# ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЩАВЕЛЕВОЙ КИСЛОТЫ В ТЕХНИЧЕСКОМ ПРЕПАРАТЕ МЕТОДАМИ ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИИ И ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Курсовая работа

Группа: НМТ-291805

Студент: Калошина И.А

Преподаватели:Салимгареева Е.Р; Сараева С.Ю

# Цели и задачи

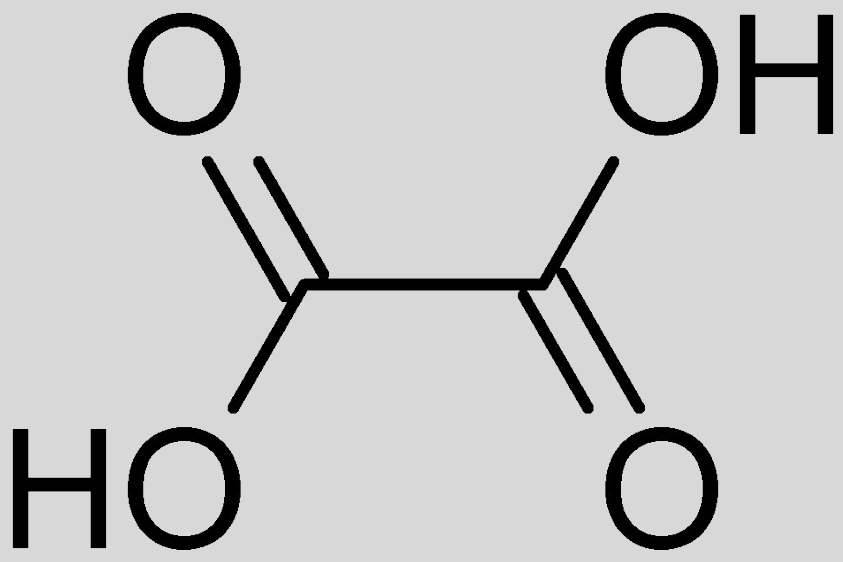
**Цель:** Определить содержание щавелевой кислоты в техническом препарате.

**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

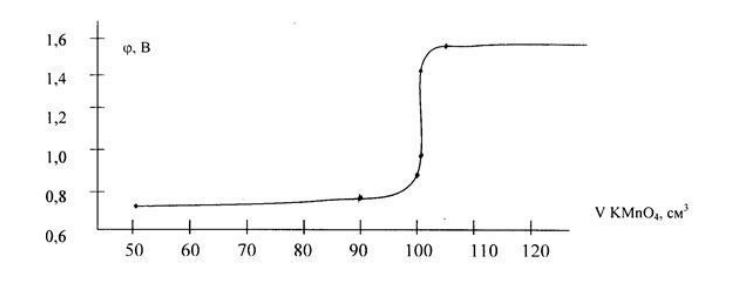
- Щавелевая кислота (этандиовая) – двухосновная предельная карбоновая кислота, которая представляет собой химическое вещество в виде бесцветных кристаллов, растворимых в воде, неполностью – в диэтиловом и этиловом спирте, нерастворимы в бензоле, хлороформе, петролейном эфире. Эфиры и соли такой кислоты 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 E0.

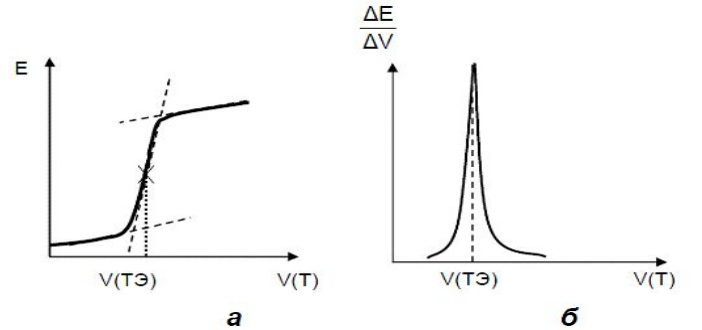



**Рис. 3** Типы кривых потенциометрического титрования):
*а* – кривая титрования в координатах E – V(T);
б – дифференциальные кривая титрования в координатах $\frac{\Delta E}{\Delta V}$ – V(T). (*E* — измеряемая ЭДС, V(T) — объём прибавленного титранта, V(ТЭ) — объём титранта, прибавленного в точке эквивалентности

# Перманганатометрия

Объект анализа – технический продукт щавелевой кислоты

Титрант – раствор перманганата калия примерной концентрацией С = 0,05 Н

Основное уравнение титрования:

- $3H_2C_2O_4 + 2KMnO_4 \rightarrow 2H_2O + 6CO_2 + 2MnO_2 + 2KOH$

# Стандартизация перманганата калия по стандартному раствору соли Мора

- Результаты стандартизации раствора перманганата калия.

| № | $V_{соли\ Мора}$, мл | $V_{KMnO4}$, мл | $V_{KMnO4\ среднее}$, 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: $C_{\frac{1}{z}} = \frac{(CV)_{соли\ мора}}{V_{KMnO_4}} = \frac{10*0,0911}{16,7} = 0,0546$ Н

# Определение содержания щавелевой кислоты

- Масса навески, которую требовалось растворить:

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

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

| № | $V_{щ.к}$, мл | $V_{KMnO4}$, мл |
|---|---|---|
| 1 | 10,0 | 13,0 |
| 2 | 10,0 | 13,1 |
| 3 | 10,0 | 12,9 |

Рассчитываем массу щавелевой кислоты:

$$m_{щ.к} = \left(C_{\frac{1}{z}}V\right)_{KMnO_4} * M_{\frac{1}{z}} * 10^{-3} * \frac{V_{колбы}}{V_{аликвоты}}$$

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

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

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

- 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:

- $m = \left(C_{\frac{1}{z}} M_{\frac{1}{z}}\right)_{\text{щ.к.}} V_{\text{колбы}} = 0{,}04 * \frac{118}{2} * 250{,}0 * 10^{-3} = 0{,}59$ г

- Данные стандартизации раствора титранта – гидроксида натрия

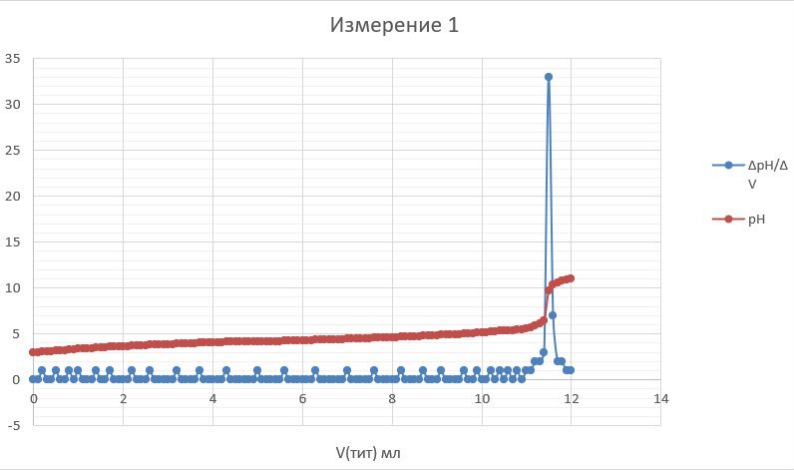
| № | $V_{я.к.,}$ мл | $V_{NaOH}$ | $V_{NaOH\ среднее}$ |
|---|---|---|---|
| 1 | 20 | 13,1 | 13,1 |
| 2 | 20 | 13,2 | |
| 3 | 20 | 13,0 | |

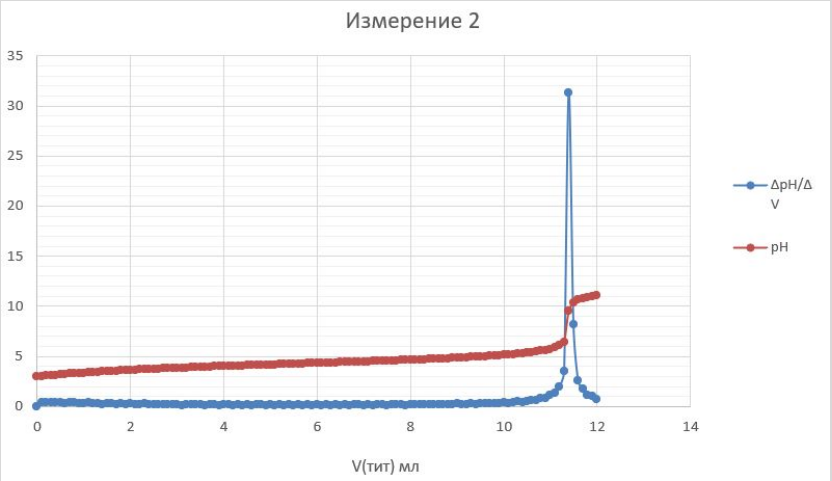
- По закону эквивалентов рассчитываем концентрацию щёлочи:

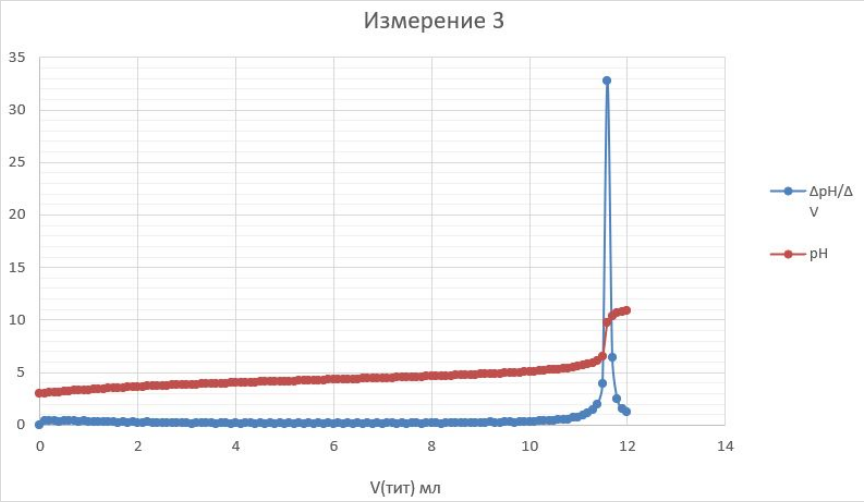
- $$C_{\frac{1}{z}NaOH} = \frac{(CV)_{я.к.}}{V_{NaOH}} = \frac{20*0,04}{13,1} = 0,0610\ Н$$

# Определение содержания щавелевой кислоты

- Строим кривые титрования



- Данные титрования раствора навески технического препарата щавелевой кислоты раствором щёлочи

| № | $V_{щ.к}$, мл | $V_{NaOH}$, мл |
|---|---|---|
| 1 | 20,0 | 11,5 |
| 2 | 20,0 | 11,4 |
| 3 | 20,0 | 11,6 |

Рассчитываем массу щавелевой кислоты:

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

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

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

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

- 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.**
- $\mathrm{V} = S^2 = \frac{\sum(\omega_i - \omega_{\text{ср}})^2}{(n-1)}$
- $V_1 = \frac{(0{,}7102-0{,}7099)^2+(0{,}7150-0{,}7099)^2+(0{,}7047-0{,}7099)^2}{3-1} = 2{,}657 * 10^{-5}$
- $V_2 = \frac{(0{,}6692-0{,}6691)^2+(0{,}6632-0{,}6691)^2+(0{,}6749-0{,}6691)^2}{3-1} = 3{,}423 * 10^{-5}$
- $F_{\text{эксп.}} = \frac{V_2}{V_1} = \frac{3{,}423*10^{-5}}{2{,}657*10^{-5}} = 1{,}2883$
- $F_{\text{табл.}}(\text{для } n_1 = 3 \text{ и } n_2 = 3) = 19{,}00$
- $F_{\text{эксп.}} < F_{\text{табл.}} =>$ результаты обоих методов можно объединить в одну выборку

Статистическая обработка данных по обоим методам:

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

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

  - $= 0{,}0209$

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

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

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

# 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:

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