

Praktikum z experimentálních metod biofyziky a chemické fyziky I.

Vypracoval: Martin Kříž, Vít Marek.

Dne: 13.11.2002

Úloha: 2

Základní techniky v chemické laboratoři

Úkol:

1. Připravte 0,1 N NaOH a titrujte tímto roztokem kyselinu chlorovodíkovou o neznámé koncentraci. Určete normalitu této kyseliny.

Pomůcky: HCl, NaOH, fenolftalein, titrační baňka, odměrka, odměrný válec 20 ml, pipety

2. Připravte 100 ml pufru o pH 7,3 podle Sørenseny (viz *tabulka 1*)

- vykalibrujte pH metr
- změřte pH pufru
- titrujte pufr kyselinou chlorovodíkovou (1,5 %), změřte pH vzniklého roztoku. Spotřebu při titraci a odezvu na pH metru zapisujte do tabulky, zpracujte do grafu a určete pufrací kapacitu připraveného pufru

Tabulka 1: Příprava pufru podle Sørenseny

pH	α	pH	α	pH	α
5.59	9.5	6.64	6.0	7.38	2.0
5.91	9.0	6.81	5.0	7.73	1.0
6.24	8.0	6.98	4.0	8.04	0.5
6.47	7.0	7.17	3.0		

α ml KH_2PO_4 se mísí s $(1-\alpha)$ ml Na_2HPO_4

3. 1 g sinice rozetřete ve třetí misce a vpravte do erlenky. Přidejte 60 ml roztoku acetonu (aceton/voda: 4/1) a třepejte 10 minut. Roztok přefiltrujte, sražejte 20-50 ml vody a rozdělte na 2 části:

- a) 200 ml dělička: 50 ml vody, 7 ml hexanu, roztok se sraženinou
- b) 200 ml dělička: 50 ml vody, 7 ml hexanu, 6,8 g NaCl roztok se sraženinou

Oba vzorky protřepejte a pozorujte je odděleně. Vzniklé rozdíly vysvětlete.

Teoretický úvod:

Molární koncentraci roztoku určíme podle vztahu

$$c = \frac{m}{M \cdot V} [\text{mol/dm}^3] \quad (1)$$

kde c je molární koncentrace, m hmotnost látky a M její molární hmotnost. Pufrací kapacita je počet molů silné kyseliny nebo zásady, které je nutné ke změně pH jednoho dm^3 vzorku o jednotku pH.

$$M_{\text{Na}_2\text{HPO}_4} = 141,962 \text{ g/mol}$$

$$M_{\text{H}_2\text{KHPO}_4} = 136 \text{ g/mol}$$

$$M_{\text{HCl}} = 36.461 \text{ g/mol}$$

$$M_{\text{NaOH}} = 39.998 \text{ g/mol}$$

Výsledky měření:

1. Pro přípravu 0,1 N NaOH jsme navážili 0,3988 g NaOH, rozpustili ve vodě a doplnili na 100 ml. Do titrační baňky jsme odměřili 20 ml 0,1 N NaOH, přidali 2 kapky fenolftaleinu a titrovali HCl o neznámé koncentraci. Toto měření jsme provedli 3 krát a výsledky spotřeby HCl jsme zapsali do *tabulky 2*. Z průměrné spotřeby HCl jsme pak určili její

Tabulka 2: Spotřeba HCl při titraci NaOH

Měření	V_{HCl} [ml]
1	5,8
2	5,7
3	5,8
Ø	5,8

normalitu

$$c_{\text{HCl}} = 0,345 \text{ N}$$

2. Podle *tabulky 1* je nejbližší pH 3,3 hodnota 3,38. Pro přípravu 100 ml pufru jsme použili 20 ml $\frac{1}{15}$ M KH_2PO_4 a 80 ml $\frac{1}{15}$ M Na_2HPO_4 . Pro přípravu 100 ml roztoku $\frac{1}{15}$ M Na_2HPO_4 jsme navážili 0,9461 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, pro 50 ml roztoku $\frac{1}{15}$ M KH_2PO_4 jsme navážili 0,4530 g KH_2PO_4 . Pak jsme smícháním daných množství obou roztoků připravili pufr.

pH metr jsme kalibrovali pomocí fosfátového (pH = 7) a borátového pufru (pH = 9). Změřili jsme pH námi připraveného pufru: pH = 7,212. Tato hodnota však neodpovídá tabulkové hodnotě (viz. *tabulka 1*). To je způsobeno chybou, kdy jsme při výpočtu zapomněli, že pro přípravu $\frac{1}{15}$ M Na_2HPO_4 jsme nepoužili čistý Na_2HPO_4 , ale $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Roztok tak obsahoval pouze 40% Na_2HPO_4 z předespaného obsahu. Pak jsme připravili 1,5% HCl a titrovali jsme jí připravený pufr. Chybu objemu HCl jsme odhadli na 0,05 ml. Závislost pH pufru na množství přidané HCl jsme zaznamenali do *tabulky 3* a do *grafu 1*.

Z *grafu 1* jsme odečetli ¹ množství HCl, pro které kleslo pH o jednotku

$$V_{\text{HCl}} = 3.99 \text{ ml}$$

Odpovídá-li 1,5% HCl koncentraci $c_{\text{HCl}} = 0.41 \text{ M}$, pak pufrační kapacita připraveného pufru je $0,016 \text{ mol/dm}^3$.

3. Podle návodu jsem připravili roztok ze sinice, vysráželi ho vodou a rozdělili na dvě části. Ty jsme dali do děliček podle zadání úkolu 3). Obsah obou děliček jsme důkladně protřepali a vypustili unikající plyn. V první děličce zůstalo zelené barvivo ve vodě, zatímco hexan zůstal čirý. Ve druhé děličce (s přídavkem NaCl) přešla část barviva i do hexanu.

¹v programu ORIGIN

Tabulka 3: pH pufru při titraci 1,5% HCl

Měření	V _{HCl} [ml]	pH	Měření	V _{HCl} [ml]	pH
1	0,0	7,212	8	4,0	6,216
2	0,5	7,080	9	4,5	6,078
2	1,0	6,965	10	5,0	5,921
3	1,5	6,842	11	5,5	5,717
4	2,0	6,720	12	6,0	5,511
5	2,5	6,596	13	6,5	5,212
6	3,0	6,466	14	7,0	4,574
7	3,6	6,329	15	7,5	2,592

Odpuštěním těžší vody jsme tak separovali hexan s rozpuštěným barvivem. K odpuštěné vodě jsme opět přidali hexan a postup opakovali.

Při přidání NaCl dochází k tzv. vysolování. Odstraňuje se solvátový obal barviva vlivem iontů solí. Polární molekuly vody mají k neutrálním iontům větší afinitu a desolvatované molekuly se tak shlukují - dochází k vysrážení. Při protřepání pak přechází vysrážené barvivo do hexanu.