**Методика определения массовой доли углекислого калия в поташе титриметрическим методом и методом потенциометрического титрования**

ЗАДАНИЕ

* Провести калибровку и проверку калибровки иономера по соответствующим буферным растворам, указанным в НД.
* Подготовить пробу в соответствии с НД.
* Описать процесс титрования пробы уравнениями реакций.
* Определить содержание углекислого калия в анализируемом поташе титриметрическим методом.
* Определить содержание углекислого калия в анализируемом поташе потенциометрическим методом.
* Провести метрологическую оценку полученных результатов.
* Оценить и сделать вывод о приемлемости методов.
* Все расчеты представить в виде протокола.

**Методика определения массовой доли углекислого калия в поташе титриметрическим методом**

**и методом потенциометрического титрования**

1. **Сущность метода**

На анализ предлагается поташ квалификации технический (1 сорт)/ чистый.

Сущность определения заключается во взаимодействии карбоната калия с соляной кислотой методом кислотно-основного титрования.

Определение титриметрическим методом проводят прямым титрованием в присутствии индикатора метилового красного.

Определение потенциометрическим методом проводят титрованием пробы раствором соляной кислоты до резкого изменения значения рН в диапазоне 4,50–3,70 ед.рН.

При определении основного вещества мешающее воздействие оказывает карбонат натрия, присутствующий в поташе в качестве примеси.

1. **Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы**
   1. Термогигрометр типа ИВТМ-7 М с погрешностью измерения относительной влажности ± 2,0 % в диапазоне измерений от 0 % до 99 %, погрешностью измерения температуры ± 0,2 °С в диапазоне измерений от минус 20 °С до плюс 60 °С;
   2. Бюретки по ГОСТ 29251-91;
   3. Весы электронные аналитические с пределом допускаемой абсолютной погрешности взвешивания не более ±0,0005 г, с наибольшим пределом взвешивания не менее 210 г по ГОСТ Р 53228-2008;
   4. Иономер комплекте с электродом;
   5. Пипетки по ГОСТ 29227-91;
   6. Пипетки по ГОСТ 29169-91;
   7. Колбы конические по ГОСТ 25336-82;
   8. Колбы мерные по ГОСТ 1770-74;
   9. Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74;
   10. Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82;
   11. Стаканы химические по ГОСТ 25336-82;
   12. Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82;
   13. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
   14. Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652-2000;
   15. Углекислый калий (поташ);
   16. Кислота соляная по ГОСТ 3118.
   17. Метиловый красный (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1% в этиловом спирте (приготовлен заранее);
   18. Стандарт-титр раствора гидроокиси натрия с концентрацией 0,1моль/дм3;
   19. Буферные растворы 3 разряда ;
   20. Электрическая плита.
2. **Подготовка к анализу**

**3.1 Приготовление воды, очищенной от диоксида углерода (вода   
приготовлена заранее)**

Дистиллированную воду кипятят в течение 15 - 20 мин, быстро охлаждают до комнатной температуры и хранят в полиэтиленовой емкости не более   
5 дней.

**3.2 Подготовка прибора**

3.2.1 Подготовку прибора и электрода проводят в соответствии с «Порядком работы на приборе» (проведена заранее).

3.2.2 Калибровку проводят по соответствующим буферным растворам (рН=1,86; рН=9,18).

3.2.3 Проверку калибровки проводят по соответствующим буферным растворам (рН=6,86).

3.2.4 Во время и после проверки прибора, выполнения измерений электрод промывают дистиллированной водой, удаляют избыток влаги фильтровальной бумагой. В перерывах между испытаниями электрод хранят в дистиллированной воде.

1. **Подготовка пробы**

Готовятся две параллельные пробы.

Для этого взвешивают (2,0000-2,6000) г калия углекислого, количественно переносят в мерную колбу объемом 500,00 см3 и доводят объем дистиллированной водой.

Параллельными считать пробы, приготовленные из разных навесок.

Каждую из подготовленных проб анализируют по двум методам.

1. **Определение массовой доли углекислого калия в поташе титриметрическим методом**

Аликвоту пробы, подготовленной по п.4, объемом 20,00 см3 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см, приливают 50,0 смдистиллированной воды, нагревают до кипения, прибавляют 5-7 капель раствора метилового красного и сразу титруют раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в розовую. Фиксируют объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование.

1. **Определение массовой доли углекислого калия в поташе потенциометрическим методом**

6.1.1 Аликвоту пробы, подготовленной по п.4, объемом 20,00 см3, переносят в стакан вместимостью 150 см3, приливают 50,0 см воды, нагревают до кипения, охлаждают на водяной бане. Опускают в охлажденный раствор магнитный якорь, электрод иономера и помещают емкость на магнитную мешалку. Включают мешалку и перемешивают со скоростью, при которой водоворот едва заметен.

6.1.2 Титруют раствор пробы раствором соляной кислоты. До достижения рН 5,7-5,5 ед. рН титруют порциями по 0,50 см3. Далее раствор титранта добавляют порциями объемом не более 0,10 см3 до установления стабильных показаний. Титрование проводят до резкого изменения значения рН, после чего выполняют еще 3-4 измерения и заканчивают титрование. Результаты титрования представляют в виде таблицы.

Таблица 1 – Результаты потенциометрического титрования анализируемой пробы

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Проба 1 | | Проба 2 | |
| V(HCl), см3 | pH | V(HCl), см3 | pH |

6.1.3 Обработав полученные результаты, при помощи MS Excel строят дифференциальную кривую потенциометрического титрования 1 порядка, в координатах △рН/△V = f (V, см3), для каждой пробы. Определяют эквивалентный объем раствора соляной кислоты.

**7 Обработка результатов измерений**

7.1Массовую долю углекислого калия () в процентах, вычисляют по формуле

(1)

где - объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см;

* - масса навески, г;

Vаликвоты– объем аликвоты, взятый на анализ, см3;

Т – количество карбоната калия в г, соответствующее 1 см3 раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм3, рассчитанное по формуле:

, (2)

где СHCl – молярная концентрация эквивалента раствора соляной кислоты точно 0,1 моль/дм3;

М экв (К2СО3) – молярная масса эквивалента карбоната калия;

7.2 Оценка приемлемости результатов измерений.

Результаты параллельных измерений считаются приемлемыми, если расхождения между ними не превышают допустимого предела повторяемости (Таблица №2)

Таблица №2

|  |  |
| --- | --- |
| **Метод определения** | **Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных измерений),*r*,**  **% отн.** |
| Титриметрический | 1,9 |
| Потенциометрический | 2,4 |

7.3 Среднеарифметическое значение параметра вычисляют по формуле

, (3)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где |  | – | единичный результат определений; |
|  | N | – | число определений. |

7.4 Оформление результатов измерений

Результат измерений представляют в виде

(Описание: base_32876_7541_32776±Δ), %, *P*=0,95, *n*=2, (4)

где Описание: base_32876_7541_32776 - результат измерений массовой доли поташа за вычетом мешающих воздействий, %;

Δ–абсолютная погрешность измерения массовой доли поташа,%.

Таблица №3

|  |  |
| --- | --- |
| **Метод определения** | **Относительная погрешность измерений, δ**  **приn= 2,**  **%** |
| Титриметрический | 1,4 |
| Потенциометрический | 1,9 |

7.6 Сопоставление результатов анализов, полученных титриметрическим методом и методом потенциометрического титрования

Расхождение результатов, полученных титриметрическим методом и методом потенциометрического титрования признается приемлемым, при выполнении следующего условия

│ - │ ≤ , (5)

где и - соответствующие значения результата измерений массовой доли поташа, и его абсолютной погрешности, полученных титриметрическим методом, %;

и - соответствующие значения результата измерений массовой доли поташа и его абсолютной погрешности, полученных методом потенциометрического титрования, %.