

# 1. ROZDĚLOVACÍ ROVNOVÁHA KYSELINY OCTOVÉ V SYSTÉMU VODA-1-BUTANOL

Často prováděnou operací v chemické laboratoři je vytřepávání dané látky z vodného roztoku vhodným rozpouštědlem. Podstatou tohoto postupu je skutečnost, že látka třepaná se dvěma navzájem nemísitelnými rozpouštědly se mezi ně rozdělí určitým způsobem, který závisí na rozpustnosti této látky v každém rozpouštědle. Na základě Henryho zákona lze odvodit, že poměr koncentrací  $c_1$ ,  $c_2$  dané látky v obou rozpouštědlech je v rovnováze konstantní, nezávisle na jejich absolutní hodnotě. Platí tedy, že

$$\frac{c_1}{c_2} = k \quad (\text{I-1}),$$

kde  $k$  označuje rozdělovací koeficient. Tento vztah s koncentracemi platí ovšem jen pro zředěné roztoky. Hodnota koeficientu závisí na povaze látky i na povaze rozpouštědel a rovněž na teplotě. Hodnoty koncentrací musí být vyjadřovány ve stejných jednotkách. Rovnice (I-1) se nazývá Nernstův rozdělovací zákon. V tomto tvaru platí pouze tehdy, pokud se rozpuštěná látka vyskytuje ve stejné molekulární formě v obou rozpouštědlech. Pokud v jednom rozpouštědle částečně asociuje:



pak poměr  $c_1/c_2$  není za konstantní teploty stálý.

**Úkol: Stanovte rozdělovací koeficient kyseliny octové v systému voda - 1-butanol.**

**Experimentální vybavení:**

- 2 mol·dm<sup>-3</sup> CH<sub>3</sub>COOH v 1-butanolu
- 1-butanol
- 0,5 mol·dm<sup>-3</sup> NaOH
- 0,1 mol·dm<sup>-3</sup> NaOH
- fenolftalein
- 0,1 mol·dm<sup>-3</sup> (COOH)<sub>2</sub> ke stanovení přesné koncentrace NaOH
- 6 zásobních lahví o objemu 100 cm<sup>3</sup>
- 6 děliček o objemu 100 cm<sup>3</sup>
- titrační baňky o objemu 250 cm<sup>3</sup>
- pipety
- odměrný válec 100 cm<sup>3</sup>
- 10 kádinek o objemu 100 cm<sup>3</sup>
- byreta

### Pracovní postup:

Připravíme si po 50 cm<sup>3</sup> roztoků kyseliny octové v 1-butanolu o výsledných koncentracích kyseliny octové dle rozpisu níže:

Koncentrace CH <sub>3</sub> COOH [mol·dm <sup>-3</sup> ]	Koncentrace CH <sub>3</sub> COOH [mol·dm <sup>-3</sup> ]
1,00	0,25
0,75	0,10
0,50	0,05

Nezapomeňte si předem spočítat, jak budete roztoky ředit. Máte si připravit roztoky kyseliny octové v 1-butanolu. K dispozici máte 2 mol·dm<sup>-3</sup> CH<sub>3</sub>COOH v 1-butanolu. Ředit budete 1-butanolem.

Např. pro koncentraci 1 mol·dm<sup>-3</sup> CH<sub>3</sub>COOH v 1-butanolu si spočítáte ředění dle směšovací rovnice

$$c_{(1-M \text{ kys. octová})} \cdot V_{(1-M \text{ kys. octová})} = c_{(2-M \text{ kys. octová})} \cdot V_{(2-M \text{ kys. octová})} \quad (\text{I-3})$$

$$1 \cdot 50 = 2 \cdot V_{(2-M \text{ kys. octová})}$$

$$\frac{1 \cdot 50}{2} = V_{(2-M \text{ kys. octová})}$$

$$V_{(2-M \text{ kys. octová})} = 25$$

$$V_{(1-\text{butanol})} = 50 - 25 = 25$$

50 cm<sup>3</sup> výsledného roztoku o koncentraci 1 mol·dm<sup>-3</sup> CH<sub>3</sub>COOH v 1-butanolu získáte tedy smísením

25 cm<sup>3</sup> 2 mol·dm<sup>-3</sup> CH<sub>3</sub>COOH v 1-butanolu + 25 cm<sup>3</sup> 1-butanolu (čistého rozpouštědla)

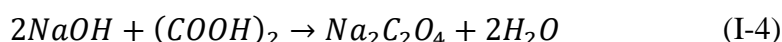
Obdobně si spočítáte i objemy pro další koncentrace a zapíšete do následující tabulky:

**Tabulka I-1:** Příprava roztoků kyseliny octové v 1-butanolu

Požadovaná koncentrace CH <sub>3</sub> COOH v 1-butanolu [mol·dm <sup>-3</sup> ]	Objem 2 mol·dm <sup>-3</sup> CH <sub>3</sub> COOH v 1-butanolu [cm <sup>-3</sup> ]	Objem 1-butanolu [cm <sup>-3</sup> ]
1,00	25	25
0,75	..	..
0,50	..	..
0,25	..	..
0,10	..	..
0,05	..	..

Do děličky odměrným válcem odměříme 50 cm<sup>3</sup> připravené směsi kyseliny octové v 1-butanolu a přilejeme stejný objem vody, tedy 50 cm<sup>3</sup> a 30 minut protřepáváme (všechny děličky, které střídáme, NE!!! že budeme třepat 30 min s 1 děličkou!!!). Poté roztok necháme ustát, aby došlo k dobrému rozdělení obou fází (nezapomeňte odšpuntovat děličky).

Stanovíme přesnou koncentraci používaných roztoků hydroxidů (0,5 a 0,1 mol·dm<sup>-3</sup> NaOH) pomocí standardního roztoku kyseliny šťavelové (0,1 mol·dm<sup>-3</sup> (COOH)<sub>2</sub>) na fenolftalein (do titrační baňky před titrací kapneme ≈ 3 kapky). Množství kyseliny šťavelové, které si odpipetujeme do titrační baňky, aby spotřeba hydroxidu při titraci byla ≈ 10 cm<sup>3</sup>, si musíme předem spočítat!!! Každou titraci provádíme minimálně 2x, pokud se spotřeba neliší o víc než 0,5 cm<sup>3</sup>. V případě rozdílů spotřeb více než 0,5 cm<sup>3</sup> je nutno provést třetí titraci.



Koncentraci kyseliny octové stanovíme tak, že z každé fáze (vrstvy) – celou vrstvu si odpustíme do kádinky - napipetujeme do titrační baňky 10 cm<sup>3</sup> vzorku (*ne dohromady, ale titraci provádíme pro každou fázi zvlášť!!!*), přilejeme 20 cm<sup>3</sup> vody a roztokem hydroxidu

titrujeme na fenolftalein (do titrační baňky před titrací přikápneme  $\approx 3$  kapky) do trvalého růžového zbarvení. Odebírané množství z vodné i butanolové vrstvy je  $10 \text{ cm}^3$ .



Tři koncentrovanější roztoky kyseliny octové titrujeme roztokem NaOH o koncentraci  $0,5 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ , tři zředěnější roztoky kyseliny octové titrujeme roztokem NaOH o koncentraci  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ , jak je uvedeno níže:

Koncentrace $\text{CH}_3\text{COOH}$ [ $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ ]	Koncentrace NaOH pro titraci [ $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ ]	Koncentrace $\text{CH}_3\text{COOH}$ [ $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ ]	Koncentrace NaOH pro titraci [ $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ ]
1,00	0,5	0,25	0,1
0,75		0,10	
0,50		0,05	

**Poznámka:** Před použitím je nutno vyzkoušet těsnost děliček. Pokud netěsní, namažeme je jemně tukem na zábrusy.

#### Vyhodnocení:

- Vypočítat přesnou koncentraci obou roztoků hydroxidů, které jsme stanovili pomocí kyseliny šťavelové

$$c_{\text{stanovovaná látka}} \cdot V_{\text{stanovovaná látka}} = f \cdot c_{\text{titrační činidlo}} \cdot V_{\text{titrační činidlo}} \quad (\text{I-6})$$

$$c_{\text{stanovovaná látka}} = \frac{f \cdot c_{\text{titrační činidlo}} \cdot V_{\text{titrační činidlo}}}{V_{\text{stanovovaná látka}}} \quad (\text{I-6a})$$

f je titrační faktor

- Experimentální data zapíšeme do tabulky

**Tabulka I-2:** Hodnoty pro výpočet rozdělovacího koeficientu kyseliny octové v systému voda-1-butanol

Dělička	Vodná fáze		Butanolvá fáze		k
	V <sub>1</sub> (NaOH) [cm <sup>3</sup> ]	c <sub>1</sub> (CH <sub>3</sub> COOH) [mol·dm <sup>-3</sup> ]	V <sub>2</sub> (NaOH) [cm <sup>3</sup> ]	c <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> COOH) [mol·dm <sup>-3</sup> ]	
1,00					
0,75					
0,50					
0,25					
0,10					
0,05					

- Ke každému použitému roztoku kyseliny uvedeme:
  - průměrnou spotřebu hydroxidu ve vodné a butanolvé fázi (na 2 desetinná místa)
  - výsledné vypočítané koncentrace (na 3 desetinná místa)
  - vypočítanou hodnotu rozdělovacího koeficientu (na 2 desetinná místa) (rov.1)
  - na závěr vypočítáme aritmetický průměr a směrodatnou odchylku této hodnoty
  - směrodatnou odchylku vypočítáte dle vztahu:

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2} \quad (\text{I-7})$$

- Do **závěru** protokolu nezapomeňte uvést:
  - co bylo cílem úlohy, co jste stanovovali, jak jste to provedli
  - kde jsou uvedena data (např. v tabulce 1)
  - stanovenou průměrnou hodnotu se směrodatnou odchylkou, ve tvaru
 
$$k = \text{prům. hodnota} \pm \text{směrodatná odchylka}$$
  - Pozor! – průměrná hodnota i směrodatná odchylka musí být uvedeny na stejný počet desetinných míst