



ВСЕРОССИЙСКОЕ
ЧЕМПИОНАТНОЕ
ДВИЖЕНИЕ
ПО ПРОФЕССИОНАЛЬНОМУ
МАСТЕРСТВУ

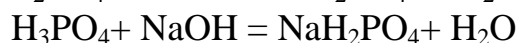
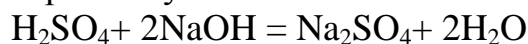
Задание

1. Определить потенциметрически коэффициент поправки к титру раствора гидроксида натрия.
2. Провести титрование анализируемой пробы.
3. Построить кривые титрования, используя ПО MS Excel; графически найти точку эквивалентности.
4. Провести обработку результатов измерений, определив концентрацию серной и фосфорной кислот в анализируемой пробе.
5. Сделать вывод о приемлемости результата контрольной процедуры.
6. Представить результат с учетом погрешности определения.
7. Все расчеты и результаты привести в виде протокола.

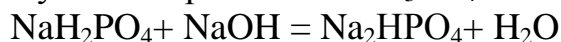
Определение массы серной и ортофосфорной кислоты методом кислотно-основного потенциометрического титрования

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. Оборудование, посуда, реактивы:

1. pH-метр с погрешностью определения не более $\pm 0,05$
2. Магнитная мешалка
3. Якорь магнитной мешалки
4. Измерительный электрод комбинированный
5. Бюретка вместимостью $25,00 \text{ см}^3$
6. Стакан вместимостью $100,00; 150,00; 250,00; 500,00 \text{ см}^3$
7. Пипетка вместимостью $10,00 \text{ см}^3$
8. Цилиндр вместимостью $50, 100 \text{ см}^3$
9. Кислота соляная, стандартный раствор с молярной концентрацией эквивалента $0,1 \text{ моль/дм}^3$
10. Гидроксид натрия, раствор с молярной концентрацией эквивалента $0,1 \text{ моль/дм}^3$
11. Буферные растворы pH 4,01; 6,86; 9,18

3. Определение точной молярной концентрации эквивалента раствора гидроксида натрия $0,1 \text{ моль/дм}^3$

В стакан для титрования вместимостью 150 см^3 помещают $10,00 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты $0,1 \text{ моль/дм}^3$, добавляют 90 см^3 дистиллированной воды, перемешивают при помощи магнитной мешалки и титруют из бюретки раствором гидроксида натрия равными порциями по $0,5 \text{ см}^3$ до получения скачка. После достижения скачка измерить ещё не менее пяти точек. При последующих титрованиях добавляют раствор гидроксида натрия приблизительно на $3\text{--}5 \text{ см}^3$ меньше, чем пошло на достижение точки эквивалентности первого титрования, тщательно перемешивают и титруют равными порциями по $0,5 \text{ см}^3$ до получения скачка. После достижения скачка измерить ещё не менее пяти точек.

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 находят точку эквивалентности и рассчитывают коэффициент поправки по формуле:

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

где V_1 – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование

V – объем раствора соляной кислоты, взятый на титрование, см³.

Расхождение коэффициентов поправки не должно превышать 0,030.

Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Если один из коэффициентов не укладывается в требования расхождения, допускается рассчитать среднее значение по двум результатам. Значение коэффициента поправки должно быть равным $1,00 \pm 0,03$.

Точную молярную концентрацию эквивалента гидроксида натрия C, моль/дм³, с коэффициентом поправки вычисляют по формуле:

$$C = C_1 \cdot K$$

где C₁ – заданная молярная концентрация гидроксида натрия, моль/дм³

K – коэффициент поправки

4. Определение массы серной и ортофосфорной кислоты в смеси

10,00 см³ раствора пробы переносят в стакан для титрования, добавляют 40–60 см³ дистиллированной воды, перемешивают при помощи магнитной мешалки. Погружают электроды, дают установиться показаниям прибора и записывают результаты измерения ЭДС.

Титруют раствором гидроксида натрия с точной молярной концентрацией эквивалента. Титрант добавляют из бюретки равномерными 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. При втором титровании допускается добавлять на 2–3 см³ меньше объема титранта, пошедшего на титрование до первого скачка.

Титрование проводят 2 раза.

5. 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 содержание (г/дм³) каждого компонента в анализируемой пробе по формулам титриметрического анализа.

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

Сходимость результатов анализа (r) в процентах вычисляют по формуле

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

где X₁, X₂ результаты двух параллельных измерений, в г/дм³

6. Представление результата

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение с учетом погрешности.

Относительное значение погрешности δ составляет 20 % при P = 0,95.

Оформляют результат в виде:

$$(\bar{X} \pm \Delta) \text{ г/дм}^3 \text{ при } P = 0,95; n = 2.$$

Округление погрешности проводить в соответствии с ГОСТ Р 8.736–2011 Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения. Приложение Е.

Приложение Е

Правила округления при обработке результатов измерений

Е.1 Точность результатов измерений и точность вычислений при обработке результатов измерений должны быть согласованы с требуемой точностью получаемой оценки измеряемой величины.

Е.2 Погрешность оценки измеряемой величины следует выражать не более чем двумя значащими цифрами

Две значащие цифры в погрешности оценки измеряемой величины сохраняют:

- при точных измерениях;
- если первая значащая цифра не более трех.

Е.3 Число цифр в промежуточных вычислениях при обработке результатов измерений должно быть на две больше, чем в окончательном результате.

Е.4 Сохраняемую, значащую цифру в погрешности оценки измеряемой величины при округлении увеличивают на единицу, если отбрасываемая цифра не указываемого младшего разряда больше либо равна пяти, и не изменяют, если она меньше пяти.