

LABORATORIUM FUNKCJONALIZACJI NANOMATERIAŁÓW

Ćwiczenie 2 – Badanie wpływu pH na ligandy (v1.3)

1. Celem ćwiczenia jest:

- wykonanie krzywych miareczkowania ligandu i nanokryształów z przyłączonym ligandem
- wyznaczenie pK grup funkcyjnych i przedziałów buforowania tychże ligandów
- wyznaczenie punktów izoelektrycznych

2. Odczynniki chemiczne

UWAGA: Unikaj kontaktu fizycznego z nanokryształami selenkiem kadmu (CdSe) gdyż materiał ten jest rakotwórczy.

- 0,2M DPA – D-penicilamina
- NCs – nanokryształy CdSe
- 1M NaOH – wodorotlenek sodu
- 1M HCl – kwas chlorowodorowy (kwas solny)
- DI – woda dejonizowana

Karty charakterystyki substancji chemicznych w języku polskim można znaleźć na stronie producenta/sprzedawcy posługując się numerem katalogowym: <http://www.sigmaaldrich.com/poland.html>

Z kartami charakterystyki substancji chemicznych należy obowiązkowo zaznajomić się przed przystąpieniem do zajęć.

3. Aparatura i materiały

- zlewka 50 ml x2
- zlewka 250 ml
- pH-metr
- mieszadło magnetyczne ze statywem
- dipol magnetyczny x2 (15x4,5 mm)
- pipeta automatyczna 1 ml z końcówkami
- pipeta automatyczna 20 ul z końcówkami
- cylinder miarowy 25 ml
- stoper
- ręczniki/chusteczki papierowe

4. Pomiary

5.1. Miareczkowanie ligandu

Przygotuj dwie zlewki 50 ml.

Do obu zlewek odmierz 0,2 mmol ligandu.

Do zlewek dodaj wody dejonizowanej, aby uzyskać roztwór 0,01 M (użyć cylinder miarowy).

pH-metr - uruchomienie

Wyciągnij sondę pH-metru z osłonki. Przepłucz ją DI. Umieść sondę w buforze pH=4,0. Wykonaj autokalibrację urządzenia.

Umieść sondę pH-metru w pierwszej zlewce.

Do zlewki włoż dipol magnetyczny i ustaw ją na mieszadle magnetycznym (200 rpm).

Dodaj pipetą automatyczną 2 ul 1M HCl.

Po odczekaniu 1 minuty odczytaj wartość pH.

Dodawaj roztwór kwasu aż do uzyskania pH=1,5.

UWAGA:

Dla pH powyżej 3,5 roztwór HCl dodawać po 2 ul.

Dla pH powyżej 3,0 roztwór HCl dodawać po 10 ul.

Dla pH powyżej 2,5 roztwór HCl dodawać po 20 ul.

Dla pH powyżej 2,0 roztwór HCl dodawać po 60 ul.

Dla pH powyżej 1,5 roztwór HCl dodawać po 200 ul.

Przepłucz sondę pH-metru wodą dejonizowaną, a następnie umieść ją w drugiej zlewce.

Do zlewki włoż dipol magnetyczny i ustaw ją na mieszadle magnetycznym (200 rpm).

Dodaj pipetą automatyczną 5 ul 1M NaOH.

Po odczekaniu 1 minuty odczytaj wartość pH.

Dodawaj roztwór zasady aż do uzyskania pH=13.

UWAGA:

Dla pH poniżej 7,0 roztwór NaOH dodawać po 5 ul.

Dla pH poniżej 8,0 roztwór NaOH dodawać po 10 ul.

Dla pH poniżej 10,5 roztwór NaOH dodawać po 20 ul.

Dla pH poniżej 12,5 roztwór NaOH dodawać po 100 ul.

Dla pH poniżej 12,8 roztwór NaOH dodawać po 200 ul.

Dla pH poniżej 12,9 roztwór NaOH dodawać po 500 ul.

Ostrożnie wylej roztwory ze zlewek do odpowiednich pojemników – upewnij się u prowadzącego. Następnie przepłucz dokładnie zlewki wodą DI, aby były gotowe do dalszego ćwiczenia.

5.2. Miareczkowanie roztworu nanokryształów pokrytych ligandem

Przygotuj dwie zlewki 50 ml.

Do każdej zlewki dodaj X ml roztworu NCs (pipetą automatyczną) a następnie uzupełnij wodą dejonizowaną do objętości 20 ml (użyć cylinder miarowy).

Przepłucz sondę pH-metru wodą dejonizowaną, a następnie umieść ją w zlewce.

Wykonaj pomiar pH dla różnego stężenia kwasu i zasady analogicznie jak dla samego ligandu.

UWAGA: w czasie pomiarów obserwować i jeśli pojawi się zmętnienie roztworu zanotować ten moment.

5. Opracowanie wyników - zadania

1. Sporządzić wykres pH dla roztworu ligandu w zależności od ilości (wyrażonej w molach) dodanych kwasu i zasady.
2. Odczytać z wykresu zakresy buforowania, pK, punkt izoelektryczny.
3. Zapisać wzory strukturalne ligandu w zależności od pH roztworu.
4. Sporządzić wykres pH dla roztworu NCs w zależności od ilości (wyrażonej w molach) dodanych kwasu i zasady.
5. Odczytać z wykresu zakresy buforowania, pK, punkt izoelektryczny.
6. Wyjaśnić różnice w wynikach uzyskanych dla wolnego ligandu i ligandu przyłączonego do NCs.