Лабораторна робота № 4

**Контроль якості простого суперфосфату**

**Мета роботи**. Освоїти фотоколориметричну методику аналізу фосфорних добрив.

**Експериментальна частина.**

*Обладнання та реактиви.*бюретки, піпетки (без поділів із однією відміткою) 2-го класу точності; мірні колби, піпетки; ваги лабораторні; набір гирь; ротаційний апарат зі швидкістю обертання (40±5) об/хв або багатомісний апарат для струшування (125-200 коливань в хвилину), або магнітну мішалку; кислота хлоридна , розчин з масовою часткою 20% або нітратна кислота, розведена 1:2; фотоелектроколориметри типу КФК (X = "440 нм) та ФЕК-56 М (світлофільтр № "4); Натрію гідроксид , розчин з часткою 10 %; *Калій фосфорнокислий*, розчин, що містить 4 мг Р205в 1 см3, готують наступним чином:

8-9 г однозаміщеного фосфорнокислого калію поміщають у бюкс і сушать у сушильній шафі при температурі 100-1050С протягом 2 год, потім охолоджують в ексикаторі протягом 40-60 хв. 7,6696 г висушеного однозамещенного фосфорнокислого калію розчиняють у воді з 5 см3 азотної кислоти щільністю 1,4 г/см3, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм3, доливають водою при температурі 20 ° С до мітки і ретельно перемішують. Робочий розчин, що містить 0,2 мг Р205в 1 см3, готують наступним чином: 50 см3 розчин однозаміщеного фосфорнокислого калію, що містить 4 мг Р205в 1 см3, відбирають піпеткою в мірну колбу місткістю 1 дм3 і доливають до мітки. Розчин стійкий не більше 7 днів.

*Суміш ванадієвомолібденовий*, готують наступним чином: *розчин А* – нітратна кислота, розведена 1:2; *розчин Б* - амоній ванадієвокислий , розчин з масовою часткою 0,25 %, готують наступним чином: 2,5 г розчиняють у 500 см3 гарячої води температурою 60-90 0 С, додають 20 см3 нітратної кислоти густиною 1,4 г/см3, охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм3, доливають водою до мітки і, якщо необхідно, фільтрують;

*розчин В* - амоній молібденовокислий , розчин з масовою часткою 5 %, готують наступним чином: 50 г молібденовокислого амонію розчиняють в 500 см3 води при температурі 50 °С, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм3, охолоджують якщо необхідно, фільтрують;

*розчин Г* готують наступним чином: змішують рівні об'єми розчинів А, Б і В у зазначеній послідовності і фільтрують. Розчин зберігають у бутлі з темного скла в холодному місці (допускається при кімнатній температурі).

***Побудова градуювального графіка*** Для побудови градуювального графіка в п'ять мірних колб місткістю 100 см3 вводять по черзі відмірені обсяги робочих розчинів відповідно до таблиці залежно від концентрації Р205 в аналізованому розчині так, щоб ця концентрація знаходилася в межах між найменшою та найбільшою концентраціями Р205в робочих розчинах. Розбавляють водою до обсягу приблизно 30 см3. Після цього доливають 40 см3 розчину Г (допускається приливати 25 см3 розчину Г). Розчини доливають водою до мітки за температури 20 °С (допускається при кімнатній температурі) і перемішують.

Через 15 хв (але не більше ніж через 60 хв) вимірюють оптичну густину або величини світлопропускання пофарбованих робочих розчинів щодо розчину порівняння з найменшою кількістю Р205. Робочі розчини готують одночасно з приготуванням аналізованого розчину, причому оптичну густину робочих розчинів вимірюють на початку і в кінці аналізу, визначають середнє арифметичне значення і будують градуювальний графік, відкладаючи на осі абсцис концентрацію Р205в 100 см3 розчину в міліграмах, а на осі ординат відповідні їм значення оптичної густини. .

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Номер розчину порівняння | Об'єм робочого розчину КН2РО4, см3 | Маса Р2О5 у мірній колбі місткістю 100 см3, мг |
| 1 | 5,0 | 1,0 |
| 2 | 7,5 | 1,5 |
| 3 | 10,0 | 2,0 |
| 4 | 12,5 | 2,5 |
| 6 | 15,0 | 3,0 |
| 7 | 17,5 | 3,5 |
| 8 | 20,0 | 4,0 |
| 9 | 22,5 | 4,5 |
| 10 | 25,0 | 5,0 |
| 11 | 27,5 | 5,5 |

**Дослід.** ***Визначення вмісту Р2О5***

1,0 г добрива зважують (результат зважування в грамах записують з точністю до четвертого десяткового знака), переносять у склянку або конічну колбу місткістю 250-300 см3, змочують 5-10 см3 води і додають 30 см3 кислоти і води до об'єму 50 см3. Склянку накривають годинниковим склом і нагрівають спочатку повільно, а потім доводять до кипіння і повільно кип'ятять 30 хв для перекладу поліфосфатів в ортофосфати - 60 хв, час від часу перемішуючи скляною паличкою, додаючи воду по мірі упарювання розчину до об'єму приблизно 50 см3.

Після кип'ятіння розчин розбавляють водою вдвічі і переносять разом з осадом у мірну колбу місткістю 250 або 500 см3 ретельно обмиваючи стінки водою. Після охолодження до кімнатної температури об'єм розчину доводять водою до мітки, перемішують і фільтрують, відкидаючи перші порції фільтрату.

У мірну колбу місткістю 100 мл перенести піпеткою 1 мл фільтрату, додати 49 мл дистильованої води, 25 мл розчину Г, долити водою до позначки і перемішати. Залишити колбу на 10 хвилин для утворення жовто-забарвленого фосфорновадієвомолібденового комплексу. Виміряти оптичну густину цього комплексу при довжині хвилі X = 430-450 нм щодо розчину порівняння. За градуювальним графіком знайти масу Р2О5 у мірній колбі місткістю 100 см3, мг. Розрахувати вміст Р2О5 (С) за формулою



де g – наважка суперфосфату, мг;

а – вміст Р2О5 за градуювальним графіком.

ВИСНОВОК. В висновку зазначити вміст Р2О5 в зразку добрива, що аналізується.