



1. Badanie gęstości bezwzględnej gliceryny i jej roztworów wodnych w temp. 20°C.

Gęstość jest podstawową wielkością fizykochemiczną, charakterystyczną dla danej substancji chemicznej w danej temperaturze. Definiowana jest jako stosunek masy ciała do jej objętości i wyrażana wzorem:

$$d=m/V [\text{g/cm}^3]$$

gdzie: m – masa produktu

V – objętość produktu

Gęstość cieczy, w tym emulsji jest wielkością zależną od temperatury. Dla większości substancji wraz ze wzrostem temperatury gęstość maleje.

Pomiaru gęstości badanej substancji można dokonać za pomocą piknometrów (ciała stałe lub ciecze), wagi hydrostatycznej (ciała stałe), hydrometru (ciecze) lub przepływowego densymetru oscylacyjnego (ciecze i gazy). Zazwyczaj temperatura pomiaru wynosi 20°C. Ze względu na prostotę i dużą precyzję pomiarów badania densymetryczne mają zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu, w tym w przemyśle kosmetycznym.

Gęstościomierz przepływowy wykorzystuje metodę oscylacyjną z U-rurką, umożliwiając pomiary gęstości z niezwykle dużą dokładnością w szerokim zakresie lepkości badanych substancji. Dokładność pomiaru gęstości szacowana jest na $5 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$.

Prawidłowy pomiar gęstości wymaga uwagi w kilku obszarach:

- 1) Czyszczenie celi pomiarowej;
- 2) Sprawdzenie na wodzie;
- 3) Regulacja;
- 4) Przygotowanie próbki;



5) Napełnienie próbką celi pomiarowej;

Postępowanie zgodnie z tymi pięcioma punktami pozwala uzyskać dokładne i powtarzalne wyniki gęstości.

Czyszczenie celi pomiarowej

Bezpośrednio po/przed pomiarem gęstości należy usunąć próbkę z celi pomiarowej i wyczyścić celę pomiarową. W tym celu najlepiej jest używać dwóch płynów czyszczących. Płyn czyszczący (1) powinien rozpuszczać i usuwać pozostałości badanej próbki z celi pomiarowej. Dlatego musi być dobrym rozpuszczalnikiem dla wszystkich składników próbki. Płyn czyszczący (2) powinien usuwać płyn czyszczący nr (1). Dodatkowo powinien być łatwy do odparowania za pomocą suchego strumienia powietrza w celu przyspieszenia suszenia celi. Do tego celu służy wbudowana w densymetr wewnętrzna pompa powietrza.

Sprawdzenie na wodzie

Sprawdzenie należy przeprowadzać każdego dnia przed rozpoczęciem pomiarów. W tym celu należy wprowadzić do celi pomiarowej podwójnie destylowaną, dejonizowaną wodę. Dodatkowo woda musi być świeżo odgazowana za pomocą myjki ultradźwiękowej. Określoną gęstość należy porównać z gęstością podaną w tabeli dla odpowiedniej temperatury. Dla 20°C gęstość dla wody ultraczystej powinna wynosić:
 $d_{20^{\circ}\text{C}} = 0,998203 \text{ g/cm}^3$.

Jeżeli zmierzona wartość gęstości nie mieści się w wymaganym zakresie tolerancji, sprawdzenie należy wykonać jeszcze raz.

Regulacja

Jeśli sprawdzenie na wodzie nie daje oczekiwanego rezultatu, należy powtórzyć procedurę mycia i suszenia celi. Jeśli dalej wskazywana wartość dla wody dejonizowanej znacząco odbiega od wartości wzorcowej należy przeprowadzić regulację celi pomiarowej



za pomocą sprawdzenia na powietrzu i wodzie. Należy jednak pamiętać, że regulacja powoduje zmiany stałych wartości urządzenia. Powinna być zatem przeprowadzona jedynie w przypadku, jeżeli wcześniejsze próby nie powiodły się.

Przygotowanie próbki

Dla uzyskania powtarzalnych wyników gęstości, próbki należy przygotowywać zawsze w ten sam sposób, z wielką starannością. Sposób przygotowania próbki do badania powinien wynikać z charakterystyki próbki. Należy zatem wziąć pod uwagę, czy próbka np. zawiera gazy, czy jest lepka, a może lotna. Jeżeli próbka zawiera pęcherzyki powietrza, należy próbkę odgazować za pomocą myjki ultradźwiękowej. W tym celu należy umieścić próbkę w myjce na 5-10 min., aż do chwili, kiedy zakończy się proces tworzenia nowych pęcherzyków. Jeżeli natomiast próbka zawiera CO₂, to należy ją energicznie mieszać lub wytrząsać, aż do chwili, kiedy nie będą się pojawiały nowe pęcherzyki.

Napełnianie próbki

Celę pomiarową należy napełnić tak, aby nie dopuścić do powstania pęcherzyków powietrza w próbce. Zazwyczaj dokonujemy tego za pomocą strzykawki. Napełnianie wymaga jednak pewnej wprawy, aby uzyskiwane wyniki były powtarzalne i aby uniknąć powstawania pęcherzyków w celi pomiarowej.

W przypadku, kiedy mamy do czynienia z próbkami lepкими, należy próbkę trochę podgrzać (tak, aby lepkość zmalała). Można taką próbkę wprowadzić najpierw do strzykawki wyciągając całkowicie tłok i napełniając ją od tyłu za pomocą łyżeczki, a następnie włożyć tłok ponownie. W przypadku próbek bardzo lepких należy zastosować nasadkę grzewczą, aby zapobiec zestaleniu się próbki na wejściu i wyjściu celi pomiarowej.

Jeżeli pomiar wykonywany jest metodą ciągłą, wejście i wyjście z celi połączone jest rurkami, które zanurzone są w badanym roztworze o znanej masie. Rurka

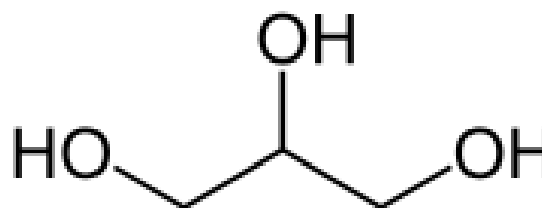


wychodząca przechodzi przez pompkę, która tłoczy roztwór, który mieszany jest za pomocą mieszadła magnetycznego. Nowe stężenie roztworu uzyskuje się przez dozowanie do niego znanej ilości jednego ze składników (odważonej na wadze analitycznej).

Po zakończeniu pomiaru próbkę należy usunąć, a celę pomiarową umyć!

GLICERYNA

Gliceryna (propanotriol), zwana również glicerolem, jest organicznym związkiem chemicznym, najprostszym alkoholem trójhydroksylowym. W warunkach normalnych



jest syropowatą cieczą, tłustą w dotyku, bezbarwną lub prawie bezbarwną, przezroczystą. Z wodą miesza się bez ograniczeń. Jest również dobrze rozpuszczalna w alkoholach. Jest bardzo dobrym rozpuszczalnikiem dla tłuszczów i lipidów przez co używana jest do produkcji min. kremów, pomadek i balsamów. Powodów, dla których gliceryna używana jest w przemyśle kosmetycznym jest jeszcze przynajmniej kilka:

1. posiada silne właściwości nawilżające;
2. osłania i chroni skórę przed szkodliwymi czynnikami zewnętrznymi;
3. wnika w głąb skóry i trzyma wilgoć zapobiegając nadmiernej przesnaskórkowej utracie wody;
4. łagodzi podrażnienia i koi skórę;
5. silnie wygładza i regeneruje;
6. poprawia elastyczność i jędrność skóry;
7. jest doskonałym środkiem na spierzchniętą i zrogowaciałą skórę zwłaszcza na łokciach i kolanach;



8. jej działanie jest długotrwałe i silne;
9. zapobiega wysychaniu produktów kosmetycznych.

Podstawowe właściwości fizykochemiczne gliceryny.

Masa cząsteczkowa: 92,09 g/mol

Gęstość: 1,26 g/cm³ (20°C)

Temperatura topnienia: 18°C

Temperatura wrzenia: 290°C



CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie gęstości bezwzględnej roztworów wodnych gliceryny, zapoznanie się z metodyką pomiarową z użyciem densymetru przepływowego ANTON PAAR DMA 5000. Gęstościomierz ten wykorzystuje metodę oscylacyjną z U-rurką, umożliwiając pomiary gęstości z niezwykle dużą dokładnością w szerokim zakresie lepkości badanych substancji. Dokładność pomiaru gęstości szacowana jest na $5 \cdot 10^{-6}$ g/cm³.

WYKONANIE ĆWICZENIA

Odczynniki: gliceryna, woda podwójnie destylowana dejonizowana.

Sprzęt: densymetr ANTON PAAR, kolbki miarowe, waga analityczna, strzykawka.

Pomiary gęstości rozpocząć od 85% r-ru gliceryny, a następnie dla kolejnych próbek o stężeniach: 70%, 50%, 30%, 20%, 10% i 5%, przygotowanych metodą wagową, przez rozcieńczanie r-ru 70%. Masa każdej z próbek powinna być równa 20 g. Przed wykonaniem próbek należy pokazać prowadzącemu wyniki obliczeń potrzebnych do ich przygotowania. Pomiary wykonać w temperaturze 20°C.

Przygotowanie próbki roztworu gliceryny do badania:

- ✓ z kolbki z roztworem gliceryny o stężeniu 85% pobrać strzykawką próbkę o objętości ok. 2 cm³.
- ✓ napełnić próbką celę pomiarową, sprawdzić, czy w celi nie ma pęcherzyków powietrza
- ✓ włączyć pomiar postępując zgodnie z instrukcją
- ✓ po ustabilizowaniu się temperatury spisać ustabilizowaną wartość gęstości
- ✓ wypompować ciecz z celi pomiarowej
- ✓ przemyć kilkakrotnie celę pomiarową kolejnym roztworem o niższym stężeniu
- ✓ postępować w identyczny sposób z pozostałymi roztworami
- ✓ zmierzyć gęstość czystej dejonizowanej wody oraz próbki o nieznanym stężeniu C_x



OPRACOWANIE WYNIKÓW

Wyniki przedstawić w formie tabeli i na wykresie. Na podstawie krzywej wzorcowej wyznaczyć dla próbki X stężenie C_x .

Stężenie roztworu gliceryny (% masowy)	Gęstość [g/cm³]
85	
70	
50	
30	
20	
10	
5	
woda dejonizowana	
C_x	