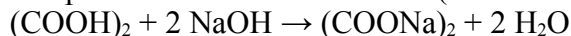


## Úloha 2 – Stanovení disociační konstanty kyseliny octové

### Úkol 1: Příprava a faktorizácia odmerného roztoku hydroxidu sodného

#### Úvod:

Roztok hydroxidu sodného je jedným zo základných odmerných roztokov v acidobázických titráciach. Nedá sa však pripraviť priamo s presnou koncentráciou, preto sa musí faktorizovať kyselinou šťaveľovou, ktorá ľahko kryštalizuje ako stabilný dihydrát. Neutralizácia potom prebieha do druhého stupňa na indikátor fenolftaleín (bod ekvivalencie leží v zásaditej oblasti):



Cieľová koncentrácia NaOH mala byť  $0,1 \text{ mol/dm}^3$  v 250 ml. Návažok vypočítam takto:

$$m_{\text{NaOH}} = c \cdot V \cdot M = 0,1 \cdot 0,25 \cdot 39,997 = 1,00 \text{ g}$$

Navážil som o 10 % viac (t.j. 1,1 g) kvôli prítomnosti uhličitanu sodného na povrchu granuliek hydroxidu. Presnú koncentráciu som potom určil pomocou návažku kyseliny šťaveľovej a spotreby stanovovaného roztoku hydroxidu sodného takto:

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{2 \cdot m_{(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}}{M_{(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \cdot V_{\text{NaOH}}}$$

#### Aparatúra:

odmerná banka 250 ml, dve titračné banky 250 ml, byreta 50 ml, kadičky 100 ml, 250 ml, porcelánová lodička, predvážky, digitálne analytické váhy (presnosť 0,1 mg)

#### Postup práce:

Na predvážkach som navážil 1,1 g NaOH a v kadičke (100 ml) opláchol približne 20 ml vody. Potom som pridal asi 50 ml vody a po rozpustení som roztok kvantitatívne preniesol do odmernej banky (250 ml) a doplnil vodou po rysku. Týmto roztokom som (po dvojnásobnom prepláchnutí) naplnil byretu. Odvážil som najprv na predvážkach 0,1 g kyseliny šťaveľovej a preniesol do titračnej banky. Presnú hmotnosť som určil diferenčne vážením na analytických váhach. Do titračnej banky som pridal 50 ml vody a tri kvapky fenolftaleínu. Titroval som hydroxidom sodným do prvého stáleho fialového zafarbenia titračnej zmesi. Tento postup som opakoval ešte dvakrát s ďalšími návažkami kyseliny šťaveľovej.

#### Výsledky:

Návažky kyseliny šťaveľovej, spotreby roztoku NaOH a vypočítané koncentrácie NaOH:

Návažok	Spotreba	Koncentrácia
0,1077 g	18,0 ml	0,09492 mol.dm <sup>-3</sup>
0,1135 g	19,0 ml	0,09477 mol.dm <sup>-3</sup>
0,1168 g	19,55 ml	0,09478 mol.dm <sup>-3</sup>

Priemer koncentrácií:  $0,09482 \text{ mol.dm}^{-3}$

Smerodajná odchýlka (percentuálne):  $0,0007 = 0,07 \%$

#### Záver:

Ochýlka jednotlivých hodnôt je dostatočne nízka, čo je očakávaným dôsledkom presného dodržiavania pracovných postupov odmernej analýzy.

## Úloha 2 – Stanovení disociační konstanty kyseliny octové

### Úkol 2: Stanovenie disociačnej konštanty kyseliny octovej

#### Úvod:

V tejto úlohe bol použitý elektronický pH-meter, ktorý ale bolo treba najprv kalibrovať. Tá sa previedla pomocou nastavenia konštantného člena a smernice použitých na prevod mV na pH.

V experimente sa k roztoku kyseliny octovej pridáva postupne roztok hydroxidu sodného, pričom sa odčítava pH. Pred dosiahnutím bodu ekvivalencie sa roztok správa ako pufor (je prítomný octan a kyselina octová), pre ktorého pH platí:

$$\text{pH} = \text{pK}_A + \log \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]}$$

V bode ekvivalencie pH prudko vzrastá a počas pridávania ďalšieho hydroxidu sa roztok správa už len ako zriedený hydroxid, ktorého látkové množstvo je rozdielom látkového množstva pridaného hydroxidu a pôvodného látkového množstva kyseliny. V bode, kedy je pridané presne polovičné množstvo hydroxidu v porovnaní s bodom ekvivalencie sa hodnota pH rovná hodnote  $\text{pK}_A$ .

#### Aparatúra:

elektronický pH-meter so sklenenou elektródou a ramenom na upevnenie elektródy, delená pipeta 10 ml, byreta 50 ml, kadička 100 ml, malé magnetické miešadielko, magnetická miešačka, kovový stojan

#### Pracovný postup:

Najprv som kalibroval pH-meter pomocou dvoch pufrov: pH 3,58 a pH 9,49. Pri prvom som nastavil konštantný člen a pri druhom smernicu. Keďže pri tomto postupe sa pri nastavení jedného rozladí druhé, kalibráciu som zopakoval ešte dvakrát, čím som dosiahol požadovanú presnosť.

Do kadičky som odpipetoval 20 ml 0,1 M kyseliny octovej a pridal magnetické miešadielko. Kadičku som postavil na magnetickú miešačku a upevnil som elektródu pH-metra, tak aby bola čo najlepšie ponorená v roztoku. Byretu som naplnil 0,1 M roztokom hydroxidu sodného a umiestnil nad kadičku. Zapol som miešačku a pH-meter. Počkal som 1 minútu a zaznačil som si hodnotu pH. Pridal som z byrety 1,00 ml roztoku NaOH, počkal a odčítal pH. Postup som opakoval až do spotreby 30 ml. Namerané hodnoty pH som vyniesol do grafu. Z grafu som odčítal spotrebu NaOH v bode ekvivalencie a odčítal hodnotu  $\text{pK}_A$  v mieste polovičnej spotreby.

Výsledky: (spotreba je v ml)

Spotreba (ml)	pH	Spotreba (ml)	pH	Spotreba (ml)	pH	Spotreba (ml)	pH
0	2,94	8	4,42	16	5,13	24	11,78
1	3,41	9	4,51	17	5,24	25	11,96
2	3,69	10	4,59	18	5,37	26	12,09
3	3,89	11	4,68	19	5,54	27	12,18
4	4,02	12	4,76	20	5,75	28	12,25
5	4,14	13	4,84	21	6,12	29	12,31
6	4,24	14	4,93	22	8,72	30	12,37
7	4,33	15	5,03	23	11,48		

Bod ekvivalencie: 22,2 ml

pH pri spotrebe 11,1 ml:  $\approx 4,70 = \text{pK}_A$

#### Záver:

Pri tomto spôsobe merania je pomerne ťažké presne určiť bod ekvivalencie a teda aj presnú hodnotu  $\text{pK}_A$ . Získaný výsledok však aj napriek tomu veľmi dobre odpovedá tabuľkovej hodnote.