

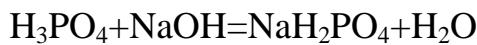
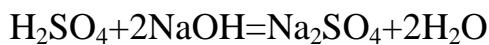
# **Определение массы серной и ортофосфорной кислоты методом кислотно-основного потенциометрическим титрованием**

## **1. Сущность метода**

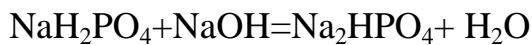
Метод основан на потенциометрической индикации конечной точки титрования смеси кислот.

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 Бюretка 25,00  $cm^3$ ;
- 5 Химический стакан 50; 100; 150; 400; 600  $cm^3$ ;
- 6 Пипетка 10,00  $cm^3$ ;
- 7 Цилиндр 100  $cm^3$ ;
- 8 Гидроксид натрия 0,1 моль/дм $^3$ ;
- 9 Соляная кислота 0,1 моль/дм $^3$ .

## **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/дм<sup>3</sup>

В стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup> помещают 10,00 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, добавляют 90,0 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают при помощи магнитной мешалки и титруют раствором гидроксида натрия равными порциями по 0,50 см<sup>3</sup> до незначительного изменения pH. При последующих титрованиях добавляют раствор гидроксида натрия приблизительно на 2,00–5,00 см<sup>3</sup> меньше, чем пошло на достижение точки эквивалентности первого титрования, тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают) до незначительного изменения pH.

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 – pH.

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, см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> – объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>.

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±0,03.

Точную молярную концентрацию С моль/дм<sup>3</sup> с коэффициентом поправки вычисляют по формуле:

$$C = C_1 \times K,$$

где  $C_1$  – заданная молярная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм<sup>3</sup>;

$K$  – коэффициент поправки.

### 3.3 Выполнение анализа

10,00 см<sup>3</sup> анализируемого раствора переносят в химический стакан на 100 см<sup>3</sup>, добавляют 50,0-60,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 титrimетрического 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  $\Delta V$ . 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.