

# II/6: Quantitative Bestimmung von $\text{H}_3\text{PO}_4$

LA-AGP 2023

Inga Junker

# Gliederung

Einleitung

Titrimetrie

Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

Theorie

Durchführung

Auswertung

Tipps

Literatur

# Gliederung

Einleitung

Titrimetrie

Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

Theorie

Durchführung

Auswertung

Tipps

Literatur

## Einleitung

### Ziel:

- ▶ Beantwortung der Frage wie viel eines gesuchten Stoffes in einer Probe enthalten ist.

## Methoden:

- ▶ Masse- oder Volumenbestimmung nach chemischer Umsetzung.

## Methoden:

- ▶ Masse- oder Volumenbestimmung nach chemischer Umsetzung.
- ▶ Berechnung der gesuchten Menge mit Umrechnungsfaktoren. (↳ aus molaren Massen  $M$  und stöchiometrischen Koeffizienten der Reaktanden)

## Methoden:

- ▶ Masse- oder Volumenbestimmung nach chemischer Umsetzung.
- ▶ Berechnung der gesuchten Menge mit Umrechnungsfaktoren. (↳ aus molaren Massen  $M$  und stöchiometrischen Koeffizienten der Reaktanden)
  - ▶ Gravimetrie bzw. Gewichtsanalyse

## Methoden:

- ▶ Masse- oder Volumenbestimmung nach chemischer Umsetzung.
- ▶ Berechnung der gesuchten Menge mit Umrechnungsfaktoren. (↳ aus molaren Massen  $M$  und stöchiometrischen Koeffizienten der Reaktanden)
  - ▶ Gravimetrie bzw. Gewichtsanalyse
  - ▶ **Titrimetrie bzw. Maßanalyse (Wiegen ohne Waage)**



# Gliederung

Einleitung

Titrimetrie

Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

Theorie

Durchführung

Auswertung

Tipps

Literatur

## Titrimetrie

### Prinzip:

- Messung des verbrauchten Volumens einer Reagenzlösung mit bekannter Konzentration (= Maßlösung).

## Titrimetrie

### Prinzip:

- ▶ Messung des verbrauchten Volumens einer Reagenzlösung mit bekannter Konzentration (= Maßlösung).
- ▶ Der Probelösung wird nur so viel Maßlösung zugesetzt, wie für die Umsetzung des zu bestimmenden Stoffs gerade erforderlich ist (Äquivalenzpunkt).

## Titrimetrie

### Prinzip:

- ▶ Messung des verbrauchten Volumens einer Reagenzlösung mit bekannter Konzentration (= Maßlösung).
- ▶ Der Probelösung wird nur so viel Maßlösung zugesetzt, wie für die Umsetzung des zu bestimmenden Stoffs gerade erforderlich ist (Äquivalenzpunkt).
- ▶ Aus dem bis zum Äquivalenzpunkt verbrauchten Volumen der Maßlösung und Kenntnis der Reaktionsgleichung lassen sich  $m$  und  $n$  berechnen.

## Voraussetzungen:

- Die Reaktion muss schnell, vollständig und eindeutig ablaufen.

## Voraussetzungen:

- ▶ Die Reaktion muss schnell, vollständig und eindeutig ablaufen.
- ▶ Herstellung einer Maßlösung muss möglich sein (Stabilität).

## Voraussetzungen:

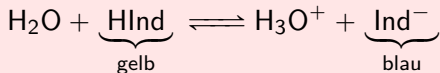
- ▶ Die Reaktion muss schnell, vollständig und eindeutig ablaufen.
- ▶ Herstellung einer Maßlösung muss möglich sein (Stabilität).
- ▶ Äquivalenzpunkt  $\simeq$  Endpunkt der Titration  
Endpunkt der Titration nicht immer so einfach zu erkennen  $\Rightarrow$   
Verwendung von Indikatoren! (s. Vorlage 6)

## Voraussetzungen:

- ▶ Die Reaktion muss schnell, vollständig und eindeutig ablaufen.
- ▶ Herstellung einer Maßlösung muss möglich sein (Stabilität).
- ▶ Äquivalenzpunkt  $\simeq$  Endpunkt der Titration  
Endpunkt der Titration nicht immer so einfach zu erkennen  $\Rightarrow$   
Verwendung von Indikatoren! (s. Vorlage 6)

## Indikator

(Meist organischer) Hilfsstoff, den man einer zu titrierenden Lösung zusetzt und der durch eine sichtbare Veränderung (Farbumschlag, Trübung) den Endpunkt der Titration anzeigt. Indikatoren sind selbst schwache Säuren oder Basen.





## Klassifizierung:

1. Reaktionstyp
2. Endpunkterkennung
3. Titrationsart

## Klassifizierung:

1. Reaktionstyp
  - Säure-Base-Titration (Alkalimetrie, Acidimetrie)
2. Endpunkterkennung
  - chemischer Indikator
3. Titrationsart
  - Direkte Titration

# Gliederung

Einleitung

Titrimetrie

Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

Theorie

Durchführung

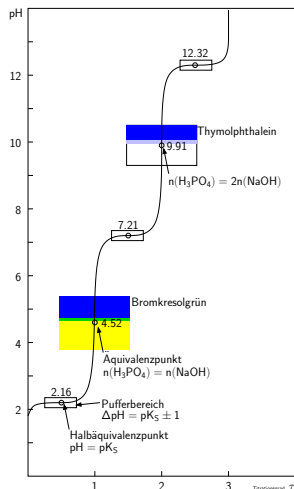
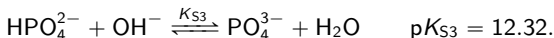
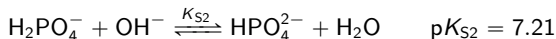
Auswertung

Tipps

Literatur

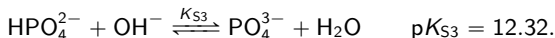
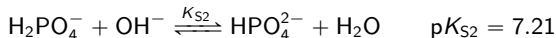
# Theorie

- Protolyse der Phosphorsäure erfolgt stufenweise:

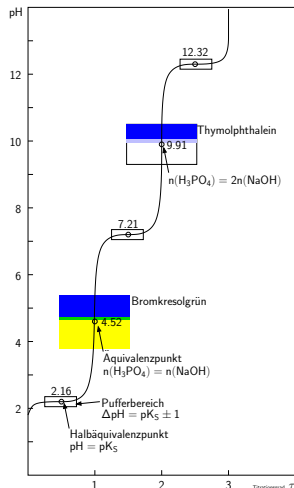


# Theorie

- Protolyse der Phosphorsäure erfolgt stufenweise:

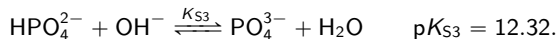
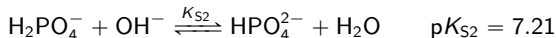


- stufenweise Titration möglich, da  $K_{S1} \gg K_{S2} (\gg K_{S3})$ .

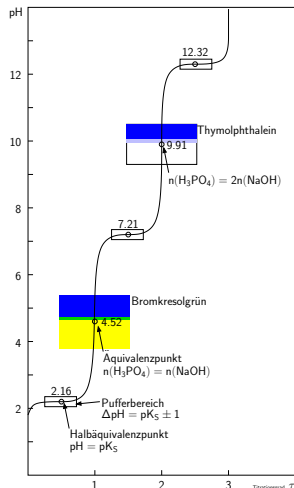


# Theorie

- Protolyse der Phosphorsäure erfolgt stufenweise:



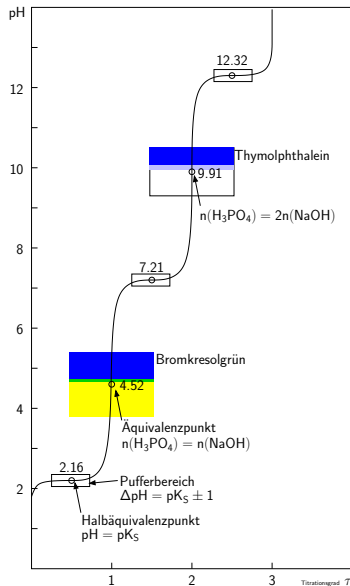
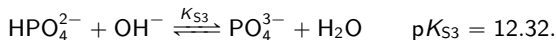
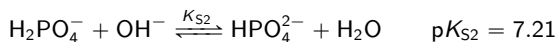
- stufenweise Titration möglich, da  $K_{S1} \gg K_{S2} (\gg K_{S3})$ .
- Indikatoren so wählen, dass deren Umschlagspunkte möglichst mit dem pH-Wert am Äquivalenzpunkt (ÄP) zusammenfallen (s. Vorl. 6).

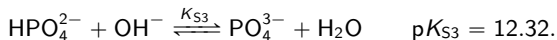
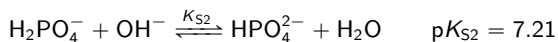


II/6: Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

└ Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

└ Theorie





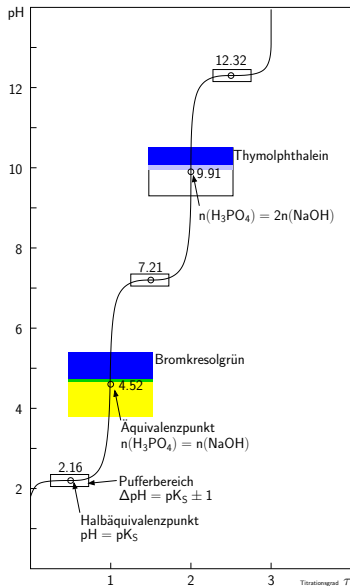
- Aus der Puffergleichung

$$\text{pH} = \text{p}K_S + \log \frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})}$$

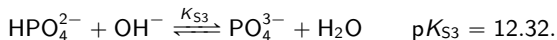
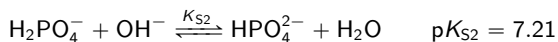
folgt am Halbäquivalenzpunkt (HÄP)

$$c(\text{A}^-) = c(\text{HA}):$$

$$\text{pH}_{\text{HÄP}} = \text{p}K_S$$







- ▶ Aus der Puffergleichung

$$\text{pH} = \text{p}K_S + \log \frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})}$$

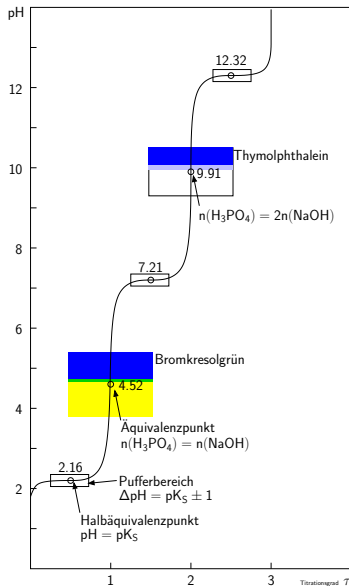
folgt am Halbäquivalenzpunkt (HÄP)

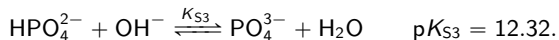
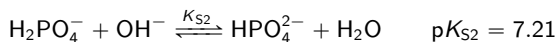
$$c(\text{A}^-) = c(\text{HA}):$$

$$\text{pH}_{\text{HÄP}} = \text{p}K_S$$

- ▶ Der Pufferbereich:

$$\Delta\text{pH} = \text{p}K_S \pm 1$$





- ▶ Aus der Puffergleichung

$$\text{pH} = \text{p}K_S + \log \frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})}$$

folgt am Halbäquivalenzpunkt (HÄP)

$$c(\text{A}^-) = c(\text{HA}):$$

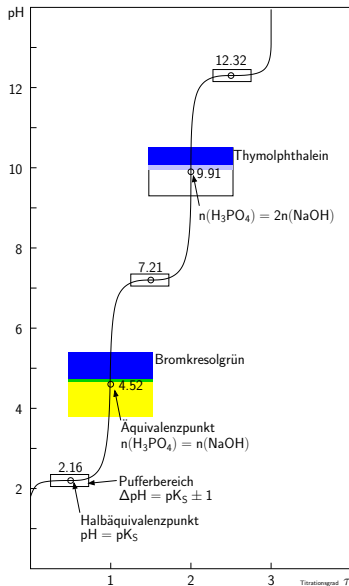
$$\text{pH}_{\text{HÄP}} = \text{p}K_S$$

- ▶ Der Pufferbereich:

$$\Delta\text{pH} = \text{p}K_S \pm 1$$

- ▶ Für Ampholyte gilt:

$$\text{pH}_{\text{ÄP}} = \frac{1}{2} (\text{p}K_{Sn} + \text{p}K_{Sn+1})$$



II/6: Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

└ Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

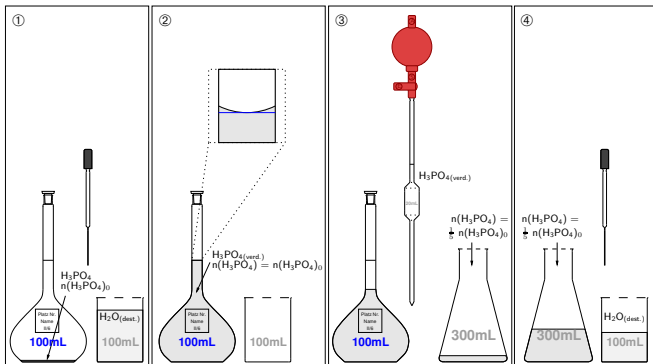
└ Durchführung

## Durchführung

sauberen, beschrifteten 100 mL Messkolben mit Stopfen am Vorabend des Versuchs beim Assistenten abgeben. Sonst keine Durchführung möglich!

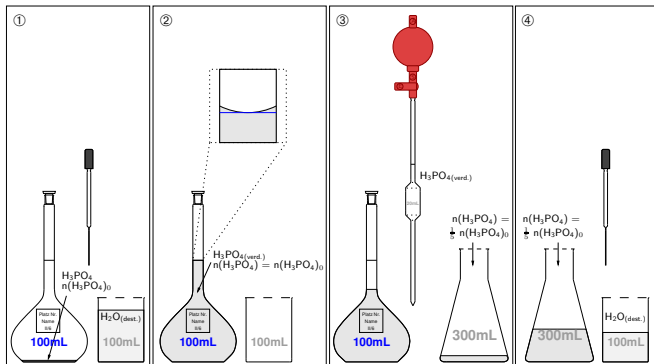
# Durchführung

sauberen, beschrifteten 100 mL Messkolben mit Stopfen am Vorabend des Versuchs beim Assistenten abgeben. Sonst keine Durchführung möglich!



## Durchführung

sauberen, beschrifteten 100 mL Messkolben mit Stopfen am Vorabend des Versuchs beim Assistenten abgeben. Sonst keine Durchführung möglich!

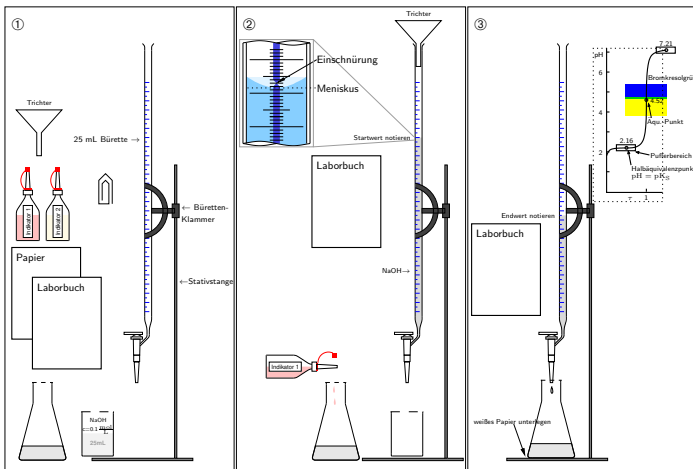
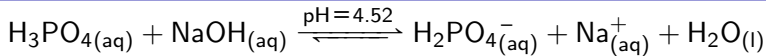


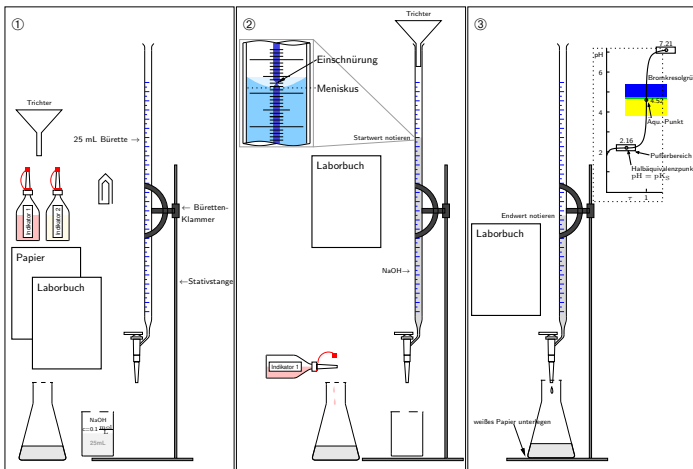
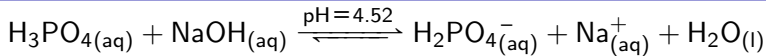
① Messkolben mit  $V(\text{H}_3\text{PO}_4)$  und  $n(\text{H}_3\text{PO}_4)_0 = \text{unbekannt}$ , wird vom Assistenten ausgegeben; ② Messkolben bis zur Marke mit  $\text{H}_2\text{O}_{(\text{dest.})}$  auffüllen, schütteln; ③ 20 mL  $\text{H}_3\text{PO}_4_{(\text{verd.})}$  mit einer Vollpipette (20 mL) in einen Erlenmeyerkolben überführen; ④ auf ca. 100 mL mit  $\text{H}_2\text{O}_{(\text{dest.})}$  auffüllen.

II/6: Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

└ Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

└ Durchführung



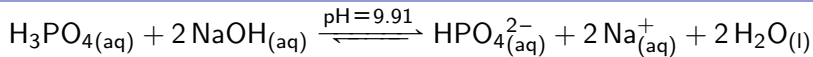


① Bürette aufbauen; ② Bürette mit NaOH-Maßlösung füllen, Startwert aufschreiben, 2 Tropfen Bromkresolgrün in den Erlenmeyerkolben geben; ③ bis zum Umschlagspunkt (Grün) titrieren unterdessen Probe schwenken, Endwert aufschreiben.

II/6: Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

└ Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

└ Durchführung

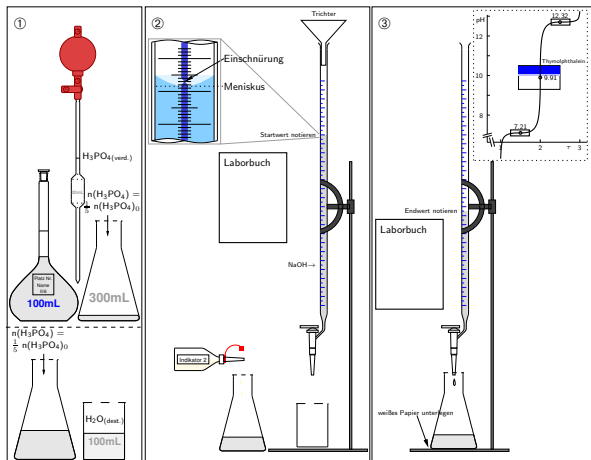
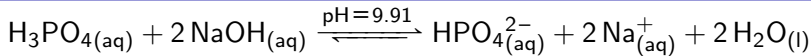


**①** Preparation of standard solution: A 100 mL flask containing  $\text{H}_3\text{PO}_4(\text{verd.})$  is used to fill a 300 mL flask. The calculation is  $n(\text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{1}{5} n(\text{H}_3\text{PO}_4)_0$ . A 100 mL flask of  $\text{H}_2\text{O}(\text{dest.})$  is also shown.

**②** Filling the burette: The burette is filled with  $\text{NaOH}$  solution. The initial level is marked as "Startwert notieren". The meniscus is labeled "Meniskus" and the narrowing is "Einschnürung". A "Trichter" is used for pouring. A "Laborbuch" is open nearby.

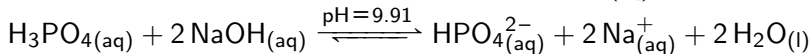
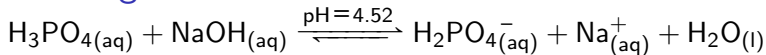
**③** Titration: The  $\text{NaOH}$  is added to the flask containing the standard solution. The final level is marked as "Endwert notieren". A "weisses Papier unterlegen" is used to observe the color change. A "Laborbuch" is open. An inset shows a pH curve with a Thymolphthalein indicator, showing a sharp increase in pH at 9.91.





- ① weitere 20 mL Probe ab- und auffüllen; ② Bürette mit NaOH-Maßlösung füllen, Startwert aufschreiben, 2 Tropfen Thymolphthalein in den Erlenmeyerkolben geben; ③ bis zum Umschlagpunkt (**schwach Blau**) titrieren unterdessen Probe schwenken, Endwert aufschreiben.

## Auswertung



► Gegeben:

$$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$$

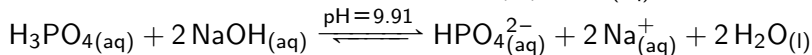
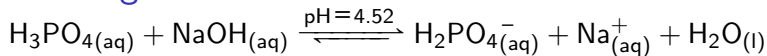
$$M(\text{NaOH}) = 40.00 \text{ g/mol}$$

$$M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 98.00 \text{ g/mol}$$

► Gesucht:

$$m(\text{H}_3\text{PO}_4)_{\text{gesamt}} = ? \text{ mg}$$

## Auswertung



► Gegeben:

$$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$$

$$M(\text{NaOH}) = 40.00 \text{ g/mol}$$

$$M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 98.00 \text{ g/mol}$$

► Gesucht:

$$m(\text{H}_3\text{PO}_4)_{\text{gesamt}} = ? \text{ mg}$$

► Gemessen:

$$\left\{ \begin{array}{l} V(\text{NaOH})_{\text{I}/1} = 6.0 \text{ mL} \\ V(\text{NaOH})_{\text{I}/2} = 5.9 \text{ mL} \\ V(\text{NaOH})_{\text{II}/1} = 11.8 \text{ mL} \\ V(\text{NaOH})_{\text{II}/2} = 12.0 \text{ mL} \end{array} \right\}$$

$$\Rightarrow V(\text{NaOH})_{\emptyset} = 5.95 \text{ mL}$$

- ▶  $n = c \cdot V$  Stoffmenge der verbrauchten NaOH-Maßlösung berechnen:

$$\begin{aligned}n(\text{NaOH}) &= c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})_{\emptyset} \\ &= 0.1 \text{ mol/L} \cdot 5.95 \cdot 10^{-3} \text{ L} = 0.595 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ &= 0.595 \text{ mmol}\end{aligned}$$

- ▶  $n = c \cdot V$  Stoffmenge der verbrauchten NaOH-Maßlösung berechnen:

$$\begin{aligned}n(\text{NaOH}) &= c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})_{\emptyset} \\ &= 0.1 \text{ mol/L} \cdot 5.95 \cdot 10^{-3} \text{ L} = 0.595 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ &= 0.595 \text{ mmol}\end{aligned}$$

- ▶ Am Umschlagspunkt bzw. Äquivalenzpunkt gilt:

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{H}_3\text{PO}_4)$$

- ▶  $n = c \cdot V$  Stoffmenge der verbrauchten NaOH-Maßlösung berechnen:

$$\begin{aligned}n(\text{NaOH}) &= c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})_{\text{Ø}} \\ &= 0.1 \text{ mol/L} \cdot 5.95 \cdot 10^{-3} \text{ L} = 0.595 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ &= 0.595 \text{ mmol}\end{aligned}$$

- ▶ Am Umschlagspunkt bzw. Äquivalenzpunkt gilt:

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{H}_3\text{PO}_4)$$

- ▶  $m = M \cdot n$  gesuchte Masse  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$  bestimmen:

$$\begin{aligned}m(\text{H}_3\text{PO}_4) &= M(\text{H}_3\text{PO}_4) \cdot n(\text{H}_3\text{PO}_4) \\ &= 98.00 \text{ g/mol} \cdot 0.595 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ &= 0.05831 \text{ g} = 58.31 \text{ mg}.\end{aligned}$$

- ▶  $n = c \cdot V$  Stoffmenge der verbrauchten NaOH-Maßlösung berechnen:

$$\begin{aligned}n(\text{NaOH}) &= c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \\ &= 0.1 \text{ mol/L} \cdot 5.95 \cdot 10^{-3} \text{ L} = 0.595 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ &= 0.595 \text{ mmol}\end{aligned}$$

- ▶ Am Umschlagspunkt bzw. Äquivalenzpunkt gilt:

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{H}_3\text{PO}_4)$$

- ▶  $m = M \cdot n$  gesuchte Masse  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$  bestimmen:

$$\begin{aligned}m(\text{H}_3\text{PO}_4) &= M(\text{H}_3\text{PO}_4) \cdot n(\text{H}_3\text{PO}_4) \\ &= 98.00 \text{ g/mol} \cdot 0.595 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ &= 0.05831 \text{ g} = 58.31 \text{ mg}.\end{aligned}$$

- ▶ **ACHTUNG** diese Masse muss noch  $\cdot 5$  genommen werden, da ja jeweils nur  $1/5$  der Probelösung titriert wurde!

$$m(\text{H}_3\text{PO}_4)_{\text{gesamt}} = 5 \cdot m(\text{H}_3\text{PO}_4) = 291.6 \text{ mg}.$$

## Tipps

- ▶ Ausgabebereich  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$ : 250 – 500 mg  
└ berechnet  $V(\text{NaOH})_{\min}$  und  $V(\text{NaOH})_{\max}$ .



## Tipps

- ▶ Ausgabebereich  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$ : 250 – 500 mg  
└ berechnet  $V(\text{NaOH})_{\min}$  und  $V(\text{NaOH})_{\max}$ .
- ▶ bis zum Erreichen von  $V(\text{NaOH})_{\min}$  schnell zugeben, ab  $V(\text{NaOH})_{\min}$  langsam zugeben.

## Tipps

- ▶ Ausgabebereich  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$ : 250 – 500 mg  
└ berechnet  $V(\text{NaOH})_{\min}$  und  $V(\text{NaOH})_{\max}$ .
- ▶ bis zum Erreichen von  $V(\text{NaOH})_{\min}$  schnell zugeben, ab  $V(\text{NaOH})_{\min}$  langsam zugeben.
- ▶ vor dem Einsatz, Bürette testen (Dichtigkeit, Durchlässigkeit).

## Tipps

- ▶ Ausgabebereich  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$ : 250 – 500 mg  
└ berechnet  $V(\text{NaOH})_{\min}$  und  $V(\text{NaOH})_{\max}$ .
- ▶ bis zum Erreichen von  $V(\text{NaOH})_{\min}$  schnell zugeben, ab  $V(\text{NaOH})_{\min}$  langsam zugeben.
- ▶ vor dem Einsatz, Bürette testen (Dichtigkeit, Durchlässigkeit).
- ▶ Glasgeräte (Messgenauigkeit: Becherglas  $\leq$  Erlenmeyerkolben  $\ll$  Messzylinder  $\ll$  Messpipette  $<$  Messkolben  $\ll$  Vollpipette  $\leq$  Bürette).

## Tipps

- ▶ Ausgabebereich  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$ : 250 – 500 mg  
└ berechnet  $V(\text{NaOH})_{\min}$  und  $V(\text{NaOH})_{\max}$ .
- ▶ bis zum Erreichen von  $V(\text{NaOH})_{\min}$  schnell zugeben, ab  $V(\text{NaOH})_{\min}$  langsam zugeben.
- ▶ vor dem Einsatz, Bürette testen (Dichtigkeit, Durchlässigkeit).
- ▶ Glasgeräte (Messgenauigkeit: Becherglas  $\leq$  Erlenmeyerkolben  $\ll$  Messzylinder  $\ll$  Messpipette  $<$  Messkolben  $\ll$  Vollpipette  $\leq$  Bürette).
- ▶ Luftblasen vermeiden.

## Tipps

- ▶ Ausgabebereich  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$ : 250 – 500 mg  
└ berechnet  $V(\text{NaOH})_{\min}$  und  $V(\text{NaOH})_{\max}$ .
- ▶ bis zum Erreichen von  $V(\text{NaOH})_{\min}$  schnell zugeben, ab  $V(\text{NaOH})_{\min}$  langsam zugeben.
- ▶ vor dem Einsatz, Bürette testen (Dichtigkeit, Durchlässigkeit).
- ▶ Glasgeräte (Messgenauigkeit: Becherglas  $\leq$  Erlenmeyerkolben  $\ll$  Messzylinder  $\ll$  Messpipette  $<$  Messkolben  $\ll$  Vollpipette  $\leq$  Bürette).
- ▶ Luftblasen vermeiden.
- ▶ Hähne nur sehr sparsam fetten, um ein Zusetzen der Bohrungen zu vermeiden.

## Tipps

- ▶ Ausgabebereich  $m(\text{H}_3\text{PO}_4)$ : 250 – 500 mg  
↳ berechnet  $V(\text{NaOH})_{\min}$  und  $V(\text{NaOH})_{\max}$ .
- ▶ bis zum Erreichen von  $V(\text{NaOH})_{\min}$  schnell zugeben, ab  $V(\text{NaOH})_{\min}$  langsam zugeben.
- ▶ vor dem Einsatz, Bürette testen (Dichtigkeit, Durchlässigkeit).
- ▶ Glasgeräte (Messgenauigkeit: Becherglas  $\leq$  Erlenmeyerkolben  $\ll$  Messzylinder  $\ll$  Messpipette  $<$  Messkolben  $\ll$  Vollpipette  $\leq$  Bürette).
- ▶ Luftblasen vermeiden.
- ▶ Hähne nur sehr sparsam fetten, um ein Zusetzen der Bohrungen zu vermeiden.
- ▶ **nur zwei Versuche pro Stufe!**

# Gliederung

Einleitung

Titrimetrie

Quantitative Bestimmung von  $\text{H}_3\text{PO}_4$

Theorie

Durchführung

Auswertung

Tipps

Literatur

## Literatur

- ▶ Praktikumsskript  
Homepage
- ▶ Schweda, Eberhard, Gerhart Jander, Ewald Blasius.  
*Jander/Blasius Anorganische Chemie*. 16., völlig neu bearb.  
Aufl. Stuttgart: Hirzel, 2012.
- ▶ Jander, Gerhart, Karl Friedrich Jahr. *Massanalyse: Theorie  
Und Praxis Der Klassischen Und Elektrochemischen  
Titrierverfahren*. 8., durchges. und erg. Aufl. Berlin: de  
Gruyter, 1959.
- ▶ Küster-Thiel, *Rechentafeln für die Chemische Analytik*, Walter  
de Gruyter. Berlin New York, 1982
- ▶ AC Lehrbücher  
z.B. Riedel, HoWi