

Stanovení hustoty pyknometrickou metodou

TEORIE

Hustota nebo také měrná hmotnost (ρ) je vyjádřena vztahem:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

V soustavě SI je hlavní jednotkou 1 kg na metr krychlový, $[\rho] = \text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$. V laboratorní a farmaceutické praxi se také používá jednotka měrné hmotnosti 1 g na cm^3 , $[\rho] = \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$, což je násobná jednotka hlavní jednotky.

➤ KAPALINY

Hustota je fyzikální charakteristikou, kritériem čistoty chemické látky. Nejčastěji však slouží ke zjištění koncentrace roztoku. Vzhledem k tomu, že při rozpouštění látek dochází ke změnám objemu, musí být hustota roztoku o dané koncentraci zjištěna měřením, nelze ji vypočítat z hustot čistých složek. Objem většiny kapalin roste s rostoucí teplotou, hustota proto klesá. Proto je třeba vždy při stanovení hustoty kapaliny uvést její teplotu. Lékopis udává hodnoty hustot při 20 °C.

K měření hustoty kapaliny se často používá pyknometr. Je to nádobka, která pojme vždy stejný objem kapaliny. Při plnění pyknometru dbáme na to, aby byl sloupec kapaliny v celé kapiláře zátky, ale nahoře nesmí být kapka. Správné naplnění pyknometru je klíčové pro dosažení správných výsledků.

Pyknometrické stanovení hustoty je založeno na porovnání hmotnosti určitého objemu zkoumané kapaliny s hmotností stejného objemu kapaliny o známé hustotě. Porovnávací kapalinou bývá destilovaná voda, jejíž hustota v závislosti na teplotě je určena s velkou přesností.

Vztah pro výpočet hustoty neznámé kapaliny:

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1} \cdot \rho_s$$

ρ_s ... hustota srovnávací kapaliny (ρ_s pro vodu při 20 °C je 998,2002 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)

m_1 ... hmotnost pyknometru (g)

m_2 ... je hmotnost pyknometru naplněného stanovovanou kapalinou (g)

m_3 ... hmotnost pyknometru naplněného srovnávací kapalinou (vodou) (g)

Ve farmaceutické praxi se používá pojem **relativní hustota** (bezrozměrná veličina), což je poměr hmotnosti daného objemu měřené kapaliny a stejného objemu vody při 20 °C:

$$d_{20}^{20} = \frac{m}{m(H_2O)}$$

Hustotu neznámé kapaliny pak vypočítáme podle vztahu z ČL 2009:

$$\rho_{20} = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1} \cdot \rho_s = d_{20}^{20} \cdot 998,2002 \text{ (kg} \cdot \text{m}^{-3}\text{)}$$

V 3. svazku ČL 2009 na str. 3622 je lihová tabulka hustoty lihu při 20 °C. Tato tabulka umožňuje na základě zjištěné hustoty ethanolového roztoku odečíst hmotnostní i objemová % lihu.

➤ PEVNÉ LÁTKY

V ČL 2009 na str. 128 je popsáno pyknometrické stanovení hustoty tuhých látek. Princip stanovení je založen na určení objemu plynu, který je vytlačen za definovaných podmínek práškem o známé hmotnosti. Pyknometrická hustota prášku se potom z hodnot objemu a hmotnosti vypočítá.

V laboratoři se často určuje pravá hustota pyknometricky pomocí kapaliny o známé hustotě, která pevnou látku dobře smáčí, nerozpouští ji a jejíž hustota je menší než hustota stanovované pevné látky. Proto se používají kapaliny s malým povrchovým napětím (ether).

Pravá hustota se pak zjistí podle vzorce:

$$\rho_P = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_1 - m_3 + m_2} \cdot (\rho_K - 0,0012) + 0,0012$$

ρ_P ... hustota pevné látky ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)

ρ_K ... hustota srovnávací kapaliny ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)

m_1 ... hmotnost prázdného pyknometru (g)

m_2 ... hmotnost pyknometru s pevnou látkou (g)

m_3 ... hmotnost pyknometru s pevnou látkou doplněného kapalinou (g)

m_4 ... hmotnost pyknometru naplněného srovnávací kapalinou (g)

0,0012 ... hustota vzduchu ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)

ÚKOL

- Pyknometricky stanovte hustotu dvou roztoků lihu a pomocí lihových tabulek zjistěte hmotnostní procenta lihu v roztoku.
- Pyknometricky stanovte hustotu pevné látky (pelet).

POMŮCKY A CHEMIKÁLIE

- kádinka 100 ml, kádinka 600 ml, tyčinka, pyknometr 25 ml, pipeta dělená 5 ml, teploměr, nástavec na pipetu, filtrační papír
- destilovaná voda, lihové roztoky o neznámé koncentraci, ether, vzorky tuhých látek (pelety)

POSTUP

➤ STANOVENÍ HUSTOTY ROZTOKU

- Pyknometr vymyjeme čišťenou vodou, vypláchneme lihem, etherem (*veškerou manipulaci s etherem provádíme v digestoři*) a vysušíme. Suchý pyknometr zvážíme na analytických vahách (*pyknometr vždy vážíme na analytických vahách na 4 desetinná místa, pyknometr vážíme vždy i se zátkou!*).
- Upravíme teplotu destilované vody v kádince na vodní lázni na požadovanou lékopisnou teplotu (20°C). Pipetou naplníme pyknometr destilovanou vodou až po okraj a uzavřeme zátkou. Přebytečnou vodu odsajeme filtračním papírem a pyknometr osušíme. Zvážíme na analytických vahách.
- Stejným způsobem postupujeme u měřených roztoků (*dva vzorky o neznámé koncentraci ethanolu, čísla vzorků určí vedoucí cvičení*).
- Ze zjištěného poměru hmotnosti zkoumané kapaliny a vody vypočítáme relativní a pravou hustotu a pro ethanolové roztoky odečteme z lékopisné tabulky hmotnostní % ethanolu.

➤ STANOVENÍ HUSTOTY PEVNÉ LÁTKY

- Pyknometr vymyjeme čišťenou vodou, vypláchneme lihem, etherem a doplníme etherem až po okraj a uzavřeme zátkou. Přebytečnou kapalinu odsajeme filtračním papírem, pyknometr osušíme a zvážíme na analytických vahách (hmotnost m_4). Z důvodu těkavosti etheru provádíme vážení co nejdříve.
- Pyknometr vysušíme a naplníme asi do jedné třetiny zkoumanou tuhou látkou. Zvážíme na analytických vahách a zjistíme tak hodnotu m_2 . Potom pipetou doplníme pyknometr (obsahující tuhou látku) etherem až po okraj a uzavřeme zátkou. Přebytečný ether odsajeme filtračním papírem a pyknometr osušíme. Zvážíme na analytických vahách a zjistíme tak hodnotu m_3 . Vypočítáme pravou hustotu pevného vzorku (pelet).
- Po ukončení práce vypláchneme pyknometr a pipety lihem a čišťenou vodou.

PROTOKOL

- Teorie: **stručně**; definice hustoty a relativní hustoty, princip pyknometrického stanovení, vzorce použité pro výpočet hustoty roztoků a pevných látek.
- Pracovní postup: **stručně**.
- Souhrn výsledků: přehledná tabulka zjištěných hmotností (pyknometr, naplněný pyknometr, vzorky), relativní a pravá hustota srovnávacích kapalin a roztoků, **hmotnostní procenta lihu neznámých vzorků, hustota pevné látky (pelet)**.
- Výpočty: vždy alespoň jeden vzorový výpočet (tzn. **vzorec, dosazení do vzorce, výsledek, zaokrouhlená výsledná hodnota se správnou jednotkou**).
- Závěr: komentář získaných výsledků, zdůvodnění případných odchylek od správné hodnoty.