

Stanovení kyseliny octové v obchodním octě

Princip:

Kyselina octová je slabá jednosytná kyselina s disociační konstantou $pK_a = 4,75$.

$$K_a = \frac{[H_3O^+] \cdot [CH_3COO^-]}{[CH_3COOH]} = 1,8 \cdot 10^{-5} \quad [13]$$

Jak vyplývá z výrazu pro disociační konstantu, je složení roztoku kyseliny octové závislé na hodnotě pH. Experimentální hodnota disociační konstanty kyseliny octové se odečte z titrační křivky jako hodnota pH v bodě, v němž je poměr koncentrací konjugované kyseliny a zásady právě roven jedné, tedy $[CH_3COOH]/[CH_3COO^-] = 1$.

Při titraci kyseliny octové hydroxidem sodným je vytvářen v titrovaném roztoku octanový pufr obsahující ještě netitrovanou kyselinu octovou a octan sodný vzniklý titrací kyseliny octové. Pufrační kapacitu octanového pufru lze v každém bodě titrace vypočítat podle vztahu:

$$\beta = \frac{d\beta}{dpH} = -\frac{da}{dpH} = 2,303 \cdot \frac{K_a \cdot [H_3O^+] \cdot (c_k + c_s)}{(K_a + [H_3O^+])^2} \quad [14]$$

kde c_k je koncentrace ještě netitrované kyseliny a c_s je koncentrace již vzniklé soli.

Neutralizace je acidobazická reakce (reakce kyselin a zásad), kterou využíváme pro kvantitativní stanovení látky ve zkoumaném vzorku. Metoda neutralizační odměrné analýzy je založena na titraci roztoku látky o neznámém složení pomocí odměrného roztoku o známé koncentraci. Bod ekvivalence se projeví změnou zbarvení acidobazického indikátoru.

Kyselinu octovou lze stanovit titrací odměrným roztokem hydroxidu sodného za použití fenolftaleinu jako indikátoru (*Alkalimetrie – neutralizační odměrná analýza*) nebo za použití potenciometrické indikace bodu ekvivalence (*nepřímá potenciometrie*). Bude se měřit závislost pH titrovaného roztoku na množství přidaného titračního činidla, odměrného roztoku 0,1-M NaOH. Grafickým znázorněním titrace s potenciometrickou indikací je titrační křivka, která vyjadřuje závislost elektromotorického napětí článku na objemu přidávaného titračního činidla. Měřené hodnoty se budou zapisovat do tabulky a po jejich vynesení do grafu se získá titrační křivka kyseliny octové.

Vyhodnocením této křivky se určí ekvivalenční bod, což je pH v bodě ekvivalence.

Úkol: Potenciometricky a pak odměrnou neutralizační titrací stanovte koncentraci kyseliny octové v obchodním octě.

Chemikálie: 0,1 mol/l hydroxid sodný
0,05 mol/l kyselina šťavelová
0,5 % fenolftalein
0,05 % methylořanž
pufr 4, 7
obchodní ocet (8 %) – donese student

Pomůcky: odměrná baňka 100 ml
byreta
pipeta 10 ml
kádinka 150 ml (2 ks)
titrační baňky 250 ml (4 ks)
pH-metr
tyčinka
míchačka

Postup:

Potenciometrické stanovení koncentrace kyseliny octové v obchodním octě

Nejprve stanovte přesnou koncentraci NaOH titrací odměrným roztokem kyseliny šťavelové (0,05 mol/l). Pro vlastní stanovení obsahu kyseliny octové v obchodním octě je nejprve nutné tento ocet naředit. Obchodní ocet zřeďte v odměrné baňce na 100 ml 10x (odpipetujte 10 ml vzorku obchodního octa a doplňte do 100 ml v odměrné baňce destilovanou vodou po rysku). Z takto zředěného roztoku odpipetujte 10 ml do kádinky. Proveďte kalibraci pH-metru pomocí dvoubodové kalibrace (nejprve pH 7, poté pH 4). Zapište nulovou počáteční hodnotu pH vzorku. Vzorek titrujte za stálého míchání odměrným roztokem 0,1-M NaOH při přidávcích po 1 ml. Po každém jednotlivém přidávku titračního činidla (0,1-M NaOH) změřte pH roztoku. Titrujte do spotřeby 20 ml.

Údaje o pH roztoku vzorku a objemu titračního činidla v jednotlivých přídavecích zapisujte do tabulky. Odečtete bod ekvivalence a určete koncentraci kyseliny octové v octě.

Alkalimetrické stanovení kyseliny octové v obchodním octě

Nejprve stanovte přesnou koncentraci NaOH titrací odměrným roztokem kyseliny šťavelové (0,05 mol/l). Pro vlastní stanovení obsahu kyseliny octové v obchodním octě je nejprve nutné tento ocet naředit. Obchodní ocet zřed'te v odměrné baňce na 100 ml 10x (odpipetujte 10 ml vzorku obchodního octa a doplňte do 100 ml v odměrné baňce destilovanou vodou po rysku). Z takto zředěného roztoku odpipetujte 10 ml do titrační baňky a přidejte 2 kapky fenolftaleinu. Bezbarvý vzorek titrujte za stálého míchání odměrným roztokem 0,1-M NaOH do prvního trvalého fialového zbarvení. Odečtete spotřebu odměrného roztoku (0,1-M NaOH). Titraci opakujte ještě 3x a vypočítejte průměrnou spotřebu odměrného roztoku 0,1-M NaOH. Vytvořte tabulku jednotlivých spotřeb a průměrnou hodnotu spotřeby odměrného roztoku použijte pro závěrečný výpočet koncentrace kyseliny octové.

Hustoměrem změřte hustotu octu a hodnotu zapište.

Zbytky chemikálií vyléváme do zvláštního barelu.

Výpočty:

1. Napište rovnici reakce NaOH a (COOH)₂, vypočtete na základě rovnice faktor titrace F_t , vypočtete přesnou koncentraci NaOH, s kterou budete dále počítat.
2. Výpočet hmotnosti kyseliny octové v obchodním octu stanovené potenciometricky a alkalimetricky.

$$m(\text{CH}_3\text{COOH}) = V_{p,a}(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot F_t \cdot F_z \quad [15]$$

$m(\text{CH}_3\text{COOH})$ je hmotnost kyseliny octové v g;

$c(\text{NaOH})$ je látková koncentrace NaOH v mol/l;

$V_p(\text{NaOH})$ je objem odměrného činidla NaOH v bodě ekvivalence stanovené potenciometricky v l;

$V_a(\text{NaOH})$ je objem odměrného činidla NaOH v bodě ekvivalence stanovené alkalimetricky v l;

$M(\text{CH}_3\text{COOH})$ je molární hmotnost kyseliny octové;

F_t, F_z je faktor titrace, faktor zředění.

3. Výpočet koncentrace kyseliny octové v obchodním octu

$$c(\text{CH}_3\text{COOH}) = \frac{n(\text{CH}_3\text{COOH})}{V(\text{octa})} \quad [16]$$

$c(\text{CH}_3\text{COOH})$ je molární koncentrace kyseliny octové v octě v mol/l;

$n(\text{CH}_3\text{COOH})$ je látkové množství rozpuštěné látky v mol;

$V(\text{octa})$ je objem vzorku octa pipetovaný při analýze v l.

4. Výpočet hmotnostního zlomku kyseliny octové v obchodním octu

$$w_{\%}(\text{CH}_3\text{COOH}) = \frac{m(\text{CH}_3\text{COOH})}{\rho(\text{octa}) \cdot V(\text{octa})} \cdot 100 \quad [17]$$

$w_{\%}(\text{CH}_3\text{COOH})$ je hmotnostního procento kyseliny octové v octě v %

$m(\text{CH}_3\text{COOH})$ je hmotnost kyseliny octové (výpočet 6) v g

$V(\text{octa})$ je objem vzorku octu pipetovaný při analýze v l

$\rho(\text{octa})$ je hustota octa změřená hustoměrem v kg/m³

Vyhodnocení:

Do tabulek запиšte naměřené i vypočtené hodnoty potenciometrického i alkalimetrického stanovení kyseliny octové v octě.

Vypočtete koncentraci kyseliny octové v obchodním octě. Z vypočtených hodnot obsahu kyseliny octové vypočtete chybu stanovení. (Vycházejte ze skutečnosti, že obchodní ocet by měl obsahovat 8% CH₃COOH.) V závěru proved'te diskusi k rozdílně naměřeným hodnotám. Zakreslete titrační křivku kyseliny octové.

Stanovení obsahu kyseliny fosforečné v Coca-Cole®

Princip:

Kyselina fosforečná je trojsytná kyselina a přísluší jí tedy tři disociační konstanty:

$$K_{a,1} = \frac{[H_3O^+] \cdot [H_2PO_4^-]}{[H_3PO_4]} = 7,5 \cdot 10^{-3}, \quad pK_{a,1} = 2,12 \quad [18]$$

$$K_{a,2} = \frac{[H_3O^+] \cdot [HPO_4^{2-}]}{[H_2PO_4^-]} = 6,2 \cdot 10^{-8}, \quad pK_{a,2} = 7,21 \quad [19]$$

$$K_{a,3} = \frac{[H_3O^+] \cdot [PO_4^{3-}]}{[HPO_4^{2-}]} = 4,8 \cdot 10^{-13}, \quad pK_{a,3} = 12,32 \quad [20]$$

Jak vyplývá z výrazu pro disociační konstantu, je složení roztoku kyseliny fosforečné závislé na hodnotě pH. Experimentální hodnoty disociační konstanty kyseliny fosforečné se odečtou z titrační křivky jako hodnoty pH v bodech, kde jsou poměry koncentrací konjugované kyseliny a zásady právě rovny jedné, tedy:

$$\frac{[H_3PO_4]}{[H_2PO_4^-]} = 1 \quad [21]$$

$$\frac{[H_2PO_4^-]}{[HPO_4^{2-}]} = 1 \quad [22]$$

$$\frac{[H_2PO_4^{2-}]}{[PO_4^{3-}]} = 1 \quad [23]$$

Nápoj typu „Cola“ obsahuje kyselinu fosforečnou (Coca-Cola®), případně citronovou (Pepsi-Cola®), jejichž koncentraci lze stanovit titrací roztokem NaOH. Tmavé zbarvení nápoje znemožňuje použití barevných indikátorů, a proto je nutno stanovit body ekvivalence potenciometricky. *Potenciometrie* je nejčastější fyzikální metodou, kde se bod ekvivalence vyhodnocuje ze závislosti napětí mezi dvěma elektrodami ponořenými v titrovaném roztoku na objemu přidávaného činidla.

Při potenciometrické titraci použijete skleněnou elektrodu jako indikační, neboli měrnou, a kombinovanou elektrodu jako referentní, neboli srovnávací. Budete měřit závislost pH titrovaného roztoku na množství přidaného titračního činidla, odměrného roztoku 0,2 M-NaOH. Měřené hodnoty budete zapisovat do tabulky a po jejich vynesení do grafu získáte titrační křivku kyseliny fosforečné. Vyhodnocením této křivky určíte ekvivalenční

body, což je pH v bodě ekvivalence. Při vyhodnocení využijeme skutečnosti, že daná kyselina je vícesytná, takže jako spotřebu k výpočtu bereme rozdíl mezi prvním a druhým bodem ekvivalence. Je-li spotřeba do menší než mezi prvním a druhým bodem, je kyselina už částečně zneutralizována.

Kyselinu fosforečnou lze stanovit i *alkalimetry*. Při alkalimetrickém stanovení je možné rozlišit disociaci pouze do prvního a druhého stupně; třetí stupeň disociace již nelze rozlišit, neboť HPO_4^{2-} je již příliš slabá kyselina. Pro zjištění ekvivalenčního bodu lze použít acidobazické indikátory. Pro titraci do 1. stupně methylová oranž a pro titraci do 2. stupně fenolftalein.

Při titraci původního vzorku by rušivě působil oxid uhličitý, který se ve vodě rozpouští za vzniku kyseliny uhličitě H_2CO_3 a je ho proto nutné před titrací odstranit vyvařením.

Úkol: Potenciometricky stanovte a vypočítejte koncentraci kyseliny fosforečné v Coca-Cole®.

Odměrnou neutralizační analýzou stanovte a vypočítejte koncentraci kyseliny fosforečné ve vzorku.

Chemikálie: 0,2 mol/l hydroxid sodný
0,05 mol/l kyselina šťavelová
1 mol/l kyselina fosforečná
Pufry 4,7
0,5 % fenolftalein
0,05 % methyloranž
nápoj Coca-Cola® (Pepsi-Cola®) – donese student

Pomůcky: odměrná baňka 100 ml, 500 ml
byreta
pipeta 10 ml
kádinka 250 ml, 600 ml
titrační baňky 250 ml (4 ks)
pH-metr
tyčinka
vaříč
míchačka

Postup:

Potenciometrické stanovení koncentrace kyseliny fosforečné v Coca-Cole®

Nejdřív je potřeba Coca-Colu® zbavit CO₂. Do 600 ml kádinky nalijte cca 200 ml Coca-Coly® a zahřejte na vařiči, aby došlo k vytěkání veškerého oxidu uhličitého. Vzorek nevařte, protože odpařením vody by se zmenšil objem. Vzorek ochlaďte. Dále stanovte přesnou koncentraci NaOH titrací odměrným roztokem kyseliny šťavelové (0,05 mol/l). Zkontrolujte nastavení pH-metru pomocí kalibračních roztoků, případně jej nakalibrujte (nejprve pH 7, poté 4).

Odpipetujte 50 ml vychladlého vzorku do kádinky. Změřte počáteční hodnotu pH roztoku a hodnotu запиšte. Tato hodnota odpovídá nulové spotřebě odměrného roztoku (0,2-M NaOH). Roztok Coca-Coly® titrujte roztokem hydroxidu sodného 0,2 mol/l při přidavcích po 1 ml a vždy promíchejte. Po každém jednotlivém přidavku titračního činidla změřte pH roztoku. Titrujte do pH 12 nebo do spotřeby 25 ml. Údaje o pH roztoku Coca-Coly® a objemu titračního činidla v jednotlivých přidavcích zapisujte do tabulky.

Zopakujte titraci s tím, že v okolí bodů ekvivalence (strmější změna pH) zmenšete přidavek na 0,5 ml, příp. na 0,2 ml. Na základě rozdílu hodnot spotřeby NaOH v 1. a 2. bodě ekvivalence vypočítejte koncentraci kyseliny fosforečné v Coca-Cole®.

Alkalimetrické stanovení kyseliny fosforečné ve vzorku

Ze vzorku H₃PO₄ (1-M H₃PO₄) odpipetujte 10 ml do 100 ml odměrné baňky a destilovanou vodou doplňte po rysku. Do titrační baňky odpipetujte 5 ml tohoto vzorku. Přidejte 2 kapky methyloranže. Růžový roztok titrujte za stálého míchání odměrným roztokem 0,2-M NaOH do prvního trvalého žlutého zbarvení. Odečtěte spotřebu odměrného roztoku (0,2-M NaOH) v 1. bodě ekvivalence. Do další titrační baňky odpipetujte opět 5 ml zředěného vzorku. Přidejte 3 kapky fenolftaleinu a dále roztok titrujte roztokem 0,2-M NaOH do růžového zbarvení. Odečtěte spotřebu odměrného roztoku (0,2-M NaOH) v 2. bodě ekvivalence.

Obě titrace opakujte ještě 2x a na základě rozdílu hodnot spotřeby NaOH v 1. a 2. bodě ekvivalence vypočítejte koncentraci kyseliny fosforečné ve vzorku.

Zbytky chemikálií vyléváme do zvláštního barelu.

Výpočty:

1. Napište rovnici reakce NaOH a $(\text{COOH})_2$, vypočtěte na základě rovnice faktor titrace F_t , vypočtěte přesnou koncentraci NaOH, s kterou budete dále počítat.
2. Výpočet koncentrace kyseliny fosforečné v Coca-Cole[®] a ve vzorku stanovené potenciometricky a alkalimetricky

$$c(\text{H}_3\text{PO}_4) \cdot V(\text{H}_3\text{PO}_4) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \quad [24]$$

kde

$c(\text{H}_3\text{PO}_4)$ je přesná látková koncentrace kyseliny fosforečné v mol/l

$V(\text{H}_3\text{PO}_4)$ je objem vzorku kyseliny fosforečné odpipetovaný k analýze v ml

$c(\text{NaOH})$ je látková koncentrace odměrného roztoku NaOH v mol/l

$V(\text{NaOH})$ je rozdíl spotřeby NaOH v 1. a 2. bodě ekvivalence v ml

Vyhodnocení:

Do tabulek запиšte naměřené i vypočtené hodnoty potenciometrického i alkalimetrického stanovení obsahu kyseliny fosforečné v Coca-Cole[®] a ve vzorku.

Vypočtěte obsah kyseliny fosforečné v Coca-Cole[®] a ve vzorku. Vytvořte titrační křivku kyseliny fosforečné při obou titracích.