 або 25 мл розчину.

*Відновлення.* 25 мл розчину хлоридів заліза (III) переносять в конічну колбу і нагрівають майже до кипіння. Потім по краплях додають розчин КМnО4 до появи рожевого забарвлення або виразного запаху хлора. Це роблять для того, щоб окиснити органічні речовини, які часто містяться в руді. До гарячого розчину додають по краплях розчин хлориду олова (II). Найзручніше користуватися для цієї мети бюреткою. Хлорид олова (II) додають до тих пір, поки розчин руди в колбі не зробиться абсолютно безбарвним, і понад те ще 1—2 краплі. Зникнення жовтого забарвлення добре помітно на тлі листа білого паперу. Колбу з розчином охолоджують (під краном) і потім туди ж вливають 10 мл 5%-ного розчину хлориду ртуті (II). Розчин необхідно підливати швидко; при повільному приливі може опинитися великий відносний надлишок SnCI2 і виділиться металічна ртуть

HgCl2 + SnCl2 = Hg + SnCl4

Металічна ртуть швидко реагує з перманганатом.

При добре проведеному відновленні виділяється незначний шовковисто-білий осад каломелі. Якщо відбулося відновлення до металевої ртуті, - що може трапитися при великому надлишку хлориду олова (II), - то для визначення необхідно взяти нову порцію розчину хлоридів заліза і повторити відновлення. Зіпсовану пробу з осадом металевої ртуті виливають. Так само поступають, якщо від приливу розчину HgCl2 зовсім не випадає осад (було підлито недостатню кількість SnCl2).

*Титрування.* До розчину, що містить залізо в двовалентній формі, підливають 10—15 мл захисної суміші (для приготування захисної суміші (суміш Циммермана — Рейнгардта) розчиняють 70 г MnSO4\*4H2O в 500 мл води, підливають до розчину 125 мл концентрованої сірчаної кислоти і 125 мл 85%-ной фосфорної кислоти, після чого розчин розбавляють водою до 1 л. Вплив солі двовалентного марганцю і фосфорної кислоти розглянутий раніше. Сірчану кислоту підливають, щоб перешкодити випаданню важкорозчинного осаду фосфориту олова (II) і розбавляють розчин в 2— 3 рази холодною дистильованою водою. Холодний розчин поволі, при хорошому перемішуванні, титрують 0,1 н. розчином КМnО4 до появи не зникаючого протягом 1 хвилини рожевого забарвлення. На подальше зникнення забарвлення (після закінчення деякого часу) не звертають уваги, оскільки воно пояснюється повільним відновленням перманганату калію осадом каломелі.

3.4. Розрахункова частина.

I) 1. З літературних джерел вміст заліза в магнітному залізняку складає:

w(Fe)=50 %

2. Визначаємо масу наважки. Для цього приймаємо, що у мірній колбі на 100 мл повинен утворитися 0.05 н. розчин Fe2+, тоді:

mT(Fe)= 0.001\*0.05\*55.8\*100=0.28 г

g(сплаву)=0.28\*100/50= 0.56 г

3. Розраховуємо теоретичний об’єм перманганату калію, що піде на титрування заліза, прийнявши, що V(Fe2+)= 25мл і N(KMnO4)=0.05 н.:

V(KMnO4)=25\*0.05/0.05 =25мл

II) 1. Нехай, наприклад, на титрування пішло 25.3мл, 25.5мл, 25.2мл.

V(KMnO4)сер=25.3 мл

2. Розраховуємо:

N(Fe2+)=0.05\*25.3/10=0.051 н.

m(Fe)=0.001\*0.051\*55.8\*100=0.285г

3. Обчислюємо масову частку міді у сплаві, абсолютну і відносну похибки:

w(Fe)=0.285\*100/0.56 =50.9%

∆=50-50.9=-0.9%

δ=0.9\*100/50=1.8%

**ВИСНОВКИ**

У даній курсовій роботі було розроблено метод відкриття заліза у магнітному залізняку перманганатометричним способом. Даний метод був розроблений на основі відновлення заліза хлоридом олова (II), після чого надлишок SnCl2 окислюють сулемою, а двохвалентне залізо титрують розчином перманганату калію. Цей метод має суттєві переваги над іншими методам визначення (ваговим та деякими об’ємними), так як в ході аналізу не забирає багато часу, а також цей метод не потребує спеціально обладнаних приміщень. Проте і цей метод має деякі свої недоліки: виникають деякі перешкоди в разі, коли до лабораторних проб потрапляє металічне залізо з приладів при подрібненні руди; невірно встановлена нормальність титру перманганату калію, оскільки він здатний легко розкладатися під впливом відновників; висока можливість виникнення осаду в титрі.

**ВИКОРИСТАНА ЛІТЕРАТУРА**

1) *Бабко А.К., Пятницкий И.В.* Количественый анализ.- М.: Высш. шк., 1968.-495с.

2) *Кучеренко Н.І.* Хімічний аналіз (мінералів, руд, металів і сплавів).- К.: Радянська шк., 1970- 224с.

3) *Алексеев В.Н.* Количественный анализ.- М.: Химия, 1972.- 504с.

4) *Крешков А.П.,* Основы аналитической химии, Количественый анализ

М. Химия 1971 . – 480 с.

5) *Іванов С.В., Войтко І.І., Спаська О.А.,* Аналітична хімія. Кількісний аналіз: Лабораторний практикум. К.:НАУ,2002.-52с.

6) *Лурье Ю.Ю.* Справочник по аналитической химии. – М.: Химия, 1989. 448с.

7) *Кунце У., Шведт Г.* Основы качественного и количественного анализа. – М.: Мир. 1997- 424 с.