

## Απλή και Κλασματική Απόσταξη

### Απλή απόσταξη

### Κλασματική απόσταξη

### Αέριος χρωματογραφία

Η απόσταξη είναι μια τεχνική που χρησιμοποιείται συνήθως για το διαχωρισμό και τον καθαρισμό ενός υγρού συστατικού από ένα μίγμα. Με απλά λόγια, η απόσταξη περιλαμβάνει τη θέρμανση ενός υγρού μίγματος έως το σημείο ζέσης του, όπου το υγρό μετατρέπεται ταχύτατα σε ατμό. Στη συνέχεια, οι ατμοί, πλουσιότεροι στο πιο πτητικό συστατικό, συμπυκνώνονται σε διαφορετικό δοχείο. Όταν τα συστατικά ενός μίγματος έχουν αρκετά διαφορετικές τάσεις ατμών (ή σημεία ζέσης), δύνανται να διαχωριστούν με απόσταξη.

Ο σκοπός αυτού του πειράματος είναι να επεξηγηθεί η χρήση της απόσταξης για διαχωρισμό ενός μίγματος δύο πτητικών υγρών με διαφορετικά σημεία ζέσης. Κάθε μίγμα, το οποίο θα μπορούσε να δοθεί ως άγνωστο, θα συνίστατο από δύο υγρά του ακόλουθου πίνακα

Τα υγρά του μίγματος θα διαχωριστούν με δύο τεχνικές απόσταξης: την απλή και την κλασματική απόσταξη. Τα αποτελέσματα των δύο αυτών μεθόδων θα συγκριθούν μετά την ανάλυση της σύστασης του **αποστάγματος** (απεσταγμένου υγρού) με τη χρήση της αέριας χρωματογραφίας. Θα μπορούσατε επίσης

να κατασκευάσετε ένα διάγραμμα της θερμοκρασίας της απόσταξης σε σχέση με το συνολικό όγκο του συλλεγόμενου αποστάγματος. Το συγκεκριμένο διάγραμμα θα σας επιτρέψει να προσδιορίσετε κατά προσέγγιση τα σημεία ζέσης των δύο υγρών και να πραγματοποιήσετε μια γραφική σύγκριση μεταξύ των δύο μεθόδων απόσταξης.

Το Πείραμα 8Α έχει σχεδιαστεί να πραγματοποιηθεί με τη χρήση γυάλινων σκευών ημι-μικροκλίμα-

κας χρησιμοποιώντας μια συμβατική συσκευή απόσταξης. Στο Πείραμα 8Β, παρουσιάζεται μια εναλλακτική συσκευή σε επίπεδο μικροκλίμακας, όπου χρησιμοποιείται ένα επίθεμα Hickman. Ωστόσο, η κλίμακα και στις δύο περιπτώσεις είναι η ίδια, ενώ το πείραμα μπορεί να πραγματοποιηθεί ευκολότερα με τη γυάλινη συσκευή ημι-μικροκλίμακας.

Ένωση	Σημείο Ζέσης (°C)
Εξάνιο	69
Κυκλοεξάνια	80,7
Επτάνιο	98,4
Τολουόλιο	110,6

### ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΗ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ

<b>Νέα:</b>	Τεχνική 14	Απλή Απόσταξη
	Τεχνική 15	Κλασματική Απόσταξη
	Τεχνική 22	Αέρια Χρωματογραφία

### ΕΙΔΙΚΕΣ ΟΔΗΓΙΕΣ

Στο συγκεκριμένο πείραμα χρησιμοποιούνται πολλοί εύφλεκτοι διαλύτες, επομένως, μην χρησιμοποιείτε γυμνή φλόγα στο εργαστήριο.

<sup>1</sup>Το πείραμα αυτό βασίζεται σε ένα παρόμοιο που αναπτύχθηκε από τον James Patterson του North Seattle Community College, Seattle.

Στο πείραμα αυτό εργαστείτε κατά ζεύγη. Σε κάθε ζεύγος φοιτητών θα ανατεθεί ένα άγνωστο δείγμα που περιέχει υγρά από τον παραπάνω πίνακα. Ο ένας φοιτητής του κάθε ζεύγος θα πρέπει να εκτελέσει μια απλή απόσταξη και ο άλλος μια κλασματική απόσταξη. Θα γίνει σύγκριση των αποτελεσμάτων των δύο αυτών μεθόδων.

---

## ΠΡΟΤΕΙΝΟΜΕΝΗ ΔΙΑΘΕΣΗ ΑΠΟΒΛΗΤΩΝ

Απορρίψτε όλα τα οργανικά υγρά στο δοχείο των μη αλογονωμένων οργανικών διαλυτών.

---

## ΣΗΜΕΙΩΣΕΙΣ ΓΙΑ ΤΟΝ ΕΚΠΑΙΔΕΥΤΗ

Μία μέθοδος μόνωσης του αεροψυκτήρα που χρησιμοποιείται ως στήλη για την κλασματική απόσταξη προϋποθέτει τη χρησιμοποίηση δύο στιβάδων διάφανου εύκαμπτου σωλήνα (PVC, πολυβινυλοχλωρίδιο) στην επιφάνεια του αεροψυκτήρα. Για μια διάμετρο στήλης 1,3 cm, θα χρησιμοποιήσετε για την εσωτερική στιβάδα μόνωσης ένα πλαστικό σωλήνα με 1,3 cm εσωτερική και 1,6 cm εξωτερική διάμετρο και για την εξωτερική στιβάδα 1,6 cm εσωτερική και 2,2 cm εξωτερική διάμετρο. Κόψτε το σωλήνα σε κομμάτια μήκους 8,9 cm και σχίστε τα από το ένα άκρο έως το άλλο έτσι ώστε να μπορούν να γλιστρούν πάνω στη στήλη. Η κοπή του σωλήνα γίνεται χρησιμοποιώντας ένα κοφτερό ψαλίδι ή ένα μαχαίρι με κατάλληλη λαβή. Μην χρησιμοποιείτε λεπίδα ξυραφιού γιατί μπορεί να τραυματιστείτε άσχημα. Ο διάφανος σωλήνας σας επιτρέπει να παρατηρείτε τι ακριβώς συμβαίνει εντός της στήλης και επιπρόσθετα λειτουργεί ως μόνωση. Μια άλλη μέθοδος μόνωσης της κλασματικής στήλης είναι η περιτύλιξη του αεροψυκτήρα με επένδυση από βαμβάκι περίπου 3½ της ίντσας. Προετοιμάστε την επένδυση καλύπτοντας και τις δύο πλευρές του βαμβακερού στρώματος με αλουμινόχαρτο. Περιτυλίξτε ολόκληρη την επένδυση με μονωτική ταινία ώστε να διατηρηθεί το βαμβάκι στη θέση του και παράλληλα να καταστεί πιο ανθεκτική. Σταθεροποιήστε την επένδυση στη στήλη με ταινία ή πλαστικούς σφικτήρες.

Ένας εύχρηστος, ασφαλής και ακριβής τρόπος παρακολούθησης της θερμοκρασίας κατά τη διάρκεια της απόσταξης είναι η χρησιμοποίηση μιας συσκευής του οίκου Vernier LabQuest με αισθητήρα από ανοξείδωτο χάλυβα ή μια διεπαφή του οίκου Vernier LabPro με φορητό υπολογιστή και αισθητήρα από ανοξείδωτο χάλυβα (βλ. Τεχνικές 13, Τμήμα 13.4 και Τεχνικές 14, Τμήμα 14.5 και Εικόνα 14.12). Και με τις δύο μεθόδους, οι φοιτητές παρατηρούν μια γραφική παράσταση του χρόνου ως προς τη θερμοκρασία. Μια άλλη κατάλληλη μέθοδος είναι η χρησιμοποίηση ενός ψηφιακού θερμόμετρου με αισθητήρα από ανοξείδωτο χάλυβα (βλ. Τεχνικές 14, Ενότητα 14.5 και Σχήμα 14.12). Ωστόσο, οι περισσότερες από αυτές τις συσκευές δεν μας παρέχουν μια γραφική παράσταση της θερμοκρασίας. Όλες αυτές οι μέθοδοι είναι ακριβέστερες από αυτές που χρησιμοποιούν μη υδραργυρικά θερμόμετρα. Εάν χρησιμοποιηθεί γυάλινο θερμόμετρο, η θερμοκρασία είναι ακριβέστερη στην περίπτωση ενός υδραργυρικού θερμομέτρου μερικής εμβάπτισης. Για επιπρόσθετα σχόλια που σχετίζονται με τη χρήση των συσκευών αυτών, ανατρέξτε στο Εγχειρίδιο του Εκπαιδευτή, όπου συμπεριλαμβάνονται κατάλληλοι αισθητήρες ανοξείδωτου χάλυβα για το συγκεκριμένο πείραμα.

Παρασκευάσατε άγνωστα μίγματα που συνίστανται από τα ακόλουθα ζεύγη υγρών: εξάνιο-επτανίο, εξάνιο-τολουόλιο και κυκλοεξάνιο-τολουόλιο. Η απόσταξη των συγκεκριμένων μιγμάτων μας παρέχει μια ικανοποιητική σύγκριση μεταξύ των δύο μεθόδων απόσταξης. Δείτε το Εγχειρίδιο του Εκπαιδευτή για τον τρόπο δημιουργίας των μιγμάτων αυτών.

Αν τα δείγματα δεν αναλθθούν με αέρια χρωματογραφία αμέσως μετά το απόσταξη, είναι απαραίτητο να αποθηκευθούν σε στεγανά φιαλίδια. Έχει διαπιστωθεί ότι τα φιαλίδια GC-MS λειτουργούν πιο αποτελεσματικά γι' αυτό το σκοπό σε σχέση με τα κωνικά φιαλίδια που βρίσκουμε στο κουτί των γυαλίων μικροκλίμακας.

Ο συνθήκες του αερίου χρωματογράφου ρυθμίζονται ως εξής: θερμοκρασία στήλης, 140 °C, θερμοκρασία έγχυσης, 150 °C, θερμοκρασία ανιχνευτή, 140 °C, ταχύτητα ροής φέροντος αερίου, 100 mL/λεπτό. Η συνιστώμενη στήλη έχει μήκος 2 m και 43,8 cm, με στατική φάση από Carbowax 20M.

Θα πρέπει να προσδιορίσετε τους συντελεστές απόκρισης των τεσσάρων υγρών που αναφέρονται στον πίνακα στην αρχή αυτού του πειράματος. Επειδή τα δεδομένα του πειράματος εκφράζονται ως όγκος, οι συντελεστές απόκρισης θα πρέπει να βασίζονται στον όγκο. Εγχύσετε ένα μίγμα από ίσους όγκους και των τεσσάρων ενώσεων και προσδιορίστε τα σχετικά εμβαδά των κορυφών. Επιλέξτε μία ένωση ως πρότυπο και ορίστε το συντελεστή απόκρισης της ίσο με 1,00. Υπολογίστε τους άλλους συντελεστές απόκρισης με βάση το δείγμα αναφοράς. Τυπικοί παράγοντες απόκρισης δίνονται στην υπο-

σημείωση 4. Αν και το συγκεκριμένο πείραμα μπορεί να διεξαχθεί με μια κεφαλή τύπου Hickman (βλ. Πείραμα 8B), είναι πιο δύσκολο να ελεγχθεί η ταχύτητα της απόσταξης και τα αποτελέσματα ενδέχεται να μην είναι τόσο ικανοποιητικά έναντι εκείνων που λαμβάνονται από το Πείραμα 8A.

## 8A ΠΕΙΡΑΜΑ 8A

### Απλή και κλασματική απόσταξη (Διεργασία ημιμικροκλίμακας)

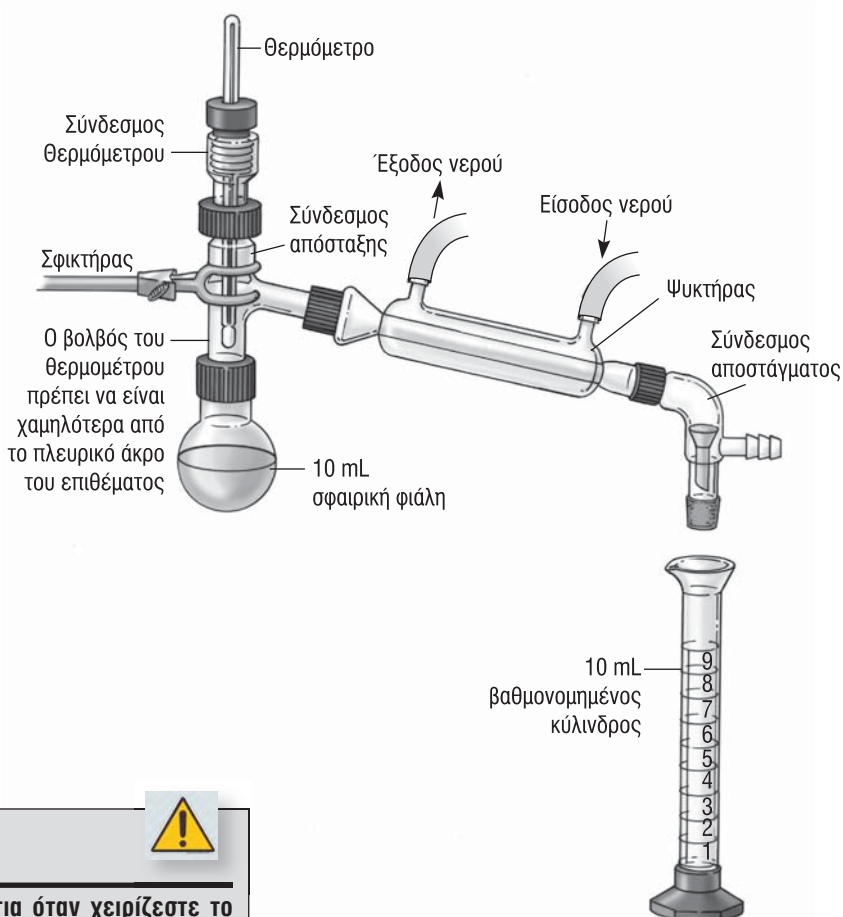
#### ΔΙΕΡΓΑΣΙΑ

Στο συγκεκριμένο πείραμα θα πρέπει να εργαστείτε ανά ζεύγη. Σε κάθε ζεύγος φοιτητών θα δοθεί ένα άγνωστο μίγμα που περιέχει ίσους όγκους δυο υγρών από το πίνακα που βρίσκεται στην αρχή του πειράματος. Ο ένας από τους φοιτητές θα πρέπει να εκτελέσει την απλή απόσταξη του μίγματος, και ο άλλος να πραγματοποιήσει την αντίστοιχη κλασματική απόσταξη

#### Συσκευή

Κατά τη διάρκεια της απόσταξης η θερμοκρασία θα μπορούσε να μετρηθεί είτε με ένα θερμόμετρο ή με έναν αισθητήρα θερμοκρασίας από ανοξείδωτο χάλυβα. Εάν προτιμηθεί ο αισθητήρας από ανοξείδωτο χάλυβα, θα πρέπει να χρησιμοποιηθεί σε συνδυασμό είτε ενός ψηφιακού θερμομέτρου ή με μία από τις Συσκευές Vernier (βλ. Τεχνικές 13, Ενότητα 13.4 και Τεχνικές 14, Σχήμα 14.12). Ο εκπαιδευτής θα σας δώσει οδηγίες σχετικά με τη μέθοδο που θα χρησιμοποιήσετε. Συναρμολογήστε την κατάλληλη συσκευή απόσταξης (βλ. Σχήματα). Σημειώστε προσεκτικά τη θέση του θερμομέτρου στα Σχήματα αυτά. Ο βολβός του θερμομέτρου ή το άκρο του ανοξείδωτου χάλυβα πρέπει να τοποθετηθεί αρκετά πιο κάτω από το πλευρικό άκρο του επιθέματος απόσταξης, αλλιώς δεν θα αναγνωσθεί σωστά η θερμοκρασία. Εάν χρησιμοποιηθεί θερμόμετρο, θα πρέπει να τοποθετηθεί στην κατάλληλη θέση μέσω του επιθέματος θερμομέτρου. Εάν χρησιμοποιηθεί αισθητήρας, τότε συγκρατείται στην κατάλληλη θέση μέσω ενός ελαστικού πώματος (βλ. Τεχνική 14, Σχήμα 14.12).

Εάν διενεργήσετε την κλασματική απόσταξη, τοποθετήστε στο εσωτερικό του αεροψυκτήρα ομοίμορφα το υλικό (0,8-0,9 g) ενός συρμάτινου σφουγγαριού καθαρισμού από ανοξείδωτο ασάλι. Ο ευκολότερος τρόπος να συσκευάσετε τη στήλη είναι να κόψετε αρκετές λωρίδες του μεταλλικού



#### ΠΡΟΣΟΧΗ



Πρέπει να φοράτε βαριά βαμβακερά γάντια όταν χειρίζεστε το σφουγγάρι καθαρισμού από ανοξείδωτο χάλυβα. Οι άκρες του είναι πολύ αιχμηρές και μπορούν να κόψουν εύκολα το δέρμα.

Η Συσκευή για την απλή απόσταξη. Θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί ένα ψηφιακό θερμόμετρο. (Βλ. Τμήμα 13.4 και Εικόνα 14.12 στις Τεχνικές).

σφουγγαριού με το κατάλληλο βάρος. Χρησιμοποιώντας μία μακριά ράβδο με λυγισμένη άκρη, τραβήξτε τις μεταλλικές λουρίδες εντός του αεροψυκτήρα. Μετά την απομάκρυνση της ράβδου, χρησιμοποιήστε μια μεταλλική σπάτουλα ή μια γυάλινη ράβδο ανάδευσης ώστε να ρυθμίσετε τη θέση του μεταλλικού υλικού. Μην συσκευάζετε το υλικό πολύ σφιχτά σε οποιοδήποτε μέρος του αεροψυκτήρα.

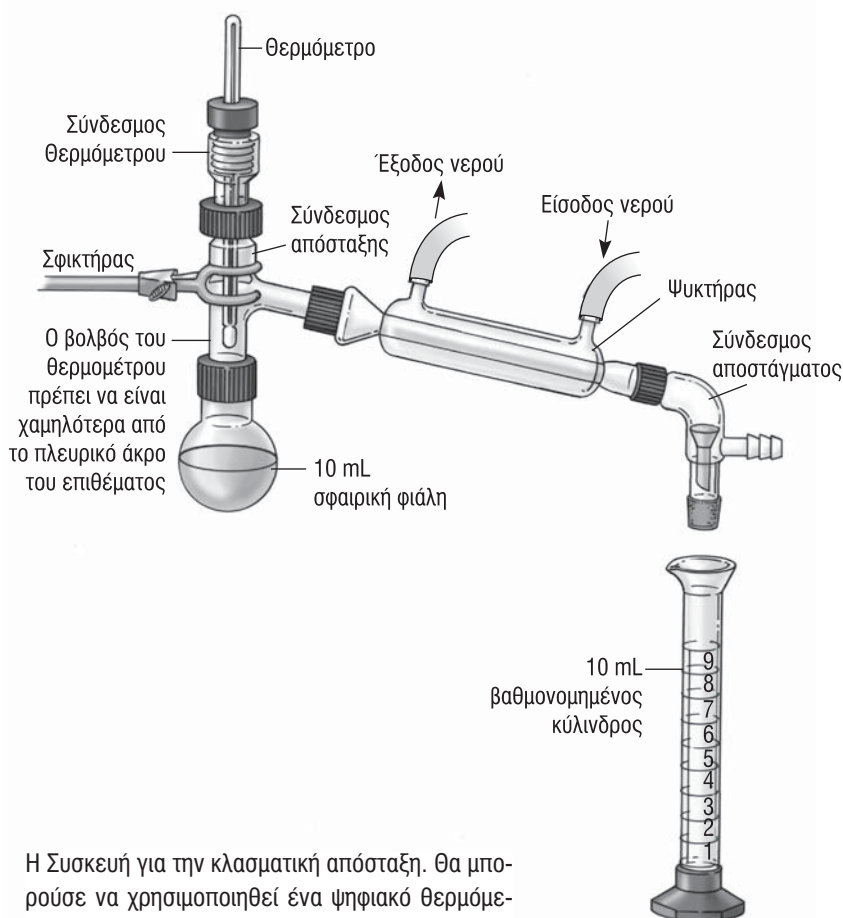
Περιτυλίξτε το γυάλινο τμήμα μεταξύ των δύο πλαστικών πωμάτων με πλαστικό σωλήνα όπως περιγράφεται στις σημειώσεις για τον εκπαιδευτή. Εναλλακτικά, χρησιμοποιήστε τη μέθοδο με μόνωση από βαμβάκι (ανατρέξτε στις σημειώσεις του εκπαιδευτή). Κρατήστε τη μόνωση στη θέση της με μονωτική ταινία ή πλαστικούς σφικτήρες.

Για την απλή ή και την κλασματική απόσταξη, τοποθετείστε στη σφαιρική φιάλη των 10 mL μια πέτρα βρασμού και στη συνέχεια προσθέστε 8,0 mL από το άγνωστο μίγμα (μετρούμενο με βαθμονομημένο κύλινδρο των 10 mL). Για τη θέρμανση χρησιμοποιήστε θερμαντικό σώμα και ένα πλακίδιο αλουμινίου.

### Απόσταξη

Οι συγκεκριμένες οδηγίες ισχύουν τόσο για τις απλές όσο και για τις κλασματικές αποστάξεις. Για την ψύξη, ανοίξτε την παροχή του νερού στον ψυκτήρα και ρυθμίστε τη θερμότητα έτσι ώστε το υγρό να ζέει γρήγορα. Κατά τη διάρκεια των αρχικών σταδίων της απόσταξης, συνεχίστε να διατηρείτε υψηλή ταχύτητα ζέσης. Καθώς ανέρχονται οι θερμοί ατμοί, θα αυξήσουν σταδιακά τη θερμοκρασία της γυάλινης συσκευής και στην περίπτωση της κλασματικής απόσταξης, της κλασματικής στήλης. Επειδή η γυάλινη μάζα και των υπολοίπων υλικών είναι αρκετά μεγάλη, θα χρειαστούν 10-20 λεπτά θέρμανσης πριν η θερμοκρασία της απόσταξης αρχίσει να αυξάνεται ταχύτατα και να προσεγγίσει το σημείο ζέσης του αποστάγματος. (Σημειώστε ότι αυτό μπορεί να διαρκέσει περισσότερο στην περίπτωση της κλασματικής απόσταξης). Όταν η θερμοκρασία αρχίσει να σταθεροποιείται, σύντομα θα παρατηρήσετε τις σταγόνες του αποστάγματος να πέφτουν στο βαθμονομημένο κύλινδρο.

**ΣΗΜΕΙΩΣΗ:** Για το υπόλοιπο της απόσταξης, είναι πολύ σημαντικό να ρυθμιστεί η θερμοκρασία του θερμαντικού σώματος έτσι ώστε η απόσταξη να πραγματοποιείται με ταχύτητα 1 σταγόνα ανά 5 δευτερόλεπτα. **Εάν η ταχύτητα της απόσταξης αυξηθεί πέραν αυτού, δεν μπορεί να επιτευχθεί επαρκής διαχωρισμός μεταξύ των υγρών.** Από την άλλη, αν η απόσταξη διεξαχθεί με χαμηλότερη ταχύτητα από την προτεινόμενη, η θερμοκρασία της απόσταξης ενδεχομένως να είναι χαμηλότερη από αυτή που θα έπρεπε.



Τώρα ίσως χρειαστεί να μειώσετε τη θερμότητα ώστε να επιτύχετε την επιθυμητή ταχύτητα απόσταξης. Θα ήταν επίσης χρήσιμο να ανασηκώσετε τη σφαιρική φιάλη ελαφρώς πάνω από το πλακίδιο του αλουμινίου για περίπου ένα λεπτό ώστε να ψύξετε το μίγμα ταχύτερα. Επίσης, θα πρέπει να αρχίσετε την καταγραφή της θερμοκρασίας απόσταξης προς το συνολικό όγκο του συλλεγόμενου αποστάγματος. Αρχίζοντας

Η Συσκευή για την κλασματική απόσταξη. Θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί ένα ψηφιακό θερμόμετρο. (Βλ. Ενότητα 13.4 και Εικόνα 14.12 στις Τεχνικές).

από ένα όγκο 0,5 mL, καταγράφετε τη θερμοκρασία κάθε 0,5 mL αποστάγματος, προσδιορίζοντας τον όγκο του αποστάγματος από το βαθμονομημένο ογκομετρικό κύλινδρο των 10 mL. Αφού συλλέξετε 1,0 mL αποστάγματος, αφαιρέστε τον κύλινδρο των 10 mL και συλλέξτε τις επόμενες 3-4 σταγόνες αποστάγματος σε ένα μικρό φιαλίδιο που κλείνει στεγανά.<sup>2</sup> Σημειώστε το φιαλίδιο ως «δείγμα 1 mL» και πωματίστε το ερμητικά, διαφορετικά το πητικότερο συστατικό θα εξατμιστεί ταχύτερα και η σύνθεση του μίγματος θα μεταβληθεί. Συνεχίστε τη συλλογή του αποστάγματος στο βαθμονομημένο κύλινδρο. Καθώς αυξάνεται η θερμοκρασία απόσταξης, ίσως χρειαστεί να διατηρήσετε την ίδια ταχύτητα απόσταξης.<sup>3</sup> Συνεχίστε την καταγραφή των δεδομένων θερμοκρασίας και όγκου.

Όταν συλλέξετε συνολικά 5,0 mL αποστάγματος, λάβετε ένα μικρό δείγμα αποστάγματος σε ένα δεύτερο μικρό φιαλίδιο. (Εάν η συνολική ποσότητα του αποστάγματος που αναμένετε να συλλέξετε είναι λιγότερη από 5,0 mL, συλλέξτε τις τελευταίες 3-4 σταγόνες). Πωματίστε το φιαλίδιο και σημειώστε το ως «δείγμα των 5,0 mL». Έπειτα, συνεχίστε την απόσταξη έως ότου παραμένει μια μικρή ποσότητα υγρού (περίπου 0,5 mL) στη φιάλη απόσταξης.

---

**ΣΗΜΕΙΩΣΗ:** Μην αποστάζετε μέχρι ξηρού! Μια ξηρή σφαιρική φιάλη ενδέχεται να σπάσει εάν είναι πολύ θερμή.

---

Ο καλύτερος τρόπος για να σταματήσετε την απόσταξη είναι σβήσετε το θερμαντικό σώμα και να ανασηκώσετε ολόκληρη τη συσκευή απόσταξης από το πλακίδιο του αλουμινίου.

## Ανάλυση

### Καμπύλη της απόσταξης

Χρησιμοποιώντας τα δεδομένα που συλλέξατε για τη θερμοκρασία της απόσταξης και το συνολικό όγκο του αποστάγματος, σχεδιάστε χωριστά διαγράμματα για την απλή και την κλασματική απόσταξη. Στις γραφικές παραστάσεις, ο άξονας  $x$  αντιστοιχεί στον όγκο σε βήματα των 0,5 mL και ο άξονας  $y$  στη θερμοκρασία. Συγκρίνοντας τα δύο διαγράμματα θα πρέπει να καταστεί σαφές ότι η κλασματική απόσταξη είχε ως αποτέλεσμα τον αποτελεσματικότερο διαχωρισμό των δύο υγρών. Χρησιμοποιώντας το διάγραμμα της κλασματικής απόσταξης, υπολογίστε τα σημεία ζέσης των δύο συστατικών στο μίγμα σας εντοπίζοντας τις δύο περιοχές του διαγράμματος που οι θερμοκρασίες παραμένουν σταθερές. Από αυτά τα κατά προσέγγιση σημεία ζέσης, προσπαθήστε να ταυτοποιήσετε τα δύο υγρά του μίγματος σας (βλ. πίνακα στην αρχή του πειράματος). Σημειώστε ότι το παρατηρούμενο σημείο ζέσης του πρώτου συστατικού ενδεχομένως να είναι ελαφρώς υψηλότερο από το πραγματικό σημείο ζέσης, ενώ το παρατηρούμενο σημείο ζέσης για το δεύτερο συστατικό είναι κάπως χαμηλότερο από το πραγματικό σημείο ζέσης του. Ο λόγος έγκειται στη μη απαιτούμενη ενεργότητα της κλασματικής στήλης, ώστε να επιτευχθεί πλήρης διαχωρισμός όλων των υγρών ζευγών του πειράματος. Επομένως, μπορεί να είναι πιο εύκολο τα δύο υγρά στο μίγμα να ταυτοποιηθούν με την αέρια χρωματογραφία, όπως περιγράφεται στην επόμενη ενότητα.

### Αέρια χρωματογραφία

Η αέρια χρωματογραφία είναι μια οργανολογική μέθοδος η οποία διαχωρίζει τα συστατικά ενός μίγματος με βάση τα σημεία ζέσης τους. Το συστατικό με το χαμηλότερο σημείο ζέσης διέρχεται πρώτο διαμέσου της στήλης, ακολουθούμενο από τα συστατικά με την υψηλότερη θερμοκρασία ζέσης. Ο πραγματικός χρόνος που απαιτείται ώστε να διέλθει μια ένωση διαμέσου της στήλης ονομάζεται **χρόνος κατακράτησης (retention time) της συγκεκριμένης ένωσης**. Κατά την έξοδο του κάθε συστατικού από τη στήλη, αυτό ανιχνεύεται και καταγράφεται ως μια κορυφή που είναι ανάλογη με την ποσότητα της ένωσης που εισήχθη στη στήλη.

Η αέρια χρωματογραφία δύναται να χρησιμοποιηθεί για τον προσδιορισμό της σύστασης των δύο δειγμάτων τα οποία συλλέξατε στα μικρά φιαλίδια. Ο εκπαιδευτής ή ένας εργαστηριακός βοη-

<sup>2</sup>Διαπιστώσαμε ότι τα φιαλίδια GC-MS είναι ιδανικά για το σκοπό αυτό.

<sup>3</sup>Μετά την απόσταξη του πρώτου συστατικού, είναι συνηθισμένο να παρατηρήσετε σημαντική πτώση θερμοκρασίας. Αν συμβεί αυτό, θα ήταν χρήσιμο να αυξήσετε την παροχή θερμότητας. Ωστόσο, βεβαιωθείτε ότι δεν υπερβαίνετε την ταχύτητα απόσταξης 1 σταγόνα ανά 5 δευτερόλεπτα.

θός μπορεί είτε να κάνει τις εκχύσεις των δειγμάτων είτε να σας επιτρέψει να τις πραγματοποιήσετε. Στην τελευταία περίπτωση, ο εκπαιδευτής θα σας δώσει τις κατάλληλες οδηγίες. Μια ικανοποιητική ποσότητα δείγματος είναι τα 2,5 mL, η οποία στη συνέχεια εισάγεται στον αέριο χρωματογράφο και καταγράφεται το αέριο χρωματογράφημα. Ανάλογα με την αποτελεσματικότητα της απόσταξης στο διαχωρισμό των δύο ενώσεων, μπορείτε να δείτε μία ή δύο κορυφές. Το συστατικό με το χαμηλότερο σημείο ζέσης παρουσιάζει μικρότερο χρόνο κατακράτησης από εκείνο με το υψηλότερο σημείο ζέσης. Ο εκπαιδευτής σας μπορεί σας παρέχει τους πραγματικούς χρόνους κατακράτησης της κάθε ένωσης, ώστε να έχετε τη δυνατότητα να εντοπίστε την κάθε κορυφή με περισσότερη βεβαιότητα.

Μετά τη λήψη του αερίου χρωματογραφήματος, προσδιορίστε τα σχετικά εμβαδά των δύο κορυφών (Τεχνική 22, Ενότητα 22.12). Μπορείτε να τα υπολογίσετε με τριγωνισμό των κορυφών, ή μπορεί να πραγματοποιηθεί ηλεκτρονικά από το ίδιο το όργανο. Σε κάθε περίπτωση, θα πρέπει να διαιρέσετε την κάθε περιοχή με τον παράγοντα απόκρισης ώστε να ληφθούν υπόψη οι διαφορές στην απόκριση του ανιχνευτή στις διάφορες ενώσεις.<sup>4</sup> Υπολογίστε τα επί τοις εκατό ποσοστά των δύο ενώσεων και στα δύο δείγματα. Συγκρίνετε τα αποτελέσματα της απλής και κλασματικής απόσταξης.

## 8A ΠΕΙΡΑΜΑ 8A

### Απλή και κλασματική απόσταξη (Διεργασία μικροκλίμακας)

#### ΔΙΕΡΓΑΣΙΑ

Το πείραμα αυτό μπορεί επίσης να πραγματοποιηθεί χρησιμοποιώντας μια κεφαλή Hickman, αν και δεν είναι τόσο εύκολο να ελεγχθεί ο όγκος του αποστάγματος ή η ταχύτητας της απόσταξης. Για να εκτελέσετε μια απλή απόσταξη, ανατρέξτε στην Τεχνική 14, Σχήμα 14.7B. Για την κλασματική απόσταξη, βλ. Τεχνική 15, Σχήμα 15.2. Και για τις δύο αποστάξεις, χρησιμοποιήστε μια σφαιρική φιάλη των 10-mL και μια κεφαλή Hickman που φέρει πλευρική έξοδο (Τεχνική 14, Σχήμα 14.4B). Συνδέστε πάνω από την κεφαλή Hickman ένα υδροψυκτήρα. Θα ήταν χρήσιμο να γείρετε τη συσκευή ελαφρώς (5-10 μοίρες) προς την κατεύθυνση της πλευρικής εξόδου έτσι ώστε το υγρό στη δεξαμενή της κεφαλής Hickman να ρέει προς την πλευρική έξοδο.

Τόσο στο Σχήμα 14.7B όσο και στο Σχήμα 15.2, που αναφέρονται στην προηγούμενη παράγραφο, κατά τη διάρκεια της απόσταξης χρησιμοποιείται ένα θερμόμετρο για την παρακολούθηση της θερμοκρασίας. Θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί αντί θερμομέτρου ένας αισθητήρας θερμοκρασίας από ανοξείδωτο χάλυβα, εάν είναι αρκετά μακρύς. Για περισσότερη συζήτηση σχετικά με τη χρήση ενός αισθητήρα θερμοκρασίας, δείτε την πρώτη παράγραφο στην ενότητα Συσκευές του Πειράματος 8A.

Ακολουθήστε τη διαδικασία που δίδεται στο Πείραμα 8A, με εξαίρεση ότι θα είναι απαραίτητο να μεταφέρετε το απόσταγμα από την κεφαλή Hickman σε ένα 10 mL ογκομετρικό κύλινδρο ώστε να συλλέξετε τα δεδομένα για τη θερμοκρασία απόσταξης και το συνολικό όγκο του αποστάγματος. Όπως υποδεικνύεται στη διεργασία, αυτό πρέπει να γίνεται ανά τακτά χρονικά διαστήματα έτσι ώστε να λαμβάνονται δεδομένα κάθε 0,5-mL. Επειδή δεν θα είστε σε θέση να μετρήσετε τις σταγόνες, θα πρέπει να προσπαθήσετε ώστε ο ρυθμός της απόσταξης να είναι τρία έως τέσσερα λεπτά ανά ml αποστάγματος. Κάθε φορά που πραγματοποιείτε μια μεταφορά, είναι σημαντικό να αφαιρείτε όσο το δυνατόν περισσότερο απόσταγμα, διαφορετικά, το επόμενο δείγμα του αποστάγματος θα επιμολυνθεί από το υγρό απόσταγμα που απομένει.

<sup>4</sup>Επειδή οι συντελεστές απόκρισης είναι ορισμένοι για συγκεκριμένα όργανα μέτρησης, θα σας δοθούν για το δικό σας όργανο. Οι τυπικοί συντελεστές απόκρισης που λαμβάνονται για τον αέριο χρωματογράφο τύπου GowMac 69-350 είναι για το εξάνιο (1,50), το κυκλοεξάνιο (1,80), το επτάνιο (1,63) και το τολουόλιο (1,41). Οι συγκεκριμένοι συντελεστές απόκρισης προσδιορίστηκαν με έγχυση ενός μίγματος ίσων όγκων των τεσσάρων υγρών και τον προσδιορισμό των σχετικών εμβαδών των κορυφών.