

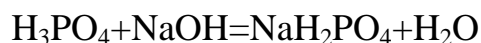
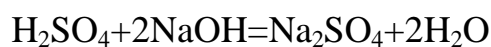
Определении массы серной и ортофосфорной кислоты методом кислотно-основного потенциометрическим титрованием

1. Сущность метода

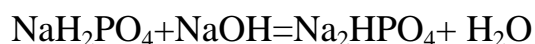
Метод основан на потенциометрической индикации конечной точки титрования смеси кислот.

При титровании смеси кислот H_2SO_4 и H_3PO_4 щелочью на кривой титрования наблюдается 2 скачка.

Первый из них отвечает оттитровыванию всей H_2SO_4 , а также H_3PO_4 по первой ступени:



Второй скачок соответствует оттитровыванию H_3PO_4 по второй ступени:



2. Реактивы и оборудование

- 1 pH-метр или иономер;
- 2 Хлорсеребряный и стеклянный или комбинированный электроды;
- 3 Магнитная мешалка со стержнем;
- 4 Бюретка 25,00 см³;
- 5 Химический стакан 50; 100; 150; 400; 600 см³;
- 6 Пипетка 10,00 см³;
- 7 Цилиндр 100 см³;
- 8 Гидроксид натрия 0,1 моль/дм³;
- 9 Соляная кислота 0,1 моль/дм³.

3. Проведение испытания

3.1 Проверка прибора по буферному раствору 6,86

Проверить калибровку pH-метра по контрольному раствору 6,86, погрешность прибора составляет 0,05, при необходимости технический эксперт проводит калибровку по двум точкам (4,01; 9,18) в соответствии с инструкцией производителя оборудования.

3.2 Определение точной молярной концентрации раствора гидроксида натрия 0,1 моль/дм³

В стакан вместимостью 150 см³ помещают 10,00 см³ раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³, добавляют 90,0 см³ дистиллированной воды, перемешивают при помощи магнитной мешалки и титруют раствором гидроксида натрия равными порциями по 0,50 см³ до незначительного изменения рН. При последующих титрованиях добавляют раствор гидроксида натрия приблизительно на 2,00–5,00 см³ меньше, чем пошло на достижение точки эквивалентности первого титрования, тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают) до незначительного изменения рН.

Титрование проводят три раза.

При помощи MSExcel строят кривую потенциометрического титрования для каждой пробы установочного вещества, откладывая по оси абсцисс объем гидроксида натрия, а по оси ординат – рН.

Графически или **расчетным методом** находят точку эквивалентности и рассчитывают коэффициент поправки по формуле:

$$K = \frac{V}{V_1},$$

где V – объем раствора соляной кислоты, взятый на титрование, см³;

V_1 – объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, см³.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. Расхождение между коэффициентами не должно превышать 0,001. Из вычисленных значений берут среднее арифметическое. Если один из коэффициентов не укладывается в требования расхождения, то допускается рассчитать среднее значение по двум результатам. Значение коэффициента поправки должно быть равным $1,00 \pm 0,03$.

Точную молярную концентрацию C моль/дм³ с коэффициентом поправки вычисляют по формуле:

$$C = C_1 \times K,$$

где C_1 – заданная молярная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³;

K – коэффициент поправки.

3.3 Выполнение анализа

10,00 см³ анализируемого раствора переносят в химический стакан на 100 см³, добавляют 50,0-60,0 см³ дистиллированной воды, перемешивают при помощи магнитной мешалки. Погружают электроды, дают установиться показаниям прибора и записывают результаты измерения эдс.

Титруют 0,1 М раствором гидроксида натрия. Титрант добавляют порциями по 0,50 см³ при перемешивании раствора магнитной мешалкой, дают установиться показаниям прибора и записывают результаты измерения эдс после каждого добавления титранта. По достижении первого скачка потенциала титрование продолжают до получения второго скачка и затем до незначительного изменения эдс.

Анализируют две параллельные пробы.

4. Обработка результатов

По данным титрования строят дифференциальную кривую титрования $\Delta E/\Delta V=f(V)$. Максимумы кривой соответствуют конечным точкам титрования (2 максимума).

Используя полученные значения, находят массу (г) каждого компонента в выданной для анализа пробе по формулам титриметрического метода анализа. При этом необходимо предварительно определить объемы титранта, которые израсходованы на каждую из протекающих реакций по отдельности: на титрование H_3PO_4 по второй ступени, затрачен объем щелочи $\Delta V=V_2-V_1$, следовательно, на титрование по первой ступени затрачен такой же объем щелочи ΔV . Тогда на титрование H_2SO_4 затрачен объем $\Delta V'=V_1-\Delta V$

За результат определения принимаются результаты двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает 15 %.

Сходимость результатов анализа (r) в процентах вычисляют по формуле:

$$r = \frac{2|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \times 100,$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных определений;

X_2 – меньший результат из двух параллельных определений.

Результаты округляют до четырех значащих цифр.