

XVIII Балтийская Химическая Олимпиада



Практические Задания – – Аналитическая Химия

Код:

**16–18 Апреля 2010
Тарту, Эстония**

Общие указания

- **Правила безопасности** – следуйте им в соответствии с описанием данных в сборнике подготовительных задач. В лаборатории запрещено есть и пить. Вы должны носить защитные очки и лабораторный халат.
- **Нарушение правил безопасности** – после первого предупреждения, при повторении Вас попросят удалиться.
- **Общее время** – 2,5 часа для первого задания, затем перерыв (30 мин) на отдых.
- На первом листе напишите ваш **студенческий код**.
- **Ответы** пишите в строго отведенное место на листе. Ничего более оцениваться не будет. Имеющие значение вычисления должны быть приведены.
- **Результаты.** Число значащих цифр в численных ответах должно соответствовать правилам оценки экспериментальной ошибки. За несоответствие будут назначены штрафные баллы, даже в случае идеальной техники исполнения эксперимента.
- **Вопросы** касающиеся безопасности, приборов, реагентов, организации, выхода в туалет **задавайте лаборанту**.
- **Вы должны прекратить работы немедленно как только будет дан стоп-сигнал. В случае задержки в 5 минут за текущее задание будет поставлены 0 баллов.**
- Не покидайте комнаты без разрешения наблюдателя.
- В этой работе **5** страниц.
- Официальная английская версия заданий доступна по запросу и только для уточнений.

Анализ цинк-алюминиевого сплава титрованием EDTA

Сплавы содержащие алюминий и цинк в качестве основных составляющих были разработаны в Японии для нужд индустрии. Наиболее известный пример – экстра-супер дюралюминий “7075” – наиболее прочный сплав алюминия используемый в производстве воздушных средств. Недавно был разработан новый цинк-алюминиевый сплав с интересными механическими свойствами. Сплав находится в твердом состоянии при комнатной температуре, но легко растекается словно крахмальный сироп при определенном механическом воздействии. Это свойство, известное как “сверх-пластичность”, способствует промышленному использованию сплава, в том числе для высоко-производительных и высоко-стойких сейсмических демпферов (гасителей) для предохранения зданий от землетрясений. Это уникальное свойство проявляется для сплавов с мелкозернистой микроструктурой и содержащих 7%–50% алюминий по массе.

Состав является основным параметром в столь продвинутых сплавах. В данном эксперименте вам будет предоставлен раствор, которые имитирует растворенную пробу данного вида сплавов. 50 мл раствора содержат 30–35 мг цинка и 10–15 мг алюминия, и подкислены до $\text{pH} = 1$ при помощи хлороводородной кислоты. Вам предстоит определить концентрации Zn^{2+} и Al^{3+} в растворе титрованием с использованием этилендиаминтетрауксусной кислоты (EDTA) в качестве хелатирующего агента, с применением техники маскировки и обратного титрования.

Реагенты

- Раствор пробы (prepare as described above)
- стандартный $0,1 \text{ моль л}^{-1}$ раствор уксусной кислоты
- фторид аммония
- стандартный $0,012 \text{ моль л}^{-1}$ раствор дигидрат динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты ($\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, тщательно приготовленный)
- 10% (w/v) раствор гексаметилентетрамина (гексамин)
- 0,1% раствор метилового оранжевого (МО)
- 0,1% водно-спиртовой (80/20) раствор ксиленолового оранжевого (ХО)
- $0,01 \text{ моль л}^{-1}$ стандартный раствор Zn^{2+} ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, тщательно приготовленный)

Приборы и посуда

- бюретка (50 мл, 1 штатив)
- колба Эрленмейера (250 мл × 2)
- электроплитка
- магнитная мешалка, магнитная палочка покрытая Teflon-ом
- пипетки (10 мл, 25 мл)
- груша

Методика

1. Отпипетируйте 10 мл раствора пробы в 200 мл колбу Эрленмейера и поместите в колбу магнитную палочку. Начните перемешивание раствора на магнитной мешалке и добавьте несколько капель индикатора МО.
2. Добавьте 25 мл стандартного $0,012$ моль $л^{-1}$ раствора EDTA. Для того, чтобы выровнять pH смеси на уровне $\sim 3,5$, по каплям добавьте в колбу 10% раствор гексамина до легкого изменения цвета индикатора МО с красного на оранжевый.
3. Поместите колбу на электрическую плиту и кипятите смесь в течение несколькими минут. Затем поместите колбу в ледяную баню для охлаждения смеси. После охлаждения, поместите колбу на магнитную мешалку и добавьте несколько капель раствора индикатора ХО к смеси.
4. Выровняйте уровень pH до ~ 5.5 следующим образом: осторожно помешивая смесь, по каплям добавьте 10% раствор гексамина до тех пор пока индикатор ХО не изменится в цвете с желтого до слегка пурпурного. Затем добавьте $0,1$ моль $л^{-1}$ раствора уксусной кислоты до восстановления желтого цвета.
5. Титруйте смесь используя стандартный $0,01$ моль $л^{-1}$ раствор Zn^{2+} до изменения цвета на пурпурный. Объем титранта использованного на этом этапе определен как "А" мл.
Предупреждение: не выливайте оттитрованную смесь, она понадобится вам на следующих этапах. **Примечание:** определение конечной точки титрование затруднительно, поскольку изменение цвета происходит постепенно. Когда цвет будет напоминать пурпурный, прочтите показание бюретки и добавьте еще одну каплю титранта. Если изменение цвета будет различимо, прочтите показание бюретки и добавьте еще одну каплю титранта. Повторяйте процедуру до тех пор пока добавление титранта не будет приводить к осязательному изменению в цвете, после чего запишите показание бюретки. Если EDTA все еще содержится в растворе, желтый цвет восстановится, поэтому добавляйте титрант до тех пор, пока цвет раствора не будет стабильным хотя бы в течение 1 минуты.
6. Добавьте $\sim 1,0$ г NH_4F к смеси оттитрованной в пункте 5 и нагрейте ее на электрической плитке до начала кипения. При этом вернется желтый цвет смеси.
7. Переместите колбу в ледяную баню и после охлаждения поместите ее на магнитную мешалку. Если чистый желтый цвет исчезнет после остывания, добавляйте $0,1$ моль $л^{-1}$ раствора уксусной кислоты до восстановления цвета.
8. Титруйте смесь с использованием стандартного $0,01$ моль $л^{-1}$ раствора Zn^{2+} . Объем титранта израсходованного на этапе 8 определен как "В" мл.

Вопросы

1. Запишите объем титранта А (мл):

2. Запишите объем титранта В (мл):

3. Почему со 2. по 4. этапы уровень рН выравнивают по каплям? Поясните причину этого учитывая разницу в стабильности каждого из комплексов метал-EDTA и метал-гидроксил.

4. Какова роль фторида аммония добавленного на этапе 6?

5. Напишите формулу для расчета концентрации ионов Al^{3+} и Zn^{2+} в растворе пробы с использованием обозначения для результатов титрования А и В.

6. Рассчитайте концентрации ионов Al^{3+} и Zn^{2+} в растворе пробы в моль $л^{-1}$.

концентрация Al^{3+} :

концентрация Zn^{2+} :

7. Предполагая, что сплав состоит только из Al и Zn, рассчитайте состав сплава в процентах по массе.

Массовая доля Al^{3+} :

Массовая доля Zn^{2+} :