

Dátum:  
18.12.2008

# Kyselina fosforová

Anton Repko

## Teória

Kyselina fosforová bola pripravená výmenou iónov na kyslom katexe. Je to tepelne málo stála látka, preto bola pri odparovaní použitá teplota maximálne 40 °C.

## Chemikálie

$\text{NaH}_2\text{PO}_2$  ( $M = 87,98 \text{ g.mol}^{-1}$ ), konc. HCl p.a.

## Aparatúra

rotačná vákuová odparka, 500 ml kolóna s 400 ml katexu Wofatit, 500 ml zábrusová banka s okrúhlym dnom, univerzálne pH papieriky

## Pracovný postup

### *Regenerácia katexovej kolóny*

Kolónu s 400 ml katexu Wofatit som premyl 100 ml HCl 1:1 (5 M) a 400 ml vody rýchlosťou 1 kvapka za sekundu. Potom som kolónu premyl 200 ml vody rýchlosťou 3 kvapky za sekundu do neutrálnej reakcie na pH papierik.

### *Príprava $\text{H}_3\text{PO}_2$ z $\text{NaH}_2\text{PO}_2$*

Rozpustil som 15 g (170 mmol)  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  v 50 ml vody, nalial na kolónu, odpustil vodu a fosforan nechal nasiaknúť 20 minút. Potom som kolónu eluoval 150 ml vody 1 kvapku za sekundu do kyslej reakcie, kedy som začal zachytávať roztok kyseliny fosfornej do 500 ml banky s okrúhlym dnom. Eluoval som ďalej vodou do neutrálnej reakcie (zachytených asi 270 ml) a potom ešte 80 ml vody. Roztok kyseliny fosfornej som odparoval do asi 20 ml na rotačnej vákuovej odparke 6 hodín pri 40 °C. Kolónu som regeneroval pomocou HCl podľa predchádzajúceho kroku. Získal som 9,55 g kyseliny fosfornej (max. 147 mmol) s neznámym obsahom vody.

### *Kryštalizácia $\text{H}_3\text{PO}_2$*

Zlial som produkty zo všetkých preparácií pomocou etanolu a odparoval na rotačnej vákuovej odparke pri teplote 35 °C. Na odstránenie vody som odparoval s 40, 40 a 20 ml absolútneho etanolu. Výsledná kvapalina mala hmotnosť 41,12 g. Prelial som ju do kadičky, naočkoval kryštálkom  $\text{H}_3\text{PO}_2$  a nechal kryštalizovať v exsikátore nad  $\text{P}_4\text{O}_{10}$  v chladničke.

## Charakterizácia

$^{31}\text{P}$  NMR (300 MHz) v  $\text{D}_2\text{O}$ : (nebola použitá referencia)

$\delta$  [ppm]: 11.15 (4P, p,  $\text{PD}_2$ ,  $^1J_{\text{PD}_2} = 212 \text{ Hz}$ ), 11.48 (4P, d×t, PHD,  $^1J_{\text{PH}} = 1385 \text{ Hz}$ ): {9.17 (2P, t, PHD,  $^1J_{\text{PD}} = 212 \text{ Hz}$ ), 13.79 (2P, t, PHD,  $^1J_{\text{PD}} = 212 \text{ Hz}$ )}, 11.82 (1P, t,  $\text{PH}_2$ ,  $^1J_{\text{PH}_2} = 1385 \text{ Hz}$ )

$^{31}\text{P}$  { $^1\text{H}$ } NMR (300 MHz) v  $\text{D}_2\text{O}$ : (spektrum nebolo integrované)

$\delta$  [ppm]: 11.15 (1P, p,  $\text{PD}_2$ ,  $^1J_{\text{PD}_2} = 212 \text{ Hz}$ ), 11.48 (1P, t, PHD,  $^1J_{\text{PD}} = 212 \text{ Hz}$ ), 11.82 (1P, s,  $\text{PH}_2$ )

V meranej zmesi prebehla čiastočná substitúcia deutériom -  $\text{DOPH}_2$  :  $\text{DOPHD}$  :  $\text{DOPD}_2$   
= 1:4:4

## **Záver**

Bola pripravená kyselina fosforová vo forme bezfarebných kryštálov veľmi dobre rozpustných vo vode.

## **Literatúra**

[1] Podlahová, Kratochvíl: Pokročilé cvičení z anorganické chemie