Лабораторная работа 11-12

**Определение цинка методом осаждения**

**Цель работы:** закрепление навыков приготовления первичного и вторичного стандартов; освоение приёмов титрования с внешним и внутренним индикаторами.

Ионы цинка в нейтральных или кислых растворах реагируют с K4[Fe(CN)6] и образуют малорастворимую двойную соль:

2K4[Fe(CN)6] + 3Zn2+ → K2Zn3[Fe(CN)6] + 6K+

Мэкв.(K4[Fe(CN)6]) = 1/3 М(K4[Fe(CN)6]);

Мэкв.(ZnSO4) = 1/2M(ZnSO4); Мэкв.(Zn) = 1/2M(Zn)

*Реагенты и оборудование*

Цинк металлический.

Сульфат цинка семиводный ZnSO4⋅7H2O.

Гексацианоферрат (II) калия K4[Fe(CN)6].

Серная кислота, растворы с концентрацией 3 М, 2 М, 1 М.

Сульфат аммония (NH4)2SO4, 50%-ный раствор.

Гексацианоферрат (III) калия K3[Fe(CN)6], 10%-ный раствор

Индикатор дифениламин, 1%-ный раствор в концентрированной H2SO4.

Колба мерная 100,0 мл; пипетка 10,00 или 15,00 мл; колба 250 мл; бюретка; колбы конические для титрования 250-300 мл; воронка, мерные цилиндры 10, 25 и 50 мл.

Весы аналитические, весы технические.

**Выполнение работы**

***1. Приготовление стандартного раствора сульфата цинка****:*

а) из металлического цинка

Массу навески металлического цинка, необходимую для приготовления 100,0 мл раствора с С(1/2Zn) = 0,05 М рассчитывают по формуле:



Взвешенную на аналитических весах навеску химически чистого металлического цинка растворяют в 25 мл 2М H2SO4. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают. По массе взятой навески рассчитывают концентрацию раствора.

б) из соли ZnSO4Ч7H2O

Массу навески кристаллогидрата ZnSO4Ч7H2O, необходимую для приготовления 100,0 мл раствора с С(1/2Zn) = 0,05 М рассчитывают по формуле:



Взвешенную на аналитических весах навеску соли переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 мл, добавляют 10 мл 1М H2SO4 и разбавляют водой до метки. По массе взятой навески рассчитывают концентрацию раствора.

***2. Приготовление раствора K4[Fe(CN)6]***

Массу навески K4[Fe(CN)6], необходимую для приготовления 250 мл раствора с С(1/3K4[Fe(CN)6]) = 0,05 моль/л рассчитывают по формуле:

Предварительно рассчитанное количество соли K4[Fe(CN)6] взвешивают на технических весах, переносят в коническую колбу и разбавляют дистиллированной водой. Раствор готовят не точной концентрации.

***3. Определение концентрации раствора K4[Fe(CN)6]***

К аликвоту раствора сульфата цинка прибавляют 50 мл H2O, затем 10 мл 50%-ного раствора (NH4)2SO4, 20 мл 3М H2SO4 (либо 30 мл 2М H2SO4), нагревают до 50-60 °С, добавляют 3-5 капель 10%-ного K3[Fe(CN)6] и 2-3 капли индикатора дифениламина, титруют раствором K4[Fe(CN)6] до перехода окраски из фиолетовой в светло-зелено-голубую. После прибавления каждой порции K4[Fe(CN)6] раствор тщательно перемешивают, перед точкой эквивалентности титрование ведут медленно.

***4. Определение Zn2+ в анализируемом растворе***

Раствор задачи в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Аликвотную часть анализируемого раствора сульфата цинка титруют раствором K4[Fe(CN)6], как указано выше.

Содержание цинка в задаче рассчитывают по формуле:



***Вопросы для самоподготовки***

1. Перечислите требования, предъявляемые к реакциям в осадительном титровании.
2. В каких координатах строится кривая титрования в методе осадительного титрования?
3. Чем определяется величина скачка титрования? Как зависит величина скачка от температуры, Ks0, ионной силы раствора, концентрации растворов?
4. В чем сущность гексацианоферратометрии? Назовите рабочие растворы, индикаторы. Запишите основное уравнение реакции определения цинка.
5. Как приготовить рабочий раствор K4[Fe(CN)6] и установить молярную концентрацию эквивалентов?
6. В какой среде будет наименьшая ошибка при определении цинка осаждением в а) слабокислой среде, б) нейтральной среде, в) щелочной среде? Почему?
7. Каков принцип действия индикатора - дифениламина при определении цинка с ферроцианидом калия?