

I.1 PREZENTACE VÝSLEDKŮ – POŽADAVKY NA PROTOKOLY

Řádné vedení protokolu každé laboratorní práce, jakož i pečlivé zpracování výsledků jsou předpokladem zdárného splnění uloženého úkolu. Veškeré údaje o práci při vlastním měření přesně zaznamenáváme do laboratorního deníku (viz GLP). I vynechání jediného údaje může celou práci znehodnotit. Protokol, psaný na PC -formát A4, musí být zpracován tak, aby byl i bez skript srozumitelný. Podle protokolu by měl být experiment reprodukovatelný.

Protokol o vykonané práci by měl obsahovat:

- datum, kdy byla práce vykonána, jméno autora, studijní obor
- název úkolu
- Experimentální vybavení (chemikálií, laboratorní nádobí a přístroje) použité při měření
- stručný popis vlastní práce jak byla úloha ve cvičení provedena (včetně případných odchylek od návodu).
- tabulky s naměřenými hodnotami
- příslušné grafy
- náznak výpočtu a tabulku s vypočtenými hodnotami
- závěr obsahující souhrn dosažených výsledků tj. uvedení výsledků práce, jejich srovnání s teoretickými nebo tabelovanými hodnotami
- zhodnocení, zda byl splněn úkol dané úlohy

TABULKY

Experimentální údaje se sestavují do tabulek. Každá tabulka musí být označena číslem a názvem. Tabulky obsahují logicky uspořádané sloupce (výjimečně řádky) jednotlivých měřených veličin. Pokud je měřených hodnot více, v prvním sloupci je zpravidla pořadové číslo. V záhlaví každého sloupce je zpravidla zlomek, v jehož čitateli je označení dané veličiny a ve jmenovateli jednotka, ve které jsou příslušné číselné hodnoty uvedeny. Součástí tabulky je legenda, ve které je uvedeno, o jakou závislost a za jakých podmínek jde., – u všech veličin (kromě bezrozměrných) musí být uvedeny správné jednotky, – přesnost (počet platných cifer), s níž jsou data uvedena v tabulce, musí odpovídat pravidlům, nutno doplnit výpočet chyb měření – viz. Kapitola **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**, str. **Chyba! Záložka není definována.**

GRAFY

Závislosti se nejnázorněji sdělují ve formě grafů. Grafy jsou zpravidla uzavřené do čtverce, o velikosti okolo 10x10 cm. Číselnými hodnotami se popisují pouze začátky a konce os, které jsou zvoleny tak, aby byla maximálně využita plocha grafu (osy nemusí tedy začínat nulou). Počet dílků, které usnadňují orientaci na jednotlivých osách, by měl být nejvýše deset. Součástí popisu os jsou i jednotky příslušných veličin, pokud jde o bezrozměrná čísla, pak se místo jednotek uvádí označení veličiny. Experimentální body se znázorňují jako uzavřené body (kolečka, čtverečky, apod. – vyplněné nebo prázdné). Body se prokládají spojitou křivkou, která odpovídá teoretické závislosti obou veličin a vlivem náhodné chyby zpravidla prochází okolo bodů. Pokud neuvádíme teoretickou křivku, ponecháme v grafu jen body, pouze ve výjimečných případech je můžeme spojit úsečkami, zpravidla pro zvýšení přehlednosti. V takovém případě je vhodné do textu uvést důvod, proč byly body spojeny. V jednom grafu je vhodné uvést více datových souborů, které se navzájem odliší tvarem bodů, pokud mají stejné veličiny na obou osách a nějak spolu logicky souvisí. Pravou osu je možné využít pro jinou proměnnou, která závisí na stejné proměnné jako proměnná na levé ose. Podobně jako u tabulky je součástí grafu rovněž legenda.

I.2 VZOROVÝ PROTOKOL

21. 10. 2013

Jméno Příjmení

Aplikovaná chemie - x. ročník

Pufrační kapacita a potenciometrické stanovení disociační konstanty

Úkol A): Určete pufrační kapacitu acetaátového pufru.

Experimentální vybavení: pH-metr, skleněná a kalomelová elektroda, standardní pufr, byreta, elektromagnetická míchačka, kádinky, 1M-NaOH, 0,1M-CH₃COOH, pipety.

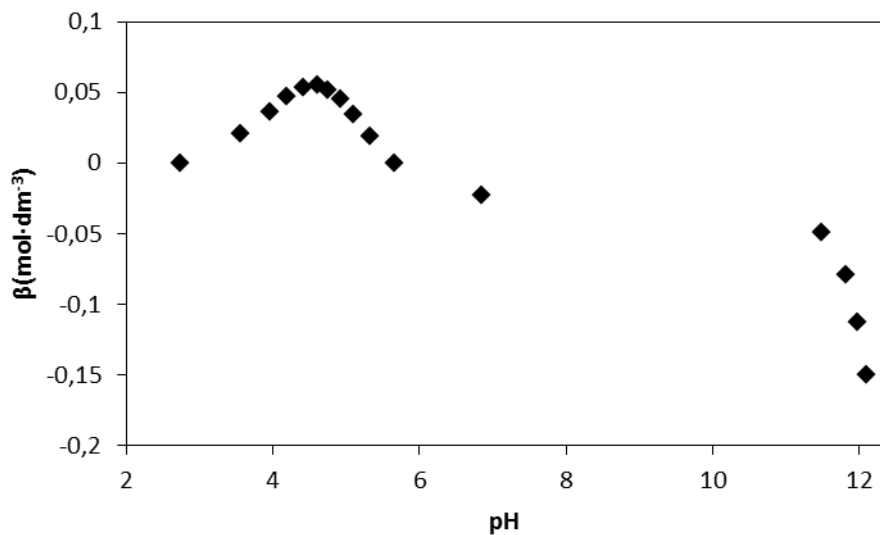
Pracovní postup: Nejdříve si pomocí standardních pufru nakalibrujeme pH-metr. Do kádinky si odpipetujeme 100 cm³ 0,1M-CH₃COOH a po 1 cm³ titrujeme roztokem NaOH. Po každém přidavku roztokem zapnutím elektromagnetické míchačky zamícháme a po jejím vypnutí změříme pH roztoku.

Vyhodnocení: Do tabulky zapíšeme spotřebu NaOH, jí odpovídající skutečnou koncentraci C_{A-}, změřené pH a pufrační kapacitu β, vypočítanou podle vztahu $\beta = \ln(10) \cdot c_{A-} \cdot (1 - c_{A-}/c_T)$. Závislosti $\beta = f(c_{A-})$ a $\beta = f(\text{pH})$ znázorníme rovněž graficky.

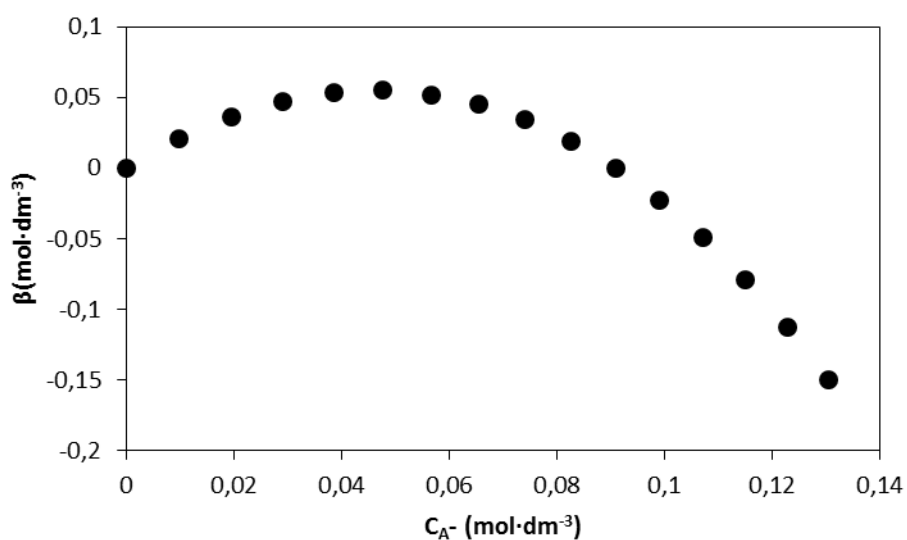
Příklad výpočtu: $\beta = \ln(10) \cdot (1.1/(100+1)) \cdot (1 - (1.1/(100+1)) / ((0.1 \cdot 100)/(100+1))) = 0,0205 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$

Tabulka 1: Hodnoty pH při titraci kyseliny octové hydroxidem sodným

V _{NaOH} / ml	pH	c _{A-} / mol.dm ⁻³	β / mol.dm ⁻³
0,00	2,73	0,0000	0
1,00	3,57	0,0099	0,021
2,00	3,97	0,0196	0,036
3,00	4,20	0,0291	0,047
4,00	4,42	0,0385	0,053
5,00	4,62	0,0476	0,055
6,00	4,76	0,0566	0,052
7,00	4,93	0,0654	0,045
8,00	5,10	0,0741	0,034
9,00	5,33	0,0826	0,019
10,00	5,66	0,0909	0
11,00	6,86	0,0991	-0,023
12,00	11,49	0,1071	-0,049
13,00	11,83	0,1150	-0,079
14,00	11,99	0,1228	-0,113
15,00	12,10	0,1304	-0,150



Obr. 1: Závislost β na pH pro acetátový pufr



Obr. 2: Závislost β na c_{A^-} pro acetátový pufr

Závěr: Cílem úlohy bylo určit pufrací kapacitu acetátového pufru. Tyto hodnoty jsou uvedeny v tabulce 1.

$$\beta_{\text{MAX}} = 0,055 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} \text{ při } \text{pH} = 4,62.$$

Úkol B): Na základě metody potenciometrického měření titračních křivek určete disociační konstantu kyseliny benzoové ve vodě.

Experimentální vybavení: pH-metr, skleněná a kalomelová elektroda, standardní pufrů ke kalibraci pH-metru, 0,1M-NaOH, 0,01 M roztok kyseliny benzoové, elektromagnetická míchačka, byreta na 25 cm³, kádinky, pipety

Pracovní postup: Pomocí pufrů o známém pH nakalibrujeme pH-metr. Do kádinky si odpipetujeme 50 cm³ kyseliny benzoové postavíme na elektromagnetickou míchačku a titrujeme po 0,2 cm³, v okolí bodu ekvivalence po 0,1 cm³ 0,1M-NaOH, po každém přidavku hydroxidu zamícháme a po vypnutí míchačky změříme pH. Za bodem ekvivalence (kolem 5,0 ml) přidáme ještě 3-4x po 0,1 ml a následně pro určení horního plata křivky postačí 3-4 hodnoty po 0,5 cm³ hydroxidu.

Vyhodnocení: Do tabulky запиšeme spotřeby hydroxidu, z nich vypočítané poměry koncentrací c_{A^-}/c_{HA} a příslušná změřená pH. Protože předpokládáme, že pH je měřeno s větší nepřesností než objem NaOH, vyčíslíme pK' ze

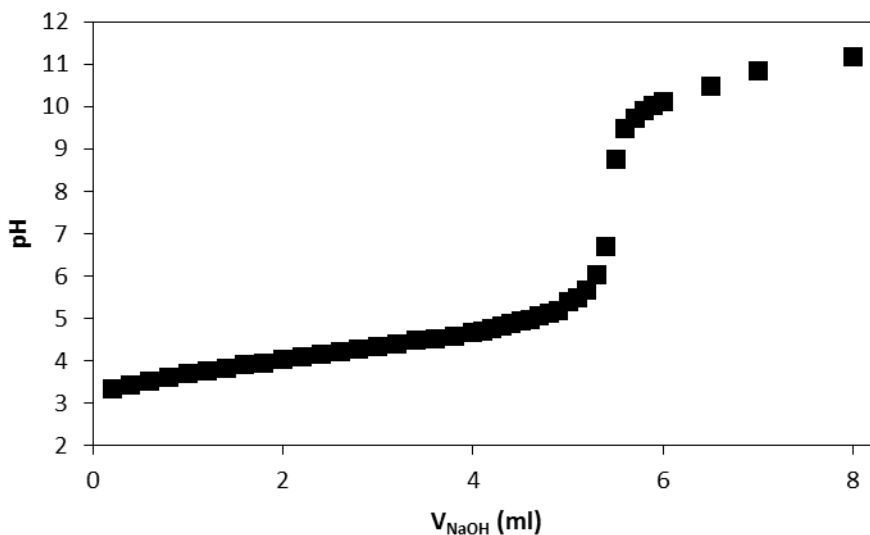
vztahu $pK'_A = pH - \log \frac{c_{A^-}}{c_T - c_{A^-}}$ pro každé měření zvlášť a vypočítáme aritmetický průměr pK' a směrodatnou

odchylku. Graficky znázorníme závislost pH na přidaném objemu NaOH.

Poznámka: Vzhledem k tomu, že nemáme ani kyseliny ani hydroxidy přesných koncentrací je možno počítat

disociační konstantu způsobem, který používá přesně určeného bodu ekvivalence. Výraz $\frac{c_{A^-}}{c_T - c_{A^-}}$ je možno

nahradit výrazem $b/s-b$, kde b je spotřeba NaOH odpovídající danému pH, s je spotřeba NaOH odpovídající bodu ekvivalence - např. 0,01M kyselina benzoová je titrována 0,1M-NaOH; bod ekvivalence 5,50; $pK'_A = 3,69 - \log (1/5,5-1) = 4,34$



Obr. 3: Závislost pH na přidaném objemu NaOH – titrační křivka kyseliny benzoové.

Tabulka 2: Závislost pH na přidaném objemu NaOH pro kyselinu benzoovou

Spotřeba NaOH ml	c _A /c _{HA}	pH	pK'
0,00	-	3,33	-
0,20	-	3,35	-
0,40	-	3,42	-
0,60	-	3,52	-
0,80	-0,769	3,61	4,38
1,00	-0,653	3,69	4,34
1,20	-0,554	3,75	4,39
1,40	-0,467	3,83	4,30
1,60	-0,387	3,91	4,30
1,80	-0,313	3,95	4,26
2,00	-0,243	4,02	4,26
2,20	-0,176	4,08	4,26
2,40	-0,111	4,14	4,25
2,60	-0,047	4,21	4,26
2,80	0,016	4,27	4,25
3,00	0,079	4,33	4,25
3,20	0,143	4,39	4,25
3,40	0,209	4,47	4,26
3,60	0,278	4,53	4,25
3,80	0,349	4,59	4,24
4,00	0,426	4,68	4,25
4,10	0,467	4,71	4,24

Spotřeba NaOH ml	c _A /c _{HA}	pH	pK'
4,20	0,509	4,76	4,25
4,30	0,554	4,82	4,27
4,40	0,602	4,87	4,27
4,50	0,653	4,93	4,28
4,60	0,709	4,98	4,27
4,70	0,769	5,05	4,28
4,80	0,836	5,13	4,29
4,90	0,912	5,18	4,28
5,00	1,000	5,39	4,39
5,10	1,106	5,47	4,36
5,20	1,239	5,68	4,44
5,30	1,423	6,04	4,62
5,40	-	6,70	-
5,50	-	8,74	-
5,60	-	9,47	-
5,70	-	9,73	-
5,80	-	9,90	-
5,90	-	10,01	-
6,00	-	10,10	-
6,50	-	10,49	-
7,00	-	10,85	-
8,00	-	11,18	-

pK'(průměr) = 4,26 ± 0,02.

Závěr: Cílem úlohy bylo na základě metody potenciometrického měření titračních křivek stanovit disociační konstantu kyseliny benzoové ve vodě. Disociační konstanta kyseliny benzoové je $4,26 \pm 0,22$. Tabulková hodnota pK' je 4,20.