

Úloha 3: Identifikace a stanovení koncentrace organické kyseliny

Zadané Úlohy

1. Připravte zásobní roztok hydroxidu sodného a pomocí titrace primárního standardu – dihydrátu kyseliny šťavelové – stanovte jeho přesnou koncentraci.
2. Pomocí acidobazické titrace s vizuální detekcí bodu ekvivalence stanovte celkovou koncentraci protonů v roztoku neznámé organické kyseliny.
3. Pomocí potenciometrické titrace stanovte disociační konstantu pK_{A1} nebo pK_{A2} předložené organické kyseliny. Podle zjištěné hodnoty pK_A identifikujte, jaká kyselina je přítomna ve vzorku, a určete její koncentraci.

Teoretický úvod

Práce s pH-metrem

Pro změření pH, které je chápáno jako záporný dekadický logaritmus koncentrace oxoniových kationů, využíváme pH-metru. Toto zřízení je citlivý voltmetr. Ten na svých elektrodách (v našem případě je používána sklěněná kombinovaná elektroda) měří změnu napětí.

Acidobazická titrace

Tato metoda určuje množství báze přítomné ve vzorku pomocí titrace odměrným roztokem kyseliny (acidimetrie), nebo množství kyseliny ve vzorku pomocí titrace odměrným roztokem báze (alkalimetrie). Acidobazický indikátor je látka, jež při vstupu se vzorek během titrace protonizuje, či deprotonizuje (chová se jako kyselina, nebo báze), přičemž změní barvu. Při titraci je směs neustále míchána v titrační baňce krouživými pohyby za pozvolného přidávání titračního činidla z byrety.

V našem případě je určována koncentrace neznámé organické kyseliny. Jako acidobazický indikátor je využit fenolftalein, jedná se tedy o alkalimetrii.

Stanovení přesné koncentrace zásobního roztoku

Při záměru stanovení přesné koncentrace zásobního roztoku je potřeba využít titrace primárního standardu. Primární standard je látka, která je relativně stálá a čistá a má především dobře definované složení.

Postup

Příprava odměrného roztoku hydroxidu sodného

Bylo připraveno 250 ml roztoku NaOH o koncentraci $c=0,1 \text{ mol/dm}^3$ (Bylo naváženo 1,00 g NaOH), poté odlito do odměrné baňky a zazátkováno. Obsah byl důkladně promíchán.

Stanovení přesné koncentrace odměrného roztoku hydroxidu

Bylo odváženo $m_1=0,0999 \text{ g}$ kyseliny šťavelové ($M_1 = 126,07 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$). Ta byla poté důkladně převedena (vymytím lodičky) do titrační baňky, kde byla rozpuštěna v 50 ml

destilované vody. Poté bylo přidáno pár kapek fenolftaleinu. Odměrným roztokem hydroxidu byla naplněna byreta. Hladina roztoku byla zarovnána na nulu. Roztok kyseliny šťavelové byl titrován až do vzniku trvalého fialového zbarvení. Celý proces byl zopakován třikrát.

Stanovení celkové koncentrace protonů v roztoku neznámé organické kyseliny

Z neznámé kyseliny bylo odpipetováno 20 ml, vzorek byl naředěn 30 ml destilované vody a bylo přidáno několik kapek fenolftaleinu. Tento roztok byl dále titrován roztokem NaOH, opět do začátku odbarvení. Postup byl opět třikrát zopakován.

Kalibrace pH-metru

Očištěná elektroda byla ponořena do neutrálního pufru o známé hodnotě pH a poté byl nastaven konstantní činitel závislosti pH na napětí, tak aby se na displeji zobrazila daná hodnota pH. Elektroda byla očištěna a proces byl zopakován na kyselém pufru. Proces byl znovu zopakován s neutrálním pufrem.

Stanovení disociační konstanty a identifikace neznámé organické kyseliny

Bylo odpipetováno 20 ml neznámé kyseliny, která byla zředěna 10 ml destilované vody. Do roztoku bylo vloženo magnetické míchadlo a kádinka byla postavena na magnetickou míchačku. Elektroda pH-metru byla položena do roztoku. Bylo zapsáno výchozí pH. Poté bylo přidáváno po 1,00 ml NaOH a vždy bylo zapsáno dané pH. Takto bylo postupováno až do přidání NaOH o objemu o 5,00 ml menší než objem NaOH pro neutralizaci při předchozí titraci. Déle byla +-5 ml od bodu ekvivalence přidávána NaOH po 0,50 ml a opět byla zapisována změna pH. Poté byl roztok NaOH opět přidáván po 1,00 ml až do převýšení ekvivalence o 15,00 ml. Z těchto údajů byla načrtnuta titrační křivka, podle ní bylo zjištěno že je kyselina jednosytná. Dále bylo určeno Pka kyseliny z prostřední spotřeby k ekvivalenci. Podle toho byla určena neznámá kyselina.

Výpočty

Měření pH při titrování neznámé kyseliny

$$pH = \frac{1}{2}(pK_a - \log(c_{H^+}))$$
$$pK_a = 2pH + \log(c_{H^+})$$
$$pK_a = 4.49$$

Náměřené hodnoty

Tab. 1. - Titrace kyseliny šťavelové

	hmotnost kys. šťavelové= ml (g)	spotřeba NaOH =V2 (ml)	koncentrace NaOH = c(NaOH) (mol.dm-3)
1. pokus	0,0999	15,80	0,1003
2. pokus	0,1008	15,20	0,1052
3. pokus	0,1000	14,90	0,1064

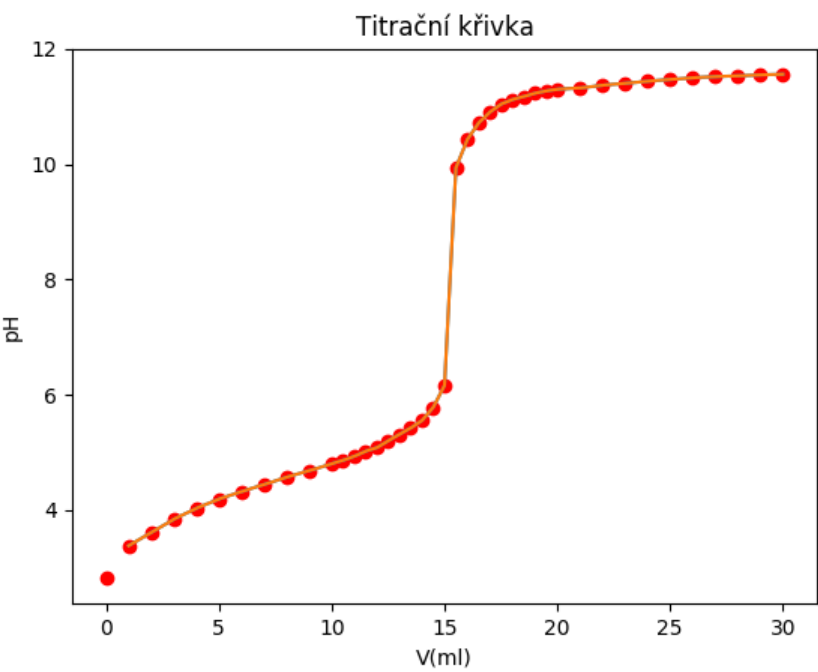
$$c_{NaOH} = 2 \frac{m_1}{M_1 \cdot V_2}$$

Tab. 2 - Titrace neznámé kyseliny

	spotřeba NaOH = V2 (ml)	koncentrace H+ = c(H+) (mol.dm-3)
1. pokus	15,20	0,076
2. pokus	15,10	0,076
3. pokus	15,00	0,075

$$c_{H^+} = \frac{c_{NaOH} \cdot V_2}{V_1}$$

Graf titrační křivky



Závěr

Hodnota p_{KA} nám vyšla 4,49, což odpovídá mezi kyselinu benzoovou a octovou. Provedli jsme čichovou zkoušku a určili tak, že kyselina byla octová. Chyba pravděpodobně vznikla nedostatečně přesným titrováním.