

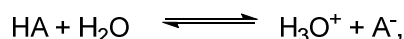
## 5. týden

# PŘÍPRAVA ROZTOKŮ KYSELIN, PUFŘŮ A MĚŘENÍ pH

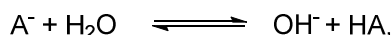
---

### Úvod

Různé kyseliny jsou ve vodných roztocích při stejných koncentracích různě disociovány - říkáme, že kyseliny jsou různě silné. Jednotlivé kyseliny lze z tohoto hlediska charakterizovat disociačním stupněm, disociační konstantou, resp. hodnotou  $pK_a$ . Jestliže uvážíme protolytickou rovnováhu typu



pak lze říci, že čím slabší je kyselina HA, tím silnější je její konjugovaná zásada  $\text{A}^-$ . Relativně silné zásady  $\text{A}^-$  pak ve vodě podléhají hydrolyze, tedy reakci typu



kteří způsobují alkalickou reakci (vzrůst pH) roztoku. U slabých kyselin (např.  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{HNO}_2$  aj.) mají obě výše uvedené reakce rovnovážný charakter. To znamená, že odčerpání  $\text{H}_3\text{O}^+$  iontů přidávkem  $\text{OH}^-$  do roztoku slabé kyseliny způsobí její další disociaci ve snaze o obnovení rovnováhy; tím se do určité míry utlumí výkyv pH způsobený přidávkem zásady. Na druhé straně, odčerpání  $\text{OH}^-$  iontů z roztoku hydrolyzujícího aniontu slabé kyseliny přidávkem  $\text{H}_3\text{O}^+$  způsobí jeho další hydrolyzu; tím se částečně utlumí výkyv pH způsobený přidávkem kyseliny. Je tedy nasnadě, že směsi slabých kyselin a jejich aniontů mohou efektivně tlumit (pufrovat) výkyvy pH způsobené přidávkem kyselin i zásad. Pufrující prostředí jsou obzvláště důležitá v biologických systémech, neboť většina enzymatických pochodů je citlivá na změny pH.

Cílem tohoto cvičení je ověřit odlišná pH roztoků silné a slabé kyseliny a připravených pufrů o různých koncentracích. Zároveň se seznámíte s odměrným laboratorním sklem a vyzkoušíte práci s pH-metrem.

### Úkoly

1. Připravte roztoky HCl a  $\text{CH}_3\text{COOH}$  o koncentracích  $0,01 \text{ mol dm}^{-3}$ , vypočítejte a určete jejich pH.
2. Připravte asi  $0,01$  molární roztok  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  a vypočítejte s jeho přesné navážky molární koncentraci připraveného roztoku.
3. Mísením zásobních roztoků připravte octanové pufrů o různých koncentracích, vypočítejte a určete jejich pH.

### Pracovní postup

#### a) Příprava roztoků kyselin

- Pro přípravu roztoků HCl a  $\text{CH}_3\text{COOH}$  použijeme zásobní roztok HCl o procentuální koncentraci 2 % ( $\rho = 1,0082 \text{ g cm}^{-3}$ ) a zásobní roztok  $\text{CH}_3\text{COOH}$  o látkové koncentraci  $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$ . Vypočítejte objemy zásobních roztoků, které jsou třeba pro přípravu roztoků kyselin o koncentracích  $0,01 \text{ mol dm}^{-3}$  v odměrných baňkách o objemu  $100 \text{ cm}^3$ . Jednotlivé odměrné baňky si před použitím zřetelně označte, aby nedošlo k záměně roztoků.
- S použitím dělené pipety, kterou před použitím propláchnete zásobním roztokem, přeneste do označené odměrné baňky vypočítané množství zásobního roztoku kyseliny chlorovodíkové, doplňte demineralizovanou vodou po rysku (k doplnění vody přesně po rysku je vhodné použít plastovou pipetku), opatřete zátkou a několikanásobným převrácením obsah baňky důkladně promíchejte. Analogickým způsobem připravte roztok kyseliny octové.
- Vypočítejte očekávanou hodnotu pH připraveného roztoku HCl. S využitím tabelované hodnoty  $K_a$  kyseliny octové ( $K_a = 1,75 \cdot 10^{-5}$ ) vypočítejte očekávanou hodnotu pH roztoku  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .
- Odlijte přibližně po  $15 \text{ cm}^3$  jednotlivých roztoků do připravených kádinek o objemu  $25 \text{ cm}^3$  a zkalibrovaným pH-metrem změřte jejich pH. Výsledky zaznamenejte do laboratorního deníku.

#### b) Příprava pufrů

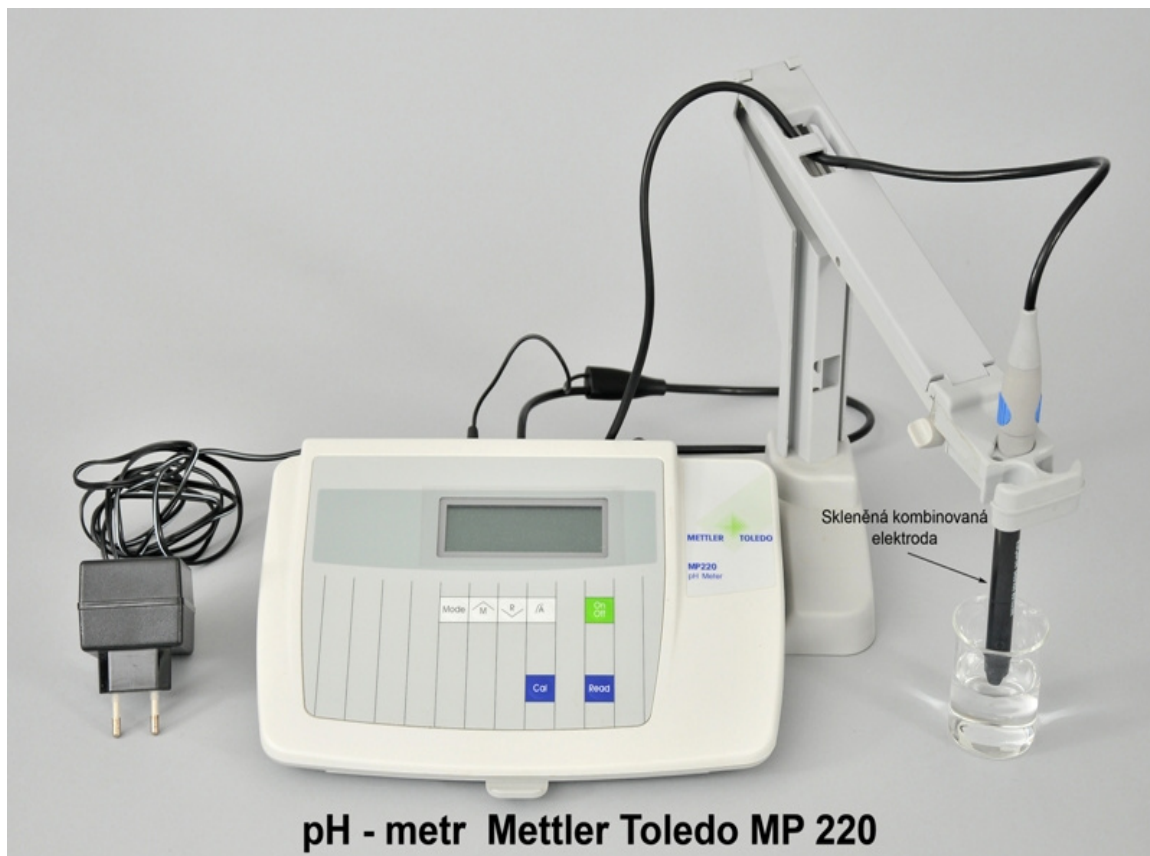
- Pro přípravu roztoku  $\text{CH}_3\text{COONa}$  použijeme krystalický  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ . Vypočítejte hmotnost  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , který je třeba pro přípravu roztoku o koncentraci  $0,01 \text{ mol dm}^{-3}$  v odměrné baňce o objemu  $100 \text{ cm}^3$ .
- Vzhledem ke komplikované manipulaci se vzorkem v prostoru analytických vah není třeba, aby připravovaný roztok  $\text{CH}_3\text{COONa}$  měl koncentraci rovnu přímo  $0,01 \text{ mol dm}^{-3}$ . Navážku  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  je však třeba stanovit na analytických vahách, abychom koncentraci mohli později (pro účely výpočtu pH) zpřesnit.
- Vhodný postup pro navážení  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  je následující. Na analytických vahách zvažte prázdnou lodičku (tj. s přesností na 4 desetinná místa, resp. desetiny miligramu) a váhy vynulujte (TARA nebo ZERO). Prázdnou

zváženou lodičku přeneste na předvážky, předvážky vynulujte a navažte vypočítané množství  $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ . Přesnou hodnotu navážky (na 4 desetinná místa) zjistíte přenesením lodičky s navážkou zpět na vynulované analytické váhy.

- Do odměrné baňky vsuňte nálevku s dlouhou stopkou a navážku z lodičky kvantitativně spláchněte demineralizovanou vodou ze stříčky do baňky. Lodičku i nálevku opláchněte vodou ze stříčky do baňky. Doplňte odměrnou baňku asi do 3/4 vodou a teprve po rozpuštění krystalů (promícháváním obsahu baňky) baňku doplňte vodou po rysku pomocí plastové pipetky. Po uzátkování obsah baňky důkladně promíchejte.
- Do jedné kádinky pipetami přeneseme  $10\text{ cm}^3$  0,01 molárního roztoku  $\text{CH}_3\text{COOH}$  a  $10\text{ cm}^3$  přibližně 0,01 molárního roztoku  $\text{CH}_3\text{COONa}$ .
- Do druhé kádinky přeneseme  $20\text{ cm}^3$  0,01 molárního roztoku  $\text{CH}_3\text{COOH}$  a  $4\text{ cm}^3$  přibližně 0,01 molárního roztoku  $\text{CH}_3\text{COONa}$ . Roztoky v kádinkách promícháme skleněnými tyčinkami.
- Změřte pH obou roztoků a porovnejte s hodnotami vypočítanými na základě Hendersonova-Hasselbachova vztahu. **Při výpočtu zohledněte přesnou koncentraci vámi připraveného roztoku  $\text{CH}_3\text{COONa}$ .**
- Z úlohy zpracujte krátký protokol obsahující tabulku, ve které uvedete koncentrace připravených roztoků, teplotu roztoků, jejich vypočítanou hodnotu pH a hodnotu pH určenou pH-metrem.

### Poznámky:

- Při práci s pipetami dbejte na to, aby přišly do kontaktu pouze s jediným roztokem. Pokud je nutné použít pipetu k odměřování jiného roztoku, je předtím nezbytně nutné pipetu tímto roztokem alespoň dvakrát vypláchnout. Po použití pipety ji několikrát vypláchněte demineralizovanou vodou a nechte vyschnout na vzduchu.
- I při velmi přesné práci není prakticky možné naměřit pH, které by přesně odpovídalo hodnotě vypočítané na základě molárních koncentrací. Je to důsledkem skutečnosti, že s rostoucí koncentrací iontů v roztoku se zvyšuje jejich vzájemné elektrostatické ovlivňování. Správně bychom proto koncentrace iontů měli nahradit jejich aktivitami dle vztahu:  
$$a_i = \gamma_i \cdot c_i$$
 kde  $\gamma_i$  je aktivitní koeficient příslušného iontu.
- Při výpočtech pH lze tedy aktivity nahradit koncentracemi pouze ve velmi zředěných roztocích. Dále je třeba vzít v úvahu, že disociační konstanty kyselin a iontový součin vody jsou tabelovány při určitých teplotách, které je třeba při správných stanoveních pH dodržet.



Obr. 1 Měření pH.

# DESTILACE

---

## Úvod

K rozdělení směsi navzájem mísitelných kapalin s rozdílnou teplotou varu anebo k oddělení rozpouštědla od netěkavé látky v něm rozpuštěné lze s výhodou využít destilace. Možnost rozdělení směsi závisí na velikosti rozdílu teplot varu jejích složek. Prostou destilací lze od sebe dobře oddělit kapaliny, je-li rozdíl v jejich teplotách varu alespoň 150 °C, při rozdílu větším než 80 °C je možné pokusit se o rozdělení pomocí frakční destilace a při rozdílu menším než 80 °C je nutné využít k dělení rektifikaci na koloně. V tomto cvičení se omezíme na demonstraci využití prosté destilace k oddělení části rozpouštědla z roztoku netěkavé soli, tedy k zahuštění roztoku.

## PROSTÁ DESTILACE ZA ATMOSFÉRICKÉHO TLAKU

---



### Jednotlivé části destilačního mostu + destilační most

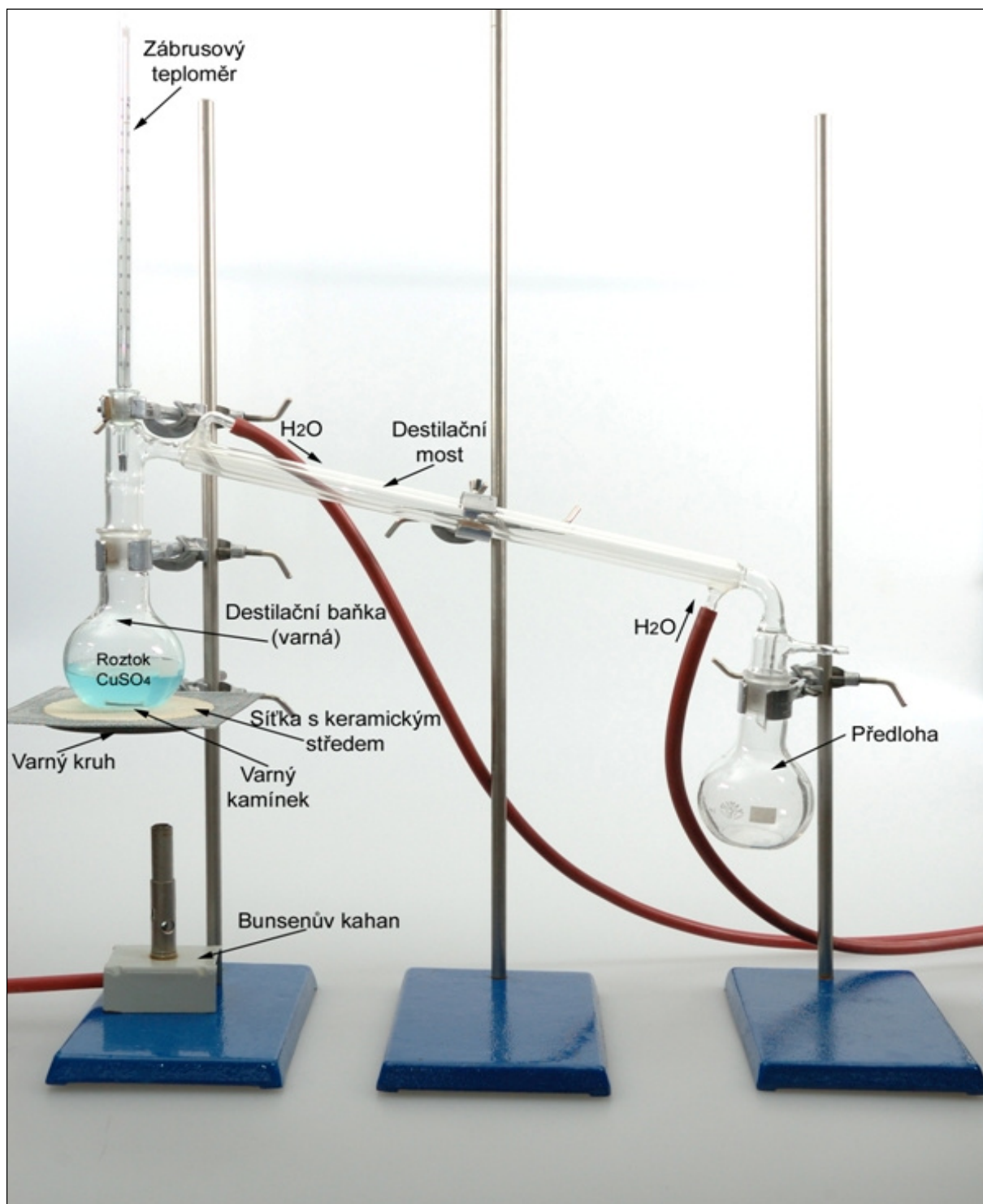
## Úkoly

1. Připravte roztok skalice modré.
2. Na jednoduché destilační aparatuře oddestilujte přibližně 10 až 20 cm<sup>3</sup> vody z vodného roztoku modré skalice.
3. Změřte index lomu destilátu Abbého refraktometrem a porovnejte ho s tabelovaným indexem lomu destilované vody.
4. V literatuře vyhledejte hodnoty indexu lomu destilované vody pro teploty 20 až 25 °C.

## Pracovní postup

- Na předvážkách navažte přibližně 1,5 g CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O.
- Navážku kvantitativně spláchněte do 250cm<sup>3</sup> varné baňky vodou ze stříčky, přidejte 100 cm<sup>3</sup> deionizované vody a modrou skalici **rozpusťte** intenzivním mícháním tyčinkou. Přidejte varný kamínek.
- Sestavte aparaturu podle obrázku 3.
- Na stojan postavte kahan a nad kahan do vhodné výšky uchyťte žíhací kruh se sítkou.
- Nad sítku přichyťte svorkou s držákem varnou baňku s roztokem CuSO<sub>4</sub> tak, aby dno baňky spočívalo na síťce.
- K chladiči destilačního mostu připojte hadice pro přívod a odvod vody. Využijte centrální uzavřený okruh chladičí vody.
- Mírně namažte zábrus destilačního nástavce.
- Na baňku nasad'te destilační most. Upevněte ho svorkou za zábrus destilačního nástavce a ještě v polovině délky chladiče k dalšímu stojanu.
- Na alonž destilačního mostu připojte zábrusovou baňku s rovným dnem (předlohu), kterou pevně připojíte na další stojan. Do zábrusu destilačního nástavce zasuňte zábrusový teploměr a nastavte přiměřený průtok chladičí vody.
- Baňku s roztokem CuSO<sub>4</sub> zahřívejte kahanem a po predestilování přibližně 10 cm<sup>3</sup> kapaliny odečtěte teplotu par odcházejících do chladiče a zahřívání ukončete.

- Po vychladnutí aparaturu rozeberte, změřte teplotu destilátu. Pokud bude třeba, vytemperujte destilát na teplotu 20 °C.
- Index lomu destilátu změřte Abbého refraktometrem a porovnejte jej s tabelovanou hodnotou indexu lomu destilované vody.
- Zbylý roztok  $\text{CuSO}_4$  nalijte do lahve označené „Odpad-roztok  $\text{CuSO}_4$ “.



**Obr. 3** Aparatura pro destilaci za atmosférického tlaku

## TEORETICKÁ PŘÍPRAVA

**SKRIPTA:** Příhoda, Černík, Janků, Literák, LABORATORNÍ TECHNIKA, Brno 2012.

- Kapitola 4 Spojovací a uzavírací prvky aparatur - zábrusy
- Kapitola 5 Základní operace v laboratoři – zahřívání
- Kapitola 6 Základní laboratorní techniky – destilace.

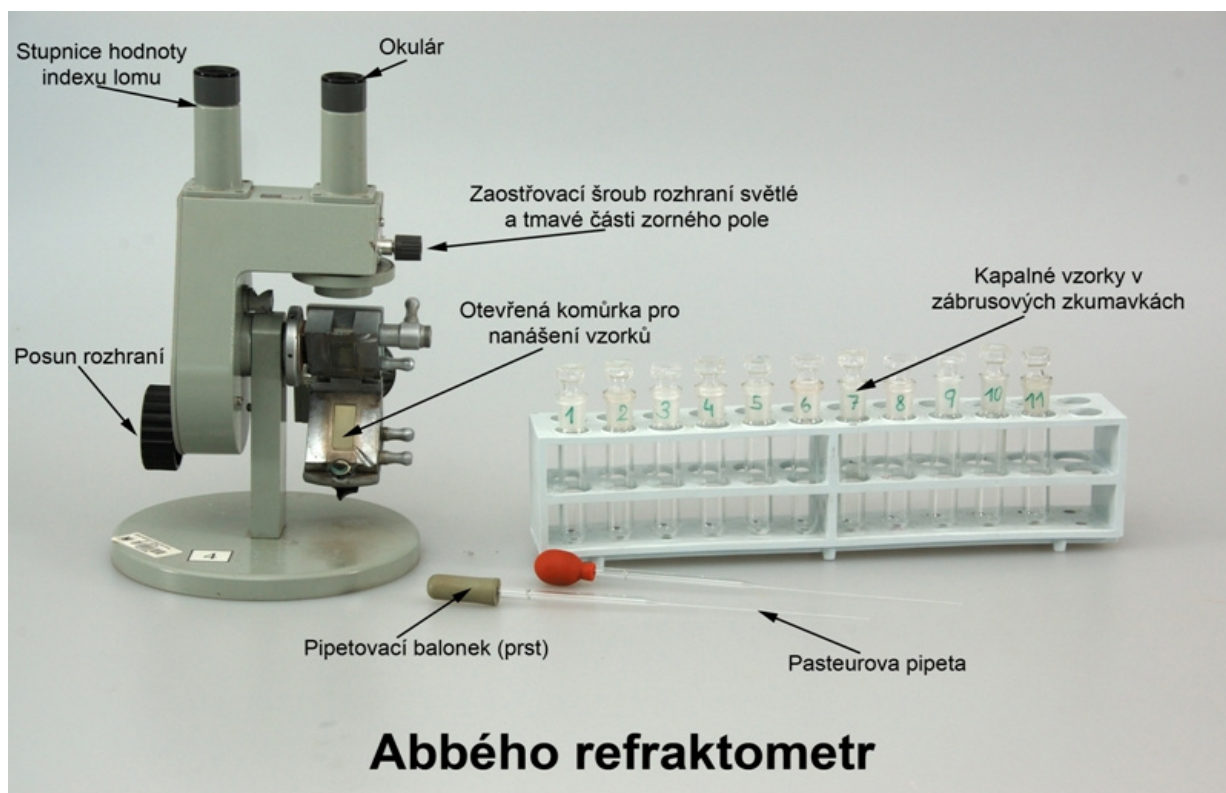


## REFRAKTOMETRICKÉ URČENÍ INDEXU LOMU

Index lomu kapalin je jejich charakteristickou fyzikální vlastností. Pro čisté kapaliny je, při dané teplotě a vlnové délce použitého světla, konstantou, kterou lze využít k jejich identifikaci. Tabeľované údaje pro jednotlivé kapaliny jsou uváděny zpravidla ve formě  $n_D^{20}$ , což představuje hodnotu indexu lomu měřené při 20 °C ve světle sodíkové výbojky. Pokud byly podmínky měření jiné, je to v tabulkách uvedeno. Index lomu směsi kapalin vykazuje aditivní vlastnosti, tzn. index lomu směsi je váženým průměrem indexů lomu kapalin, které směs tvoří. Index lomu měříme na Abbého refraktometru (obr. 4).

### Pracovní postup

- Tamponem namočeným v ethanolu očistíme oba hranoly Abbého refraktometru.
- Pomocí stolní halogenové lampičky a pohyblivého zrcátka nastavíme jasné a stejnoměrné osvětlení zorného pole viditelné v okuláru refraktometru.
- Na spodní hranol ve vodorovné poloze Pasteurovou pipetkou opatřenou pipetovacím prstem nebo balonkem nanese me několik kapek měřené kapaliny a okamžitě na něj přitiskneme horní hranol, který zajistíme zámkem. Při správném postupu vznikne mezi hranoly souvislá vrstvička kapaliny, která nám umožní přesné změření indexu lomu. U těkavých kapalin (aceton, methanol) je třeba měřit co nejrychleji, poněvadž se rychle odpařují. V případě měření indexu lomu těkavých roztoků může proto docházet k postupnému úbytku jejich koncentrace a tudíž i ke změně indexu lomu.
- Pozorujeme zorné pole v pravém okuláru, ve kterém je viditelný nitkový kříž a celé pole by mělo být rozděleno na dvě části – světlou a tmavou. Není-li tomu tak, nastavíme rozhraní otáčením knoflíku na levém boku refraktometru.
- Otáčením knoflíku na pravé straně rozhraní zaostříme a odstraníme jeho barevné okolí.
- Ostré rozhraní mezi tmavou a osvětlenou částí zorného pole otáčením levého knoflíku nastavíme přesně na střed nitkového kříže a na stupnici v levém okuláru odečteme hodnotu indexu lomu s přesností na pět platných číslic.
- Zjištěnou hodnotu indexu lomu porovnáme s tabelovanou hodnotou pro příslušnou teplotu.



Obr. 4 Určení indexu lomu

### TEORETICKÁ PŘÍPRAVA

SKRIPTA: Příhoda, Černík, Janků, Literák, LABORATORNÍ TECHNIKA, Brno 2012.

- Kapitola 7 Identifikace látek – index lomu.