

# Úloha č.1 – Rozdělovací koeficient n-oktanol/voda

**Úkol:** Stanovte rozdělovací koeficient n-oktanol/voda ( $K_{ow}$ ) naftalenu metodou třepací láhve

- 1.A Příprava a extrakce vzorku pomocí metody třepací láhve
- 1.B Stanovení naftalenu plynovou chromatografií
- 1.C Vyhodnocení GC chromatogramu
- 1.D Zpracování výsledků

1.A – Příprava a extrakce vzorku pomocí metody třepací láhve

## Pomůcky:

- ✓ 1 x stojan
- ✓ 1 x dělicí nálevka s teflonovým kohoutem (500 ml)
- ✓ ultrazvuková lázeň
- ✓ 2 x odměrný válec (50 ml, 500 ml)
- ✓ 1 x nálevka
- ✓ 2 x kádinka (500 ml, 100 ml)
- ✓ Pasteurovy pipety
- ✓ 5 x vialka (22 ml)
- ✓ 2 x vialka (2 ml)
- ✓ pipety, špičky
- ✓ laboratorní rukavice
- ✓ dusík pro odpařování

## Chemikálie:

- ✓ destilovaná voda
  - ✓ dichlormethan (DCM)
  - ✓ bezvodý síran sodný
- |  |           |
|--|-----------|
|  | CAS No.*  |
|  | 75-09-2   |
|  | 7757-82-6 |

\* Chemical Abstract Service Registry Number

## Postup práce:

- ✓ do dělicí nálevky nalijte 500 ml destilované vody a roztok naftalenu v n-oktanolu



- ✓ směs třepajte přibližně 10 minut (pozn. během třepání je nezbytné postupně upouštět nahromaděné plyny v dělicí nálevce)
- ✓ po ustavení rovnováhy oddělte vrstvy (vodná fáze x oktanolová fáze)

#### vodná fáze:

- vodnou fázi přelijte zpět do destilovanou vodou promyté dělicí nálevky
- přidejte 20 ml DCM a třepajte přibližně 10 min
- po ustavení rovnováhy oddělte vrstvy
- organickou fázi vysušte síranem sodným a přefiltrujte přes Pasteurovu pipetu
- pod proudem dusíku vzorek zahustěte na 1 ml

#### oktanolová fáze:

- oktanolovou fázi odpusťte do předem připravené vialky
- přesušte síranem sodným a zfiltrujte přes vatičku v Pasteurově pipetě
- vzorek 10x nařed'te (900 µl DCM a 100 µl vzorku) a převed'te do vialky o objemu 2 ml

### 1.B - Stanovení naftalenu plynovou chromatografií

#### Pomůcky:

- ✓ plynový chromatograf s plamenově ionizačním detektorem HP6890
- ✓ přečištěný extrakt vzorku ve vialce

#### Postup práce:

- ✓ analýzu proved'te na GC-FID
- ✓ vialky se vzorkem postavte na zásobník dávkovače a podívejte se, jaké číslo patří tomuto místu
- ✓ zkontrolujte, zda je v dávkovači umístěna mikrolitrová stříkačka, nádobky s rozpouštědlem a nádobky na odpad
- ✓ v dialogovém okně zkontrolujte jméno metody JANA60.M
- ✓ **Sequence – save Sequence as** – pojmenovat
- ✓ v okně **Sequence/Sequence Parameters** zapište jméno operátora, název souboru a popis vzorků
- ✓ **Sequence/Sequence Table** – vyplňte sekvenční tabulku a uložte sekvenci **Sequence/Save Sequence**
- ✓ spusťte analýzu **run Control – run Sequence**

## 1.C - Vyhodnocení GC chromatogramu

### Postup práce:

- ✓ pro vyhodnocení výsledků přepněte program na analýzu dat (**View/Data Analysis**)
- ✓ otevřete si příslušnou kalibrační tabulku **Calibration/Calibration Table**
- ✓ otevřete soubor analýzy (**File/Load Signal**), zintegrujte chromatogramy (**Integration/AutoIntegrate**)
- ✓ vytiskněte report (**Report/Print Report**)
  
- ✓ v reportu je uvedena zjištěná koncentrace naftalenu ve vodě a n-oktanolu ve vialce v ng/ml

## 1.D - Zpracování výsledků

### Postup práce:

- ✓ z experimentálně stanovených koncentrací naftalenu ve vodě a n-oktanolu vypočtete hodnotu  $\log K_{ow}$
- ✓ sestavte protokol, uveďte experimentálně zjištěnou hodnotu  $\log K_{ow}$  naftalenu a porovnejte ji s údaji v tabulkách