

Foszforsav tartalom meghatározása, sav – bázis titrálással, potenciometrikus végpontjelzéssel

Eszközök: pH/mV-mérő készülék (pH-méter), kombinált üvegelektrod, keverő keverőpálca, buretta, burettaállvány, burettafogó, min. 200 cm³-es főzőpohár, 250 cm³-es mérőlombik, 25 cm³-es pipetta

Anyagok: 0,2 mol/dm³ koncentrációjú NaOH mérőoldat (pontos koncentrációját meg kell határozni!*)

Reakcióegyenlet: $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{NaOH} = \text{H}_2\text{PO}_4^- + \text{Na}^+ + \text{H}_2\text{O}$ (első disszociációs lépés)

Beadandó egy 250 cm³-es mérőlombik ismeretlennek. Visszakapva jelig töltjük. Összeállítjuk a mérőhelyet. Bekapcsoljuk a pH/mV-mérő készüléket.

A készülék hitelesítése. Az elektrodokat a titráló pohárból kiemeljük, ioncserélt vízzel leöblítjük és papírvattával a ioncserélt vizet az elektrodok felületéről leitatjuk. A készülék hitelesítését egy pH = 4,0 és egy pH = 7,0 közeli pufferrel végezzük el.

A készülék titráló poharába pipetázunk 25,0 cm³-t a foszforsav-tartalmú mintából. Belehelyezzük a mágneses keverőpálcát. Az elektrodokat az oldatba mártjuk úgy, hogy a keverőpálca ne tehessen kárt bennük. Szükség esetén ioncserélt vízzel hígítjuk. A mérőoldatot 1 cm³-enként adagoljuk és minden alkalommal mérjük az oldat pH-ját és kiszámítjuk az előző méréshez képest a különbséget. Felvesszük a teljes titrálási görbét (mindkét lépcső) és Excel táblázatkezelővel ábrázoljuk. A foszforsav háromértékű sav, ennek megfelelően elvben három, gyakorlatban két egyenértékpont határozható meg. Az első kb. 4-5 pH értéknél, a második kb. 10-11 pH értéknél várható.

Az első mérés csak tájékozódó mérés. A második alkalommal az elektrodok lemosását követően ismét a készülék titráló poharába pipetázunk 25 cm³-t a foszforsav-tartalmú mintából. Az első egyenértékponthoz képest 2 cm³-rel kevesebb mérőoldatot engedünk az oldathoz, leolvassuk a pH-t, majd 0,1 cm³-enként adagoljuk a mérőoldatot. Minden mérésnél feljegyezzük a pH-t, és kiszámítjuk az előző méréshez képest a különbséget addig, amíg a különbségek csökkenni kezdenek. Az egyenértékpont a legnagyobb különbségértékhez tartozó fogyás lesz.

Kiszámítjuk az oldat foszforsav-tartalmát ($g_{\text{foszforsav}}/250 \text{ cm}^3$) Az első egyenértékpont alapján a foszforsavval mint egyértékű savval kell számolni!

Beadandó az oldat foszforsav tartalma ($g/250 \text{ cm}^3$ -ben) és a teljes titrálási görbe is!

***0,2 mol/dm³-es NaOH-oldat készítése és pontos koncentrációjának meghatározása**

Nátrium-hidroxidból közvetlen beméréssel nem készíthető pontos koncentrációjú mérőoldat (az NaOH nedvszívó, levegőn elfolyósodik, felületét nátrium-karbonát réteg vonja be).

1 liter 0,2 mol/dm³-es oldat készítéséhez gyorsmérleggel, főzőpohárba bemérünk 8,4 - 8,6 g NaOH-ot. Feloldás, hűtés után mérőlombikban 1 literre kiegészítjük. A bemérés során védőszemüveg használata kötelező! A kész oldatot átöntjük egy literes folyadéküvegbe, melyet szabályosan felcímkézünk.

Pontos koncentráció meghatározás kristályos oxálsavra. Az oxálsav mennyiségét úgy határozzuk meg, hogy a várható elméleti fogyás 20,0 ml legyen (20 ml 0,2 mol/dm³ NaOH-oldat 0,252 g kristályos oxálsavval egyenértékű). Az előbbi mennyiségű oxálsavat kb. 50 ml ioncserélt vízben feloldjuk, két csepp fenolftalein indikátor hozzáadása mellett megtitráljuk (az előbb elkészített burettába töltött NaOH-oldattal; három párhuzamos mérés!)

Kiszámítjuk a NaOH mérőoldat pontos koncentrációját.