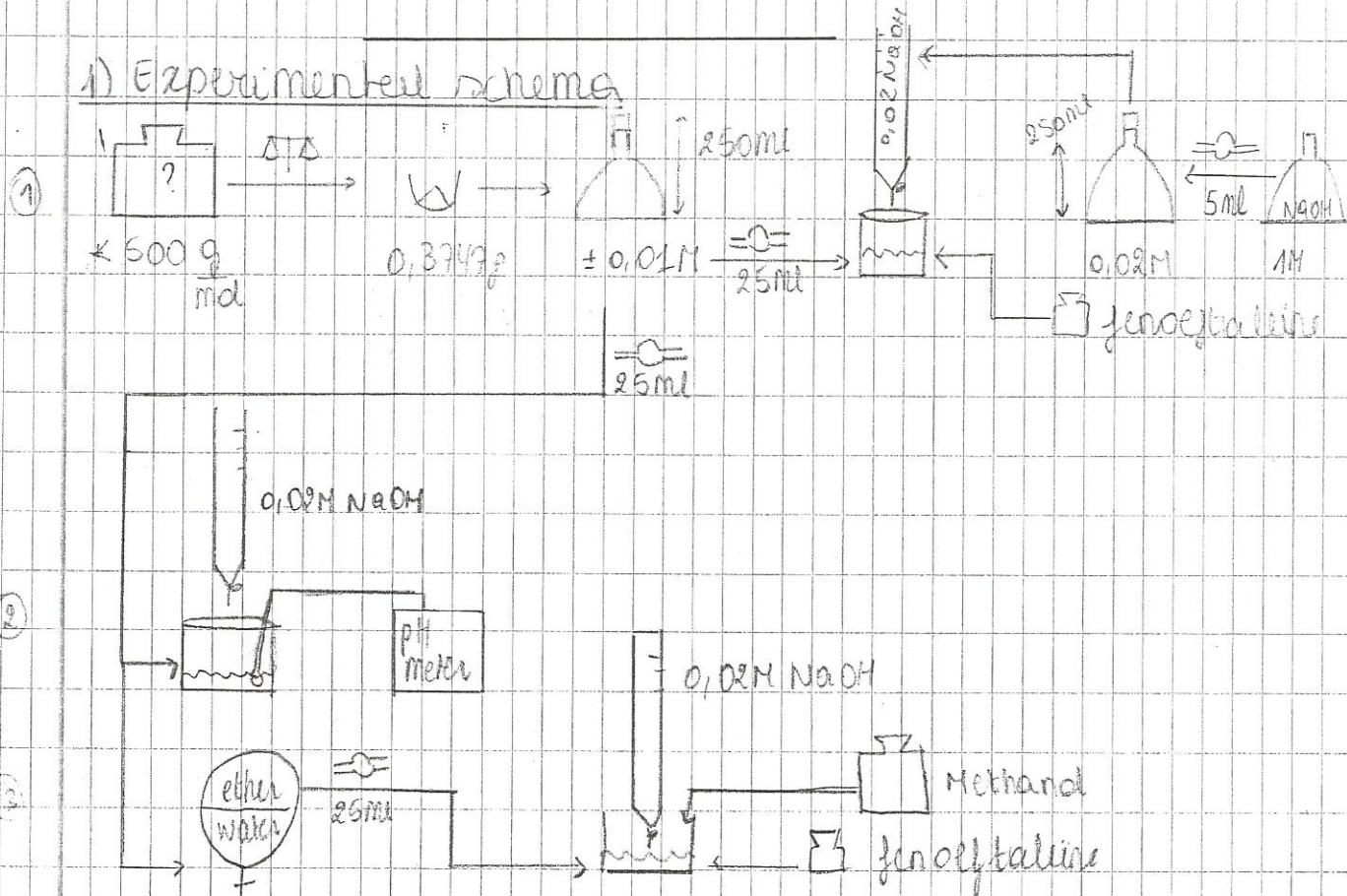


Niels LeFebvre, Geoffrey Schreiber, Magali Trich
 3 BIR
 28111141

Identificatie van onbekend organisch zuur en bepaling van extrahierendement

1) Experimenteel schema



2) Materiaal en methoden

2.1 Voorbereiding

• Zuur

(Op aanwijzing van Sammy gingen we van een M_r van 150 g/mol af.)

$$n = C \cdot V \Rightarrow 0,01 M \cdot 0,250 l = 0,0025 \text{ mol}$$

$$m = n \cdot M \Rightarrow 0,0025 \text{ mol} \cdot 150 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,375 \text{ g afwegen en oplossen in}$$

250 ml → Effectief afgewogen: 0,3747 g.

uit tijdsbesparende overweging werd er 0,02M NaOH aangemaakt.

$$C_1 V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$V_1 = \frac{0,02 \cdot 0,25}{1} = 5 \text{ ml oplossen in } 250 \text{ ml water.}$$

3) Resultaten

3.1 Kleurtitratie

Een kleurtitratie is een eenvoudige manier om het EP te bepalen en hiermee een idee te krijgen van het molair gewicht.

Bij de kleuromslag van fenofthaleïne was er 27,6 ml NaOH (0,02M) toegevoegd aan 25 ml onbekende ($\pm 0,01M$). Hieruit kan er worden afgeleid dat de onbekende een tweewaardig zuur is. Twee equivalenten NaOH reageren hier met 1 equivalent van het onbekende zuur. Hieruit is het H₂ bepaald:

$$27,6 \text{ ml} \Rightarrow 0,0276 \text{ l} \cdot 0,02 \text{ M NaOH} = 0,552 \text{ mmd zuur! weggevoegd in } 25 \text{ ml.}$$

$$0,552 \text{ mmd} \times 10 = 5,52 \text{ mmd in } 250 \text{ ml aanwezig.}$$

$$0,3747 \text{ g (afgewogen)} : 5,52 \text{ mmd} = 62,9 \text{ g/md}$$

MAAR per molecuul zuur worden er 2 moleculen NaOH verbruikt

$$\frac{62,9 \text{ g}}{\text{md}} \cdot 2 = 125,87 \frac{\text{g}}{\text{md.}}$$

Er werd ons meegedeeld dat onbekende 2 een dihydraat is. Het zuur op zich weegt dan $\frac{36 \text{ g}}{\text{md}}$ minder $\Rightarrow 89,9 \text{ g/md.}$

3.2 Potentiometrische titratie

Met behulp van de pH kan de sprong in de titratiecurve worden waargenomen. Om de 0,5 mL toegevoegde NaOH werd de pH afgelezen. De titratiecurve kan in bijlage worden gevonden.

Om de equivalentiepunten en pKa's te bepalen wordt er opgewerkt met de 2^e afgeleide van de titratiecurve. Ook deze grafiek is in de bijlage te vinden.

De 2^e afgeleide wordt als volgt opgesteld:

ml NaOH	pH	x'	y'	x''	y''
		$\Delta \text{ml}/2$	$\Delta \text{pH} / \Delta \text{ml}$	$\Delta(\Delta \text{ml})$	y' / x'
titratiecurve				2 ^{de} plot	

Tussen de 30,5 mL en 31,5 mL NaOH toegevoegd ligt het 2^e EP.

Dit is te zien op de grafiek van de 2^e afgeleide. Om nauwkeurig het EP te bepalen is er gewerkt met interpolatie.

Mbv de regressie-richte $y = -13,56x + 420,98$ gelijk te stellen aan nul ($y=0$) werd een x van 31,05 mL gevonden.

Het EP₂ ligt dus bij 31,05 mL toegevoegde NaOH.

Het 1^e EP is niet af te leiden uit geen enkele grafiek, maar ligt theoretisch op $\text{EP}_2 (\text{ml})/2 = 15,525 \text{ mL}$ toeg. NaOH.

De pKa's zijn af te leiden uit $\text{pH} = \text{pKa} + \log \frac{C_{\text{zout}}}{C_{\text{zuur}}}$.

Een pKa-waarde betekent dat $C_{\text{zout}} = C_{\text{zuur}}$. De verhouding is dan 1 en het logaritme wordt nul. Dit komt voor in de helft van de equivalentie punten.

$$\text{pKa}_1 = 1/4 \text{ EP}_2 = 2,35$$

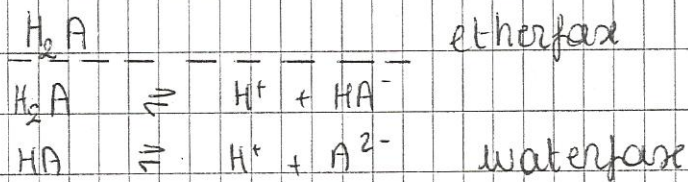
$$\text{pKa}_2 = 3/4 \text{ EP}_2 = 4,14$$

3) Extractie

Na extractie werd er twee maal een kleuttitratie uitgevoerd op de etherfase. De eerste keer werd er 1,6 mL NaOH toegevoegd tot een kleuromslag zichtbaar werd, de tweede keer 1,8 mL NaOH.

Omdat een schakering in een kleurintensiteit moeilijk te bepalen is, wordt er voort gerekend met het gemiddelde 1,7 mL NaOH.

• Bepaling D en K



$$D = \frac{\sum \text{alle vormen waterfase}}{\sum \text{alle vormen etherfase}} = \frac{[\text{H}_2\text{A}]_w + [\text{HA}^-]_w + [\text{A}^{2-}]_w}{[\text{H}_2\text{A}]_o}$$

$$= \frac{[\text{H}_2\text{A}]_w}{[\text{H}_2\text{A}]_o} \left[1 + \frac{[\text{HA}^-]_w}{[\text{H}_2\text{A}]_w} + \frac{[\text{A}^{2-}]_w}{[\text{H}_2\text{A}]_w} \right]$$

$$K_{a1} = \frac{[\text{HA}^-][\text{H}^+]}{[\text{H}_2\text{A}]} = 4,47 \cdot 10^{-3} \quad \text{en} \quad K_{a2} = \frac{[\text{A}^{2-}][\text{H}^+]}{[\text{HA}^-]} = 7,24 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{pH (initiaal)} = 1,63 \Rightarrow [\text{H}^+] = 0,023$$

$$= K_{\text{verd}} \left[1 + \frac{K_{a1}}{[\text{H}^+]} + \frac{K_{a1}K_{a2}}{[\text{H}^+]^2} \right]$$

$$D = \frac{\sum \text{mole fractie waterfase}}{\sum \text{mole fractie etherfase}} \cdot \frac{V_{\text{org}}}{V_{\text{water}}}$$

→ molfractie etherfase

$$0,02M \cdot 0,0017l = 3,4 \cdot 10^{-5} \text{ mol NaOH}$$
$$\hookrightarrow 1,7 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$$

→ waterfase (bij EP_2) $0,03104l \cdot 0,02M = 6,208 \cdot 10^{-4} \text{ mol NaOH}$

$$\hookrightarrow 3,04 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

verschillen molfractie waterfase:

$$3,04 \cdot 10^{-4} \text{ mol} - 1,7 \cdot 10^{-5} \text{ mol} = 2,87 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$D = \frac{2,87 \cdot 10^{-4} \text{ mol}}{1,7 \cdot 10^{-5} \text{ mol}} \cdot \frac{100 \text{ ml}}{25 \text{ ml}} = 67,53$$

$$K = \frac{D}{\left(1 + \frac{K_{a1}}{[H^+]} + \frac{K_{a1} K_{a2}}{[H^+]^2}\right)} = \frac{67,53}{1 + \left(\frac{4,47 \cdot 10^{-3}}{0,023}\right) + \frac{4,47 \cdot 10^{-3} \cdot 7,24 \cdot 10^{-5}}{(0,023)^2}}$$

$$K = 56,69$$

4) Conclusie

- uit de kleurtitratie werd er een moleculair gewicht van 89,9 g/mol bepaald.
- uit de potentiometrische titratie werden de pK_a 's bepaald:

$$pK_{a1} = 2,35 \text{ (onbetrouwbaar, zie opmerkingen)}$$
$$pK_{a2} = 4,14$$

⇒ Het onbekende zuur is oxaalzuur met een $M_r = 90 \text{ g/mol}$
en $pK_{a1} = 1,252$
 $pK_{a2} = 4,266$

- uit de extractie kwamen de waarden voor K en D =
D = 67,53
K = 56,68

5) Opmerkingen over de proef

De betekenis van K (verdelingscoëfficiënt): verhouding van een opgeloste stof in 2 niet mengbare fazen. Hier is dat de verdeling van het zuur in organische en waterfase.

6) Fouten

• Toevallige:

- meniscus (bij maatbeker en pipet) verkeerd aflezen
- afleiden kleuromslag indicator

• Systematische:

- indicator heeft een kleine invloed op pH omdat het zelf ook een concentratie heeft.
- fout op weegschaal, pH-meter

