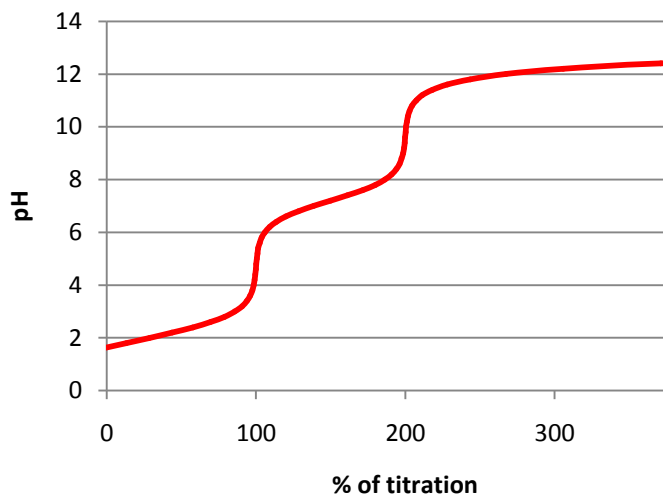


## 8. Oznaczanie $\text{H}_3\text{PO}_4$ metodą miareczkowania objętościowego

Rozważmy alkacymetryczne miareczkowanie kwasu trójprotonowego  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Jego stałe dysocjacji to  $\text{p}K_{a1}=2.15$ ,  $\text{p}K_{a2}=7.20$  i  $\text{p}K_{a3}=12.35$ , ale krzywa miareczkowania zawiera tylko dwa widoczne przegięcia (skoki), więc kwas ten można miareczkować zasadą albo jako kwas jedno-, albo jako dwuprotonowy. W tym pierwszym przypadku zastosujemy wskaźnik zmieniający barwę przy pH około 4.7 (np. zieleni bromokrezolowa lub oranż metylowy), w drugim przypadku wskaźnik powinien zmieniać kolor przy pH około 9.65 (np. tymoloftaleina). Fenoloftaleiny raczej stosować nie powinniśmy, bo zaczyna się barwić zbyt szybko, przy  $\text{pH}=8.2$ , kiedy to kwas fosforowy jest zmiareczkowany dopiero w około 195% (drugi stopień).



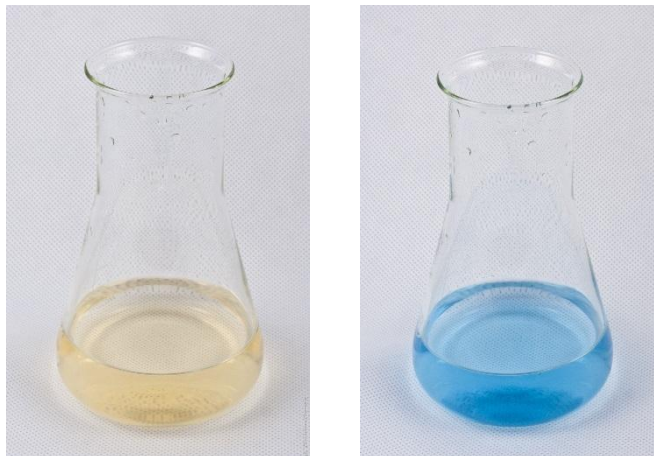
Krzywa miareczkowania obliczona dla 0.1 M  $\text{H}_3\text{PO}_4$  oznaczanego za pomocą 0.1 M  $\text{NaOH}$ .

Jak podano, miareczkowanie można prowadzić wobec oranżu metylowego ewentualnie zieleni bromokrezolowej dla wykrycia punktu stechiometrycznego dla  $\text{pH}=4.7$ , lub też wobec tymoloftaleiny dla drugiego punktu przy  $\text{pH}=9.6$ . Wybór zależy od relacji stężeń titranta do kwasu w próbce, ale też od indywidualnych preferencji laboranta – niektórym osobom łatwiej zauważyć zmianę koloru z czerwonego do żółtego (oranż) czy żółtego do niebieskiego (zieleni) niż pojawienie się barwy niebieskiej (tymoloftaleina). My w tym ćwiczeniu będziemy jednak obserwować oba punkty końcowe ( $\text{pH}$  4.7 oraz 9.6), a wyniki będziemy uśredniać (patrz niżej).

Uwaga: o ile miareczkowanie wobec tymoloftaleiny kończymy w momencie zauważenia błękitnego zabarwienia, to w przypadku zieleni bromokrezolowej (wskaźnik dwubarwny) prowadzi się do całkowitej zmiany barwy z żółtej na niebieską. W tym celu przydatnym jest tzw. „świadek”, tzn. próbka celowo przemiareczkowana.

### Procedura miareczkowania objętościowego $\text{H}_3\text{PO}_4$

1. Rozcieńczamy próbkę  $\text{H}_3\text{PO}_4$  wydaną przez asystenta w swojej kolbie miarowej do kreski i dokładnie mieszamy.
2. Odpipetujemy 20 mL próbki do kolby Erlenmayera.
3. Dodajemy wody do objętości około 150 mL.
4. Dodajemy 4 krople zieleni bromokrezolowej i miareczkujemy mianowanym roztworem  $\text{NaOH}$  do całkowitej zmiany barwy z żółtej do niebieskiej. Zapisujemy objętość titranta. Powtarzamy punkty 2-4. Obliczamy średnią objętość titranta.



Oznaczenie  $H_3PO_4$  jako kwasu jednoprotowego wobec zieleni bromokrezolowej: a) próbka przed miareczkowaniem, b) próbka zmiareczkowana. Fot. dr W. Wrzeszcz.

5. Wykonujemy punkty 2-4, lecz stosując tymoloftaleinę i miareczkując do momentu pojawienia się niebieskiego zabarwienia.



Oznaczenie  $H_3PO_4$  jako kwasu dwuprotowego wobec tymoloftaleiny: a) próbka przed miareczkowaniem, b) PK miareczkowania, c) próbka przemiareczkowana. Fot. dr W. Wrzeszcz.

### Obliczenie wyniku

W zależności od zastosowanego wskaźnika mamy

Albo  $H_3PO_4 + NaOH \rightarrow NaH_2PO_4 + H_2O$  lub też  $H_3PO_4 + 2NaOH \rightarrow Na_2HPO_4 + 2H_2O$ .

Oznacza to, że stosunek stechiometryczny NaOH do  $H_3PO_4$  wynosi 1:1 lub 2:1, zależnie od wskaźnika.

Obliczamy masę kwasu fosforowego w **pierwotnej próbce(!)** dla obu serii i na koniec średnią wyników dla dwóch różnych punktów końcowych (pamiętaj o uwzględnieniu współmierności kolby z pipetą).

Źródła:

Podręczniki :

J. Minczewski, Z. Marczenko, "Chemia analityczna", PWN Warszawa 1985 (i wydania późniejsze);

T. Lipiec, Z.S. Szmał, "Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej", PZWL, W-a 1976 (i wydania późniejsze) i inne.

## Sprawozdanie

Imię i nazwisko:				Data:	
Temat:		Oznaczanie $H_3PO_4$ metodą miareczkowania objętościowego			
Objętość użytej kolby miarowej [ $cm^3$ ]					
Pojemność użytej pipety miarowej [ $cm^3$ ]					
Współmierność kolby z pipetą:					
Miano użytego roztworu NaOH [M]:					
$M_{H_3PO_4}$ [g/mol]					
1.	Wskaźnik:				
	Reakcja:				
	Wzór na obliczenie zawartości $H_3PO_4$				
Lp.	$V_{NaOH}$ [ $cm^3$ ]	Uwagi	Średnia $V_{NaOH}$ [ $cm^3$ ]	$m_{H_3PO_4}$ [g]	
1.					
2.					
3.					
4.					
2.	Wskaźnik:				
	Reakcja:				
	Wzór na obliczenie zawartości $H_3PO_4$				
Lp.	$V_{NaOH}$ [ $cm^3$ ]	Uwagi	Średnia $V_{NaOH}$ [ $cm^3$ ]	$m_{H_3PO_4}$ [g]	
1.					
2.					
3.					
4.					
Średnia zawartość $H_3PO_4$ w <b>wydanej</b> próbce [g]					