

Nr. i tytuł ćwiczenia: 2-4. Wyznaczanie refrakcji molowej różnych atomów i wiązań					
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
08.05.2019	Biotechnologia	1	E	Dominika Dmowska Aleksandra Gawinowska Jakub Guzek Grzegorz Jakubiak	
Uwagi prowadzącego					

1 Cel ćwiczenia

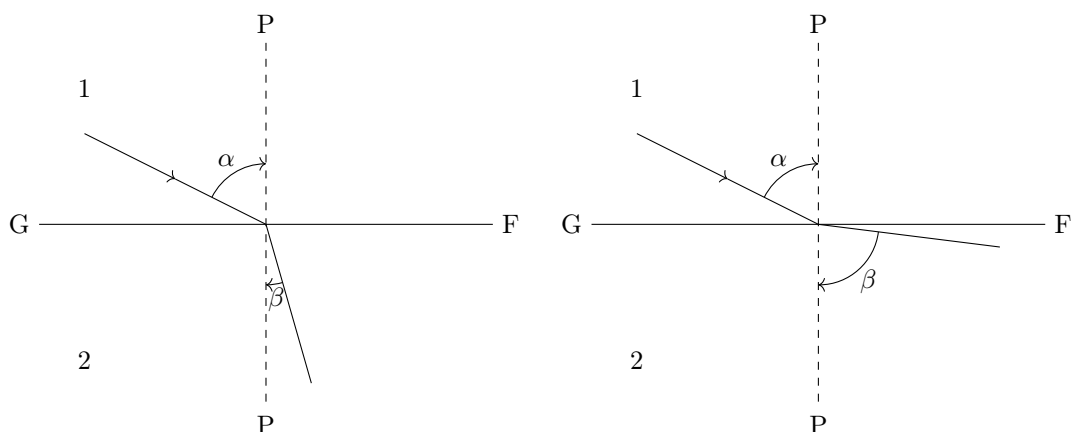
Wyznaczenie gęstości i pomiar współczynnika załamania światła czterech znanych substancji organicznych. Obliczenie refrakcji molowej substancji i refrakcji molowej atomów oraz wiązań występujących w badanych związkach. Identyfikacja izomeru konstytucyjnego substancji o znanym wzorze sumarycznym.

2 Wstęp teoretyczny

Zjawisko załamania światła podczas przejścia przez granicę faz nazywamy refrakcją. Ilościowo refrakcję opisuje wzór Snelliusa

$$n_{2,1} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{c_1}{c_2} \quad (1)$$

gdzie: $n_{2,1}$ – współczynnik załamania światła
 α – kąt padania
 β – kąt załamania
 c_1 – prędkość światła w fazie 1
 c_2 – prędkość światła w fazie 2



(a) Załamanie światła przy przejściu z ośrodka rzadszego optycznie do ośrodka gęstszego optycznie ($c_1 > c_2$). $\alpha > \beta$

(b) Załamanie światła przy przejściu z ośrodka gęstszego optycznie do ośrodka rzadszego optycznie ($c_1 < c_2$). $\alpha < \beta$

Rysunek 1: Załamanie światła. GF – granica faz, PP – prostopadła do powierzchni granicy faz, 1 – ośrodek 1, 2 – ośrodek 2, α – kąt padania, β – kąt załamania

Stosunek prędkości rozchodzenia się światła w danej fazie do prędkości rozchodzenia się światła w próżni nazywamy współczynnikiem załamania światła w tej fazie

$$n_1 = \frac{c}{c_1} \quad (2)$$

gdzie: n_1 – współczynnik załamania światła w fazie 1
 c – prędkość rozchodzenia się światła w próżni
 c_1 – prędkość rozchodzenia się światła w fazie 1

Refrakcja molowa oznacza taką objętość jaką w jednym molu badanej substancji zajmują cząsteczki związku. Jest to wielkość niezależna od temperatury oraz stany skupienia danej substancji.

$$R = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{M}{d} \quad (3)$$

gdzie: R – refrakcja molowa substancji
 n – współczynnik załamania światła substancji
 M – masa molowa substancji
 d – gęstość substancji

Refrakcja molowa jest wartością addytywną. Jej wartość dla danej substancji jest sumą objętości atomów tworzących N_A (Liczba Avogadro) cząsteczek tej substancji, przy uwzględnieniu sposobu ich powiązania. Oznacza to, że wyznaczenie refrakcji molowej na drodze doświadczalnej można wykorzystać do ustalenia/potwierdzenia struktury cząsteczek.

3 Wykonanie ćwiczenia

1. Wyznaczenie objętości piknometru

- Oplukanie piknometru alkoholem z tryskawki, wysuszenie za pomocą suszarki i odczekanie aż osiągnie temperaturę pokojową
- Włączenie/wytarowanie wagi analitycznej
- Zważenie na wadze analitycznej pustego, wystudzonego piknometru (m_p)

$$m_p = 17,7900g$$

- Napełnienie piknometru wodą destylowaną i zważenie (m_{pw})

$$m_{pw} = 43,4598g$$

- Obliczenie objętości piknometru V_p

$$V_p = \frac{m_{pw} - m_p}{d_{\text{H}_2\text{O w } 21,5^\circ\text{C}^1}} = \frac{25,6698g}{0,997881 \frac{g}{cm^3}} = 25,7243cm^3$$

2. Wyznaczenie gęstości metodą piknometryczną, pomiar współczynnika załamania światła i obliczenie wartości refrakcji molowej R czterech badanych substancji.

- Oplukanie pustego piknometru alkoholem z tryskawki, wysuszenie za pomocą suszarki i ponowne zważenie (po wysuszeniu)
- Napełnienie piknometru badaną substancją i zważenie na wadze analitycznej (m_{ps})
- Obliczenie gęstości substancji d_s
- Wykonanie trzykrotnego pomiaru współczynnika załamania światła za pomocą refraktometru Abbego dla każdej z badanych substancji. Zapisanie wyników w tabeli 1

¹21,5°C jest to temperatura jaka panowała pod wyciągiem w momencie pomiaru masy wody w piknometrze na wadze analitycznej

- e) Obliczenie z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku masy molowej badanych związków i zapisanie jej w tabeli 1

3. Opracowanie wyników

- a) Obliczenie refrakcji molowej R badanych substancji korzystając z równania (3) i zapisanie ich w tabeli 1
 b) Ułożenie układu czterech równań wyrażając refrakcje molowe czterech badanych substancji jako udziały atomów i wiązań wielokrotnych. Rozwiązanie układu równań
 c) Zestawienie w tabeli 2 obliczonych refrakcji molowych atomów i wiązań razem z odpowiednimi wartościami tablicowymi^[1]

4. Analiza zadania kontrolnego

- a) Odebranie substancji ciekłej od prowadzącego ćwiczenia (wzór sumaryczny podany)
 b) Zapisanie wszystkich izomerów konstytucyjnych związków o podanym wzorze sumarycznym, różniących się wartością refrakcji molowej
 c) Obliczenie dla wszystkich wypisanych izomerów konstytucyjnych wartości R na podstawie wartości tablicowych refrakcji molowej atomów/wiązań^[1]
 d) Wyznaczenie gęstości tej substancji (*patrz punkty 2a.–2c.*) i wyznaczyć jej współczynnik załamania światła (*patrz punkt 2d.*)
 e) Obliczenie refrakcji molowej substancji
 f) Ocenienie jaka to substancja na podstawie porównania jej refrakcji molowej z refrakcjami wyznaczonymi dla izomerów.

Tabela 1: ZESTAWIENIE WYNIKÓW POMIARÓW REFRAKTOMETRYCZNYCH CZTERECH BADANYCH SUBSTANCJI ORGANICZNYCH²

Nazwa badanej substancji	Wzór sumaryczny i strukturalny	M [$\frac{g}{mol}$]	m_{ps} [g]	d_s [$\frac{g}{cm^3}$]	n	\bar{n}	R [$\frac{cm^3}{mol}$]
n-oktan	<chem>CCCCCCCC</chem>	114,23	35,8009	0,7002	1,3920	1,3920	38,8505
					1,3920		
					1,3920		
n-heksan	<chem>CCCCCC</chem>	86,18	34,7084	0,6577	1,3700	1,3707	29,6887
					1,3710		
					1,3710		
2-butanol	<chem>CCC(O)C</chem>	74,12	39,1850	0,8317	1,3920	1,3927	21,2551
					1,3930		
					1,2930		
etanoloamina	<chem>CCN</chem>	61,08	44,0519	1,0209	1,4495	1,4470	15,9857
					1,4465		
					1,4460		

Tabela 2: PORÓWNANIE WARTOŚCI WYZNACZONYCH REFRAKCJI MOLOWYCH ATOMÓW I WIĄZAŃ Z WARTOŚCIAMI TABLICOWYMI³

Symbol atomu/wiązania	Wyznaczona wartość R [$\frac{cm^3}{mol}$]	Tablicowa wartość R ^[1] [$\frac{cm^3}{mol}$]
>C<	2,3779	2,418
–H	1,1015	1,100
–O–	0,7283	1,525
–N=	2,7910	2,322

²Obliczenia zostały wykonane przy użyciu programu MS Office Excel 365

4 Obliczenia

4.1 Gęstość

$$d_{n-oktan} = \frac{35,8009g - 17,7900g}{25,7243cm^3} = 0,7002 \frac{g}{cm^3} \quad (4.1.4)$$

$$d_{n-heksan} = \frac{34,7084g - 17,7900g}{25,7243cm^3} = 0,6577 \frac{g}{cm^3} \quad (4.1.5)$$

$$d_{2-butanol} = \frac{39,1850g - 17,7900g}{25,7243cm^3} = 0,8317 \frac{g}{cm^3} \quad (4.1.6)$$

$$d_{etanoloamina} = \frac{44,0519g - 17,7900g}{25,7243cm^3} = 1,0209 \frac{g}{cm^3} \quad (4.1.7)$$

4.2 Refrakcja molowa

$$R_{n-oktan} = \frac{(1,3920)^2 - 1}{(1,3920)^2 + 2} \cdot \frac{114,23 \frac{g}{mol}}{0,7002 \frac{g}{cm^3}} = 38,8505 \frac{cm^3}{mol} \quad (4.2.1)$$

$$R_{n-heksan} = \frac{(1,3707)^2 - 1}{(1,3707)^2 + 2} \cdot \frac{86,18 \frac{g}{mol}}{0,6577 \frac{g}{cm^3}} = 29,6887 \frac{cm^3}{mol} \quad (4.2.2)$$

$$R_{2-butanol} = \frac{(1,3927)^2 - 1}{(1,3927)^2 + 2} \cdot \frac{74,12 \frac{g}{mol}}{0,8317 \frac{g}{cm^3}} = 21,2551 \frac{cm^3}{mol} \quad (4.2.3)$$

$$R_{etanoloamina} = \frac{(1,4470)^2 - 1}{(1,4470)^2 + 2} \cdot \frac{61,08 \frac{g}{mol}}{1,0209 \frac{g}{cm^3}} = 15,9857 \frac{cm^3}{mol} \quad (4.2.4)$$

4.3 Refrakcja molowa atomów/wiązań

$$\begin{cases} 8x_1 + 18x_2 = 38,8505 \frac{cm^3}{mol} \\ 6x_1 + 14x_2 = 29,6887 \frac{cm^3}{mol} \\ 4x_1 + 10x_2 + x_3 = 21,2551 \frac{cm^3}{mol} \\ 2x_1 + 7x_2 + x_3 + x_4 = 15,9857 \frac{cm^3}{mol} \end{cases} \quad (4.3.1)$$

gdzie: x_1 – refrakcja molowa węgla ($>C<$)
 x_2 – refrakcja molowa wodoru ($-H$)
 x_3 – refrakcja molowa tlenu w grupie OH ($-O-$)
 x_4 – refrakcja molowa azotu w I-rzędowych aminach ($-N=$)

$$A = \begin{bmatrix} 8 & 18 & 0 & 0 \\ 6 & 14 & 0 & 0 \\ 4 & 10 & 1 & 0 \\ 2 & 7 & 1 & 1 \end{bmatrix}; \quad B = \begin{bmatrix} 38,8505 \frac{cm^3}{mol} \\ 29,6887 \frac{cm^3}{mol} \\ 21,2551 \frac{cm^3}{mol} \\ 15,9857 \frac{cm^3}{mol} \end{bmatrix}; \quad X = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \end{bmatrix} \quad (4.3.2)$$

$$AX = B \Rightarrow X = A^{-1}B$$

$$A^{-1} = \begin{bmatrix} 3,5 & -4,5 & 0 & 0 \\ -1,5 & 2 & 0 & 0 \\ 1 & -2 & 1 & 0 \\ 2,5 & -3 & -1 & 1 \end{bmatrix} \quad (4.3.3)$$

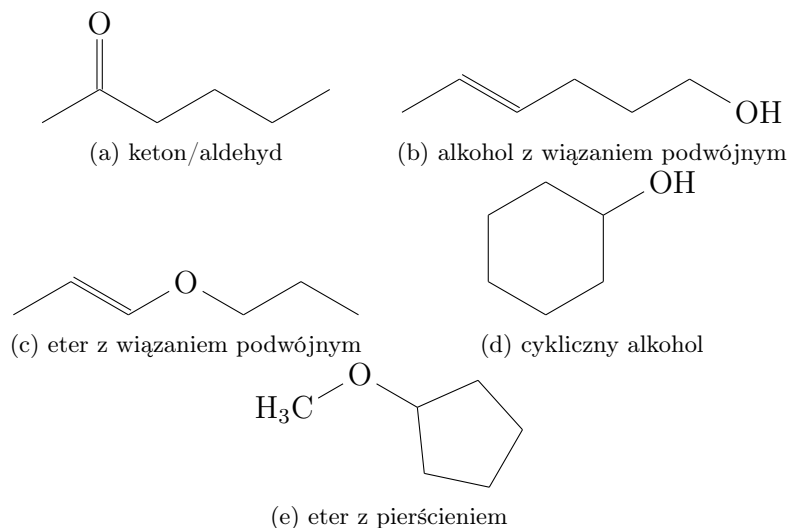
$$\begin{bmatrix} 3,5 & -4,5 & 0 & 0 \\ -1,5 & 2 & 0 & 0 \\ 1 & -2 & 1 & 0 \\ 2,5 & -3 & -1 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 38,8505 \frac{cm^3}{mol} \\ 29,6887 \frac{cm^3}{mol} \\ 21,2551 \frac{cm^3}{mol} \\ 15,9857 \frac{cm^3}{mol} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 2,3779 \frac{cm^3}{mol} \\ 1,1015 \frac{cm^3}{mol} \\ 0,7283 \frac{cm^3}{mol} \\ 2,7910 \frac{cm^3}{mol} \end{bmatrix} \quad (4.3.4)$$

³Układ równań (4.3.1) rozwiązano metodą macierzy odwrotnej przy użyciu programu MS Office Excel 365

5 Zadanie kontrolne

Związek w zadaniu kontrolnym miał wzór sumaryczny $C_6H_{12}O$

5.1 Izomery



Rysunek 2: Możliwe grupy izomerów konstytucyjnych związku o wzorze sumarycznym $C_6H_{12}O$ ⁴

$$R_{(a)} = 6 \cdot 2,418 \frac{cm^3}{mol} + 12 \cdot 1,100 \frac{cm^3}{mol} + 2,211 \frac{cm^3}{mol} = 29,919 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.1.1)$$

$$R_{(b)} = 6 \cdot 2,418 \frac{cm^3}{mol} + 12 \cdot 1,100 \frac{cm^3}{mol} + 1,525 \frac{cm^3}{mol} + 1,733 \frac{cm^3}{mol} = 30,966 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.1.2)$$

$$R_{(c)} = 6 \cdot 2,418 \frac{cm^3}{mol} + 12 \cdot 1,100 \frac{cm^3}{mol} + 1,643 \frac{cm^3}{mol} + 1,733 \frac{cm^3}{mol} = 31,084 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.1.3)$$

$$R_{(d)} = 6 \cdot 2,418 \frac{cm^3}{mol} + 12 \cdot 1,100 \frac{cm^3}{mol} + 1,525 \frac{cm^3}{mol} = 29,233 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.1.4)$$

$$R_{(e)} = 6 \cdot 2,418 \frac{cm^3}{mol} + 12 \cdot 1,100 \frac{cm^3}{mol} + 1,643 \frac{cm^3}{mol} = 29,351 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.1.5)$$

Tabela 3: ZESTAWIENIE WYNIKÓW POMIARÓW REFRAKTOMETRYCZNYCH SUBSTANCJI W ZADANIU KONTROLNYM⁵

Nazwa substancji	Wzór sumaryczny	M $\left[\frac{g}{mol}\right]$	m_{ps} [g]	d_s $\left[\frac{g}{cm^3}\right]$	n	\bar{n}	R_s $\left[\frac{cm^3}{mol}\right]$
—	$C_6H_{12}O$	100,19	42,3292	0,9539	1,4585	1,459	28,5149
					1,4590		
					1,4595		

⁴Zilustrowane wzory strukturalne są tylko przykładowymi związkami z danej grupy izomerów. Izomery w jednej grupie mogą się od siebie różnić m.in. rzędowością, ale mają taką samą wartość refrakcji molowej.

⁵Obliczenia wykonane przy użyciu programu MS Office Excel 365

5.2 Obliczenia dla substancji z zadania

$$d = \frac{42,3292g - 17,7900g}{25,7243cm^3} = 0,9539 \frac{g}{cm^3} \quad (5.2.1)$$

$$R = \frac{(1,459)^2 - 1}{(1,459)^2 + 2} \cdot \frac{100,19 \frac{g}{mol}}{0,9539 \frac{g}{cm^3}} = 28,5149 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.2.2)$$

5.3 Identyfikacja związku

$$\left| 28,5149 \frac{cm^3}{mol} - 29,919 \frac{cm^3}{mol} \right| = 1,4041 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.3.1)$$

$$\left| 28,5149 \frac{cm^3}{mol} - 30,966 \frac{cm^3}{mol} \right| = 2,4511 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.3.2)$$

$$\left| 28,5149 \frac{cm^3}{mol} - 31,084 \frac{cm^3}{mol} \right| = 2,5691 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.3.3)$$

$$\left| 28,5149 \frac{cm^3}{mol} - 29,233 \frac{cm^3}{mol} \right| = 0,7181 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.3.4)$$

$$\left| 28,5149 \frac{cm^3}{mol} - 29,351 \frac{cm^3}{mol} \right| = 0,8361 \frac{cm^3}{mol} \quad (5.3.5)$$

6 Wnioski

Porównanie wyznaczonych wartości refrakcji molowych atomów i wiązań z wartościami tablicowymi^[1] wskazuje na wyraźną rozbieżność między wartością wyznaczoną a tablicową refrakcji molowej tlenu w grupie OH (wyznaczona: $0,7283 \frac{cm^3}{mol}$, tablicowa: $1,525 \frac{cm^3}{mol}$, różnica: $0,7967 \frac{cm^3}{mol}$). Dla pozostałych wartości różnice są niewielkie.

Wartość refrakcji molowej substancji z zadania kontrolnego jest najbliższa wartości wyznaczonej (na podstawie wartości tablicowych^[1]) dla cykloheksanolu ($R_s = 28,5148 \frac{cm^3}{mol}$, $R_{\text{cykloheksanol}} = 29,233 \frac{cm^3}{mol}$). Możemy z tego wyciągnąć wniosek, że badaną w zadaniu kontrolnym substancją jest cykloheksanol.

Na podstawie:

^[1] Jerzy Bryłka, Ewa Więckowska-Bryłka, Bożena Parczewska-Plesnar, and Barbara Bortnowska-Bareła. *Eksperymentalna chemia fizyczna*. Wydawnictwo SGGW, Warszawa, 2017.