

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЩАВЕЛЕВОЙ  
КИСЛОТЫ В ТЕХНИЧЕСКОМ ПРЕПАРАТЕ  
МЕТОДАМИ ПЕРМАНГНАТОМЕТРИИ И  
ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Курсовая работа

Группа: НМТ-291805

Студент: Калошина И.А

Преподаватели: Салимгареева Е.Р; Сараева С.Ю

# Цели и задачи

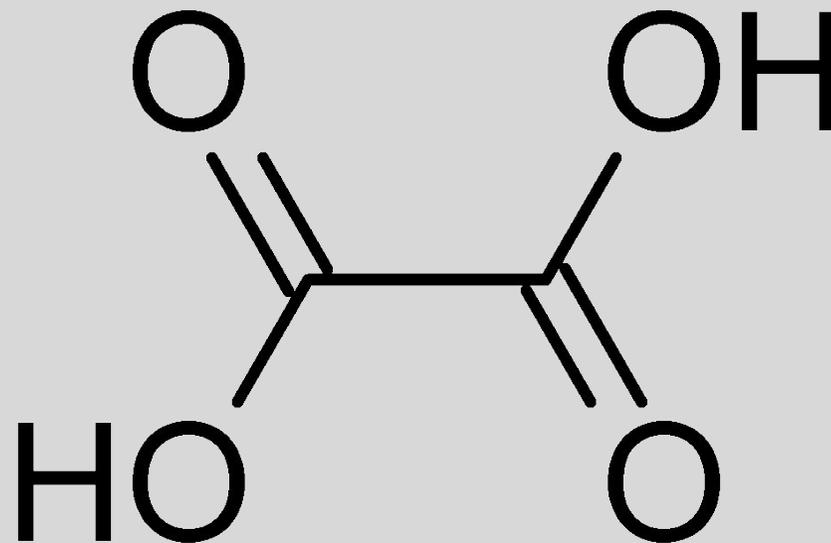
**Цель:** Определить содержание щавелевой кислоты в техническом препарате.

**Задачи:**

1. Определить массовую долю щавелевой кислоты методом перманганатометрии.
2. Определить массовую долю щавелевой кислоты методом потенциометрического титрования.
3. Вычислить результаты и провести статистическую обработку данных.

# Теоретическая часть

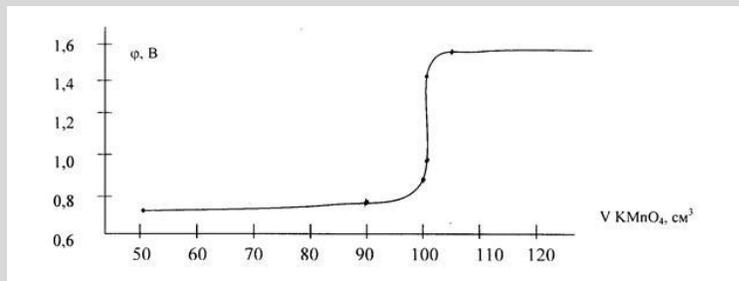
- Щавелевая кислота (этандиовая) – двухосновная предельная карбоновая кислота, которая представляет собой химическое вещество в виде бесцветных кристаллов, растворимых в воде, полностью – в диэтиловом и этиловом спирте, нерастворимы в бензоле, хлороформе, петролейном эфире. Эфиры и соли такой кислоты называются оксалатами.



# Методы титрования

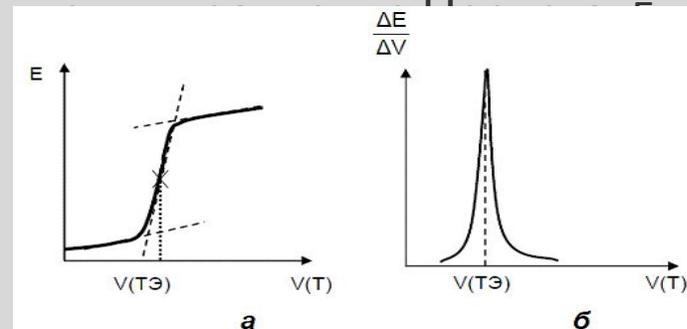
## Перманганатометрия

- Перманганатометрия – метод анализа, в котором титрантом служит раствор перманганата калия. В процессе титрования анализируемого раствора малиново-фиолетовая окраска раствора перманганата обесцвечивается.



## Потенциометрический анализ

**Потенциометрический анализ** – метод определения концентрации ионов, основанный на измерении электрохимического потенциала индикаторного электрода, погруженного в исследуемый раствор. В основе метода



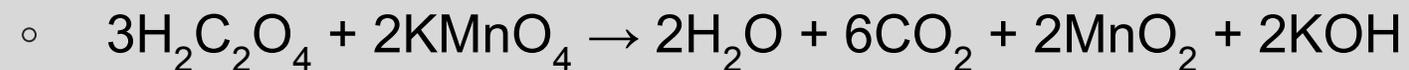
**Рис. 3** Типы кривых потенциометрического титрования):  
а – кривая титрования в координатах  $E - V(\text{T})$ ;  
б – дифференциальная кривая титрования в координатах  $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V(\text{T})$ . ( $E$  — измеряемая ЭДС,  $V(\text{T})$  — объём прибавленного титранта,  $V(\text{TЭ})$  — объём титранта, прибавленного в точке эквивалентности)

# Перманганатометрия

Объект анализа – технический продукт щавелевой кислоты

Титрант – раствор перманганата калия примерной концентрацией  $C = 0,05 \text{ Н}$

Основное уравнение титрования:



# Стандартизация перманганата калия по стандартному раствору соли Мора

⊙ Результаты стандартизации раствора перманганата калия.

№	V соли Мора, мл	V KMnO <sub>4</sub> , мл	V KMnO <sub>4</sub> среднее, мл
1	10,0	16,7	16,7
2	10,0	16,8	
3	10,0	16,6	

⊙ По закону эквивалентов рассчитываем концентрацию перманганата калия:  $C_{\frac{1}{z}} = \frac{(CV)_{\text{соли мора}}}{V_{\text{KMnO}_4}} =$

$$\frac{10 \cdot 0,0911}{16,7} = 0,0546 \text{ Н}$$

# Определение содержания щавелевой кислоты

◦ Масса навески, которую требовалось растворить:

$$\circ m = \left( C_{\frac{1}{z}} M \right)_{\text{щк}} V_{\text{колбы}} 10^{-3} = 0.05 * 90 * \frac{1}{2} * 200 * 10^{-3} = 0.45 \text{ г}$$

° Данные титрования раствора навески технического препарата щавелевой кислоты раствором перманганата калия.

№	V <sub>щ.к</sub> , МЛ	V <sub>KMnO<sub>4</sub></sub> , МЛ
1	10,0	13,0
2	10,0	13,1
3	10,0	12,9

Рассчитываем массу щавелевой кислоты:

$$m_{\text{щ.к}} = \left( C_{\frac{1}{z}} V \right)_{\text{KMnO}_4} * M_{\frac{1}{z}} * 10^{-3} * \frac{V_{\text{КОЛБЫ}}}{V_{\text{АЛИКВОТЫ}}}$$

$$m_1 = 0,0546 * 13 * 45,02 * 10^{-3} * \frac{200}{20} = 0,3196 \text{ г}$$

$$m_2 = 0,0546 * 13,1 * 45,02 * 10^{-3} * \frac{200}{20} = 0,3220 \text{ г}$$

$$m_3 = 0,0546 * 12,9 * 45,02 * 10^{-3} * \frac{200}{20} = 0,3171 \text{ г}$$

◦ Зная массу щавелевой кислоты и навески, можем определить массовую долю:

$$\omega = \frac{m_{\text{Щ,К}}}{m_{\text{НаВ}}} * 100\% ;$$

$$\omega_1 = \frac{0,3196}{0,45} * 100\% = 71,02\%$$

$$\omega_2 = \frac{0,3220}{0,45} * 100\% = 71,5\%$$

$$\omega_3 = \frac{0,3171}{0,45} * 100\% = 70,46\%$$

# Потенциометрическое титрование щавелевой кислоты раствором гидроксида натрия

⊗ Стандартизация NaOH.

Раствор первичного стандарта получают растворением навески с известной массой в колбе с определённым объемом. Для раствора с концентрацией 0,04 Н в мерной колбе на 250,0 мл массу определяют по формуле:

$$\circ m = \left( C_1 M_1 \right)_{\text{щ.к.}} V_{\text{колбы}} = 0,04 * \frac{118}{2} * 250,0 * 10^{-3} = 0,59 \text{ г}$$

8 Данные стандартизации раствора титранта – гидроксида натрия

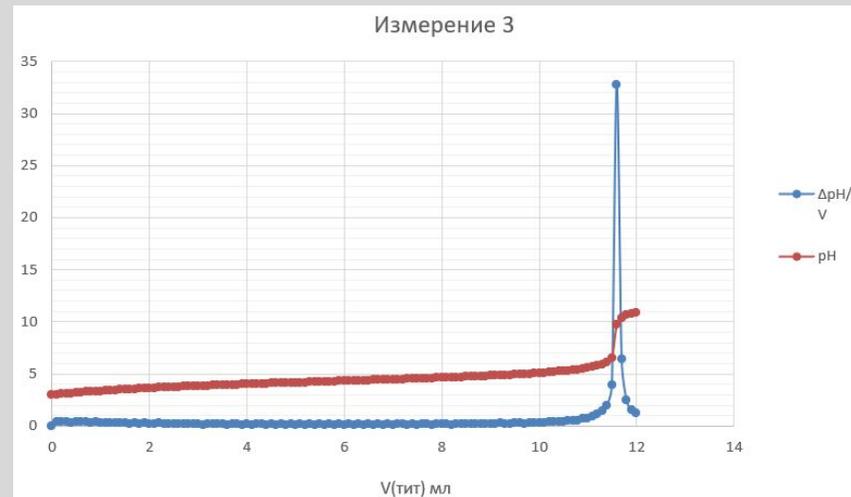
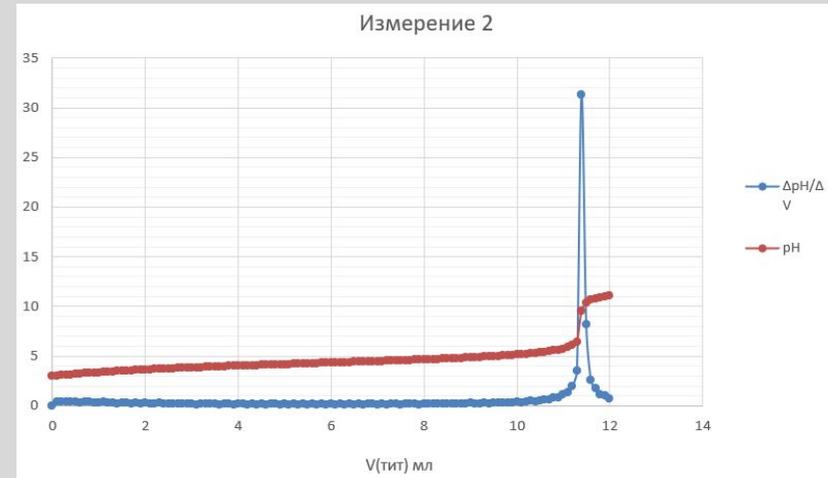
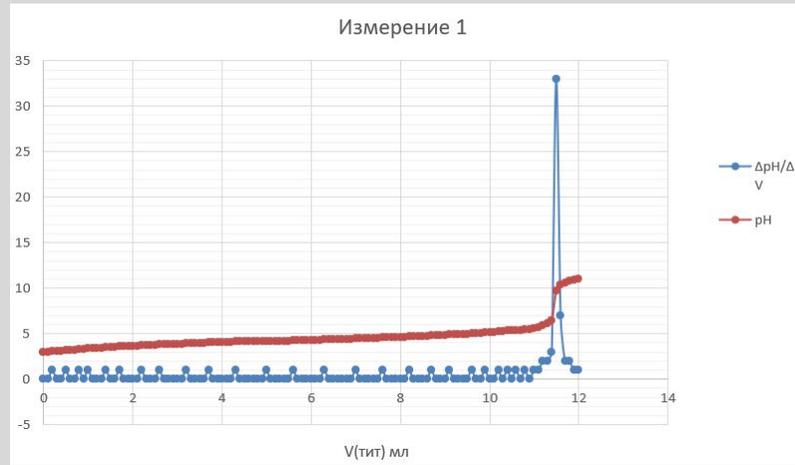
№	V <sub>я.к.</sub> , мл	V <sub>NaOH</sub>	V <sub>NaOH</sub> среднее
1	20	13,1	13,1
2	20	13,2	
3	20	13,0	

○ По закону эквивалентов рассчитываем концентрацию щёлочи:

$$○ C_{\frac{1}{z}NaOH} = \frac{(CV)_{я.к.}}{V_{NaOH}} = \frac{20 \cdot 0,04}{13,1} = 0,0610 \text{ Н}$$

# Определение содержания щавелевой кислоты

- Строим кривые титрования



○ Данные титрования раствора навески технического препарата щавелевой кислоты раствором щёлочи

№	V <sub>щ.к</sub> , мл	V <sub>NaOH</sub> , мл
1	20,0	11,5
2	20,0	11,4
3	20,0	11,6

Рассчитываем массу щавелевой кислоты:

$$m_{\text{щ.к}} = \left( C_{\frac{1}{z}} V \right)_{\text{NaOH}} * M_{\frac{1}{z}} * 10^{-3} * \frac{V_{\text{колбы}}}{V_{\text{аликвоты}}}$$

$$m_1 = 0,0610 * 11,5 * 45,02 * 10^{-3} * \frac{250}{20} = 0,3948 \text{ г}$$

$$m_2 = 0,0610 * 11,4 * 45,02 * 10^{-3} * \frac{250}{20} = 0,3913 \text{ г}$$

$$m_3 = 0,0610 * 11,6 * 45,02 * 10^{-3} * \frac{250}{20} = 0,3982 \text{ г}$$

° Зная массу щавелевой кислоты и навески, можем определить массовую долю:

$$\omega = \frac{m_{\text{щ.к}}}{m_{\text{нав}}} * 100\% ;$$

$$\omega_1 = \frac{0,3948}{0,59} * 100\% = 66,92\%$$

$$\omega_2 = \frac{0,3913}{0,59} * 100\% = 66,32\%$$

$$\omega_3 = \frac{0,3982}{0,59} * 100\% = 67,49\%$$

## Статистическая обработка данных

- - Сравнение результатов анализа по критерию Фишера.

$$V = S^2 = \frac{\sum(\omega_i - \omega_{\text{ср}})^2}{(n-1)}$$

$$V_1 = \frac{(0,7102-0,7099)^2 + (0,7150-0,7099)^2 + (0,7047-0,7099)^2}{3-1} = 2,657 * 10^{-5}$$

$$V_2 = \frac{(0,6692-0,6691)^2 + (0,6632-0,6691)^2 + (0,6749-0,6691)^2}{3-1} = 3,423 * 10^{-5}$$

$$F_{\text{эксп.}} = \frac{V_2}{V_1} = \frac{3,423 * 10^{-5}}{2,657 * 10^{-5}} = 1,2883$$

$$F_{\text{табл.}} (\text{для } n_1 = 3 \text{ и } n_2 = 3) = 19,00$$

- $F_{\text{эксп.}} < F_{\text{табл.}} \Rightarrow$  результаты обоих методов можно объединить в одну выборку

Статистическая обработка данных по обоим методам:

$$\omega_{cp} = \frac{\sum \omega_i}{n} = \frac{0,7102+0,7150+0,7047+0,6692+0,6632+0,6749}{6} = 0,6895$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum(\omega_i - \omega_{cp})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{(0,7102-0,6895)^2 + (0,7150-0,6895)^2 + (0,7047-0,6895)^2 + (0,6692-0,6895)^2 + (0,6632-0,6895)^2 + (0,6749-0,6895)^2}{5}} =$$

$$= 0,0209$$

$$S_r = \frac{S * 100}{\omega_{cp}} = \frac{0,0209 * 100}{0,6895} = 3,03118$$

$$\Delta\omega_{cp} = \pm \frac{S * t_{a,f}}{\sqrt{n}} = \pm \frac{0,0209 * 2,6}{\sqrt{6}} = 0,0219, \text{ где } t_{a,f} = 2,57 \text{ (коэффициент Стьюдента) при } p=0,95 \text{ и } n=6$$

$$\text{Итоговый результат: } \omega = (\omega_{cp} \pm \Delta\omega_{cp}) * 100\% = 68,95\% \pm 2,19\%$$

# Вывод

В данной курсовой работе была выполнена поставленная цель и осуществлены все задачи. Было определено содержание щавелевой кислоты в техническом препарате. Для определения были использованы методы перманганатометрии и потенциометрическое титрование. Для получения полного окончательного результата было проведено сравнение результатов по F-критерию, по которому выяснили, что результаты обоих методов можно объединить в одну выборку, после чего провели статистическую обработку данных. В ходе вычислений был получен следующий результат:

$$\omega = 68,95\% \pm 2,19\% \quad \text{при } P=0,95, n=6$$