***Ćwiczenie 4 – cz. 2***

***Badanie właściwości (analiza składu) frakcji z destylacji***

Zebrane w trakcie destylacji mieszaniny węglowodorów („ropy naftowej”) frakcje zostały na bieżąco scharakteryzowane poprzez określenie zakresu temperatury wrzenia. Ich zważenie daje również pogląd o składzie wyjściowej mieszaniny. Jednak w praktyce badawczej (i przemysłowej) jeden parametr to zbyt mało, aby opisać dany obiekt tj. substancję chemiczną lub mieszaninę.

Dlatego, dokładniejsza charakteryzacja wybranych frakcji zostanie wykonana w oparciu o trzy dodatkowe analizy:

* pomiar gęstości,
* wyznaczenie współczynnika załamania światła (pokaz),
* chromatografię gazową (pokaz).

Sposób wykonania ćwiczenia.

**A: Pomiar gęstości**

Przeprowadzenie pomiaru gęstości cieczy zostało przedstawione w instrukcji do Ćwiczenia 2.

Dla pewności przypomnijmy kluczowe punkty:

UWAGA

🡪 Opary wielu związków organicznych są szkodliwe dla zdrowia. Operowanie cieczami (napełnianie kolbek) należy wykonywać pod działającym wyciągiem.

🡪 Ponieważ gęstość cieczy zmienia zauważalnie wraz ze zmianą temperatury, należy unikać ogrzewania kolbek miarowych, pipet, itd. dłońmi, aby zapewnić jak największą powtarzalność pomiarów.

1. Mierzymy i zapisujemy temperaturę panującą w laboratorium.
2. Na wadze precyzyjnej ważymy pustą i suchą kolbkę miarową 10ml wraz z korkiem (należy zwrócić uwagę, aby nie zamienić korków).
3. Zważoną kolbkę napełniamy „do kreski” wybraną frakcją (zaczynamy od najmniejszej i oczywiście napełnianie wykonujemy pod wyciągiem!).
4. Jeśli przy napełnianiu kolbka została polana cieczą z zewnątrz, wycieramy ją bibułką.
5. Kolbkę z cieczą ważymy ponownie na wadze precyzyjnej.
6. Obliczamy gęstość badanej frakcji, a zawartość kolbki usuwamy do kanistrów na odpady.
7. Powtarzamy czynności 2 – 6 dla kolejnej frakcji, pamiętając by na wstępie przepłukać kolbkę cieczą, w celu usunięcia resztek po poprzednim pomiarze.

**B: Wyznaczenie współczynnika załamania światła**

Współczynnik załamania światła (***n***) jest miarą zmiany prędkości światła w danym ośrodku w stosunku do prędkości światła w próżni i wyraża się wzorem:

$$n=\frac{c}{v}$$

(gdzie c – prędkość światła w próżni; v - prędkość światła w danym ośrodku)

Ponieważ współczynnik załamania światła jest zależny od temperatury oraz długości fali (stąd tęcza, czy aberracja chromatyczna), jego pomiaru dokonuje się zwykle w temperaturze 20°C dla światła o długości fali wynoszącej 589nm (linia D sodu).

W celu pomiaru wartości *n* dla danej substancji umieszcza się ją w pomiędzy pryzmatami refraktometru. Sposób odczytu na podziałce i przeliczenie wyniku na wartość współczynnika załamania światła są zależne od typu refraktometru i zostaną omówione przez prowadzącego podczas pokazu.

**C: Analiza składu frakcji za pomocą chromatografii gazowej**

W ujęciu całościowym chromatografia jest metodą analizy składu, lub rozdziału mieszanin w oparciu o różnice powinowactwa poszczególnych składników w stosunku do fazy stacjonarnej (złoża) i ruchomej (eluentu). W chromatografii gazowej fazą ruchomą jest gaz, zwykle hel, a fazą stacjonarną odpowiedni sorbent stały, lub laminarna warstwa wysokowrzącej cieczy (np. polimeru). Poszczególne składniki analizowanej mieszaniny przesuwają się w strumieniu gazu przez kolumnę i w różnym czasie ją opuszczają, trafiając do detektora. Czas przebywania na kolumnie nazywa się czasem retencji i jest podstawą identyfikacji związków poprzez porównanie z wzorcem. Ponadto, niektóre detektory, w tym detektor płomieniowo-jonizacyjny (FID od ang. flame ionization detector) umożliwiają ilościową analizę składu mieszaniny, gdyż ich sygnał jest zależny od ilości danej substancji.

Nowoczesne chromatografy gazowe, jak ten używany podczas pokazu, umożliwiają analizę wieloskładnikowych mieszanin i jednoczesne oznaczenie zawartości całej palety związków od głównego składnika po śladowe zanieczyszczenia. Z tego powodu jest to technika szeroko wykorzystywana w przemyśle chemicznym i spożywczym, kryminalistyce, ochronie środowiska i innych obszarach.

Szczegóły wykonania analizy i możliwości aparatu zostaną omówione przez prowadzącego podczas pokazu.