Министерство образования и науки РФ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

высшего профессионального образования

«Новгородский государственный университет

имени Ярослава Мудрого»

Институт сельского хозяйства и природных ресурсов

Кафедра фундаментальной и прикладной химии

**Определение концентрации КИСЛОРОДА,**

**растворенного в воде**

***Методические указания к лабораторной работе***

Великий Новгород

2013

Определение концентрации кислорода, растворенного в воде. Методические указания к лабораторной работе / Составители: В.П. Кузьмичёва, В.А. Исаков – НовГУ, Великий Новгород, 2013 г. – 7 с.

Методические указания предназначены для студентов всех специальностей, изучающих химию.

**СОДЕРЖАНИЕ**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| ВВЕДЕНИЕ | | 4 |
| 1 | ЦЕЛЬ РАБОТЫ | 4 |
| 2 | ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ЙОДОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОРОДА В ВОДЕ | 4 |
| 3 | ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ | 5 |
| 4 | ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ | 5 |
|  | 4.1 Оборудование и реактивы | 5 |
|  | 4.2 Определение концентрации кислорода, растворенного в воде  4.3 Контрольный анализ | 6  7 |
| 5 | ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТА | 7 |
| 6 | ВОПРОСЫ И ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ | 7 |
| ЛИТЕРАТУРА | | 7 |

**ВВЕДЕНИЕ**

Природная вода находится в непрерывном взаимодействии с окружающей средой. Среди растворенных примесей в воде есть кислород. Кислород – сильный окислитель, в его присутствии значительно возрастает скорость коррозии металлического оборудования, находящегося в контакте с природной водой. Поэтому содержание О2 в воде строго регламентируется и тщательно контролируется. Контроль за содержанием растворенного кислорода может осуществляться разными аналитическими методами.

**1 ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Цель работы – определение содержания растворенного в воде кислорода йодометрическим методом.

**2 ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ЙОДОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОРОДА В ВОДЕ**

***Йодометрический метод*** определения концентрации О2 основан на способности соединений Mn2+ (MnSO4) количественно связывать кислород в щелочной среде, при этом образуется дигидрат диоксида марганца (малорастворимое соединение коричневого цвета) – сильный окислитель. Он образуется в количестве строго эквивалентном содержанию растворенного кислорода. Поэтому, определив количество образовавшегося дигидрата, можно рассчитать содержание О2 в воде.

Определение дигидрата диоксида марганца основано на его взаимодействии с йодидом калия в кислой среде, протекающем с выделением свободного йода. При йодометрическом определении окислителей йодида калия берут в несколько раз больше, чем требуется по уравнению, не только для того, чтобы сместить равновесие реакции в нужном направлении. Дело в том, что получающийся свободный I2 мало растворим в воде и может выпасть в осадок. В присутствии же избытка йодида калия этого не происходит, так как йод растворяется в йодиде с образованием комплексного соединения – полийодида калия:

I2 + KI ↔ K[I3]

В процессе титрования тиосульфатом равновесие этой реакции смешается влево, полийодид постепенно разлагается, посылая в раствор все новые молекулы йода.

Количество образующегося йода эквивалентно количеству реагирующего дигидрата диоксида марганца.

Йодометрическое определение содержания О2 в воде заканчивают титрованием свободного йода раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала до исчезновения синей окраски. Так как крахмал адсорбирует значительные количества йода и очень медленно отдает их в раствор, то, чтобы избежать ошибки при титровании йода тиосульфатом, крахмал прибавляют в самом конце, когда йода остается мало и бурая жидкость становится бледно-желтой.

Концентрацию растворенного О2 рассчитывают, исходя из соотношения, устанавливающего эквивалентность реагентов в химических реакциях, протекающих в водных растворах:

**V1·cэкв(1) = V2·сэкв (2), (1)**

где V1 – объем анализируемой пробы воды, л;

V2 – объем раствора Na2S2O3, израсходованный на титрование пробы, л;

cэкв(1) = с (О2) – молярная концентрация эквивалентов О2, растворенного в воде, моль/л;

сэкв(2) = с (Na2S2O3) – молярная концентрация эквивалентов Na2S2O3 в его растворе, моль/л.

**3 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ**

Следует аккуратно работать с реактивами: внимательно читать этикетки, держать склянки с растворами закрытыми, не путать пробки, не выливать обратно в склянки неиспользованные растворы реактивов. Строго соблюдать рекомендации по проведению опытов.

Опыты с концентрированными растворами кислот и щелочей проводить только в вытяжном шкафу. Остатки кислот и щелочей сливать в специальную емкость.

**4 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ**

**4.1 Оборудование и реактивы**

|  |  |
| --- | --- |
| Оборудование | Реактивы |
| 1. 3 градуированные пипетки (маркированы!); 2. резиновая груша; 3. штатив; 4. бюретка с воронкой; 5. стакан, 100 мл; 6. мерный цилиндр, 100 мл; 7. колба коническая с пробкой, 250 мл; 8. «экран» - лист белой бумаги. | 1. «рабочий раствор» MnSO4 (400 г MnSO4·2Н2О в 1 л раствора); 2. щелочной раствор йодида калия (150 г КI и 700 г KOH в 1 л раствора); 3. раствор Н2SO4 1:4; 4. 0,01 н. Na2S2O3 (0,04 г Na2CO3 + 2,48 г Na2S2O3·5Н2О в 1 л раствора); 5. 0,5% раствор крахмала. |

**4.2 Определение концентрации кислорода, растворенного в воде**

В коническую колбу объемом 250 мл мерным цилиндром отберите 100 мл анализируемой воды. Пипеткой отмерьте 1 мл «рабочего раствора» сульфата марганца и добавьте его в колбу с анализируемой пробой. Другой пипеткой отмерьте 1 мл щелочного раствора йодида калия (KI + КОН) и тоже внесите его в анализируемую пробу. Колбу закройте пробкой и тщательно, но осторожно перемешайте раствор. Оставьте колбу на столе на 3-4 минуты. **Опишите признаки протекающей реакции и составьте ее уравнение.**

Пипеткой добавьте в колбу с анализируемой пробой 3 мл раствора Н2SO4, закройте колбу пробкой и, осторожно перемешивая содержимое, добейтесь полного растворения осадка. Оставьте колбу на столе на 2-3 минуты. **Опишите признаки протекающей реакции и составьте ее уравнение.**

Подготовленную пробу оттитруйте 0,01н. раствором тиосульфата натрия. Раствор титранта добавляйте к анализируемой пробе по каплям до тех пор, пока цвет раствора не станет **бледно-желтым**. Затем введите в колбу несколько капель раствора крахмала и продолжайте титрование до исчезновения окраски. **Составьте уравнение реакции, лежащей в основе титрования.**

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. Заполните таблицу 1.

Таблица 1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № п/п | Объем титруемой пробы,  мл | Объем титранта,  мл | Средний объем титранта,  мл |
| 1 |  |  |  |
| 2 |  |  |
| 3 |  |  |

Рассчитайте молярную концентрацию эквивалентов О2 по уравнению (1). Результаты опытов сведите в итоговую таблицу 2.

Таблица 2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Средний объем раствора Na2S2O3  V2, мл | Молярная концентрация эквивалентов Na2S2O3  сэкв (2), моль/л | Объем анализируемой пробы  V1, мл | Молярная концентрация эквивалентов О2 в анализируемой пробе  cэкв(1), моль/л |
|  |  |  |  |

Зная молярную концентрацию эквивалентов кислорода, растворенного в воде, рассчитайте его массу в анализируемой пробе (мкг). При расчете учтите, что Э(О2) = 1/4О2, молярная масса Э(О2) равна 8 г/моль и 1 мкг = 1·10-6 г.

**4.3 Контрольный анализ**

Получите у лаборанта колбу с раствором для проведения контрольного анализа на содержание растворенного кислорода. Проведите анализ по схеме, предложенной в 4.2, и результаты анализа сведите в таблицы. Рассчитайте массовую концентрацию (мкг/л) растворенного кислорода в контрольной пробе. Проверьте результат (по номеру колбы) у преподавателя.

**5 ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТА**

Отчет должен быть оформлен в соответствии с общими требованиями к текстовым документам (СТО 1.701-2010).

Уравнения реакций составьте в молекулярном и ионном виде; коэффициенты в уравнениях ОВР расставляйте с помощью метода ионно-электронного баланса.

**6 ВОПРОСЫ И ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ**

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. Какие соединения количественно связывают кислород, растворенный в воде, в ходе анализа воды на содержание в ней О2? Составьте уравнение реакций.
4. Составьте уравнение реакции, которая протекает при титровании анализируемого раствора йодидом калия в кислой среде. Как устанавливают в этом случае конец титрования?
5. Как устанавливают конец титрования при определении концентрации свободного йода с помощью тиосульфата натрия?

# Литература

1. Ахметов, Н.С. Общая и неорганическая химия: Учеб.для вузов / Н. С. Ахметов. – 7-е изд.,стер. – М.: Высшая школа, 2008. – 742 с.
2. Ахметов, Н.С. Лабораторные и семинарские занятия по общей и неорганической химии: Учеб.пособие для студентов ун-тов,хим.-технол.и пед.вузов / Н. С. Ахметов, М. К. Азизова, Л. И. Бадыгин. – 5-е изд.,испр. – М.: Высшая школа, 2003 (2002). – 366 с.
3. Гельфман, М.И. Неорганическая химия: Учеб.для вузов / М. И. Гельфман, В. П. Юстратов. – 2-е изд.,стер. – СПб.: Лань, 2009. – 527 с.
4. Практикум по неорганической химии: Учебное пособие для студ. высш. уч. заведений / В.А. Алешин, К.М. Дунаев, А.И. Жиров и др; под ред. Ю.Д. Третьякова. – М.: Издательский центр «Академия», 2004. – 384 с.