

Лабораторная работа

Определение концентрации кислорода, растворенного в воде

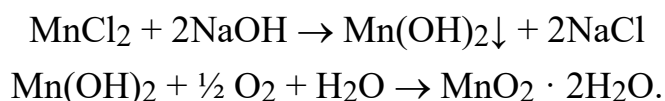
Цель работы:

Определение содержания растворенного в воде кислорода иодометрическим методом объемного анализа.

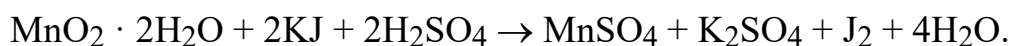
Теоретические положения

Природная вода находится в непрерывном взаимодействии с окружающей средой. Она растворяет органические и неорганические примеси, содержащиеся в почве, атмосфере, растительности и т. п. Среди растворенных примесей в воде есть кислород O_2 . Кислород – сильный окислитель, в его присутствии значительно возрастает скорость коррозии металлического оборудования, находящегося в контакте с природной водой. Поэтому его содержание в воде строго регламентируется и тщательно контролируется. Так, например, действующие в настоящее время нормы на тепловых электрических станциях (ТЭС) предусматривают для воды, из которой генерируется водяной пар, содержание кислорода 5 – 40 мкг/кг (в зависимости от типа парогенератора). Контроль за содержанием растворенного кислорода может осуществляться разными аналитическими методами.

В настоящей работе рассматривается объемный иодометрический метод определения концентрации O_2 , основанный на способности соединений Mn ($MnCl_2$, $MnSO_4$) количественно связывать кислород в щелочной среде:

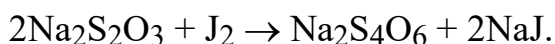


Дигидрат диоксида марганца – $MnO_2 \cdot 2H_2O$ (малорастворимое соединение коричневого цвета) является сильным окислителем. Он образуется в количестве, строго эквивалентном содержанию растворенного кислорода. Поэтому, определив количество образовавшегося дигидрата, можно рассчитать содержание в воде O_2 . Определение $MnO_2 \cdot 2H_2O$ основано на взаимодействии последнего с иодидом калия в кислой среде, протекающем с выделением свободного иода:



Количество образующегося иода эквивалентно количеству реагирующего дигидрата диоксида марганца.

Йодометрическое определение содержания O_2 в воде заканчивают титрованием свободного иода раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала до исчезновения синей окраски:



Расчет концентрации растворенного кислорода выполняют, исходя из соотношения, устанавливающего эквивалентность реагентов в химических реакциях, протекающих в водных растворах:

$$V_1N_1 = V_2N_2,$$

где V_1 – объем анализируемой пробы воды, мл; V_2 – объем раствора $Na_2S_2O_3$, израсходованный на титрование пробы, мл; N_1 – нормальная концентрация кислорода, растворенного в воде – C ($1/4 O_2$), моль/л; N_2 – нормальная концентрация раствора $Na_2S_2O_3$ – $C(Na_2S_2O_3)$, моль/л.

В лабораторной работе используется метод объемного (титриметрического) анализа, в основе которого лежит окислительно-восстановительная реакция. Поэтому такой анализа называется окислительно-восстановительным титрованием (ред-окститрованием). Его разновидностями являются: пермантанометрия, бихроматометрия, йодометрия и другие.

Точка эквивалентности определяется по изменению окислительно-восстановительного потенциала, либо титранта, либо определяемого вещества. Точка эквивалентности может устанавливаться потенциометрическим методом или визуально по изменению окраски окисленной и восстановительной форм реагентов.

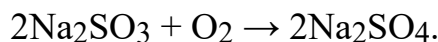
В йодометрии для большей точности фиксирования точки эквивалентности используется крахмал, образующий с йодом (J_2) йодокрахмальный комплекс, имеющий синюю окраску.

Примеры решения задач

Пример 1. Для восстановления кислорода в воду вводят восстановители (Na_2SO_3 и/или N_2H_4). Пусть 20 м^3 природной воды содержат 14 мг/л кислорода (O_2). Для частичного восстановления кислорода в воду ввели 63 мг/л сульфита натрия Na_2SO_3 . Определите, сколько кислорода осталось в воде и сколько гидразина N_2H_4 нужно ввести в воду для полного ее обескислороживания.

Решение. Молярные массы реагентов: $M(O_2) = 32 \text{ г/моль}$, $M(Na_2SO_3) = 126 \text{ г/моль}$.

Реакция обескислороживания воды с помощью сульфита натрия протекает по уравнению:



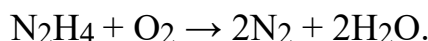
Из уравнения реакции следует, что 2 моль Na_2SO_3 взаимодействуют с 1 моль O_2 . Исходя из этого, можно составить пропорцию и определить изменение концентрации кислорода $\rho(\text{O}_2)$, прореагировавшего с заданной массой сульфита натрия:

$$\rho(\text{O}_2) = \frac{\rho(\text{Na}_2\text{SO}_3) \cdot M(\text{O}_2)}{2M(\text{Na}_2\text{SO}_3)} = \frac{63 \cdot 32}{2 \cdot 126} = 8 \text{ мг/л.}$$

Остаточное количество растворенного кислорода после частичного обескислороживания воды:

$$\rho(\text{O}_2)^{\text{ост}} = \rho(\text{O}_2)^{\text{исх}} - \rho(\text{O}_2) = 14 - 8 = 6 \text{ мг/л.}$$

Реакция обескислороживания воды с помощью гидразина протекает по уравнению:



Из уравнения химической реакции видно, что 1 моль гидразина взаимодействует с 1 моль кислорода. Составим пропорцию и определим концентрацию гидразина $\rho(\text{N}_2\text{H}_4)$, необходимого для связывания остаточного кислорода $\rho(\text{O}_2)^{\text{ост}} = 6 \text{ мг/л}$:

$$\rho(\text{N}_2\text{H}_4) = \frac{\rho(\text{O}_2)^{\text{ост}} \cdot M(\text{N}_2\text{H}_4)}{M(\text{O}_2)} = \frac{6 \cdot 32}{32} = 6 \text{ мг/л.}$$

В расчете на заданный объем воды 20 м^3 количество требуемого гидразина составит:

$$m(\text{N}_2\text{H}_4) = 6 \cdot 10^{-3} \cdot 20 \cdot 10^3 = 120 \text{ г.}$$

Оборудование и реактивы

Оборудование: конические колбы на 250 мл, мерный цилиндр на 100 мл, пипетки на 2 мл, пробирка на 5 мл (для H_2SO_4), бюретка на 25 мл (для $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), химический стакан на 50-100 мл, пробки.

Реактивы: раствор сульфата марганца (II) (257,75 г $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 0,75 л раствора), раствор серной кислоты H_2SO_4 (1 : 4), щелочной раствор йодида калия (350 г KOH + 75 г KJ в 0,75 л раствора), 0,01 н. раствор тиосульфата натрия (2,48 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + 0,04 г Na_2CO_3), 0,5 % водный раствор крахмала

Методика и порядок выполнения работы

Опыт 1. Определение концентрации кислорода, растворенного в воде

В коническую колбу вместимостью 250 мл мерным цилиндром налейте 100 мл водопроводной воды. Пипеткой отмерьте 1,5 мл раствора хлорида или сульфата марганца ($MnCl_2$ или $MnSO_4$) и добавьте его в колбу с анализируемой пробой. Чистой пипеткой отмерьте 1,5 мл щелочного раствора иодида калия ($KI + KOH$) и тоже внесите его в анализируемую пробу. Колбу закройте пробкой и тщательно, но осторожно перемешайте раствор. Оставьте колбу на столе на 3–4 мин.

Опишите признаки протекающей реакции и составьте ее уравнение.

Отмерьте мерной пробиркой 3 мл раствора серной кислоты (1 : 4), добавьте этот раствор в колбу с анализируемой пробой, закройте колбу пробкой и, осторожно перемешивая содержимое, добейтесь полного растворения осадка. Оставьте колбу на столе на 2–3 мин.

Опишите признаки протекающей реакции и составьте ее уравнение.

Приготовленную пробу оттитруйте 0,01 н. раствором тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3$. Раствор тиосульфата добавляйте к анализируемой пробе по каплям до тех пор, пока цвет раствора не станет бледно-желтым. Затем введите в колбу несколько капель 0,5 % растворенного крахмала и продолжайте титрование до исчезновения окраски.

Повторите опыт. Результаты двух титрований не должны отличаться друг от друга более чем на 0,2 мл. В случае большей разницы сделайте анализ еще раз. Найдите среднее значения объема раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование пробы V_1 .

Результаты опыта сведите в таблицу:

Объем раствора тиосульфата V_2 , мл	Нормальная концентрация раствора тиосульфата N_2 , моль/л	Объем анализируемой пробы V_1 , мл	Нормальная концентрация кислорода в анализируемой пробе N_1 , моль/л

Зная нормальную концентрацию кислорода, растворенного в воде, рассчитайте его массу (мкг/л). При расчете учтите, что $M_{\text{Э}} = \frac{1}{4} M(O_2)$ и молярная масса $M_{\text{Э}}(O_2)$ равна 8 г/моль.

Опыт 2. Контрольный анализ

Получите у лаборанта колбу с раствором для проведения контрольного анализа на содержание растворенного кислорода. Проведите анализ по схеме, предложенной в опыте 1, и результаты анализа сведите в таблицу. Рассчитайте массовую концентрацию (мкг/л) растворенного кислорода в контрольной пробе. Проверьте результат (по номеру колбы) у преподавателя.

Требования к оформлению отчета

Отчет о работе должен включать:

- название выполняемой работы, цель;
- перечисление оборудования и реактивов;
- краткие теоретические сведения по теме «Определение концентрации кислорода, растворенного в воде»
- порядок и ход выполнения лабораторной работы;
- уравнения химических реакций, объяснение полученных результатов;
- выводы.

Контрольные вопросы и задачи

1. Охарактеризуйте примеси природных вод в зависимости от размера частиц. К какой группе примесей относится растворенный в воде кислород?
2. Охарактеризуйте примеси природных вод по их химическому составу и отнесите кислород к одной из них.
3. Чем вызвана необходимость контроля содержания кислорода в воде на тепловых электрических станциях?
4. Какие соединения количественно связывают кислород, растворенный в воде, в ходе анализа воды на содержание в ней O_2 ? Составьте уравнения реакций.
5. Составьте уравнения реакции, которая протекает при титровании анализируемого раствора иодидом калия в кислой среде. Как устанавливают в этом случае конец титрования?
6. Как устанавливают конец титрования при определении концентрации свободного иода с помощью тиосульфата натрия?
7. Сколько литров 2 М раствора сульфита натрия Na_2SO_3 необходимо израсходовать для восстановления кислорода, растворенного в 50 м^3 питательной воды, содержащей $3,2\text{ мг/л } O_2$?

8. Сколько литров 1,5 М раствора гидразина N_2H_4 необходимо израсходовать для восстановления кислорода, растворенного в 50 м^3 питательной воды, содержащей $3,2\text{ мг/л } O_2$?
9. Рассчитайте массу гидразина N_2H_4 , которую нужно ввести для обескислороживания 1 м^3 воды, содержащей 64 мг/л кислорода, если в воду предварительно было введено 126 мг/л сульфита натрия Na_2SO_3 . Составьте уравнения процессов.