**8-ші зертханалық жұмыс**

**Тотығу-тотықсыздану титрлеу әдістері**

**Темірді бихроматометриялық титрлеу әдісімен анықтау**

Бихроматометрия әдісінің негізі – қышқылдық ортада бихромат – анионының тотықсыздану реакциясы:

Сr2О72- + 14Н+ + 6е → 2Сr3+ + 7Н2О,

fэкв.( Сr2О72-) = 1/6, Е0 (Сr2О72-/2Сr3+)= 1,33В.

К2Сr2О7 тұзының таза кристалды препаратын жеңіл алуға болады. Ол ауада сақтағанда тұрақты, сондықтан бихроматтың стандартты ерітіндісін К2Сr2О7 тұзының дәл нақты мөлшерін алып дайындауға болады.

Темір (II) бихроматпен тұз қышқылды ортада ешқандай шиеленіссіз титрленеді. Реактивтің бір кемшілігі – реакцияның нәтижесінде эквивалентті нүктені анықтауды қиындататын жасыл түске боялған Сr3+ иондарының түзілуі. Бұл әдісте индикатор ретінде дифенилсульфон қышқылы, фенилантронил қышқылы, фосфор қышқылы қатысында дифениламин қолданылады.

Бихроматометрияның ең маңызды тәжірбиелік пайдаланылуы – әртүрлі үлгілердегі темірді анықтау. Алдын ала темір (III) иондарын темір (II) иондарына дейін жоғарыда келтірілген әдістердің бірін пайдаланып тотықсыздандырады.

Тотықтырғыштарды кері титрлеу жолымен анықтайды. Мысалы, болаттардағы хромды Сr2О72— -ионына дейін тотықтырады, содан кейін Мор тұзының Fe(NH4)2(SO4)2⋅6Н2О титрленген ерітіндісінің артық мөлшерін қосады. Реакцияласпай қалған темір (II) – иондарын бихроматпен титрлейді.

Калий бихроматы қышқыл ортада күшті тотықтырғыш қасиет көрсетеді:

Сr2О72- + 14Н+ + 6e→ 2Сr3- + 7Н2О

Келтірілген реакциядан fэкв.(К2Сr2О7) = 1/6, ал молярлы эквиваленттік массасы:

Мэкв.(К2Сr2О7)=294,2/6=49,03г

Сr2О72- -иондарының Сr3+ дейін тотықсыздануы Н+-иондарының қатысында жүргеннен кейін титрлеуді қышқыл ортада жүргізеді.

***Жұмыстың орындалуы***

1. Бихромат ерітіндісін дайындау

Алдымен ерітінді дайындауға қажетті тұздың массасы есептеледі. Есептелген тұздың мөлшерін бюкске салып аналитикалық таразыда өлшейді. Өлшенген бихроматты таза стаканға салып, бос бюксті тағы өлшейді. Осы мәндерден бихроматтың дәл массасын анықтайды. Стакандағы бихроматты таза судың аз мөлшерінде ерітіп, ерітіндіні ептеп өлшем колбасына ауыстырады. Стаканды бірнеше рет судың аз мөлшерімен шайқап, шайқаған суды да өлшем колбасына құяды. Колбаны белгісіне дейін дистелденген сумен толтырып, дайындалған ерітіндіні колбаның бетін жауып, бірнеше рет аударып араластырады. Дайындалған ерітіндінің нормалдығын өлшенген бихроматтың массасы арқылы есептейді.

2. Анықталатын ерітіндіден темірді анықтау

Тікелей бихроматпен темір (II) титрленеді. Егер ерітіндіде темір (III)-мен жүрсе, оны толық темір (II) –ге дейін тотықсыздандырып, артық қалған тотықсыздандырғышты ерітіндіден кетіру керек. Тотықсыздандырғыш ретінде тұз қышқылды ортада хлорлы қалайы ерітіндісі, не болмаса металл түріндегі мырыш түйіршіктерін пайдалануға болады.

Құрамында темір(III) бар анықталатын ерітіндіні 100мл өлшем колбасындағы ерітіндіге белгісіне дейін дистелденген сумен толтырып, дайындалған ерітіндіні колбаның бетін жауып, бірнеше рет аударып араластырады. Өлшем колбасында дайындалған ерітіндінің пипеткамен белгілі аликвотты мөлшерін алып, титрлейтін колбаға құяды, оған металл түріндегі мырыштың 4-5 түйіршіктерін салып, 6мл тұз қышқылын(1:1) қосады, колбаның бетін воронкамен жауып, ерітіндінің сары бояуы жоғалғанша қайнатады. Сары түстің жоғалуы темір (III)-ң темір (II) –ге дейін толық тотықсыздануын көрсетеді. Түссізденген ерітіндіні суытып, воронкаға жабысқан сұйық тамшыларын колбаға жуып, ерітіндіні әрекеттеспей қалған мырыштан бөліп алады. Ол үшін ерітіндіні ептеп екінші үлкен колбаға ауыстырады, бірінші колбаның түбінде қалған мырышты бірнеше рет сумен жуып, жуынды суды екінші колбаға көшіреді. Алынған ерітіндіге 15-20мл Кнопп қоспасының 1-2 тамшысын және 1-2 тамшы дифениламин(индикатор) қосылады. Содан кейін бюреткадан бихроматпен тамшылап ерітіндіні тұрақты көк түске боялғанша титрлейді.