

NR. I TYTUŁ ĆWICZENIA: 3-1. Wyznaczanie współczynnika podziału w układzie dwóch niemieszających się cieczy i stałej dimeryzacji kwasu octowego w rozpuszczalniku organicznym.					
IMIĘ I NAZWISKO OSOBY PROWADZĄCEJ ĆWICZENIA: dr Bożena Parczewska-Plesnar					
Data wykonania ćwiczenia	Kierunek	Nr. grupy studenckiej	Zespół	Imiona i nazwiska osób wykonujących ćwiczenie	Ocena wystawiona przez prowadzącego
15.05.2019	Biotechnologia	1	E	Dominika Dmowska Aleksandra Gawinowska Jakub Guzek Grzegorz Jakubiak	
Uwagi prowadzącego					

1 Cel ćwiczenia

- Poznanie metody wyznaczania współczynnika podziału substancji poprzez porównanie stężenia kwasu octowego w fazie wodnej (z wykorzystaniem miareczkowania roztworem zasady) przed ekstrakcją i po ekstrakcji wybranymi rozpuszczalnikami organicznymi
- Wyznaczenie izoterm podziału kwasu między wodę i wybrane rozpuszczalniki organiczne
- Zbadanie wpływu rozpuszczalnika na wartość współczynnika podziału
- Porównanie wartości stałej dimeryzacji kwasu w różnych rozpuszczalnikach

2 Wstęp teoretyczny

Prawo podziału Nernsta

Jeżeli do układu złożonego z dwóch praktycznie niemieszających się cieczy wprowadzimy trzeci składnik, rozpuszczający się w obu cieczach, to w wyniku ustalenia się stanu równowagi stosunek stężeń wprowadzonej substancji w tych rozpuszczalnikach jest wielkością stałą w danej temperaturze, niezależną od ilości substancji wprowadzonej.

$$k = \frac{c_o}{c_w} \quad (1)$$

gdzie: k – stężeniowy współczynnik podziału substancji
 c_o – stężenie molowe substancji w jednym rozpuszczalniku (organicznym)
 c_w – stężenie molowe substancji w drugim rozpuszczalniku (najczęściej wodnym)

Jeżeli substancja rozpuszczona ulega w rozpuszczalniku organicznym asocjacji to współczynnik podziału jest miarą efektu sumarycznego: podziału między obie fazy cząsteczek niezasocjowanych i zasocjowanych. W przypadku dimeryzacji stała równowagi procesu asocjacji wyrażona jest wzorem

$$K_2 = \frac{c_2}{c_1^2} \quad (2)$$

gdzie: K_2 – stała dimeryzacji $[dm^3 \cdot mol^{-1}]$
 c_2 – stężenie dimerów $[mol \cdot dm^{-3}]$
 c_1 – stężenie monomerów $[mol \cdot dm^{-3}]$

Na podstawie wzoru (2) można wyprowadzić równanie opisujące tzw. izotermę podziału.

$$k = k_1 + 2K_2k_1^2c_w \quad (3)$$

gdzie: $k_1 = c_1/c_w$

3 Wykonanie ćwiczenia

1. Przygotowanie roztworów dwufazowych do wytrząsania

- Wyplukanie wodą destylowaną 5 ponumerowanych kolbek stożkowych z korkami o pojemności 100cm^3
- Odpipetowanie 40cm^3 roztworu CH_3COOH z butli 1. do kolbki 1. Odpipetowanie do następnych kolb po 20cm^3 odpowiednich roztworów kwasu octowego z odpowiednich butli
- Odpipetowanie do tych samych kolb takie same ilości rozpuszczalnika organicznego – 1-pentanolu. Do kolby 1. - 40cm^3 , do pozostałych kolb po 20cm^3 . Rozpuszczalnik organiczny odpipetowano przy użyciu specjalnie do tego przeznaczonej pipety, która nie była płukana wodą ani używana do roztworów wodnych.
- Zamknięcie kolb korkami i wstawienie ich do wytrząsarki mechanicznej na co najmniej 20min

2. Oznaczenie stężenia kwasu octowego w roztworach wodnych przed ekstrakcją (c'_w) za pomocą miareczkowania mianowanym roztworem NaOH

- Odpipetowanie po 5cm^3 roztworu CH_3COOH z butli 1. do kolb przeznaczonych do miareczkowania 1' i 1''. Odpipetowanie do następnych kolb (2'-5' i 2''-5'') po 2cm^3 odpowiednich roztworów kwasu.
- Dodanie do każdej kolby 2-3 kropel fenoloftaleiny
- Miareczkowanie kolejno roztworów za pomocą mianowanego roztworu NaOH
- Zapisanie otrzymanych objętości roztworu NaOH w tabeli 1
- Obliczenie stężenia kwasu (c'_w) w kolejnych roztworach, uwzględniając w każdym wypadku średnią objętość NaOH z dwóch wyników miareczkowania \bar{V}_z

$$c'_w = \frac{c_z \cdot \bar{V}_z}{V_k} \quad (4)$$

- Wpisanie wyników do tabeli 1

3. Oznaczenie stężenia kwasu octowego w fazie wodnej po ekstrakcji (c_w)

- Odstawienie kolb po wytrząsaniu, aby układ podzielił się wyraźnie na dwie fazy, z których dolna jest fazą wodną, a górna – fazą organiczną
- Oznaczenie stężenia roztworów po ekstrakcji (c_w) stanowiących fazę wodną, za pomocą miareczkowania roztworem NaOH
- Odpipetowanie do kolb przeznaczonych do miareczkowania 1' i 1'' po 5cm^3 dolnej fazy z kolby 1. z korkiem. Odpipetowanie do następnych kolb (2'-5' i 2''-5'') po 2cm^3 dolnej fazy z kolejnych kolb z korkiem.
- Oznaczenie i obliczenie stężenia kwasu (c_w) w fazie wodnej po ekstrakcji, powtarzając czynności opisane w punktach 2b-2e

4. Obliczenie stężenia kwasu octowego w fazie organicznej (c_o)

- Obliczenie stężenia kwasu octowego w fazie organicznej (c_o) poprzez odjęcie stężenia kwasu w fazie wodnej po ekstrakcji od stężenia kwasu w fazie wodnej przed ekstrakcją¹.

$$c_o = c'_w - c_w \quad (5)$$

- Wpisanie wyników obliczeń do tabeli 1

5. Opracowanie wyników

¹Można to obliczyć w ten sposób, ponieważ faza wodna i faza organiczna miały jednakowe objętości

- a) Obliczenie dla każdego z roztworów wartości współczynników podziału kwasu octowego między rozpuszczalnik organiczny i wodę, korzystając z równania Nernsta

$$k = \frac{c_o}{c_w} \quad (6)$$

gdzie: c_o – stężenie CH_3COOH w fazie organicznej
 c_w – stężenie CH_3COOH w fazie wodnej po ekstrakcji

- b) Zapisanie wyników w tabeli 1
c) Sporządzenie wykresu zależności $k = f(c_w)$
d) Wyznaczenie wartości współczynnika kierunkowego linii trendu przy użyciu programu MS Office Excel
e) W przypadku kwasu octowego zachodzi dimeryzacja kwasu w fazie organicznej i zależność $k = f(c_w)$ opisana jest równaniem izoterm podziału

$$k = k_1 + 2K_2k_1^2c_w \quad (7)$$

gdzie: k_1 – graniczny stężeniowy współczynnik podziału (odnoszący się do monomerów)
 K_2 – stała dimeryzacji kwasu $[\text{dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}]$
Z równości $b = k_1$ oraz $a = 2K_2k_1^2$ można obliczyć K_2

$$K_2 = \frac{a}{2k_1^2}; \quad \frac{\left[\frac{\text{dm}^3}{\text{mol}}\right]}{[1]} = \left[\frac{\text{dm}^3}{\text{mol}}\right] \quad (8)$$

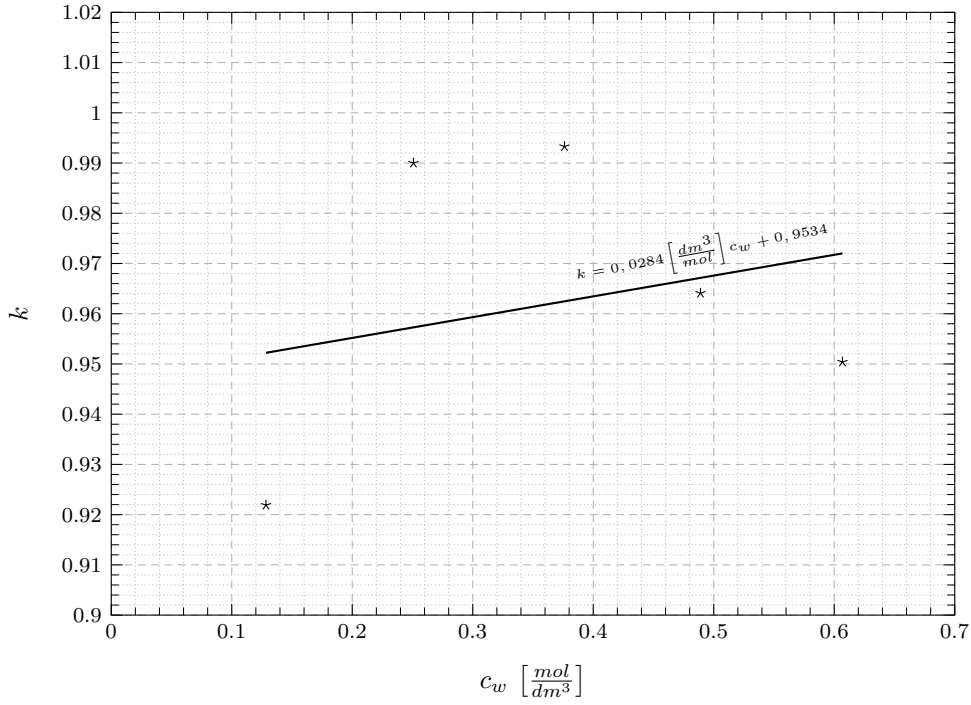
- f) Interpretacja przebiegu otrzymanej izotery podziału.

Tablica 1: Zestawienie wyników badań podziałowych kwasu octowego z wykorzystaniem jednego rozpuszczalnika organicznego²

Substancja ekstrahowana: Kwas octowy								Rozpuszczalnik organiczny: 1-pentanol			
Numer roztworu	Stężenie roztworu NaOH $\left[\frac{mol}{dm^3}\right]$ $c_z = 0,1003$							stężenie kwasu w fazie wodnej $\left[\frac{mol}{dm^3}\right]$		stężenie kwasu w fazie organicznej $\left[mol \cdot dm^{-3} \right]$	$k = \frac{c_o}{c_w}$
	objętość miareczkowanego roztworu kwasu $V_k \left[cm^3 \right]$	Objętość NaOH $\left[cm^3 \right]$									
		przed ekstrakcją			po ekstrakcji			przed ekstrakcją	po ekstrakcji	c_o	
		V_{z1}	V_{z2}	\bar{V}_z	V_{z1}	V_{z2}	\bar{V}_z	c'_w	c_w		
1	5	12,3	12,3	12,30	6,4	6,4	6,40	0,2467	0,1284	0,1184	0,9219
2	2	10,0	9,9	9,95	4,9	5,1	5,00	0,4990	0,2508	0,2482	0,9900
3	2	15,0	14,9	14,95	7,4	7,6	7,50	0,7497	0,3761	0,3736	0,9933
4	2	19,2	19,1	19,15	9,7	9,8	9,75	0,9604	0,4890	0,4714	0,9641
5	2	23,5	23,8	23,6	12,1	12,1	12,10	1,1835	0,6068	0,5767	0,9504

²Obliczenia, których wyniki zawarte są w tabeli zostały wykonane przy pomocy programu MS Office Excel

Zależność wartości k dla CH_3COOH od stężenia CH_3COOH w fazie wodnej po ekstrakcji³



4 Obliczenia

4.1 Obliczenia wykonane reprezentatywnie dla roztworu numer 1.

Obliczenia dla pozostałych roztworów są analogiczne

$$\bar{V}_{z\text{przed}} = \frac{12,3\text{cm}^3 + 12,3\text{cm}^3}{2} = 12,3\text{cm}^3 \quad (4.1.9)$$

$$\bar{V}_{z\text{po}} = \frac{6,4\text{cm}^3 + 6,4\text{cm}^3}{2} = 6,4\text{cm}^3 \quad (4.1.10)$$

$$c'_w = \frac{c_z \cdot \bar{V}_z}{V_k} = \frac{0,1003 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 12,30\text{cm}^3}{5\text{cm}^3} = 0,2467 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \quad (4.1.11)$$

$$c_w = \frac{c_z \cdot \bar{V}_z}{V_k} = \frac{0,1003 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 6,40\text{cm}^3}{5\text{cm}^3} = 0,1284 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \quad (4.1.12)$$

$$c_o = c'_w - c_w = 0,2467 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} - 0,1284 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} = 0,1183 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \quad (4.1.13)$$

$$k = \frac{c_o}{c_w} = \frac{0,1184 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}}{0,1284 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}} = 0,9219 \quad (4.1.14)$$

4.2 Obliczenie stałej dimeryzacji na podstawie współczynnika kierunkowego lini trendu

$$b = k_1 = 0,9534; \quad a = 0,0284 \frac{\text{dm}^3}{\text{mol}}$$

$$K_2 = \frac{a}{2k_1^2} = \frac{0,0284 \frac{\text{dm}^3}{\text{mol}}}{2 \cdot 0,9534^2} = 0,0156 \frac{\text{dm}^3}{\text{mol}} \quad (4.2.1)$$

³Wykres sporządzony przy użyciu pakietów `pgfplots`, `pgfplotstable`, `amsmath` oraz `tikz` w \LaTeX u na podstawie obliczeń wykonanych w programie MS Office Excel

5 Wnioski

Wartość stężenia kwasu octowego w fazie wodnej zmalała po reakcji, co wskazuje, na to że kwas ten rozpuszcza się w 1-pentanolu.

Wyznaczone wartości k mogą być obarczone błędem pomiarowym gdyż zależność $k = f(c_w)$ powinna być wyraźnie liniowo rosnąca.