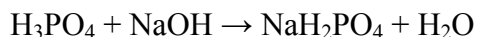


ĆW. 2 OZNACZANIE KWASU ORTOFOSFOROWEGO(V) METODĄ MIARECZKOWANIA POTENCJOMETRYCZNEGO

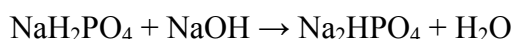
ZASADA OZNACZENIA.

Kwas ortofosforowy(V) jest kwasem trójpiononowym i w roztworach wodnych dysocjuje w trzech etapach. Stałe dysocjacji poszczególnych stopni dysocjacji kwasu ortofosforowego różnią się tak znacznie, że podczas miareczkowania otrzymuje się dwa wyraźne skoki SEM dla pierwszego i drugiego etapu dysocjacji.

Pierwszy skok SEM odpowiada reakcji:



Drugi zaś reakcji:



Trzeci skok SEM odpowiadający reakcji:



jest niewyraźny, i nie jest on wykorzystywany do oznaczeń.

W przypadku obecności w roztworze obok kwasu ortofosforowego, mocnych kwasów, ich jony wodorowe zostają odmiareczkowane razem z pierwszym jonem wodorowym kwasu ortofosforowego. Zawartość H_3PO_4 w badanej próbce oblicza się wtedy z różnicy objętości titranta odpowiadającej PK drugiego ($V_{\text{PK}2}$) i PK pierwszego skoku potencjału ($V_{\text{PK}1}$). Jeżeli $V_{\text{PK}2} - V_{\text{PK}1} = V_{\text{PK}1}$ to znaczy, że kwas ortofosforowy nie był zanieczyszczony innym mocnym kwasem.

ODCZYNNIKI I APARATURA.

- | | |
|---|---|
| <u>1.</u> Badana próbka. | <u>7.</u> Czujnik temperatury. |
| <u>2.</u> 0,2 molowy mianowany roztwór NaOH. | <u>8.</u> Statyw do elektrod. |
| <u>3.</u> Mieszadło magnetyczne. | <u>9.</u> Kolbka miarowa 250 cm ³ . |
| <u>4.</u> Magnes do mieszadła magnetycznego. | <u>10.</u> Pipeta Mohra 50 cm ³ . |
| <u>5.</u> Pehametr wyskalowany w mV. | <u>11.</u> Biureta 25 cm ³ . |
| <u>6.</u> Kombinowana elektroda szklana. | <u>12.</u> Zlewka 150 cm ³ . |

SPOSÓB WYKONANIA.

- Otrzymałą próbkę rozcieńczyć w kolbce miarowej na 250 cm³.
- Pipetą 50 cm³ pobrać część badanej próbki, przenieść do zlewki na 150 cm³ i uzupełnić wodą destylowaną do objętości ok. 90 cm³.
- Podłączyć elektrodę kombinowaną i czujnik temperatury (w celu automatycznej kompensacji temperatury) do pehametru.
- Włączyć pehametr, wybrać funkcję pomiaru potencjału (mV).
- Zlewkę z próbką do miareczkowania umieścić na mieszadle magnetycznym, włożyć do roztworu magnes i elektrody.
- Do badanego roztworu dodawać z biurety NaOH w porcjach po ok. 1 cm³. Po dodaniu każdej porcji zmierzyć SEM ogniwa pomiarowego.
- W tabelce notować sumaryczną objętość dodanego z biurety NaOH i odpowiadającą jej wartość SEM.

L.p.	V_{NaOH} [cm ³]	SEM [mV]	ΔSEM [mV]	ΔV_{NaOH} [cm ³]	$\frac{\Delta\text{SEM}}{\Delta V_{\text{NaOH}}} \left[\frac{\text{mV}}{\text{cm}^3} \right]$

- Gdy zauważymy zbliżający się skok potencjału (większe przyrosty SEM), należy zmniejszyć porcję dodawanego NaOH do ok. 0,1 cm³.
- Miareczkowanie należy prowadzić do momentu przekroczenia drugiego skoku potencjału.
- Miareczkowanie wykonać 3 razy.

OPRACOWANIE WYNIKÓW.

- Narysować wykres krzywej miareczkowania $SEM = f(V_{NaOH})$,
oraz $\frac{\Delta SEM}{\Delta V_{NaOH}} = f(V_{NaOH})$.
- Z wykresów wyznaczyć punkty końcowe miareczkowania, z pierwszego metodą środkowej stycznych, z drugiego metodą pierwszej pochodnej.
- Dla poszczególnych miareczkowań obliczyć masę kwasu ortofosforowego(V) zawartego w próbce otrzymanej do analizy (w miligramach).

$$m_{H_3PO_4} = (V_{PK_2} - V_{PK_1}) \cdot c_{NaOH} \cdot M_{H_3PO_4} \cdot W$$

$$V_{PK_1} - \text{objętość roztworu NaOH odpowiadająca } PK_1. [\text{cm}^3]$$

$$V_{PK_2} - \text{objętość roztworu NaOH odpowiadająca } PK_2. [\text{cm}^3]$$

$$c_{NaOH} - \text{miano roztworu NaOH. } [\text{mmol}/\text{cm}^3]$$

$$M_{H_3PO_4} - \text{masa 1 milimola kwasu } H_3PO_4 \text{ (masa molowa). } [\text{mg}/\text{mmol}]$$

$$W - \text{współmierność kolby i pipety.}$$
- Obliczyć średnie arytmetyczne masy kwasu ortofosforowego(V) zawartego w próbce
 - z wyników otrzymanych metodą środkowej stycznych,
 - z wyników otrzymanych metodą pierwszej pochodnej.
- Stwierdzić czy próbka kwasu ortofosforowego(V) była zanieczyszczona mocnym kwasem.