

Rozdělování kyseliny jantarové v soustavě butanol-voda

TEORIE

Rozdělování tuhé látky mezi dvě vzájemně se nemísící kapaliny se řídí rozdělovací rovnováhou vyjádřenou *rozdělovacím koeficientem* (P). Jestliže při rozdělování probíhají vedlejší reakce, jako jsou např. asociace, disociace, acidobazické reakce či hydrolyza částic v některém z rozpouštědel, pak je při výpočtu rozdělovacího koeficientu třeba tyto reakce zohlednit (1), k čemuž slouží dělicí poměr.

$$1. \quad P = \frac{[c]_o}{[c]_v}$$

$[c]_o$... koncentrace látky v organické fázi, kdy T , p a charakter částic = konst.

$[c]_v$...koncentrace látky ve vodě, kdy T , p a charakter částic = konst.

Dělicí poměr (D) je definovaný jako podíl součtu koncentrací látky ve všech formách nacházejících se v organické fázi Σc_o a součtu koncentrací látky ve všech formách nacházejících se ve fázi vodné Σc_v (2). Pokud by při rozdělování látky docházelo k vedlejším reakcím, pak by při změně navážek došlo ke změně hodnoty dělicího poměru.

$$2. \quad D = \frac{\Sigma c_o}{\Sigma c_v}$$

ÚKOL

- Z naměřených spotřeb NaOH při titraci vodné a organické fáze vypočítejte koncentraci a dělicí poměry kyseliny jantarové v soustavě butanol-voda.
- Na základě zjištěných dělicích poměrů stanovte procentuální zastoupení kyseliny jantarové v daných fázích (hmotnostní %).

POMŮCKY A CHEMIKÁLIE

- 3× válec se zátkami o objemu 100 ml, 4× titrační baňka 250 ml, 2× kádinka 100 ml, pipety dělené (5 ml, 10 ml a 25 ml), pipetovací nástavec, byreta, stojan se svorkami
- butan-1-ol, destilovaná voda, vodný roztok kyseliny jantarové ($20 \text{ g} \cdot \text{dm}^{-3}$), roztok NaOH ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$), fenolftalein

Tab. 1: Složení směsí

Odměrný válec	1	2	3
	Objem určený k napipetování do válce (ml)		
Roztok kyseliny jantarové	10	25	25
Destilovaná voda	15	0	0
Butanol	25	25	50

POSTUP

- Dle tab. 1 napipetujeme kapaliny do válců, které si označíme lihovkou. Válce zazátkujeme a protřepáváme přibližně 20 minut. *Dbáme zvýšené opatrnosti, aby při protřepávání nedošlo k rozbití válců!* Poté válce necháme v klidu pár minut odstát, aby došlo k úplné separaci fází.
- Pomocí pipety odebereme z organické fáze (horní část válce) 5 ml roztoku, který napipetujeme do titrační baňky. Následně k roztoku v titrační baňce přidáme 20 ml destilované vody a směs krouživým pohybem promícháme. Takto připravíme dvě titrační baňky s organickou fází. **POZOR na nechtěné odebrání části vodné fáze – pipetu udržujte přibližně v polovině výšky organické fáze!**
- Připravené titrační baňky zakryjeme alobalem a dáme na vodní lázeň temperovanou na 80 °C zahřívat na dobu minimálně 5 minut. Ihned po vyjmutí z lázně přidáme do baňky 3 kapky fenolftaleinu a titrujeme za stálého míchání roztokem 0,05M NaOH do konstantní světle růžové barvy. Odečteme spotřebu hydroxidu (**na 2 desetinná místa**) a titraci opakujeme s druhou baňkou. Vypočítáme průměrnou spotřebu NaOH při titraci organické fáze.
- Stejný postup zopakujeme s vodnou fází (spodní část válce). **POZOR na nechtěné odebrání organické fáze! Pipetu nejdříve uzavřeme nahoře prstem a ponoříme až do vodné vrstvy, teprve potom nasadíme pipetovací nástavec a odpipetujeme stanovené množství.** Vypočítáme průměrnou spotřebu NaOH při titraci vodné fáze.
- Po naměření spotřeb hydroxidu pro dané fáze u všech tří válců vypočítáme koncentrace kyseliny jantarové ve vzorcích, ze kterých následně zjistíme její dělicí poměr v soustavě butanol-voda. Na základě stanovených dělicích poměrů a počátečního složení směsí určíme procentuální obsah kyseliny jantarové v daných fázích.
- Po ukončení práce všechny roztoky zlikvidujeme do k tomu určených odpadních nádob v digestoři a umyjeme použité nádoby vodou a poté destilovanou vodou.

Koncentraci kyseliny jantarové c v jednotkách $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ve vodném a butanolovém roztoku vypočítáme podle vztahu (3):

$$3. \quad c = 0,005 \cdot n \cdot f_{\text{NaOH}} (\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3})$$

n ... spotřeba roztoku NaOH (ml)

f_{NaOH} ... faktor odměrného roztoku NaOH (uveden na zásobní láhvi)

0,005... číslo zahrnující molární koncentraci hydroxidu, množství odpipetované fáze a počet molů hydroxidu na neutralizaci jednoho molu kyseliny jantarové

Hodnotu dělicího poměru D vypočítáme pro každou směs podle vztahu (2).

Procentuální zastoupení kyseliny jantarové E v jednotlivých fázích (hmotnostní %) vypočítáme pomocí dělicího faktoru a ze známých objemů fází napipetovaných do válce při přípravě experimentu dle vztahu (4):

$$4. \quad E = \frac{100 \cdot D}{D + \frac{V}{V_0}} (\%)$$

E ... procentuální zastoupení látky v organické fázi (%)

D ... dělicí poměr

V ... objem vodné fáze (ml)

V_0 ... objem organické fáze (ml)

PROTOKOL

- Teorie: **stručně**; rozdělovací koeficient, dělicí poměr.
- Pracovní postup: **stručně**.
- Souhrn výsledků: přehledná tabulka naměřených spotřeb hydroxidu, koncentrací kyseliny jantarové, dělicích poměrů a procentuálního zastoupení kyseliny jantarové v daných fázích.
- Výpočty: vždy alespoň jeden vzorový výpočet (tzn. **vzorec, dosazení do vzorce, výsledek, zaokrouhlená výsledná hodnota se správnou jednotkou** – objemy a procentuální zastoupení na 2 desetinná místa, dělicí faktor na 3 desetinná místa a koncentrace na 4 desetinná místa).
- Závěr: komentář získaných výsledků, zdůvodnění případných odchylek od správné hodnoty.

Návrh tabulky:

Válec	$V_{\text{NaOH (0,05 M)}} \text{ (ml)}$						$c \text{ (mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{)}$		D	$E \text{ (\%)}$	
	Butanolvá fáze			Vodná fáze			Butanolvá fáze	Vodná fáze			
	I.	II.	Průměr	I.	II.	Průměr	c_o	c_v			
1											
2											
3											

c_o a c_v ... koncentrace kyseliny jantarové v butanolvé a vodné fázi