

Определение содержания ионов железа в растворе травления

Объект испытания: Растворы травления

Метод измерения: Потенциометрическое окислительно-восстановительное титрование

Прибор: Автоматический потенциометрический титратор АТ-710В/С/М -10 со стандартным предусилителем

Электроды: Комбинированный платиновый электрод С-272 (внутренний раствор - 3,3 М водный раствор КСl).

Титрант: 0,02М водный раствор перманганата калия (KMnO₄).

Дополнительный реактив: Реагент Зиммерманна-Рейнхардта - смесь сульфата марганца (II), серной и фосфорной кислот.

1. Область применения и терминология

Ион железа (Fe²⁺) в растворе травления определяли методом окислительно-восстановительного титрования. Реагент Зиммерманна-Рейнхардта добавляли к пробе анализируемого образца и затем полученный раствор титровали 0,02 М раствором перманганата калия (KMnO₄). Конечная точка титрования (КТТ) определялась по точке перегиба кривой титрования. Концентрация Fe²⁺ рассчитывалась по объему раствора KMnO₄, затраченного на титрование до КТТ.

Окислительно - восстановительная реакция Fe²⁺ и KMnO₄.



Если в анализируемом растворе присутствует соляная кислота, то часть 0,02 М раствора KMnO₄ расходуется на реакцию окисления хлорид-иона до хлора, что приводит к получению завышенных результатов и ошибке измерения. Для предотвращения влияния хлорид-иона на результаты титрования, в пробу раствора травления добавляют реактив Циммерманна-Рейнхардта, содержащий ион марганца Mn²⁺.

2. Примечания

Работа с вышеуказанными веществами должна выполняться в хорошо проветриваемом помещении или вытяжном шкафу.

3. Процедуры после титрования

Промойте электрод чистой водой, а затем держите его в чистой воде, чтобы не высушить жидкое соединение этого.

4. Процедура определения ионов двухвалентного железа в растворе травления

Подготовка реагента Циммерманна-Рейнхардта

1) Добавьте 90 г пентагидрата сульфата марганца (II) ($\text{MnSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$) в химический стакан объемом 1000 см^3 .

2) Добавьте 200 см^3 дистиллированной воды для растворения $\text{MnSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$.

3) Осторожно и медленно добавьте в стакан 175 см^3 фосфорной кислоты и 350 см^3 серной кислоты (1 + 1). *

4) Добавьте чистую воду, пока общее количество раствора не станет 1 л.

* При добавлении фосфорной и серной кислоты (1 + 1) происходит нагрев раствора, поэтому кислоты нужно добавлять маленькими порциями при охлаждении раствора.

Холостой опыт (бланк)

1) В стакан емкостью 200 см^3 добавьте 5 см^3 чистой воды.

2) Добавьте 70 см^3 чистой воды и 30 см^3 реагента Циммермана-Рейнхардта.

3) Титруйте $0,02 \text{ М}$ водным раствором KMnO_4 для измерения уровня холостого опыта (бланка).

Измерение

1) В стакан емкостью 200 см^3 добавьте 5 см^3 10-кратно разведенной пробы образца.

2) Добавьте 70 см^3 чистой воды и 30 см^3 реагента Циммермана-Рейнхардта.

3) Титруйте $0,02 \text{ М}$ водным раствором KMnO_4 до КТТ.

5. Расчет

$$\text{Fe}^{2+} (\text{г} / \text{дм}^3) = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} / (\text{R} \times \text{S})$$

EP1: расход титранта (см^3)

BL1: расход титранта для холостого титрования = $0,0000 \text{ см}^3$

TF: коэффициент титранта = 1,0195

C1: коэффициент пересчета концентрации = 5,585 мг/см³.

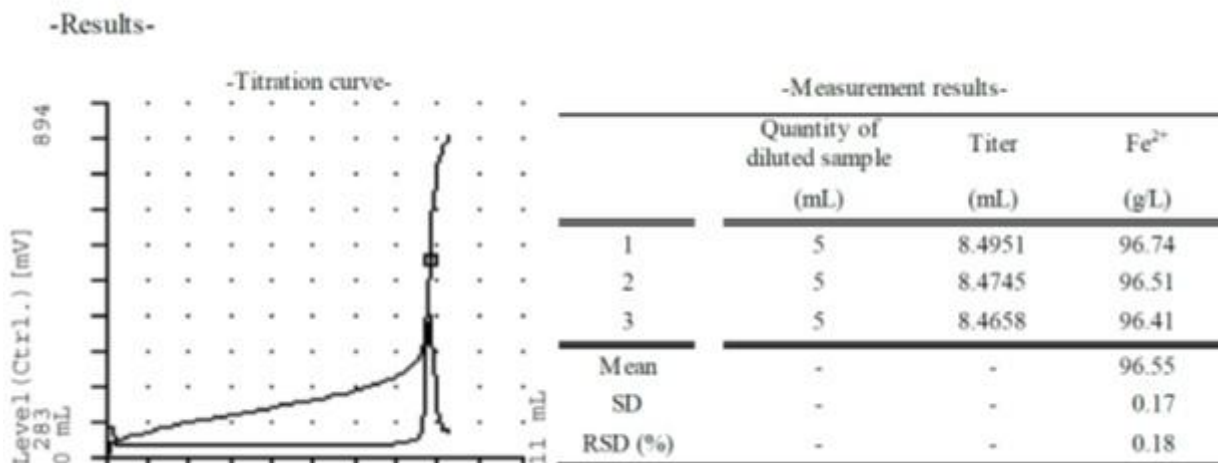
R : коэффициент разбавления = 0,1

S: объем разбавленной пробы (см³)

Параметры титрования

<u>< Titr. Mode ></u>	: Auto Intermit	<u>< Ctrl. Para. ></u>	Number of EP	: 1
<u>< Titr. Form ></u>	: EP Stop		End Sense	: Auto
			Gain	: 1
<u>< Titr. Para. ></u>			Data Sampling	: Auto
Max. Volume	: 20 (mL)		Ctrl. Speed	: Standard
Channel/Unit(Ctrl.)	: Ch2, mV		Other Ctrl.	: Standard
Channel/Unit(Ref.)	: Off		Auto Int. Mode	: Standard
pH Polarity	: Standard		Stirrer Speed	: 4
Titr. Type Check	: No Check			
Direction	: Auto			
Wait Time	: 0 (s)			
Dose Mode	: None			

Пример кривой титрования и полученных результатов



6. Резюме

Результаты титрования показали хорошую повторяемость с ОСО (относительное стандартное отклонение), равным 0,18% .