



MINISTERSTWO EDUKACJI
NARODOWEJ



Urszula Wulkiewicz

Badanie fizycznych właściwości substancji 311[31].O1.03

Poradnik dla ucznia

Wydawca
Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy
Radom 2006

Recenzenci:
dr Władysław Goworek
mgr Wanda Warska

Opracowanie redakcyjne:
mgr inż. Małgorzata Urbanowicz

Konsultacja:
dr inż. Bożena Zając

Korekta:

Poradnik stanowi obudowę dydaktyczną programu jednostki modułowej 311[31].O1.03 „Badanie fizycznych właściwości substancji” zawartego w modułowym programie nauczania dla zawodu technik technologii chemicznej.

Wydawca
Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy, Radom 2006

„Projekt współfinansowany ze środków Europejskiego Funduszu Społecznego”

SPIS TREŚCI

1. Wprowadzenie	4
2. Wymagania wstępne	6
3. Cele kształcenia	7
4. Materiał nauczania	8
4.1. Zasady pracy w laboratorium pomiarów wielkości fizycznych. Technika opracowywania wyników pomiarów	8
4.1.1. Materiał nauczania	8
4.1.2. Pytania sprawdzające	12
4.1.3. Ćwiczenia	12
4.1.4. Sprawdzian postępów	13
4.2. Pomiar temperatury, charakterystyka przyrządów do pomiaru temperatury wrzenia	14
4.2.1. Materiał nauczania	14
4.2.2. Pytania sprawdzające	19
4.2.3. Ćwiczenia	19
4.2.4. Sprawdzian postępów	20
4.3. Pomiar temperatury topnienia i krzepnięcia, charakterystyka przyrządów do pomiaru temperatury topnienia i krzepnięcia	21
4.3.1. Materiał nauczania	21
4.3.2. Pytania sprawdzające	26
4.3.3. Ćwiczenia	26
4.3.4. Sprawdzian postępów	27
4.4. Pomiar gęstości, charakterystyka przyrządów do pomiaru gęstości	28
4.4.1. Materiał nauczania	28
4.4.2. Pytania sprawdzające	31
4.4.3. Ćwiczenia	32
4.4.4. Sprawdzian postępów	33
4.5. Pomiar lepkości, charakterystyka przyrządów do pomiaru lepkości	34
4.5.1. Materiał nauczania	34
4.5.2. Pytania sprawdzające	39
4.5.3. Ćwiczenia	39
4.5.4. Sprawdzian postępów	40
4.6. Pomiar współczynnika załamania światła, charakterystyka przyrządów do pomiaru współczynnika załamania światła	41
4.6.1. Materiał nauczania	41
4.6.2. Pytania sprawdzające	44
4.6.3. Ćwiczenia	44
4.6.4. Sprawdzian postępów	45
4.7. Pomiar temperatury zapłonu i palenia, charakterystyka przyrządów do pomiaru temperatury zapłonu i palenia	46
4.7.1. Materiał nauczania	46
4.7.2. Pytania sprawdzające	48
4.7.3. Ćwiczenia	48
4.7.4. Sprawdzian postępów	49
4.8. Pomiar kąta skręcania płaszczyzny polaryzacji światła, charakterystyka przyrządów do pomiaru kąta skręcania płaszczyzny polaryzacji światła	50
4.8.1. Materiał nauczania	50
4.8.2. Pytania sprawdzające	51

4.8.3. Ćwiczenia	52
4.8.4. Sprawdzian postępów	53
5. Sprawdzian osiągnięć	54
6. Literatura	59

1. WPROWADZENIE

Poradnik będzie Ci pomocny w przyswajaniu wiedzy o właściwościach fizycznych substancji, metodach ich pomiaru oraz budowie i zasadach pracy przyrządów do oznaczania fizycznych wielkości.

W poradniku zamieszczono:

- wymagania wstępne, czyli wykaz niezbędnych umiejętności, które powinieneś mieć opanowane, aby przystąpić do realizacji tej jednostki modułowej,
- cele kształcenia, które powinieneś osiągnąć w wyniku procesu kształcenia,
- materiał nauczania (rozdział 4), który umożliwi Ci samodzielne przygotowanie się do wykonania ćwiczeń i zaliczenia sprawdzianów. Obejmuje on wiadomości, pytania sprawdzające, ćwiczenia, sprawdzian postępów,
- sprawdzian osiągnięć umożliwi Ci sprawdzenie Twoich umiejętności ukształtowanych podczas realizacji tej jednostki modułowej,
- literaturę uzupełniającą.

Jeżeli masz trudności ze zrozumieniem tematu lub ćwiczenia, to poproś nauczyciela o wyjaśnienie i ewentualne sprawdzenie, czy dobrze wykonujesz dana czynność. Po przerobieniu materiału spróbuj zaliczyć sprawdzian z zakresu jednostki modułowej.

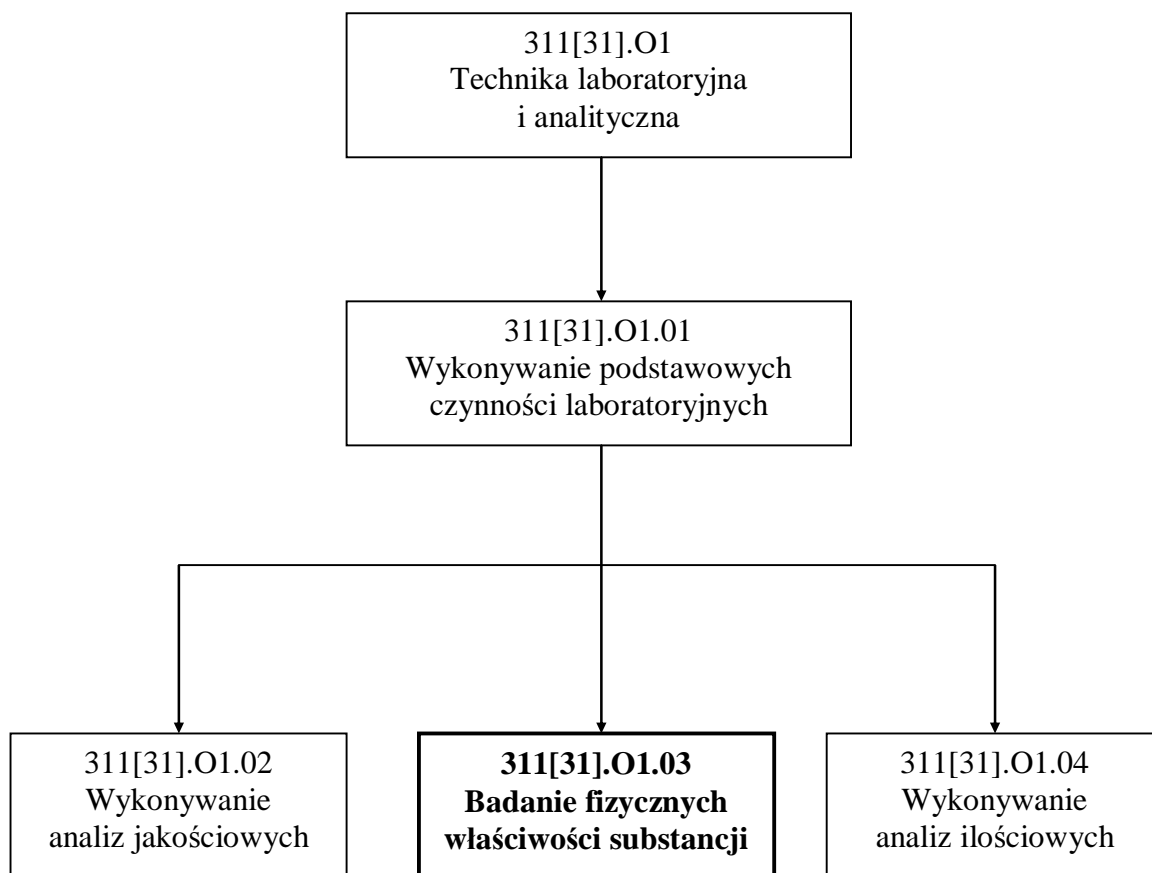
Bezpieczeństwo i higiena pracy

W czasie pobytu w pracowni musisz przestrzegać regulaminów, przepisów bezpieczeństwa i higieny pracy oraz instrukcji przeciwpożarowych, wynikających z rodzaju wykonywanych prac.

W przypadku pożaru należy:

- usunąć z pobliża naczynia z palnymi cieczami,
- do gaszenia palnych cieczy stosować gaśnice lub koc gaśniczy,
- płonących przewodów elektrycznych nie wolno gasić wodą przed wyłączeniem prądu, stosować do gaszenia gaśnicę proszkową lub śniegową,
- płonąca odzież gasić przez owinięcie kocem szklanym.

W przypadku zatrucia, oparzenia i innych urazów należy poszkodowanemu niezwłocznie udzielić pierwszej pomocy, korzystając z wyposażenia apteczki. Bardziej szczegółowe przepisy poznasz podczas trwania nauki.



Schemat układu jednostek modułowych

2. WYMAGANIA WSTĘPNE

Przystępując do realizacji programu jednostki modułowej, powinieneś umieć:

- korzystać z różnych źródeł informacji,
- czytać tekst ze zrozumieniem,
- dokonać selekcji i analizy informacji podanych w formie wykresów i tablic chemicznych,
- stosować odpowiednie jednostki,
- posługiwać się podstawowymi pojęciami chemicznymi,
- rozróżniać pojęcia: właściwości fizyczne i chemiczne substancji,
- posługiwać się poprawną nomenklaturą i symboliką chemiczną,
- rozpoznawać podstawowy sprzęt laboratoryjny,
- wykonywać podstawowe działania arytmetyczne,
- stosować podstawowe zasady bhp.

3. CELE KSZTAŁCENIA

W wyniku realizacji programu jednostki modułowej, powinieneś umieć:

- przedstawić metody pomiaru wielkości fizycznych charakteryzujących substancje,
- określać rodzaje norm stosowanych w podstawowych pomiarach fizycznych właściwości substancji,
- zorganizować stanowisko pracy laboratoryjnej,
- zmierzyć podstawowe wielkości fizyczne charakteryzujące substancje,
- wyjaśnić przyczyny powstawania błędów w pomiarach wielkości fizycznych,
- określić dokładność wykonanych pomiarów,
- wykorzystać w sposób racjonalny sprzęt i aparaturę pomiarową,
- wykorzystać w sposób racjonalny substancje i czynniki energetyczne,
- sporządzić dokumentację laboratoryjną,
- zinterpretować wyniki przeprowadzonych pomiarów,
- zastosować przepisy bhp oraz ochrony przeciwpożarowej podczas wykonywania prac laboratoryjnych.

4. MATERIAŁ NAUCZANIA

4.1. Zasady pracy w laboratorium pomiarów wielkości fizycznych Technika opracowywania wyników pomiarów

4.1.1. Materiał nauczania

Badania chemiczne obejmują, poza typowymi metodami analitycznymi, również pomiary wielkości fizycznych charakterystycznych dla danej substancji. Każda mierzalna właściwość zjawiska lub substancji jest nazywana wielkością fizyczną. Najczęściej badanymi wielkościami fizycznymi substancji są:

- temperatura wrzenia (t. wrz.),
- temperatura topnienia (t.t.),
- temperatura krzepnięcia (t. krz.),
- temperatura zapłonu, palenia,
- współczynnik załamania światła,
- gęstość,
- lepkość.

Wymienione wielkości służą do identyfikacji substancji i oceny ich czystości. Każda mierzona wielkość fizyczna jest przedstawiona w postaci wartości liczbowej i jednostki, w jakiej jest wyrażana. Pomiar polega na porównaniu wielkości mierzonej z wartością tej wielkości, która jest przyjęta za jednostkę w literaturze naukowej.

Pomiar wielkości fizycznej obejmuje następujące etapy:

- przyjęcie odpowiedniej jednostki miary,
- wyznaczenie liczbowej wartości mierzonej za pomocą odpowiednich przyrządów (pomiar),
- ocenę dokładności pomiaru.

Jednostka miary, w jakiej jest wyrażona wartość mierzonej wielkości, musi być zgodna z obowiązującym układem jednostek. Podstawowe jednostki obowiązujące przedstawia tabela 1.

Tabela 1. Wykaz legalnych jednostek miar [1]

Lp.	Wielkość	Nazwa jednostki	Oznaczenie
1	długość, odległość	metr	m
2	masa	kilogram	kg
3	czas	sekunda	s
4	prąd elektryczny	amper	A
5	temperatura	kelwin	K
6	liczność materii (ilość)	mol	mol
7	światłość	kandela	cd

Czynności związane z ustalaniem wartości liczbowej wielkości nazywa się pomiarem. Wartość ta wyraża się iloczynem liczby i jednostki miary, na przykład: 20⁰C, 7 m. Zjawisko fizyczne, które jest podstawą pomiaru nazywa się zasadą pomiaru.

Rozróżnia się wiele metod pomiarowych:

- metoda bezpośrednia (w której wartość wielkości mierzonej otrzymuje się bezpośrednio, bez wykonywania dodatkowych obliczeń),
- metoda pośrednia (w której wartość wielkości mierzonej otrzymuje się pośrednio z pomiarów bezpośrednich innych wielkości związanych z wielkością mierzoną),
- metoda różnicowa (jest metodą pomiarową porównawczą opartą na porównaniu wartości wielkości mierzonej z niewiele różniącą się od niej wartością tej samej wielkości i pomiarze różnicy tych wartości),
- metoda zerowa (stosowana na przykład przy wyznaczaniu napięcia za pomocą kompensatora lub przy pomiarze rezystancji za pomocą mostka Wheastone’a. Jest odmianą metody pomiarowej różnicowej),
- metoda wychyleniowa „odchyleniowa” (jest interpretowana podobnie jak metoda pomiarowa porównawcza, w której wyznaczenie wartości wielkości mierzonej uzyskuje się przez wychylenie przyrządu wskazującego).

Wartości wielkości mierzonej, którą uzyskano podczas wykonywania pomiaru, nazywamy wynikiem pomiarowym.

Narzędzia pomiarowe dzielą się na:

- wzorce miar,
- przyrządy pomiarowe.

Pomiary wielkości fizycznych wykonuje się za pomocą przyrządów pomiarowych.

Przyrządy pomiarowe na ogół składają się z następujących części:

- czujnika – odbierającego informacje o wartości wielkości mierzonej,
- linii przesyłowych – przekazujących sygnały od czujnika do miernika,
- miernika – podającego wyniki pomiaru wielkości mierzonej.

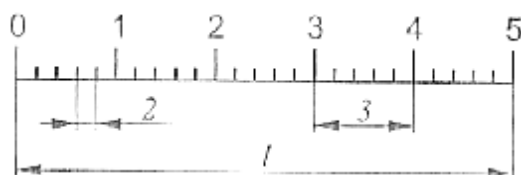
Mierniki ze względu na sposób wskazywania wyników dzielą się na cyfrowe i analogowe.

W miernikach cyfrowych jeden odczyt wartości mierzonej odpowiada pewnemu zakresowi zmian wartości mierzonej; wskazania miernika zmieniają się skokowo. Mierniki analogowe mają skalę naniesioną na podzielnę, a wskazania miernika zmieniają się w sposób ciągły.

Skala przyrządu jest to uporządkowany zbiór znaków w postaci kresek lub punktów. Na każdej skali przyrządu wyróżnia się:

- podziałkę elementarną – odległość między dwoma sąsiednimi kreskami lub punktami,
- podziałkę podstawową – odległość między dwoma kreskami lub punktami oznaczonymi liczbami,
- długość podziałki – odległość między kreskami lub punktami ograniczającymi podziałkę.

Wielkość wartości mierzonej można odczytać z dokładnością równą podziałce elementarnej. Najczęściej stosowane podziałki są przedstawione na rysunku 1



Rys. 1. Podziałka przyrządu pomiarowego: 1 – długość podziałki, 2 – podziałka elementarna, 3 – podziałka podstawowa [1]

Każdy pomiar jest obarczony błędem, który powoduje, że wartości wielkości mierzonych uzyskane z pomiarów i odczytów przyrządów różnią się od wartości rzeczywistych. Ze względu na powody powstawania błędów pomiarowych można wyróżnić:

- błędy obiektywne, związane z przyrządem pomiarowym bądź metodą pomiaru,
- błędy subiektywne, **których źródłem jest człowiek, np. błąd paralaksy.**

Jeżeli natomiast rozpatruje się sposób, w jaki błędy wpływają na wyniki pomiarów, to można podzielić je na błędy:

- systematyczne,
- przypadkowe.

Błędy systematyczne mają charakter stały, wpływają na wyniki zawsze w określonym kierunku i mają ściśle określoną przyczynę. Może ona tkwić zarówno w samej metodzie, jak i w niesprawnym przyrządzie lub nieprawidłowej obsłudze. Często przyczyny tych błędów eliminuje się przez zastosowanie innego aparatu, jak również wprowadzając poprawki, np. przy pomiarze temperatury wrzenia cieczy uwzględnia się poprawkę na jej zależność od ciśnienia.

Błędy przypadkowe (losowe) nie są do przewidzenia. Bywają na ogół niewielkie i nie wpływają na wynik średni. Ich pojawienie tłumaczy się jako skutek oddziaływania tzw. błędów elementarnych, czyli niemożliwych do przewidzenia niedokładności. Często istnieje możliwość dobrania odpowiedniego modelu matematycznego opisującego prawdopodobieństwo rozkładu błędów przypadkowych, co pozwala ocenić ich wpływ na wynik końcowy pomiaru.

Zupełnie inny charakter mają błędy grube, które powstają na skutek niedopatrzenia lub niestarannej pracy. Najczęściej odrzuca się pomiary obciążone tymi błędami. Na ogólny błąd pomiaru składają się wszystkie błędy. Błąd pomiaru powinien być jak najmniejszy. Najczęstszym sposobem zmniejszenia błędu jest wykonanie kilku pomiarów (n) tej samej wielkości (x) i podanie wartości średniej x_{sr} :

$$i = n \\ x_{\text{sr}} = \sum x_i / n$$

Błąd pomiaru można określić w dwojaki sposób – jako błąd bezwzględny Δ i jako błąd względny δ .

Błąd bezwzględny (Δ) jest to różnica wartości rzeczywistej i zmierzonej.

Błąd względny jest to stosunek błędu bezwzględnego do wartości rzeczywistej (v), najczęściej wyrażony w procentach.

$$\delta = \frac{\Delta}{v} 100\%$$

Pomiary wielkości fizycznych wykonuje się w laboratorium. Wyniki pomiarów uzyskanych w różnych laboratoriach nie mogą być różne dla tej samej substancji. Aby temu zapobiec, wprowadzono normy. Podają one szczegółowo przepis wykonania pomiaru zawartości określonego składnika w danym materiale.

Istnieją dwa podstawowe rodzaje norm: Polska Norma i Norma Branżowa. Polskie Normy zawierają przepisy analizy i charakterystykę substancji o szerszym zastosowaniu, zaś Normy Branżowe przepisy specyficzne, stosowane w danej gałęzi przemysłu.

Od czasu przystąpienia Polski do UE, Polskie Normy są tworzone przede wszystkim na podstawie tłumaczenia i zatwierdzania norm europejskich i światowych ISO, przyjmując oznaczenia PN – EN lub PN – ISO. Normy tłumaczone i zatwierdzone przez Polski Komitet Normalizacyjny mają taki sam status jak normy w języku oryginału.

W zbiorze norm szczególną grupę stanowią normy europejskie PN – EN, ze względu na to, że część z nich to normy zharmonizowane, których stosowanie jest obowiązuje w całej UE. Na przykład gęstość paliw należy oznaczać według normy PN-EN ISO 12185:2002, a lepkość kinematyczną według normy PN-EN ISO 3104:2004.

Zasady bezpiecznej pracy podczas pomiaru

Podczas wykonywania ćwiczeń należy przestrzegać zasad bezpiecznej pracy. Każdy człowiek pracujący w laboratorium chemiczno-pomiarowym jest narażony na niebezpieczeństwo dla zdrowia i życia, którego może całkowicie uniknąć pod warunkiem świadomego i ścisłego przestrzegania regulaminu i instrukcji bhp obowiązujących w laboratorium. Należy zdawać sobie sprawę z faktu, że większość chemikaliów i odczynników jest toksyczna, a efekt trujący zależy tylko od wielkości dawki. Dlatego bezpiecznie jest przestrzegać zasady, aby nigdy nie używać naczyń laboratoryjnych do picia i jedzenia.

Duże niebezpieczeństwo stwarzają używane na co dzień stężone kwasy mineralne. Dlatego miejsce dotknięte tymi kwasami należy szybko i obficie spłukać wodą. To samo dotyczy stężonych roztworów alkalicznych. Przed szkodliwymi substancjami lotnymi (HCN, H₂S, HF, NH₃, pary lotnych rozpuszczalników organicznych) dobrze zabezpieczają sprawnie działające wyciągi i ogólna wentylacja pomieszczeń laboratoryjnych.

Należy też przestrzec przed parami rtęci. Prace z rtęcią prowadzi się nad szczelnymi tacami, aby w żadnym przypadku nie dopuścić do rozlania rtęci na podłogę. Rtęć rozprasza się maleńkimi kroplami w najmniejszych szparach, skąd parując przez długi okres czasu zatrzuwa atmosferę pokoju laboratoryjnego.

W laboratorium chemik spotyka się z substancjami łatwo palnymi, które w mieszaninie z powietrzem tworzą mieszaniny wybuchowe. Można tu wymienić wodór i lotne rozpuszczalniki. Przy większości prac w laboratorium konieczne jest korzystanie z okularów ochronnych lub osłon na całą twarz.

Bezpieczeństwu pracy w laboratorium sprzyja porządek i czystość. Na stołach laboratoryjnych i pod wyciągami powinny znajdować się tylko te naczynia i odczynniki, które są niezbędne przy wykonywanej analizie lub pomiarze. Wszystkie inne naczynia należy po użyciu schować do szafek lub innych przeznaczonych na nie pomieszczeń. Ta sama sytuacja dotyczy wszystkich odczynników, które należy bezzwłocznie zabezpieczyć.

W laboratorium na widocznym miejscu powinna być tablica z zaznaczoną drogą ewakuacji oraz telefony służb ratowniczych.

Przystępując do pomiaru wielkości fizycznych, należy:

- zapoznać się z opisem metody pomiarów i zasadą konstrukcji przyrządu oraz jego danymi technicznymi,
- ustalić stanowisko pracy (stół laboratoryjny, wyciąg),
- dobrać odpowiedni sprzęt ochrony osobistej, np. okulary ochronne,
- zapoznać się z instrukcją obsługi przyrządu.

Do pomiaru można przystąpić po stwierdzeniu, iż dany przyrząd nadaje się do pracy.

Niewłaściwe połączenie układu pomiarowego lub nastawienie zbyt małego zakresu pomiarowego może doprowadzić do uszkodzenia przyrządu. Użytkownik przyrządów nie jest uprawniony do ich napraw, nawet jeżeli wydaje się to bardzo proste. Nie należy kręcić pokrętkami i przełącznikami bez potrzeby.

Przed włączeniem przyrządu do sieci należy sprawdzić:

- czy sznur i wtyczka nie są uszkodzone,
- czy napięcie sieciowe odpowiada podanemu na tabliczce znamionowej.

Dokumentację laboratoryjną (dzienniczek laboratoryjny) należy prowadzić na bieżąco.

Opis wykonywanych zadań powinien zawierać:

- temat ćwiczenia i datę wykonania,

- wykaz używanego szkła, sprzętu, odczynników i aparatury,
- zasady bezpiecznej pracy,
- schemat aparatury szklanej,
- opis postępowania podczas wykonywania ćwiczeń,
- obliczenia,
- spostrzeżenia i wnioski.

4.1.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie znasz rodzaje błędów?
2. Jakie znasz rodzaje pomiarów?
3. Jakie elementy wyróżnia się na skali przyrządu?
4. Jak należy obliczyć błąd bezwzględny oraz błąd względny?

4.1.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Oceń dokładność odczytu na podziałce cylindra miarowego o pojemności 100 cm³.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z materiałem nauczania (4.1.1),
- 2) odczytać długość podziałki,
- 3) odczytać podziałkę podstawową,
- 4) odczytać podziałkę elementarną,
- 5) określić dokładność pomiaru.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- cylinder o pojemności 100 cm³.

Ćwiczenie 2

Podczas oznaczeń ilościowych uczeń otrzymał następujące wyniki: 21, 22, 23. Wartość rzeczywista wynosi 22. Oblicz: średnią arytmetyczną wyników, błąd bezwzględny i względny dla każdego wyniku.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) obliczyć średnią arytmetyczną wyników,
- 2) obliczyć błąd bezwzględny dla każdego wyniku,
- 3) obliczyć błąd względny dla każdego wyniku.

Wyposażenie stanowiska pracy

- materiał nauczania (4.1.1),
- kalkulator.

4.1.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) odczytać długość podziałki, podziałkę podstawową i podziałkę elementarną?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2) ocenić dokładność pomiaru?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3) obliczyć błąd bezwzględny?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4) obliczyć błąd względny?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

4.2. Pomiar temperatury, charakterystyka przyrządów do pomiaru temperatury wrzenia

4.2.1. Materiał nauczania

Temperatura jest wielkością określającą stopień ogrzania ciała, zależną od średniej energii cząsteczek tego ciała. Przyrządami stosowanymi do pomiaru temperatury są termometry. Przyrządy do pomiaru temperatury dzielimy na: stykowe i bezstykowe (pirometry).

Termometry stykowe dzielą się na:

1) nieelektryczne wykorzystujące:

- rozszerzalność ciał stałych (dylatacyjne, bimetalowe),
- rozszerzalność cieczy (szklane, manometryczne cieczowe, manometryczne parowe),
- zmianę prężności pary nasyconej (szklane, manometryczne cieczowe, manometryczne parowe, manometryczne gazowe),
- rozszerzalność gazów (manometryczne gazowe).

2) elektryczne, do których zalicza się:

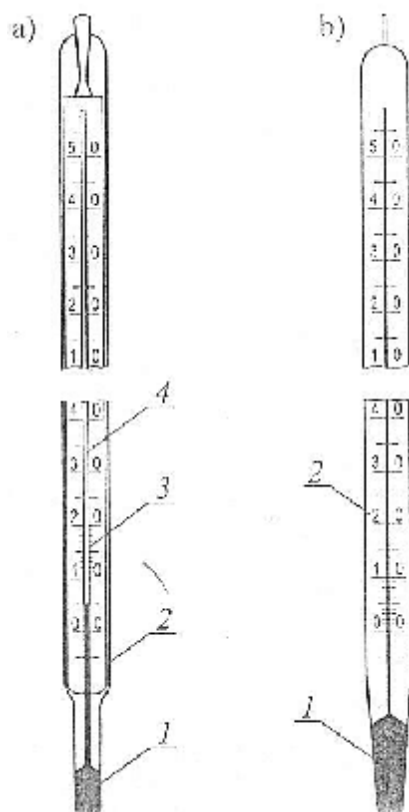
- termometry termoelektryczne (wychyłowe, kompensacyjne),
- rezystancyjne (ilorazowe, mostkowe niezrównoważone, mostkowo-ilorazowe, mostkowe zrównoważone),
- termistorowe.

Termometry bezstykowe to termometry:

- radiacyjne,
- fotoelektryczne,
- monochromatyczne z zanikającym włóknem,
- dwubarwowe.

Charakterystyka termometrów szklanych

Najczęściej spotyka się termometry szklane cieczowe, w których wykorzystuje się zjawisko rozszerzalności cieplnej cieczy. Pod względem konstrukcyjnym można wyróżnić dwa podstawowe typy laboratoryjnych termometrów cieczowych-rurkowe i bagietkowe (rysunek 2).



Rys. 2. Termometry laboratoryjne: a) rurkowy: 1 – zbiorniczek, 2 – osłona, 3 – podziałka, 4 – kapilara cienkościenna, b) bagietkowy: 1 – zbiorniczek, 2 – kapilara grubościenna [1]

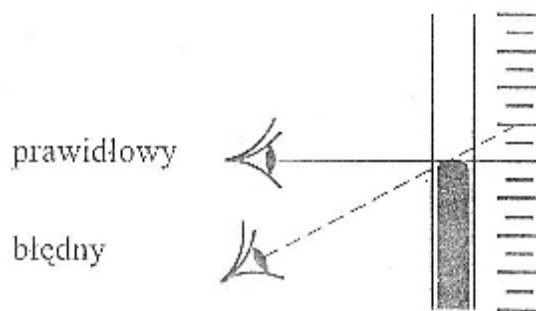
Termometr rurkowy składa się z cienkościennej rurki kapilarnej przechodzącej w niewielki kulisty lub walcowy zbiorniczek cieczy termometrycznej. Kapilara z cieczą termometryczną jest umieszczona wewnątrz wtopionej w zbiorniczek rurki szklanej stanowiącej osłonę. Wewnątrz osłony znajduje się skala wykonana w postaci cienkiej prostokątnej płytki z naniesioną podziałką. Termometr bagietkowy jest wykonany z grubościennej kapilary stopionej ze zbiorniczkiem. Przy wzroście temperatury słupek cieczy w kapilarze podnosi się, a menisk cieczy wskazuje na podziałkę wartość temperatury. Termometry mogą być wypełnione różnymi cieczami termometrycznymi, na przykład: rtęcią, alkoholem etylowym.

Ciecze termometryczne powinny charakteryzować się:

- niską temperaturą krzepnięcia,
- wysoką temperaturą wrzenia,
- zależnością liniową rozszerzalności objętościowej od temperatury,
- stałością właściwości fizycznych i chemicznych w szerokim zakresie temperatur przez długi czas.

Najczęściej wypełnia się termometry rtęcią. Termometry rtęciowe stosuje się w zakresie temperatur od -35°C do 350°C . Natomiast termometry wypełnione alkoholem etylowym stosuje się w zakresie od -80°C do 70°C .

Przy pomiarze temperatury bardzo ważny jest sposób odczytywania jej wartości na podziałce termometru. W celu uniknięcia błędu paralaksy oko obserwatora powinno się znajdować ściśle na poziomie menisku słupa cieczy, rysunek 3.



Rys. 3. Odczyt temperatury na skali termometru [1]

W dokładnych pomiarach temperatury należy uwzględnić głębokość zanurzenia termometru w środowisku, którego temperatura jest mierzona. Termometry są wzorcowane zwykle po całkowitym zanurzeniu, czasami po zanurzeniu do wysokości słupka cieczy w kapilarze. Podczas pomiaru w warunkach laboratoryjnych lub przemysłowych część słupka cieczy termometrycznej może wystawać ponad poziom cieczy lub materiału sypkiego. Temperatura otoczenia (różna od temperatury układu pomiarowego) może spowodować znaczne błędy odczytu. Wpływ ten koryguje się przez wprowadzenie odpowiedniej poprawki. Wartość poprawki Δt_z oblicza się ze wzoru:

$$\Delta t_z = n \cdot \alpha \cdot (t - t_s),$$

gdzie:

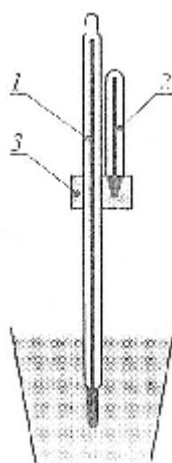
n – wysokość części słupka cieczy wystająca poza mierzone środowisko, wyrażona w stopniach podziałki termometru,

α – współczynnik rozszerzalności cieczy w szkle (dla rtęci wynosi on $0,00016^{\circ}\text{C}^{-1}$),

t – temperatura wskazywana przez termometr,

t_s – średnia temperatura słupka cieczy wystającego poza mierzone środowisko, zmierzona termometrem wzorcowym w sposób pokazany na rys. 4.

Jeżeli temperatura otoczenia jest niższa od mierzonej, to poprawka ma znak dodatni, a jeżeli jest wyższa to ujemny.



Rys. 4. Pomiar średniej temperatury słupka cieczy termometrycznej wystającego poza mierzone środowisko:
1 – termometr właściwy, 2 – termometr pomocniczy, 3 – izolacja [1]

Struktura szkła po dłuższym czasie ulega niewielkim zmianom wskutek występowania naprężeń. Zjawisko to może spowodować niewielką zmianę objętości zbiorniczka i pewne odkształcenie kapilary, czego skutkiem mogą być błędne wskazania termometru. Aby uniknąć błędów spowodowanych przez proces starzenia się szkła, należy termometry szklane co pewien czas sprawdzać ze względu na prawidłowość wskazań stałych punktów (0°C i 100°C). Sprawdzenie polega na porównaniu wyżej wymienionych stałych punktów z odpowiednimi punktami termometru wzorcowego. Ewentualne różnice odczytów uwzględnia się w formie poprawki przy podawaniu odczytanej temperatury na stosowanym termometrze. Poprawkę wynikającą z legalizacji przyrządu uwzględnia się przy podawaniu wartości odczytanej temperatury.

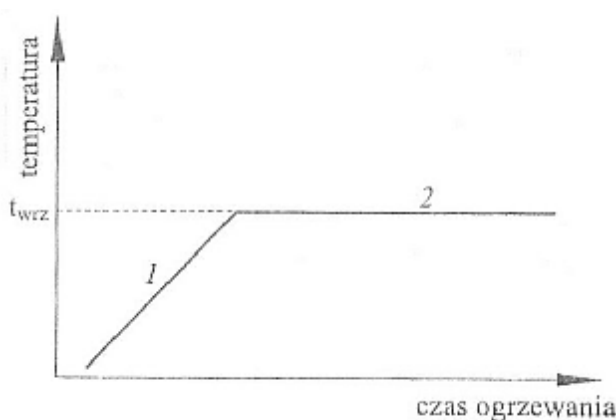
Pomiar temperatury wrzenia wykorzystuje się do identyfikacji i oceny cieczy. Temperatura wrzenia jest wielkością fizyczną charakterystyczną dla większości substancji chemicznych. Oznaczenie jej polega na umieszczeniu badanej cieczy w układzie pomiarowym, doprowadzeniu jej do wrzenia i określeniu wartości temperatury ustalonej w układzie. Pomiar temperatury powinien być przeprowadzony w taki sposób, aby był obarczony jak najmniejszym błędem.

Prężność par cieczy zależy od temperatury. Podczas ogrzewania cieczy wzrasta szybkość parowania (zwiększa się ilość pęcherzyków i szybkość ich powstawania), wzrasta prężność par i ciecz zaczyna gwałtownie wrzeć w całej objętości. Proces wrzenia rozpoczyna się wtedy, gdy prężność par substancji nad cieczą osiąga wartość ciśnienia zewnętrznego, a temperaturę ustaloną w takim układzie nazywa się temperaturą wrzenia. Temperatura wrzenia zależy od rodzaju cieczy i ciśnienia. Im wyższe ciśnienie, tym wyższa temperatura wrzenia.

Teoretyczne wartości temperatur wrzenia czystych substancji chemicznych można znaleźć w Poradniku fizykochemicznym. Są one podane w odniesieniu do ciśnienia normalnego 1013,25 hPa. Temperatura wrzenia czystej substancji jest stała przy stałym ciśnieniu. Praktycznie może się jednak wahać w granicach $1\text{--}2^{\circ}\text{C}$. Jeżeli zmierzona temperatura wrzenia ma inną wartość niż teoretyczna lub różnica pomiędzy początkową a końcową temperaturą wrzenia jest większa niż 1°C , to może świadczyć o:

- nieodpowiednich warunkach prowadzenia pomiaru: przegrzanie par, nieodpowiednie wymiary aparatury, nieprawidłowe umieszczenie termometru, niedokładny pomiar ciśnienia atmosferycznego,
- zanieczyszczeniu substancji.

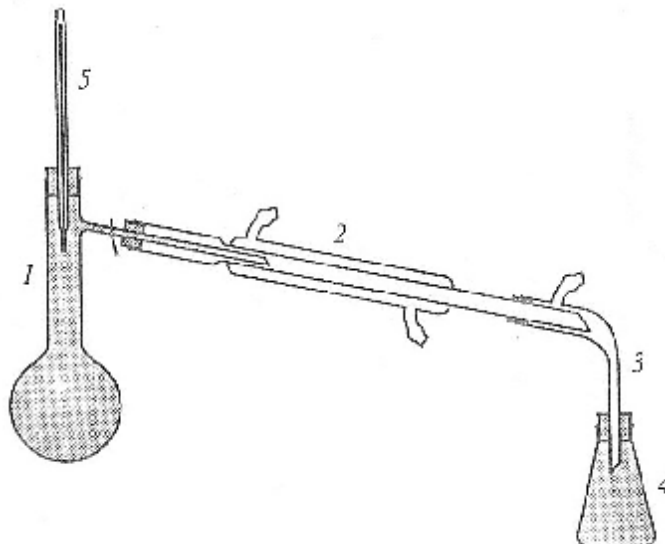
Podczas ogrzewania cieczy, w zestawie do pomiaru temperatury wrzenia, temperatura w układzie zmienia się w sposób przedstawiony na wykresie, rysunek 5.



Rys. 5. Wykres zmian temperatury podczas ogrzewania cieczy [1]

W początkowym okresie ogrzewania wartość temperatury wzrasta liniowo, zgodnie z prostą 1, po uzyskaniu wartości odpowiadającej temperaturze wrzenia, temperatura się stabilizuje, co obrazuje prosta 2. Wykres ma taki przebieg tylko w przypadku ogrzewania cieczy czystej, jednoskładnikowej.

Pomiar temperatury wrzenia można przeprowadzić w zestawie do destylacji prostej lub w ebuliometrze Świętosławskiego. Zestaw do destylacji prostej przedstawia rysunek 6.



Rys. 6. Zestaw do destylacji prostej: 1 – kolba destylacyjna, 2 – chłodnica Liebiga, 3 – przedłużacz do chłodnicy, 4 – odbieralnik, 5 – termometr [1]

Montując zestaw do destylacji, należy zwrócić uwagę na szczelność aparatury i na właściwe umieszczenie termometru. Górna krawędź zbiorniczka z cieczą musi się znajdować na poziomie dolnej ścianki bocznej rurki kolby destylacyjnej. W celu zabezpieczenia przed przegrzewaniem cieczy w kolbie destylacyjnej należy umieścić kilka kawałków porcelanki. Kolba destylacyjna nie może być wypełniona cieczą więcej niż do $\frac{2}{3}$ jej pojemności. Ogrzewanie należy prowadzić tak, aby ciecz destylowała z szybkością 1–2 kropeł na sekundę. Za początkową temperaturę wrzenia przyjmuje się temperaturę odczytaną na termometrze w chwili, kiedy pierwsza kropla spłynie z chłodnicy, a za końcową, gdy spłynie ostatnia kropla (co wcale nie oznacza, że ciecz destyluje się do wyczerpania). Destylację przerywa się wtedy, gdy w kolbie destylacyjnej pozostaje jeszcze pewna objętość cieczy.

Dla substancji czystych początkowa i końcowa temperatura wrzenia powinna mieć wartość bardzo zbliżoną.

Podczas oznaczania temperatury wrzenia należy:

- pracować w okularach,
- ciecze palne ogrzewać w czaszy grzejnej lub odpowiednich łaźniach grzejnych,
- do kolby destylacyjnej wrzucić kawałki porcelanki,
- przed uruchomieniem aparatury sprawdzić jej szczelność i połączenie z atmosferą,
- zakończyć destylację przed całkowitym odparowaniem cieczy.

Jeżeli podczas destylacji, mimo zachowania środków bezpieczeństwa, wystąpi przerzucanie zawartości kolby do odbieralnika (przegrzanie, zbyt energiczne ogrzewanie) lub wydzielanie się par z chłodnicy, to należy natychmiast przerwać proces oznaczania temperatury wrzenia, rozmontować zestaw (po ochłodzeniu) i rozpocząć powtórnie pomiar, zmieniając sposób ogrzewania.

4.2.2. Pytania sprawdzające

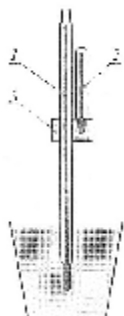
Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie znasz rodzaje termometrów?
2. Jak zbudowany jest termometr?
3. Jakie błędy można popełnić podczas odczytywania wartości temperatury na skali termometru?
4. Z jakich elementów składa się zestaw do destylacji prostej?
5. Jak należy umieścić termometr w kolbie destylacyjnej?

4.2.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Zmontuj zestaw według rysunku:



Dokonaj pomiaru temperatury ogrzanej wody. Oblicz wartość Δt_z .

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z materiałem nauczania,
- 2) zmontować zestaw według rysunku,
- 3) odczytać na skali termometru właściwego temperaturę wody,
- 4) odczytać temperaturę na skali termometru pomocniczego,
- 5) obliczyć wartość poprawki Δt_z .

Wyposażenie stanowiska pracy:

- zestaw termometrów,
- kalkulator.

Ćwiczenie 2

Dokonaj pomiaru temperatury wrzenia wody wodociągowej.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z materiałem nauczania (4.2.1),
- 2) zorganizować stanowisko pracy laboratoryjnej,
- 3) zestawić zestaw do destylacji prostej,
- 4) ogrzać zgodnie z zasadami bhp,
- 5) obserwować i co 5 minut zapisać wskazania termometru i ilość destylatu,
- 6) wykonać wykres $T = f(V)$,

- 7) odczytać z wykresu temperaturę wrzenia,
- 8) zdemontować zestaw, po jego ochłodzeniu umyć,
- 9) porównać odczytaną z wykresu temperaturę wrzenia z temperaturą wody odczytaną z Kalendarza chemicznego dla ciśnienia 1013 hPa,
- 10) sporządzić dokumentację laboratoryjną.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- materiał nauczania (4.2.1),
- zestaw do destylacji prostej,
- źródło ogrzewania,
- cylinder, stoper.

4.2.4. Sprawdzenie postępów

Czy potrafisz:

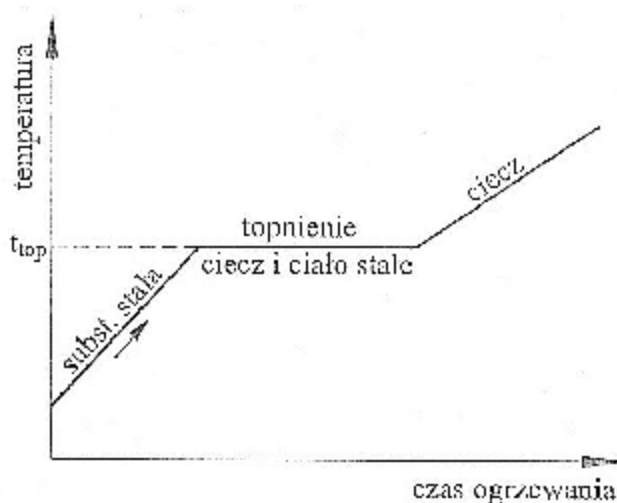
Tak Nie

- | | | |
|--|--------------------------|--------------------------|
| 1) montować zestawy laboratoryjne? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 2) obliczyć wartość poprawki? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 3) wykonać pomiar temperatury wrzenia? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 4) przestrzegać przepisów bhp? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

4.3. Pomiar temperatury topnienia i krzepnięcia, charakterystyka przyrządów do pomiaru temperatury topnienia i krzepnięcia

4.3.1. Materiał nauczania

Temperatura topnienia jest charakterystyczną właściwością stałych związków krystalicznych. Topnienie jest to przemiana fazowa związana ze zmianą stanu skupienia, polegająca na przemianie ciała stałego w ciecz. Podczas ogrzewania ciał krystalicznych pod stałym ciśnieniem, temperatura substancji czystych od początku topnienia aż do jego zakończenia utrzymuje się na stałym poziomie. Dopuszczalna zmiana temperatury nie powinna przekraczać $0,5^{\circ}\text{C}$. Zmiany temperatury czystej substancji podczas topnienia można przedstawić w postaci wykresu (rysunek 7).



Rys. 7. Wykres przechodzenia substancji stałej w stan ciekły [1]

Substancje z domieszką zanieczyszczeń topią się w znacznie szerszym zakresie temperatur, proces topnienia rozpoczyna się w temperaturze niższej od temperatury topnienia substancji czystej. Ta właściwość jest podstawą jednej z metod identyfikacji substancji stałych. W tej metodzie, po oznaczeniu temperatury topnienia identyfikowanej (nieznanej) substancji, miesza się ją z różnymi substancjami wzorcowymi o zbliżonych temperaturach topnienia i oznacza temperatury topnienia mieszanin. W przypadku, gdy mieszanina nie wykazuje obniżenia temperatury topnienia, to substancje zmieszane są tymi samymi związkami chemicznymi.

Temperatura topnienia stanowi cenne kryterium czystości związku. Ostra temperatura (wąski zakres) świadczy zazwyczaj o dużej czystości substancji. Za czysty jest uznawany związek, który topi się w zakresie $0,5^{\circ}\text{C}$ lub mniejszym i wykazuje stałą temperaturę topnienia, która nie zmienia się po powtórnej krystalizacji.

Badanie temperatury topnienia polega na ogrzaniu małej ilości substancji w rurce kapilarnej umieszczonej w specjalnym aparacie. Ogrzewanie prowadzi się do całkowitego stopnienia substancji. Odczytuje się temperaturę początku (pierwsze zmiany kształtu kryształów) i końca topnienia (zniknięcie kryształów). Kapilarę wykonuje się z rurek, z miękkiego szkła. Powinna ona mieć średnicę 1,5–2 mm i 4–6 cm długości, a zatopiona końcówka płaskie dno bez grubej warstwy szkła, ponieważ ma to wpływ na dokładność pomiaru (rysunek 8).



Rys. 8. Kapilary [1]

Aby napełnić kapilarę, należy wykonać następujące czynności:

- kilka mg wysuszonej substancji rozetrzeć za pomocą łopatki metalowej lub szklanej lub utrzeć w moździerzku,
- umieścić na szkiełku zegarkowym,
- rozetrzeć substancję za pomocą łopatki metalowej lub szklanej lub utrzeć w moździerzku,
- otwarty wylot kapilary zanurzyć w substancji,
- ustawić pionowo na blacie szklaną rurkę długości około 50 cm,
- wpuścić kapilarę do rurki (zderzenie kapilary z blatem powoduje ubijanie się substancji),
- zanurzyć ponownie kapilarę w substancji i ubijać ją,
- powtarzać czynności tak długo, aż w kapilarze powstanie warstwa 2–3 mm.

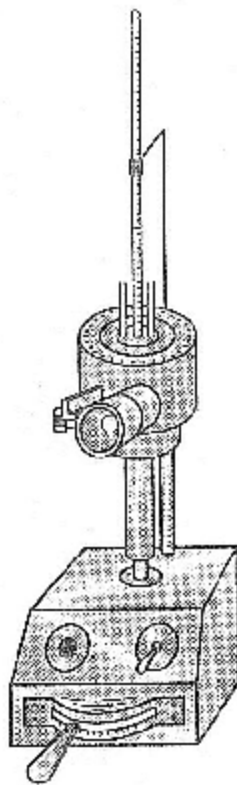
Do oznaczania temperatury topnienia substancji topiących się powyżej 230⁰C są stosowane aparaty ogrzewane bloki metalowe ogrzewane elektrycznie.

Aparaty elektryczne blokowe są wykonane z miedzi lub aluminium. Szybkość ogrzewania jest regulowana opornicą. W bloku przedstawionym na rysunku 9 można wprowadzić równocześnie dwie kapilary, co umożliwia pomiar temperatur topnienia dwóch substancji. Obserwacje kapilary prowadzi się przez wziernik z powiększającą lupką.

Aby zmierzyć temperaturę topnienia substancji chemicznej w aparacie blokowym, należy wykonać następujące czynności:

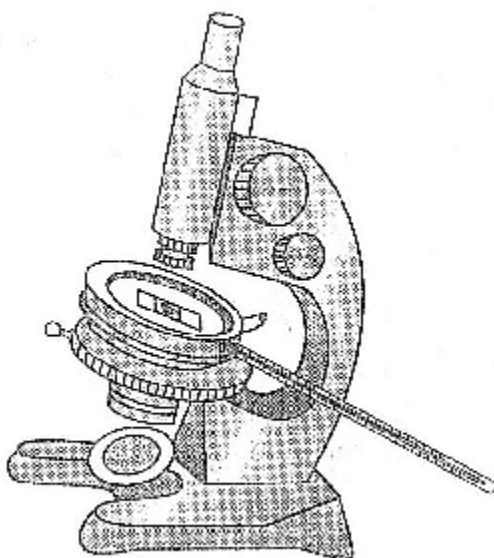
- napełnić kapilarę substancją badaną i umieścić w bloku (rysunek 9),
- włożyć odpowiednio dobrany termometr w gniazdo bloku,
- sprawdzić stan techniczny przyrządu,
- włączyć przyrząd do sieci elektrycznej, a przełącznik ustawić w pozycji górnej – wtedy zapala się czerwone światło i oświetlenie głowicy,
- ustawić ostrość widzenia przez pokręcenie okularem (powinna być widoczna substancja w kapilarze i słupek rtęci w termometrze),
- ustawić dźwignię rezystora w takim położeniu, aby szybkość ogrzewania nie była większa niż 2–3⁰C na minutę,
- obserwować substancję w okularze,
- zapisać temperaturę, w której zaczną się zmiany w strukturze substancji (staje się ona przezroczysta przy ściankach kapilary) oraz temperaturę, w której zniknie ostatni kryształek ciała stałego,
- wyłączyć ogrzewanie,
- wyrzucić kapilarę z substancją do specjalnego pojemnika,

- ostudzić aparat i wykonać drugi pomiar, stosując nową próbkę substancji,
- ogrzewanie można prowadzić początkowo szybko, a dopiero w pobliżu oznaczonej temperatury topnienia (niższej o 10°C) należy zwolnić szybkość ogrzewania.



Rys. 9. Aparat blokowy [1]

W aparacie Boëtiusa (rysunek 10) substancja jest umieszczana na szkiełku podstawowym i ogrzewana na stoliku mikroskopu. Stolik jest ogrzewany elektrycznie, a szybkość ogrzewania jest regulowana opornicą suwakową. Substancję obserwuje się z góry przez mikroskop, co umożliwia to spostrzeżenie wszelkich zmian w wyglądzie kryształków.

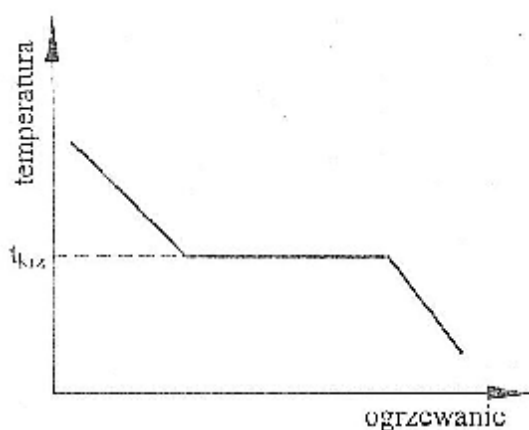


Rys. 10. Aparat Boëtiusa [1]

Aby zmierzyć temperaturę topnienia w aparacie Boëtiusa, należy wykonać następujące czynności:

1. Włożyć termometr do gniazda aparatu.
2. Włożyć wtyczkę przewodu zasilacza do gniazda sieciowego.
3. Przekręcić przełącznik zasilacza do końca w prawo.
4. Podnieść mikroskop nieco do góry, pokręcając pokrętłem w lewo i zdjęć przykrywkę z bloku.
5. Obniżyć mikroskop na odległość około 1 cm od powierzchni bloku i sprawdzić w okularze stopień oświetlenia.
6. Przy braku widoczności zluźnić nieco nakrętki mocujące i przesunąć blok tak, aby było widoczne światło w okularze (część pola widzenia jest ciemniejsza przy obserwacji skali termometru), dokręcić nakrętki mocujące.
7. Sprawdzić, czy w okularze widać częściowo skalę termometru (w lewej części pola widzenia).
8. Jeżeli nie ma dobrej widoczności, to należy zluźnić śrubę mocującą, przekręcić prowadnicę tak, aby było widać skalę termometru, dokręcić lekko śrubę mocującą, wyregulować ostrość obrazu śrubą, przesuwając ją w pionie.
9. Nałożyć na szkiełko zegarkowe kilka kryształków badanej substancji.
10. Umieścić szkiełko na bloku w taki sposób, aby kryształy były na wprost otworu.
11. Ustawić suwak rezystora na 100 i włączyć go do sieci elektrycznej.
12. Obserwować kryształy przez filtr czerwony lub szary i zanotować temperaturę początkową (substancja staje się przezroczysta) i końcową topnienia substancji, która wyraża się zmianą struktury kryształów.
13. Wyłączyć opornicę z sieci i wyjąć termometr.
14. Po oziębieniu aparatu oczyścić przykrywkę i szkiełko.
15. Wykonać drugi pomiar i podać średnią wartość granic temperatury topnienia.

Temperatura krzepnięcia jest wielkością charakteryzującą przemianę fazową cieczy w stan stały. Tę przemianę najłatwiej jest obserwować po umieszczeniu badanej cieczy w przezroczystym, zaopatrzonej w termometr, naczyniu (na przykład probówka). Wykres na rysunku 11 przedstawia zmianę temperatury układu w czasie, jest to tzw. krzywa stygnięcia. Temperatura cieczy obniża się aż do momentu, w którym rozpoczyna się krzepnięcie cieczy. Przez cały czas procesu krzepnięcia temperatura pozostaje stała, po czym znów się obniża.



Rys. 11. Krzywa stygnięcia [1]

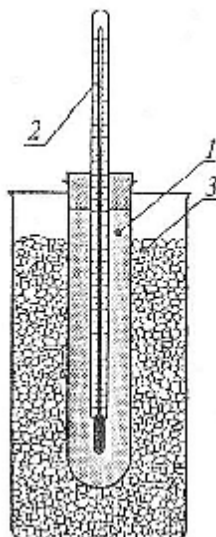
W przypadku czystej substancji jednoskładnikowej temperatura krzepnięcia jest identyczna z temperaturą topnienia. Tak więc fakt, że badany związek krystaliczny topi się na przykład w temperaturze 52°C , jest równoznaczny z tym, że związek ten stopiony i następnie ochłodzony zacznie krzepnąć w temperaturze 52°C . Przejście ze stanu stałego w stan ciekły i odwrotnie jest zawsze połączone ze zmianą objętości układu. Zjawiska te dla różnych cieczy przebiegają różnie.

Znane są ciecze, np. benzen, których objętość właściwa maleje podczas krzepnięcia. Istnieje również drugi rodzaj cieczy, mniej liczny, których faza stała ma większą objętość właściwą niż faza ciekła. Należą do nich woda, niektóre metale i niektóre sole. Z tej właśnie przyczyny benzen lub kwas octowy, będące w fazie stałej, toną w swoich fazach ciekłych, lód natomiast pływa po wodzie. Wszystkie substancje, których gęstość podczas krzepnięcia wzrasta (objętość maleje), reagują na podwyższenie ciśnienia wzrostem temperatury krzepnięcia. Odwrotnie, gdy krzepnięciu towarzyszy wzrost objętości właściwej (zmniejszenie gęstości), wówczas wzrost ciśnienia powoduje zmiany temperatury, nie przekraczającej nawet kilku setnych stopnia.

Temperaturę krzepnięcia oznacza się za pomocą znormalizowanych przyrządów zwanych kriometrami. Najprostszy kriometr (rysunek 12) składa się z probówki zamkniętej zwykłym korkiem z umieszczonym w nim termometrem oraz z łaźni, napełnionej wodą z lodem lub lodem z solą kamienną. W urządzeniu tym bada się temperaturę krzepnięcia w zakresie od 5°C do 30°C . Do oznaczania wyższych temperatur krzepnięcia (od 30°C do 150°C) używa się aparatu składającego się z naczynia próżniowego i umieszczonego w nim termometru.

Aby zmierzyć temperaturę krzepnięcia substancji chemicznej w kriometrze, należy wykonać następujące czynności:

1. Wysuszyć badaną substancję i utrzyć w móździerzu.
2. Umieścić substancję w probówce.
3. Substancję w probówce ogrzać do temperatury wyższej o $10\text{--}15^{\circ}\text{C}$ od przewidywanej temperatury krzepnięcia.
4. Probówkę ze stopioną substancją umieścić w łaźni z lodem.
5. Oziębiać powoli substancję w probówce aż do początku zmętnienia.
6. Obserwować słupek rtęci w termometrze. Zatrzymanie spadku temperatury świadczy o rozpoczęciu procesu krzepnięcia, wartość temperatury w tym momencie przyjmuje się za temperaturę krzepnięcia substancji
7. Jeżeli w chwili zatrzymania spadku temperatury nastąpi niewielki wzrost jej wartości, to należy przyjąć za temperaturę krzepnięcia najwyższą wartość temperatury w tym momencie.
8. Wykonać co najmniej dwa oznaczenia i za wynik przyjąć średnią, jeżeli oznaczona temperatura nie różni się więcej niż o $0,5^{\circ}\text{C}$ (rysunek 12).



Rys. 12. Kriometr: 1 – probówka, 2 – termometr, 3 – łaźnia [1]

Temperaturę krzepnięcia można również oznaczać w aparacie blokowym i w aparacie Koflera.

Podczas oznaczania temperatur topnienia i krzepnięcia należy:

- przed przystąpieniem do pomiaru sprawdzić stan techniczny przyrządów,
- w przypadku używania łaźni do ogrzewania kapilar, pracować w okularach ochronnych,
- ogrzewanie prowadzić łagodnie, aby nie spowodować pęknięcia naczyń szklanych i rozlania żrących cieczy,
- przy badaniach substancji szkodliwych pracować pod wyciągiem, napełniać kapilary w rękawicach ochronnych.

4.3.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jaka przemiana zachodzi podczas topnienia substancji?
2. W jakich aparatach oznacza się temperaturę topnienia?
3. W jaki sposób należy napełnić kapilarę?
4. Jak należy postąpić z substancją rozsypaną na blacie stołu?
5. W jakich aparatach oznacza się temperaturę krzepnięcia?
6. Jakie zasady bhp należy zastosować podczas oznaczania temperatury topnienia i krzepnięcia?

4.3.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Zbadaj temperaturę topnienia próbki substancji stałej w aparacie blokowym. Oceń czystość badanej substancji.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) napełnić kapilarę zgodnie z instrukcją podaną w materiale nauczania (4.3.1),
- 2) oznaczyć temperaturę zgodnie z instrukcją podaną w materiale nauczania (4.3.1),
- 3) ocenić czystość badanej substancji,
- 4) opisać ćwiczenie w dzienniczku laboratoryjnym.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- materiał nauczania (4.3.1),
- okulary i rękawice ochronne,
- aparat blokowy,
- kapilara.

Ćwiczenie 2

Zbadaj w kriometrze temperaturę krzepnięcia substancji, wskazanej przez nauczyciela.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z materiałem nauczania (4.3.1),
- 2) oznaczyć temperaturę krzepnięcia zgodnie z instrukcją zawartą w materiale nauczania (4.3.1),
- 3) pracować zgodnie z przepisami bhp,
- 4) zinterpretować wynik oznaczenia,
- 5) opisać ćwiczenie w dzienniczku laboratoryjnym.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- materiał nauczania (4.3.1),
- kriometr,
- źródło ciepła.

4.3.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) napełnić kapilarę?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2) oznaczyć temperaturę topnienia substancji?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3) oznaczyć temperaturę krzepnięcia substancji?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4) ocenić czystość substancji?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

4.4. Pomiar gęstości, charakterystyka przyrządów do pomiaru gęstości

4.4.1. Materiał nauczania

Gęstość jest to wielkość wyrażana stosunkiem masy substancji do jej objętości.

W układzie SI obowiązującą jednostką gęstości jest kg/m^3 , dopuszczalną jednostką nie z układu SI jest powszechnie stosowana jednostka g/cm^3 , a w przypadku gazów – g/dm^3 .

W układzie SI obowiązującym oznaczeniem gęstości właściwej jest ρ . Natomiast stosowane oznaczenie d – jest dla gęstości względnej.

Wyjątkiem od reguły jest stosowanie d z indeksem górnym – jest to wówczas gęstość właściwa mierzona w temperaturze, której wartość jest indeksem górnym.

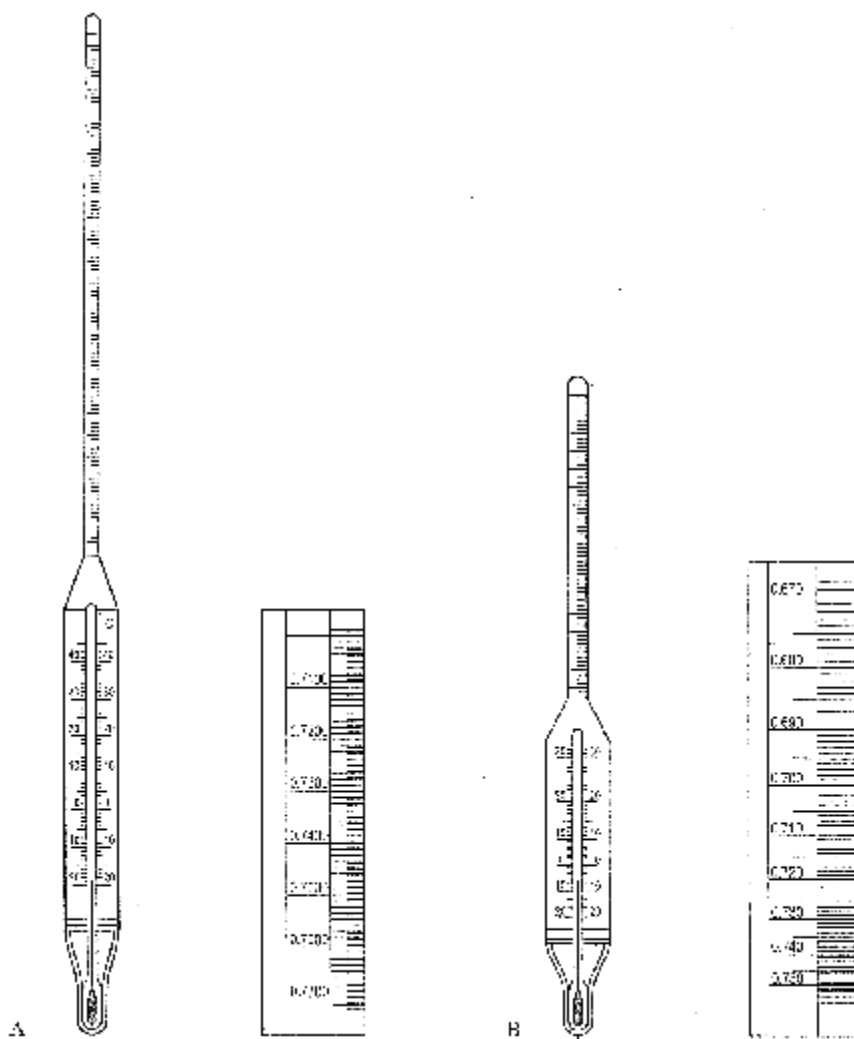
Zapis d z indeksem dolnym oznacza gęstość względną oraz to, że pomiar dokonywany był względem wody w temperaturze będącej indeksem dolnym, na przykład zapis d_4 . Cyfra 4 oznacza, że gęstość jest wartością względną i wyznaczana jest w stosunku do gęstości wody o temperaturze 4°C .

Podanie temperatury pomiaru gęstości jest bardzo ważne, ponieważ gęstość substancji zmienia się wraz ze zmianą temperatury. Im wyższa temperatura, tym gęstość jest mniejsza. Szczególnie duże różnice gęstości, wynikające ze zmiany temperatury, występują w gazach. Gęstość gazów zmienia się również zasadniczo przy zmianie ciśnienia w układzie pomiarowym. Woda w temperaturze 4°C ma gęstość zbliżoną do 1 g/cm^3 , w temperaturze 20°C – $0,9982 \text{ g/cm}^3$, a w temperaturze 30°C – $0,9956 \text{ g/cm}^3$.

Gęstość można wyznaczać, ważąc określoną objętość substancji i obliczając wartość ilorazu m/V . Tak wyznaczona gęstość jest wartością bezwzględną. Częściej określa się gęstość metodami, w których stosuje się przyrządy wyskalowane przy użyciu wzorców. Takim wzorcem dla pomiarów gęstości jest woda w temperaturze 4°C . Gęstość wyznaczona przy użyciu tych przyrządów jest gęstością względną. Przyrządami do pomiaru gęstości względnej są areometry, piknometry i wagi hydrostatyczne.

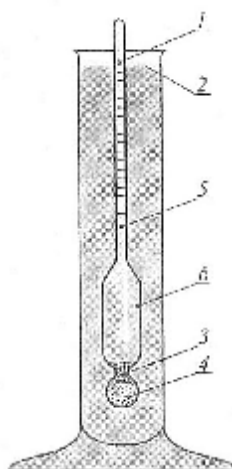
Areometr jest zbudowany z rurki szklanej, której dolną część stanowi banieczka szklana wypełniona kulkami metalowymi o odpowiedniej masie. Górna, węższa część rurki ma podziałkę wyrażoną w jednostkach gęstości. Przyrząd ten działa na zasadzie prawa Archimedesesa. Areometr zanurzony w cieczy może w niej opaść na dno, wypłynąć na powierzchnię, albo zanurzyć się na pewną głębokość. Jest to zależne od masy areometru i gęstości cieczy. Areometr o masie równoważonej ciężar wypartej cieczy będzie w niej pływał, a na podziałce można wtedy odczytać gęstość cieczy.

Areometry są wyskalowane w różnym zakresie gęstości. Komplet areometrów obejmuje cały zakres gęstości cieczy (z wyjątkiem rtęci) od $0,600 \text{ g/cm}^3$ do $2,000 \text{ g/cm}^3$. Niektóre areometry mają w dolnej części zamiast banieczki z kulkami, termometr o odpowiedniej masie. Noszą one wtedy nazwę termoareometrów. Rysunek 13 przedstawia dwa termoareometry – A i B oraz ich skale.



Rys. 13. Termoareometry A i B [1]

Areometr A jest dokładniejszy. Wskazuje gęstość z dokładnością do $0,0005 \text{ g/cm}^3$, a jego zakres pomiarowy wynosi $0,7000 - 0,7700 \text{ g/cm}^3$. Areometr B wskazuje gęstość z dokładnością do $0,001 \text{ g/cm}^3$ w zakresie $0,670 - 0,750 \text{ g/cm}^3$.



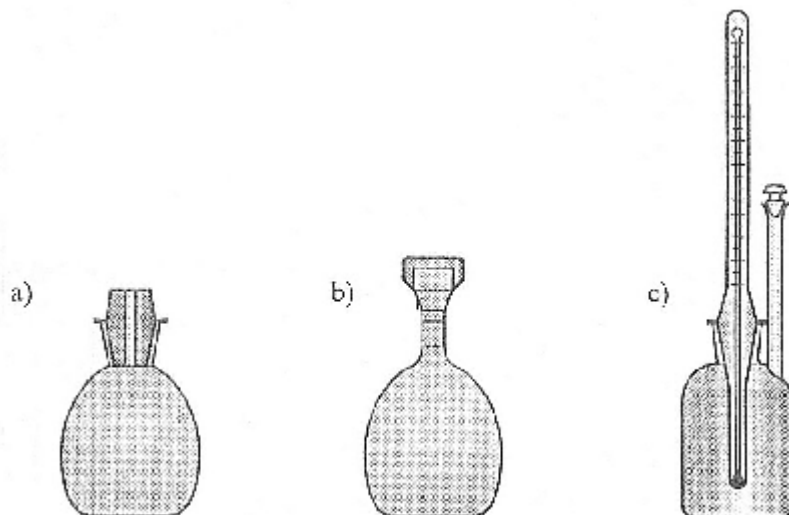
Rys. 14. Pomiar gęstości cieczy za pomocą areometru: 1 – górna linia menisku, 2 – dolna linia menisku, 3 – wata zabezpieczająca, 4 – śrut obciążający, 5 – rurka z podziałką, 6 – bańka [1]

Aby oznaczyć gęstość cieczy areometrem, należy wykonać następujące czynności:

1. Wlać badaną ciecz do czystego, suchego cylindra, zostawiając miejsce na ciecz wypieraną przez areometr.
2. Areometr czysty i nie zatłuszczony, przetrzeć miękką bibułą. Jeżeli nie jest znana przybliżona gęstość cieczy, to wybrać areometr o zakresie około 1 g/cm^3
3. Zanurzyć ostrożnie areometr w cieczy, trzymając go za wierzchołek tak, aby nie dotykał ścianek cylindra. Jeżeli nie znana jest przybliżona gęstość cieczy areometr opuścić dopiero w pobliżu dna cylindra tak, aby nie uległ stłuczeniu.
4. Obserwować zachowanie areometru. Jeżeli opada on na dno, oznacza to, że gęstość cieczy jest mniejsza od zakresu pomiarowego areometru, należy wówczas powtórzyć pomiar używając areometru o niższym zakresie. W przypadku, gdy areometr wypływa, a jego skala znajduje się powyżej menisku cieczy, to należy powtórzyć pomiar z areometrem o wyższym zakresie gęstości.
5. Jeżeli areometr pływa w cieczy, to należy odczekać, aż przestanie się wahać.
6. Dobrany areometr przygotować do pomiaru poprzez staranne umycie i osuszenie.
7. Opuścić dobrany areometr w taki sposób, aby podczas pomiaru nie dotykał ścianek naczynia i odczytać wynik.
8. Pomiar kilkakrotnie powtórzyć wykonując te same czynności, jak powyżej.
9. Unikać błędów paralaksy. Odczytać wartość gęstości. W tym celu należy ustawić oko na jednym poziomie z meniskiem cieczy w cylindrze.
10. Wyjąć areometr z cieczy, opłukać wodą lub umyć rozpuszczalnikiem i wytrzeć miękką bibułą nie pozostawiającą kłaczków .

Nie wolno areometru suszyć w suszarce. Nie wolno mierzyć gęstości w temperaturach podwyższonych. Pomiar gęstości cieczy o nieprzyjemnej woni, lotnych, łatwopalnych wykonywać pod wyciągiem. Przy badaniu cieczy żrących zachować wszystkie przepisy bhp.

Piknometry są to naczynia szklane o odpowiednim kształcie i ściśle określonej pojemności.



Rys. 15. Piknometry: a) z kanałikiem, b) z kreską znaczącą poziom cieczy, c) z termometrem [1]

Ogólna zasada pomiaru gęstości polega na zważeniu badanej cieczy wypełniającej piknometr i określeniu objętości piknometru. Objętość piknometru wyznacza się ważąc piknometr pusty i piknometr z wodą destylowaną. Różnica tych mas stanowi masę wody w piknometrze, a ponieważ woda jest cieczą wzorcową, której gęstość przyjęto za 1 g/cm^3 , to masa wody jest równa liczbowo jej objętości i stanowi objętość piknometru. Gęstość cieczy jest więc równa ilorazowi jej masy zważonej w piknometrze i masy wody destylowanej wypełniającej ten sam piknometr.

Aby oznaczyć gęstość cieczy piknometrem, należy wykonać następujące czynności:

1. Umyć dokładnie piknometr i wysuszyć. Nie wolno suszyć go w wysokich temperaturach, z zewnątrz można wycierać ściereczką nie pozostawiającą włókienek na szkle.
2. Piknometr ostudzony do temperatury pokojowej zważyć na wadze technicznej, a następnie na analitycznej.
3. Napełnić piknometr badaną cieczą tak, aby wypełniła ona kapilarę, kroplę nadmiaru wytrzeć bibułą filtracyjną. Jeżeli piknometr zostanie polany cieczą, to należy go obmyć wodą lub rozpuszczalnikiem i osuszyć ściereczką.
4. Zważyć piknometr, najpierw na wadze technicznej, a następnie na analitycznej.
5. Wylać badaną ciecz, umyć piknometr, przepłukać wodą destylowaną.
6. Napełnić piknometr wodą destylowaną w taki sposób, jak cieczą badaną.
7. Zważyć piknometr z wodą destylowaną,
8. Odczytać z tablic gęstość wody destylowanej w temperaturze pomiaru,
9. Obliczyć gęstość cieczy w temperaturze pokojowej ze wzoru,

$$d_4^t = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot d^t \quad [\text{g/cm}^3]$$

gdzie:

d^t – gęstość wody destylowanej w temperaturze dokonywanego pomiaru [g/cm^3]

t – temperatura pomiaru [$^{\circ}\text{C}$]

m – masa badanej cieczy [g]

m_1 – masa suchego i pustego piknometru [g]

m_2 – masa piknometru z wodą destylowaną [g]

m_3 – masa piknometru z badaną cieczą [g]

Nie wolno przenosić piknometru bezpośrednio dotykając go dłonią, ponieważ pozostawia ona ślady tłuszczu na szkle i ogrzewa naczynie do temperatury wyższej niż pokojowa. Kolejne ważenia przeprowadzać w takich samych warunkach. Piknometr, ciecz badana i woda destylowana powinny się znajdować co najmniej przez 1 godzinę w tym samym pomieszczeniu, temperatura tego pomieszczenia powinna być taka sama, jak w pokoju wagowym.

Podczas badania gęstości cieczy należy przestrzegać następujących zasad:

- objętość cieczy musi być tak dobrana, aby pomiar przebiegał prawidłowo,
- muszą być znane właściwości badanej cieczy (szkodliwość, lotność, palność),
- w przypadku uszkodzenia przyrządu natychmiast przerwać badanie i usunąć skutki zakłóceń,
- nie dopuszczać do rozlania cieczy i sływania jej z przyrządów.

Pomiar gęstości cieczy o nieprzyjemnej woni, lotnych, łatwopalnych należy wykonywać pod wyciągiem. Przy badaniu cieczy żrących trzeba zachować wszystkie przepisy bhp.

4.4.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie znasz przyrządy do oznaczania gęstości?
2. Od jakich parametrów zależy gęstość?
3. Dlaczego piknometr nie należy suszyć w suszarce?
4. Jakie środki ostrożności należy zachować podczas oznaczania cieczy żrących?

4.4.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Oznacz gęstość nasyconego wodnego roztworu NaCl za pomocą areometru.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z materiałem nauczania,
- 2) przygotować stanowisko pracy, sprzęt i odczynniki,
- 3) wykonać pomiar gęstości areometrem zgodnie z instrukcją zawartą w materiale nauczania (4.4.1).
- 4) zapisać odczytany wynik,
- 5) opracować dokumentację laboratoryjną.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- cylinder,
- komplet areometrów,
- bibuła filtracyjna,
- termometr,
- odczynniki.

Ćwiczenie 2

Oznacz gęstość nasyconego wodnego roztworu NaCl za pomocą piknometru.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z materiałem nauczania,
- 2) przygotować stanowisko pracy, sprzęt i odczynniki,
- 3) wykonać pomiar gęstości piknometrem zgodnie z instrukcją zawartą w materiale nauczania (4.4.1),
- 4) zapisać wyniki ważenia,
- 5) obliczyć gęstość cieczy,
- 6) opracować dokumentację laboratoryjną,
- 7) porównać wyniki pomiaru gęstości nasyconego roztworu solanki areometrem i piknometrem.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- wagi techniczna i analityczna,
- piknometr,
- uchwyt do piknometru,
- termometr,
- odczynniki.

4.4.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:

Tak **Nie**

- | | | |
|---|--------------------------|--------------------------|
| 1) przygotować stanowisko pracy do oznaczenia gęstości? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 2) oznaczyć gęstość areometrem? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 3) oznaczyć gęstość piknometrem? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 4) porównać wyniki i ocenić dokładność pomiarów? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

4.5. Pomiar lepkości, charakterystyka przyrządów do pomiaru lepkości

4.5.1. Materiał nauczania

Lepkość jest to tarcie wewnętrzne cieczy, czyli opór, jaki stawiają cząsteczki cieczy podczas wzajemnego przesuwania się. Aby przesunąć względem siebie dowolnie wybrane dwie warstwy cieczy, oddalone od siebie o odległość Δh i o powierzchniach S , należy użyć siły F opisanej wzorem Newtona:

$$F = \eta \cdot S \cdot \frac{\Delta v}{\Delta h}$$

gdzie:

Δv – różnica prędkości poruszania się obu warstw cieczy, $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$,

η – współczynnik proporcjonalności nazywany lepkością dynamiczną, $\text{Pa} \cdot \text{s}$.

Współczynnik η liczbowo jest równy sile, z jaką należy działać na warstwę cieczy o powierzchni 1 m^2 , aby przesunąć ją względem drugiej takiej samej warstwy odległej o 1 m , z prędkością o $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ większą niż prędkość warstwy drugiej. Współczynnik lepkości jest cechą charakterystyczną dla każdej cieczy i uzależnioną od jej rodzaju. Wartość lepkości ulega zmianie wraz z temperaturą, dlatego przy badaniu lepkości należy zawsze podawać temperaturę pomiaru.

Dla celów badawczych rozróżnia się lepkość bezwzględną i względną, inaczej nazywaną umowną. Lepkość bezwzględna może być określana jako dynamiczna bądź kinematyczna, w zależności od sposobu obliczania jej wartości. Lepkość dynamiczną określa się za pomocą jednostki $[\text{N} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-2}]$, a ponieważ $\text{N} \cdot \text{m}^{-2} = \text{Pa}$, więc ta jednostka odpowiada $\text{Pa} \cdot \text{s}$, tzw. paskalosekundzie. W praktyce stosuje się jednostkę tysiąc razy mniejszą – milipaskalosekundę $\text{mPa} \cdot \text{s}$:

$$1 \text{ Pa} \cdot \text{s} = 10^3 \text{ mPa} \cdot \text{s}$$

Dawniej do oznaczania lepkości dynamicznej stosowano jednostkę zwaną puazem (P). Puaz w układzie CGS miał wymiar:

$$P = \text{g} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$$

Przekształcając go, w układzie SI, otrzymuje się wymiar:

$$P = 10^{-1} \text{ N} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-2} = 10^{-1} \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

W praktyce jednak stosowano jednostkę sto razy mniejszą – centipuaz (cP):

$$\text{cP} = 10^{-2} P = 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s} = \text{mPa} \cdot \text{s}$$

Dawna jednostka lepkości dynamicznej – centipuaz – odpowiada obecnie stosowanej jednostce milipaskalosekundzie. Informacja ta jest dość ważna, ponieważ wiele urządzeń stosowanych w przemyśle jest wyskalowanych w starych jednostkach lepkości. Lepkość dynamiczna jest obecnie oznaczana sporadycznie, tylko wtedy, kiedy ciecz wykazuje niedostateczną płynność w wymaganej temperaturze pomiaru. Płynność φ jest to wielkość odwrotna do lepkości:

$$\varphi = \frac{1}{\eta}$$

Lepkość kinematyczna ν jest to stosunek lepkości dynamicznej cieczy do jej gęstości w temperaturze pomiaru:

$$\nu = \frac{\eta}{d}$$

Jednostką lepkości kinematycznej jest $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ oraz częściej stosowana mniejsza jednostka – $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Dawniej stosowaną jednostką był stokes (St), któremu w układzie SI odpowiada:

$$1 \text{ St} = 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

i mniejszy sto razy centistokes (cSt):

$$\text{cSt} = 10^{-2} \text{ St} = 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} = \text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

Dawna jednostka lepkości kinematycznej centistokes odpowiada obecnie stosowanej jednostce $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Lepkość względna (umowna) jest oznaczana w przypadku częstych seryjnych analiz. Jednostką lepkości względnej w Polsce i niektórych krajach europejskich jest stopień Englera [$^{\circ}\text{E}$]. Czas wypływu 200 cm^3 cieczy wzorcowej (wody destylowanej o temperaturze 293K i przy ciśnieniu $0,1013 \text{ MN/m}^2$) określa się jako 1 stopień Englera [$^{\circ}\text{E}$]. Lepkość wyrażana w $^{\circ}\text{E}$ jest to stosunek czasu przepływu 200 cm^3 badanej cieczy (oleju) przez kalibrowany otwór lepkościomierza Englera, w ściśle określonej temperaturze, do czasu wypływu takiej samej ilości wody destylowanej w temperaturze 20°C .

Zastosowanie wody o temperaturze 20°C jako cieczy wzorcowej jest podyktowane tym, że lepkość wody w tej temperaturze równa jest $1 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Stopień Englera nie jest jednostką zunifikowaną. Różne kraje posługują się różnymi jednostkami lepkości względnej i nie można ich bezpośrednio porównywać ze sobą.

Pomiar oznaczania lepkości dynamicznej jest wykonywany najczęściej w lepkościomierzu Höplera. Zasada pomiaru polega na określeniu czasu opadania odpowiednio dobranej kulki w badanej cieczy. Ciecz znajduje się w rurce pomiarowej o ściśle określonej długości. Lepkość dynamiczną oblicza się ze wzoru:

$$\eta = K (d_k - d_c) \tau$$

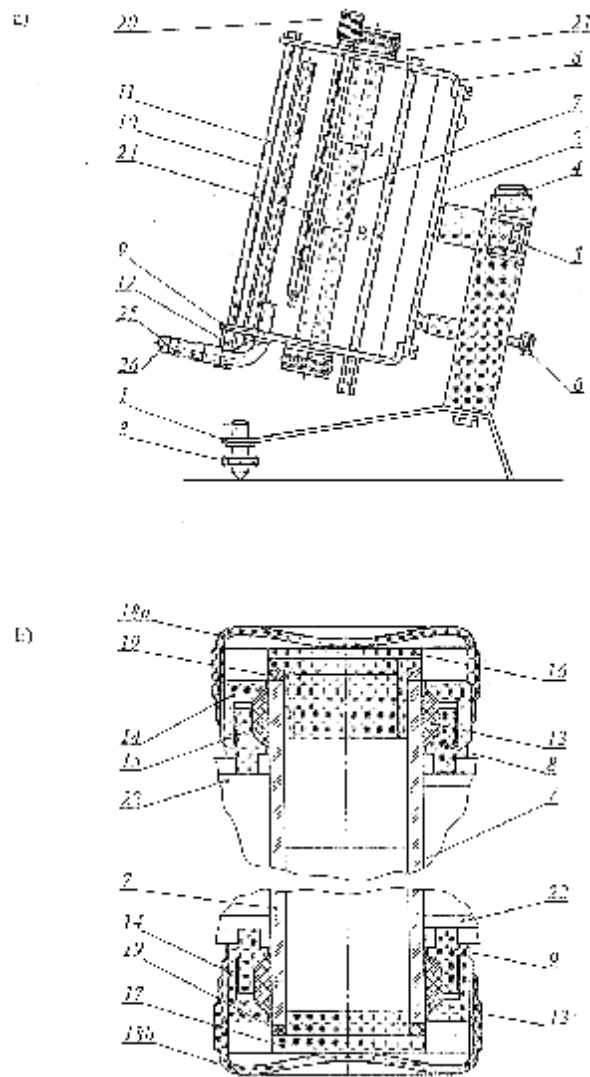
gdzie:

K – stała kulki, $\text{mPa} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$

d_k – gęstość materiału kulki, $\text{g} \cdot \text{m}^{-3}$

d_c – gęstość badanej cieczy, $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$,

τ – czas opadania kulki w rurce pomiarowej, s.



Rys. 16. Lepkościomierz Höplera: a) aparat, b) budowa zamknięcia górnej rurki pomiarowej i dolnej rurki pomiarowej 1 – podstawa, 2, 11 – pręty metalowe obudowy, 3 – śruba poziomująca, 4 – poziomica, 5 – łożysko, 6 – zacisk, 7 – rurka szklana pomiarowa, 8 – górna płyta, 9 – dolna płyta, 10 – płaszcz wodny, 12 – nakrętka 13 i 22 – uszczelki gumowe, 14 – wydrążenie służące do usuwania nadmiaru cieczy z rurki pomiarowej, 15 – korek metalowy, 16 i 17 – podkładki, 18a, b – nakrętki, 19 i 21 – uszczelki, 20 – śruba mocująca termometr, 23 – śruba sześciokątna, 24 – termometr, 25 – rurka wlotowa cieczy termostatującej, 26 – rurka wylotowa cieczy z termostatu [1]

Aparatura, sprzęt:

- lepkościomierz Höplera,
- zestaw sześciu kulek o podanych parametrach,
- komplet termometrów o zakresie pomiarowym od -60 do $+150^{\circ}\text{C}$,
- pinceta, pędzelek, sekundomierz.

Aby oznaczyć lepkość dynamiczną w lepkościomierzu Höplera, należy wykonać następujące czynności:

1. Umyć rurkę pomiarową 7 rozpuszczalnikiem i wysuszyć w strumieniu suchego powietrza. W tym celu odkręcić górną nakrętkę 18a, wyjąć podkładkę 16 i korek 15, odciągnąć śrubę od zacisku 6 i obrócić aparat dookoła osi o 180°C . Odkręcić nakrętkę dolną 18b, wyjąć korek i podkładkę 17. Podstawić zlewkę.
2. Zamknąć dolną końcówkę rurki, odwrócić aparat do właściwej pozycji i wlać badaną ciecz do wysokości około 25 mm poniżej górnej krawędzi rurki.

3. Przygotować kulki. W tym celu wymyć je dokładnie w roztworze 10% Na₂CO₃, przepłukać wodą destylowaną i wysuszyć. Nie wolno dotykać kulek palcami – do tego celu służy pinceta.
4. Dobrać kulkę do pomiaru. W tym celu wkładać kolejno kulki do badanej cieczy, poczynając od najlżejszej i odczytywać orientacyjnie czas opadania na drodze 100 mm od kreski A do B. Minimalny czas opadania najlżejszej kulki wynosi 60 s, pozostałych 30 s. Kulki wyjmujemy przez obrót aparatu wokół osi i ostrożne wylanie zawartości rurki razem z kulką do zlewki. Umyć kulki.
5. Napełnić aparat badaną cieczą, wrzucić dobraną kulkę, uzupełnić cieczą, tak aby nie powstały pęcherzyki powietrza, a ciecz napełniła kapilarę korka, zamknąć rurkę.
6. Włączyć termostat, poczekać do ustalenia się temperatury pomiaru i jeszcze dodatkowo 15 minut.
7. Wypoziomować lepkościomierz Höplera.
8. Odwrócić lepkościomierz Höplera o 180⁰ i poczekać aż kulka opadnie na korek.
9. Odwrócić aparat i zmierzyć czas opadania kulki od kreski A do B. Pomiar powtórzyć 5 razy, obliczyć średnią pomiarów.

Oznaczanie lepkości względnej

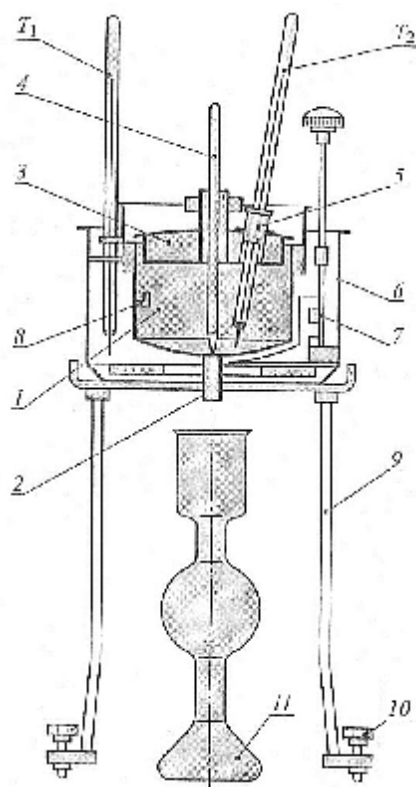
Lepkość względna jest wielkością umowną. W Polsce do oznaczania lepkości olejów i smarów stosuje się metodę Englera. Oznaczenie lepkości względnej polega na pomiarze czasu wypływu 200 cm³ badanej cieczy w odpowiedniej temperaturze oraz na pomiarze czasu wypływu 200 cm³ wody destylowanej w temperaturze 20°C. Ten drugi pomiar jest stosowany do wyznaczenia stałej lepkościomierza K. W stabilnych warunkach pomiarowych (ten sam aparat, cylinder) wykonuje się tylko odczyt czasu wypływu badanej cieczy. Lepkość względną w stopniach Englera ⁰E, w temperaturze pomiaru t oblicza się ze wzoru:

$$E_t = \frac{\tau}{K}$$

gdzie:

τ – czas wypływu badanej cieczy [s],

K – stała lepkościomierza [s].



Rys. 17. Lepkościomierz Englera: 1- zbiornik cylindryczny z wklęsłym dnem (mosiężny, wewnątrz pozłacany), 2 – rurka wypływowa, 3 – pokrywa z dwoma otworami: na zatyczkę 4, na termometr T1, 5 – tulejka na termometr T1, 6 – łaźnia wodna z termometrem T2, 7 – mieszadło, 8 – trzy wskaźniki w postaci haczyków określające poziom cieczy w zbiorniku, 9 – statyw, 10 – śruby poziomujące, 11 – kolba pomiarowa [1]

Aparatura, sprzęt:

- lepkościomierz Englera przedstawiony na rysunku 17,
- statyw,
- kolba pomiarowa (cylinder Englera) kalibrowana na wlew, na pojemność 100 i 200 cm³ w temperaturze 20⁰C,
- termometry,
- sekundomierz.

Aby oznaczyć lepkość względną metodą Englera, należy wykonać następujące czynności:

1. Zbiornik 1 kilkakrotnie przemyć rozpuszczalnikiem, wysuszyć strumieniem suchego powietrza.
2. Napełnić łaźnię 6 wodą destylowaną o temperaturze 20⁰C.
3. Zbiornik 1 przepłukać wodą destylowaną, a następnie napełnić ją tak, aby wskaźniki poziomu 8 zostały zanurzone.
4. Podnieść zatyczkę 4, napełnić rurkę 2 wodą tak, aby kropla zwiisała z otworu wypływowego.
5. Wypoziomować aparat za pomocą śrub 10.
6. Ustalić poziom wody na wysokości wierzchołków wskaźników poziomu, a nadmiar odpipetować.
7. Podstawić pod wylot rurki dokładnie umytą i wysuszoną kolbę pomiarową 11.
8. Podnieść zatyczkę 4 i zmierzyć czas wypływu 200 cm³ wody o temperaturze 20⁰C (menisk dolny). Wykonać 6 pomiarów, zawsze używając wysuszonej kolby. Za stałą K przyjąć średnią arytmetyczną wyników nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5 s. Stała K powinna mieścić się w granicach 50–52 s.

9. Dokładnie wymieszać ciecz badaną.
10. Jeżeli ciecz badana zawiera wodę, osuszyć ją dodając bezwodny Na_2SO_4 , a następnie przesączyć przez sączonek z bibuły.
11. Ciecz badaną wlać do zbiornika 1. Ustalić poziom cieczy podobnie jak przy wyznaczaniu stałej K . Ostrożnie obracając pokrywę wymieszać próbkę termometrem T_1 , ustalić temperaturę pomiaru w układzie.
12. Zmierzyć czas wypływu 200 cm^3 badanej cieczy, piany nie brać pod uwagę.
13. Powtórzyć pomiar dwukrotnie, za każdym razem podstawiając tę samą czystą, suchą kolbę.
14. Obliczyć wynik jako średnią arytmetyczną co najmniej dwóch pomiarów nie różniących się więcej niż 2%, dla temperatur powyżej 50°C – 4%.

Zasady bezpiecznej pracy

Podczas badania lepkości cieczy należy przestrzegać następujących zasad:

- objętość badanej próbki musi być tak dobrana, aby pomiar przebiegał prawidłowo,
- należy znać właściwości badanej cieczy: szkodliwość, lotność, palność,
- w przypadku uszkodzenia przyrządu natychmiast przerwać pracę i usunąć skutki zakłóceń,
- nie dopuszczać do rozlania cieczy i spływania jej z przyrządów,
- pomiar cieczy o nieprzyjemnej woni, lotnych, łatwopalnych wykonywać pod wyciągiem,
- przy badaniu cieczy żrących zachować wszystkie przepisy bhp.

4.5.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczenia

1. Jakie znasz rodzaje lepkości?
2. Jaka jest jednostka lepkości kinematycznej?
3. Jakie są przyrządy do pomiaru lepkości?
4. Jaka jest zasada pomiaru lepkości metodą Höplera?
5. Jaka jest zasada pomiaru lepkości metodą Englera?
6. Jakie przepisy bhp należy zastosować podczas badania cieczy żrących?

4.5.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Oznacz lepkość dynamiczną gliceryny lepkościomierzem Höplera.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) przygotować sprzęt laboratoryjny,
- 2) zorganizować stanowisko pracy,
- 3) wykonać trzy razy oznaczenie lepkości zgodnie z instrukcją zawartą w materiale nauczania (4.5.1),
- 4) zapisać wyniki,
- 5) odczytać w Kalendarzu chemicznym gęstość badanej cieczy,
- 6) odczytać gęstość i stałą kulki,
- 7) obliczyć lepkość dynamiczną,
- 8) uporządkować stanowisko pracy,
- 9) sporządzić dokumentację laboratoryjną.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- lepkościomierz Höplera,
- komplet termometrów, sekundomierz,
- gliceryna,
- Kalendarz chemiczny.

Ćwiczenie 2

Oznacz lepkość względną oleju lepkościomierzem Englera. Wyznacz stałą K.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) przygotować sprzęt laboratoryjny,
- 2) przygotować stanowisko pracy,
- 3) wykonać trzy razy oznaczenie lepkości zgodnie z instrukcją zawartą w materiale,
- 4) zapisać wyniki,
- 5) obliczyć lepkość względną,
- 6) porównać otrzymaną wartość lepkości z rzeczywistą wartością lepkości oleju,
- 7) sporządzić dokumentację laboratoryjną,
- 8) uporządkować stanowisko pracy.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- lepkościomierz Englera,
- komplet termometrów,
- sekundomierz, olej.

4.5.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:

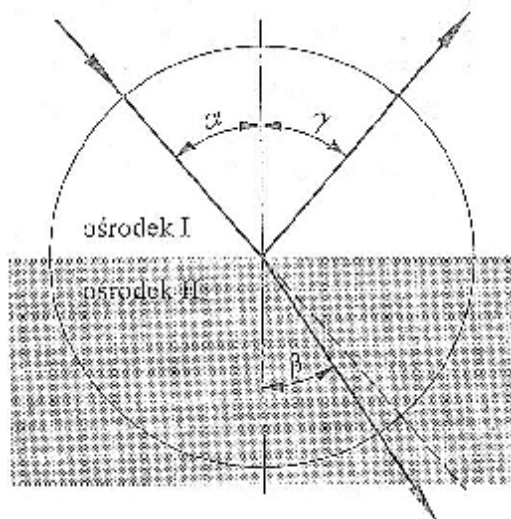
Tak **Nie**

- | | | |
|---|--------------------------|--------------------------|
| 1) przygotować stanowisko pracy do oznaczenia lepkości? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 2) oznaczyć lepkość metodą Höplera? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 3) oznaczyć lepkość metodą Englera? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 4) porównać wyniki i ocenić dokładność pomiarów? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

4.6. Pomiar współczynnika załamania światła, charakterystyka przyrządów do pomiaru współczynnika załamania światła

4.6.1. Materiał nauczania

Promień świetlny padając pod pewnym kątem na płaszczyznę graniczną dwóch różnych ośrodków przezroczystych ulega częściowo odbiciu i załamaniu (rysunek 18).



Rys. 18. Schemat przejścia promienia świetlnego z ośrodka optycznie rzadszego I do ośrodka optycznie gęstszego II [1]

Kąt padania α jest to kąt zawarty pomiędzy promieniem padającym a prostą prostopadłą do płaszczyzny będącej granicą ośrodków. Kąt załamania β jest to kąt zawarty pomiędzy promieniem załamanym a prostą prostopadłą do płaszczyzny będącej granicą ośrodków. Zjawiska odbicia i załamania światła ilościowo ujmują prawa Sneliusa.

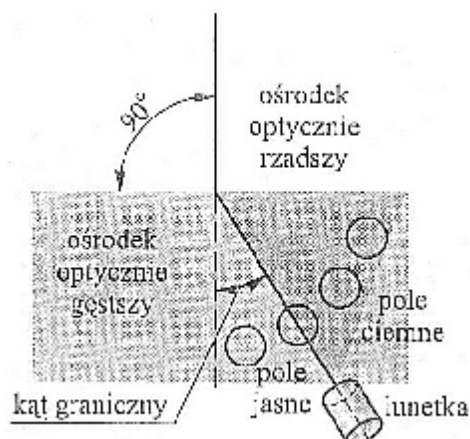
1. Promień padający, odbity i załamany oraz prosta prostopadła do płaszczyzny rozgraniczającej obydwa ośrodki leżą w jednej płaszczyźnie.
2. Kąt odbicia jest równy kątowi padania.
3. Stosunek sinusa kąta padania do sinusa kąta załamania jest dla danych dwóch ośrodków wielkością stałą, nazywaną współczynnikiem załamania n lub współczynnikiem refrakcji ośrodka II względem I. Wyrazić go można wzorem:
- 4.

$$n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{v_1}{v_2}$$

gdzie:

- v_1 – prędkość światła w ośrodku I,
- v_2 – prędkość światła w ośrodku II.

Jeżeli promienie świetlne będą z ośrodka optycznie rzadszego (większa prędkość rozchodzenia promieni) do ośrodka optycznie gęstszego i padną na płaszczyznę będącą granicą tych ośrodków pod kątem 90° , to wówczas ulegną załamaniu pod pewnym kątem, który nosi nazwę kąta granicznego β_{gran} . Kąt graniczny stanowi rozgraniczenie między częścią oświetloną, a nieoświetloną ośrodka optycznie gęstszego (rysunek 19).



Rys. 19. Kąt graniczny padania promienia świetlnego [1]

Lunetka skierowana na promienie świetlne załamane w tych warunkach, dzieli pole widzenia na pole jasne i ciemne. Zjawisko to wykorzystane jest w pomiarach współczynnika załamania światła w aparacie zwanym refraktometrem.

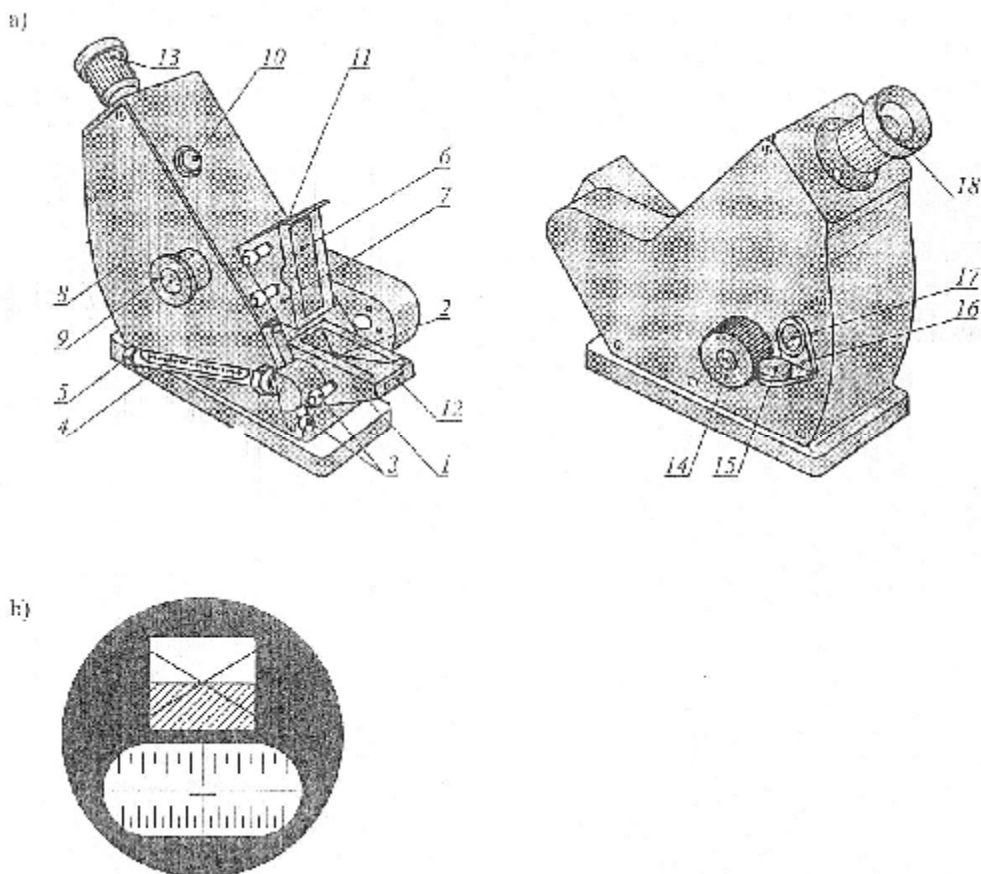
Wartość współczynnika załamania światła zależy od:

- rodzaju substancji,
- temperatury i ciśnienia,
- długości fali zastosowanego światła,
- stężenia substancji.

Pomiary należy prowadzić w stałej temperaturze i w świetle jednobarwnym. Z reguły wykonuje się je przy świetle sodowym – tzw. linia D (długość fali 589,3 nm) i temperaturze 20°C. Właściwą temperaturę uzyskuje się podłączając aparat do termostatu. Podając wartość oznaczonego współczynnika, należy określić temperaturę i długość fali. Ciśnienie uwzględnia się przy badaniach w ośrodkach gazowych. Zmiany ciśnienia nie wpływają na pomiar współczynnika w cieczech i ciałach stałych.

Współczynnik załamania światła jest wielkością charakterystyczną dla substancji, służy do jej identyfikacji i oceny czystości. Oznaczoną wartość porównuje się z danymi literaturowymi. Pomiar współczynnika znajduje też zastosowanie do ilościowego oznaczania niektórych substancji. Wykorzystuje się wtedy zmianę wartości współczynnika załamania światła w roztworach o różnych stężeniach. Na podstawie uzyskanych danych wykreśla się krzywą wzorcową $n = f(c)$ i po pomiarze współczynnika w badanym roztworze odczytuje na wykresie stężenie substancji badanej.

Oznaczanie współczynnika załamania światła można wykorzystać do badania struktury związków chemicznych. Refraktometr laboratoryjny przedstawia rysunek 20.



Rys. 20. Refraktometr laboratoryjny: a) wygląd ogólny, b) obraz w okularze [1]

- 1 – obudowa nieruchomego pryzmatu, 2 – nieruchomy pryzmat, 3 – końcówki, 4 – termometr, 5 – metalowa osłona termometru, 6 – pryzmat nakrywkowy, 7 – oprawa pryzmatu nakrywkowego, 8 – obudowa refraktometru, 9 – gałka do znoszenia dyspersji, 10 – pokrętło do regulacji aparatu, 11 – okienko, 12 – zwierciadło, 13 – okular, 14 – pokrętło do przesuwania linii granicznej pola widzenia, 15 – zwierciadełko oświetlające skalę, 16 – obrotowo – przechylna oprawka, 17 – filtr, 18 – urządzenie do regulacji ostrości obrazu.

Podstawowym elementem refraktometru jest pryzmat refraktometryczny 2, ustawiony poziomo, na który nanosi się badaną substancję. Nad pryzmatem stałym znajduje się pryzmat nakrywkowy 6. Do oświetlenia substancji badanej służy: okienko 11 w świetle przechodzącym i zwierciadełko 12 w świetle odbitym (dla substancji barwnych). Końcówki 3 umożliwiają podłączenie refraktometru do termostatu, a termometry 4 służą do pomiaru temperatury w układzie pomiarowym. Pozostałe części aparatu to: 8 – obudowa, 9 – gałka do znoszenia dyspersji światła, 10 – pokrętło do regulacji aparatu, 13 – okular, 14 – pokrętło do przesuwania linii granicznej pola widzenia, 15 – zwierciadełko oświetlające skalę, 17 – filtr, 18 – urządzenie do regulacji ostrości obrazu.

Aby oznaczyć współczynnik załamania światła, należy wykonać następujące czynności:

1. Odślonić okienko 11.
2. Odchylić pryzmat górny, oczyścić powierzchnię pryzmatów czystą lnianą ściereczką.
3. Nanieść badaną substancję pipetą lub kapilarą na pryzmat dolny nie dotykając jego powierzchni.
4. Zamknąć pryzmaty, poczekać kilka minut aż do wyrównania temperatury w układzie.
5. Sprawdzić, czy okienko 11 jest otwarte, a zwierciadełko 12 zamknięte.
6. Obracając pokrętłem 9 doprowadzić do ostrego rozgraniczenia pól, obserwując pole widzenia w okularze.

7. Pokrętle 14 naprowadzić linię podziału pola widzenia na środek skrzyżowanych nici.
8. Odczytać wartość współczynnika na górnej skali w okularze.
9. Wykonać pomiar co najmniej trzykrotnie, za każdym razem używając nowej próbki substancji. Po każdym pomiarze należy pryzmat zmyć delikatnie miękką ściereczką z tworzywa zwilżoną spirytusem, następnie eterem i po wyschnięciu wykonać kolejny pomiar.
10. Jeżeli pomiar powinien być prowadzony w określonej temperaturze, to podłączyć przed pomiarem aparat (końcówki 3) do termostatu i odczekać do ustalenia się temperatury.

Pomiary współczynnika załamania światła cieczy o nieprzyjemnej woni, lotnych, łatwopalnych należy wykonywać pod wyciągiem. Przy badaniu cieczy szkodliwych zachować wszystkie przepisy bhp.

4.6.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jak należy zdefiniować współczynnik załamania światła?
2. Jakie zjawisko wykorzystywane jest w pomiarach współczynnika załamania światła?
3. Jaka jest zasada działania refraktometru laboratoryjnego?
4. Jakie parametry wpływają na wartość współczynnika załamania światła?

4.6.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Oznacz współczynnik załamania światła octanu etylu refraktometrem laboratoryjnym.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) przygotować stanowisko pracy,
- 2) zapoznać się z kartą charakterystyki octanu etylu,
- 3) oznaczyć trzy razy współczynnik refrakcji zgodnie z instrukcją podaną w materiale nauczania,
- 4) zastosować przepisy bhp podczas wykonywania oznaczenia,
- 5) obliczyć średnią wyników,
- 6) odszukać w Kalendarzu chemicznym wartość współczynnika załamania światła dla octanu etylu,
- 7) porównać współczynnik oznaczony ze współczynnikiem odczytanym z kalendarza i ocenić czystość,
- 8) uporządkować stanowisko pracy,
- 9) sporządzić dokumentację laboratoryjną.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- refraktometr laboratoryjny,
- odczynniki,
- Kalendarz chemiczny.

Ćwiczenie 2

Oznaczono współczynniki załamania światła dla roztworów CaCl_2 o stężeniach: 1%, 4%, 10%, 15% (m/m) i otrzymano następujące wyniki: a) 1,34251, b) 1,33556, c) 1,36652, d) 1,35589. Wykreśl prostą wzorcową i podaj, jaka wartość współczynnika załamania światła odpowiada roztworowi CaCl_2 o stężeniu 12%.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) wykreślić prostą wzorcową,
- 2) odczytać współczynnik załamania światła dla roztworu o stężeniu 12%.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- kalkulator,
- linijka,
- papier milimetrowy.

4.6.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) przygotować stanowisko pracy do oznaczenia współczynnika załamania światła?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2) oznaczyć współczynnik załamania światła?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3) ocenić czystość substancji na podstawie pomiaru współczynnika załamania światła?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4) oznaczyć stężenie substancji w roztworze metodą refraktometryczną	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

4.7. Pomiar temperatury zapłonu i palenia, charakterystyka przyrządów do pomiaru temperatury zapłonu i palenia

4.7.1. Materiał nauczania

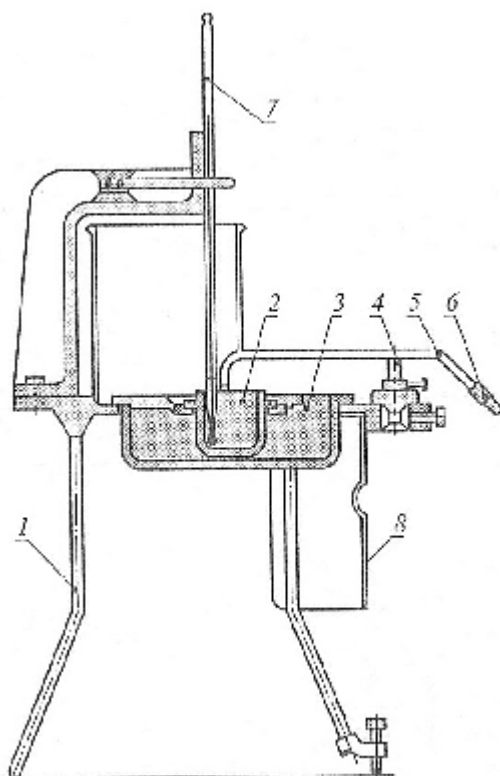
Temperatura zapłonu (TZ) jest to najniższa temperatura przy ciśnieniu 101,3 kPa, w której para badanego, ogrzanego produktu tworzy z powietrzem mieszaninę zapalającą się przy zbliżeniu płomienia. Jest to parametr, który charakteryzuje wszystkie produkty ciekłe przemysłu naftowego, a w szczególności paliwa i oleje smarowe. Temperatura zapłonu zależy od temperatury wrzenia substancji. Najniższą temperaturę zapłonu mają frakcje benzynowe o temperaturze wrzenia 28–35⁰C, a najwyższą – frakcje ciężkich olejów wrzących w zakresie 200–330⁰C.

Temperaturę zapłonu par niskowrzących cieczy (do 50⁰C) oznacza się metodą Abła – Pensky’ego. W aparacie Abła – Pensky’ego próbkę ogrzewa się w zamkniętym naczyniu metalowym, w którym znajduje się otwór odsłaniany automatycznie w momencie przesuwania się płomyka nad próbką. Dla cieczy wrzących powyżej 50⁰C i niezawierających lotnych składników (oleje, smary) stosuje się oznaczenie w tyglu otwartym metodą Marcussona. W przypadku cieczy o wysokiej temperaturze wrzenia, których pary mogłyby ulec samozapłonowi (oleje napędowe), używany jest tygiel zamknięty Martensa – Pensky’ego.

Oznaczanie temperatury zapłonu i palenia w tyglu otwartym metodą Marcussona

Metoda Marcussona pozwala oznaczyć, oprócz temperatury zapłonu, również temperaturę palenia. Temperatura palenia (TP) jest to taka temperatura, w której pary paliwa po zapaleniu płomykiem palą się co najmniej przez 3 sekundy. Ogólna zasada pomiaru TZ i TP polega na ogrzewaniu badanego produktu w otwartym tyglu, nad którym przesuwa się płomień mikropalnika. Początkowo po każdym przyroście temperatury o 6⁰C na minutę, a w pobliżu przewidywanej temperatury zapłonu co 1⁰C wzrostu temperatury. Najniższą temperaturę, w której nastąpi zapalenie się na chwilę par badanego produktu przyjmuje się za temperaturę zapłonu, a po dalszym krótkim ogrzewaniu zapalenie się par co najmniej na 3 sekundy – za temperaturę palenia.

Aparat Marcussona (rysunek 21), zbudowany z następujących elementów: trójnog (1) ze śrubami do poziomowania, tygiel porcelanowy (2) z dwiema kreskami – czarną w odległości 10 mm i czerwoną w odległości 15 mm od górnej krawędzi, łożnia powietrzna przy ogrzewaniu elektrycznym lub piaskowa przy ogrzewaniu płomieniem (3), mikropalnik (6) połączony przewodem (5) ze źródłem gazu palnego i obracany w poziomie wokół osi (4), uchwyt na termometr (7), osłona metalowa (8).



Rys. 21. Schemat aparatu Marcussona [1]

Aby oznaczyć temperaturę zapłonu i temperaturę palenia, należy wykonać następujące czynności:

1. Odwodnić badaną próbkę, stosując świeżo wyprażony NaCl lub Na₂SO₄.
2. Ochłodzić do temperatury o 60⁰C niższej od przewidywanej TZ.
3. Umyć tygiel i wysuszyć w suszarce w temperaturze 105 ± 2⁰C.
4. Napełnić tygiel badaną substancją do czerwonej kreski, jeżeli przewidywana TZ jest wyższa od 250⁰C lub do kreski czarnej przy niższej TZ.
5. Umocować termometr o odpowiednim zakresie pomiarowym w pozycji pionowej tak, aby zbiorniczek z rtęcią znajdował się w odległości 2 mm od dna i 5 mm od ścianek tygla.
6. Wyregulować ustawienie mikropalnika tak, aby środek płomienia znajdował się na osi tygla, a dolny brzeg płomienia dokładnie w płaszczyźnie górnej krawędzi tygla.
7. Zapalić płomyk i wyregulować dopływ gazu tak, aby płomień był nieświecący i miał długość 10 mm.
8. Rozpocząć ogrzewanie łązni i odpowiednio je wyregulować, aby w początkowym okresie przyrost temperatury substancji wynosił 6⁰C na minutę.
9. Po uzyskaniu temperatury niższej o 40⁰C od przewidywanej TZ ogrzewać w taki sposób, aby temperatura wzrastała o 3 ± 0,5⁰C na minutę. Jednocześnie przesuwać płomyk nad powierzchnią tygla po każdej zmianie temperatury o 1⁰C; czas przesuwania powinien wynosić 1 sekundę.
10. Po pierwszym zapaleniu par zanotować wartość temperatury i ogrzewać dalej aż do momentu zapalenia się par co najmniej na 3 s.
11. Jeżeli nie jest znana TZ substancji, to należy wykonać badanie wstępne. Ogrzewanie prowadzić cały czas dość szybko, a próby zapłonu powtarzać co 2⁰C.
12. Jeżeli oznaczenie jest prowadzone pod ciśnieniem różniącym się od normalnego o więcej niż 2,0 · 10³ Pa, to do odczytanej wartości temperatury należy dodać poprawkę T obliczoną według wzoru:

$$T = 0,00025 \cdot (101,3 + 1 \cdot 10^3 - p)$$

gdzie:

p – ciśnienie atmosferyczne, Pa.

Wynik obliczać jako średnią arytmetyczną co najmniej dwóch pomiarów temperatury, jeżeli nie różnią się od siebie o więcej niż:

- 6⁰C przy TZ do 250⁰C,
- 7⁰C przy TZ w zakresie 250 ÷ 300⁰C,
- 9⁰C dla wyższych TZ.

Podczas oznaczania temperatury zapłonu i palenia należy przestrzegać następujących zasad:

- tygiel powinien być napełniany w taki sposób, aby na zewnętrznej ścianie nie znajdowała się badana substancja,
- w przypadku uszkodzenia tygla przerwać pomiar i usunąć skutki zakłócenia,
- pomiar prowadzić pod wyciągiem,
- wszystkie produkty powstałe w przerobieniu ropy naftowej traktować jako substancje trujące i łatwopalne.

4.7.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jaką temperaturę nazywamy temperaturą zapłonu?
2. Jaka jest różnica między temperaturą zapłonu i palenia?
3. Jaka jest zasada pomiaru temperatury zapłonu i palenia?

4.7.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Oznacz temperaturę zapłonu i palenia oleju silnikowego.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) przygotować stanowisko pracy,
- 2) zabezpieczyć się w środki ochrony osobistej,
- 3) wykonać oznaczenie temperatury zapłonu i palenia zgodnie z zasadami bhp i ppoż., korzystając z instrukcji zawartej w materiale nauczania (4.7.1),
- 4) zapisać wyniki pomiarów,
- 5) obliczyć średnią wyników,
- 6) sporządzić dokumentację laboratoryjną,
- 7) porównać uzyskane wyniki z danymi zawartymi w odpowiedniej normie.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- aparat Marcussona,
- olej,
- butelka na zlewki oleju,
- środki ochrony osobistej: rękawice, okulary.

Ćwiczenie 2

W aparacie Marcussona pod ciśnieniem 993 hPa oznaczano temperaturę zapłonu oleju, która wynosiła w kolejnych pomiarach: 40⁰C, 50⁰C. Oblicz rzeczywistą temperaturę zapłonu.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) obliczyć średnią pomiarów,
- 2) obliczyć poprawkę,
- 3) obliczyć rzeczywistą temperaturę zapłonu.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- kalkulator.

4.7.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) zdefiniować pojęcia temperatura zapłonu, palenia?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2) oznaczyć temperaturę zapłonu i palenia?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3) zastosować przepisy bhp oraz ochrony ppoż. podczas oznaczania temperatury palenia i zapłonu?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4) obliczyć rzeczywistą temperaturę zapłonu i palenia?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

4.8. Pomiar kąta skręcania płaszczyzny polaryzacji światła, charakterystyka przyrządów do pomiarów kąta skręcania płaszczyzny polaryzacji

4.8.1. Materiał nauczania

Niektóre związki chemiczne, a wśród nich węglowodany, wykazują zdolność skręcania płaszczyzny polaryzacji światła spolaryzowanego. Substancje te nazywają się optycznie czynnymi. Substancje optycznie czynne nie posiadają elementów symetrii cząsteczki, natomiast posiadają przynajmniej jeden asymetryczny atom węgla. Substancje te mogą skręcać w prawo (+) lub w lewo (-) płaszczyznę polaryzacji. Wielkość kąta skręcania płaszczyzny polaryzacji zależy od:

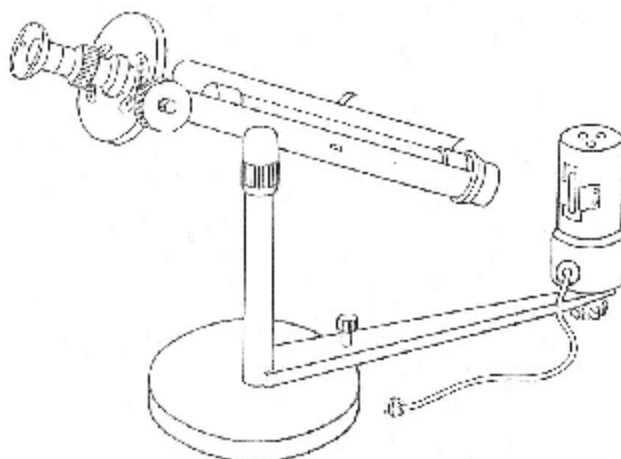
- rodzaju substancji,
- stężenia w roztworach,
- grubości warstwy skręcającej,
- długości fali użytego światła,
- temperatury.

Kąt skręcania płaszczyzny polaryzacji, mierzony w odpowiednich warunkach, jest wielkością stałą dla danej substancji optycznie czynnej i nazywa się skręcalnością właściwą. Jest to kąt mierzony w stopniach, o jaki płaszczyzna polaryzacji ulegnie skręceniu w świetle sodowym o długości fali $\lambda = 589,3$ nm w temperaturze 20°C , jeśli światło przejdzie przez warstwę cieczy jednorodnej o grubości 1 dm, lub w przypadku substancji optycznie czynnych przez 1 dm roztworu o określonym stężeniu wyrażonym w $\text{g}/100\text{ cm}^3$ roztworu. Stężenie substancji optycznie czynnej w roztworze wyrażone w $\text{g}/100\text{ cm}^3$ roztworu, grubość warstwy roztworu (l) w dm, a kąt skręcania płaszczyzny polaryzacji (α) w stopniach, to zależność między tymi wielkościami a skręcalnością właściwą (α^t_D) jest następująca:

$$[\alpha]^t_D = \frac{\alpha 100}{lc}$$

gdzie: c – stężenie w $\text{g}/100\text{ cm}^3$ roztworu.

Wzór ten stanowi podstawę metody polarymetrycznej oznaczania zawartości węglowodanów, których skręcalność właściwa jest stała. Proporcjonalność między kątem skręcania płaszczyzny polaryzacji, a stężeniem substancji optycznie czynnej, zachodzi tylko dla roztworów rozcieńczonych. Kierunek i wielkość kąta skręcania płaszczyzny polaryzacji określa się za pomocą przyrządów zwanych polarymetrami, rysunek 22.



Rys. 22. Polarymetr kołowy Lippicha [1]

Aby oznaczyć procentową zawartość cukru metodą polarymetryczną z prostej wzorcowej, należy:

- zapoznać się z obsługą polarymetru (lampa sodowa powinna być ustawiona w takiej odległości od polarymetru, aby równomiernie oświetlała pole widzenia; soczewki układu optycznego muszą być czyste, roztwór wlewany do rurki musi być ochłodzony do temperatury 20⁰C, szkiełka nakłada się bezpośrednio na końcu rurki, a koniec rurki zakręca się nakrętką z umieszczoną uszczelką),
- zważyć czyste suche naczynka wagowe,
- odważać kolejno ściśle: 0,5 g, 1g, 2 g, 2,5 g podanego cukru i przenieść je ilościowo do kolbek miarowych na 50 cm³,
- uzupełnić wodą do kreski,
- włączyć aparat i lampę,
- wyzerować na wodę destylowaną,
- określić dla każdego roztworu wzorcowego α ,
- narysować wykres $\alpha = f(c)$,
- pobrać badaną substancję i zważyć,
- przenieść ilościowo do kolbki miarowej na 50 cm³,
- odczytać z wykresu naważkę substancji badanej,
- obliczyć procentową zawartość cukru.

Wodne roztwory niektórych substancji (glukoza, laktoza) wykazują zjawisko mutarotacji. Świeżo przygotowany roztwór α -D-glukozy wykazuje skręcalność właściwą +109,1⁰, a po kilku godzinach +52,30⁰. Ta zmiana skręcalności wywołana jest przejściem izomeru α w izomer β . Po pewnym czasie ustala się w roztworze stan równowagi pomiędzy tymi izomerami.

4.8.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie związki posiadają zdolność skręcania światła spolaryzowanego?
2. Jakie parametry mają wpływ na wielkość kąta skręcania światła spolaryzowanego?
3. Jak definiowana jest skręcalność właściwa?
4. W jakich przyrządach oznacza się kąt skręcania światła spolaryzowanego?

4.8.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Oznacz kąt skręcania płaszczyzny polaryzacji wodnego roztworu sacharozy i wody. Oblicz stężenie roztworu sacharozy.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z instrukcją obsługi polarymetru,
- 2) oznaczyć kąt skręcania płaszczyzny polaryzacji dla wody,
- 3) oznaczyć kąt skręcania płaszczyzny polaryzacji dla roztworu sacharozy według PN,
- 4) obliczyć stężenie sacharozy,
- 5) sporządzić dokumentację laboratoryjną,
- 6) uzasadnić uzyskane wyniki.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- próbka z roztworem sacharozy i wody,
- polarymetr,
- szkło laboratoryjne,
- odczynniki chemiczne,
- instrukcja obsługi przyrządu,
- Polska Norma.

Ćwiczenie 2

Oznacz zawartość cukru metodą polarymetryczną za pomocą prostej wzorcowej.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z materiałem nauczania,
- 2) sporządzić roztwory wzorcowe cukru,
- 3) oznaczyć kąt skręcania α dla każdego roztworu,
- 4) wykreślić prostą wzorcową $\alpha = f(c)$,
- 5) oznaczyć kąt skręcania α dla roztworu o nieznanym stężeniu,
- 6) odczytać z wykresu stężenie roztworu badanego,
- 7) sporządzić dokumentację laboratoryjną.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- polarymetr,
- waga i odważniki,
- szkło laboratoryjne,
- odczynniki chemiczne,
- badana substancja,
- instrukcja obsługi przyrządu.

4.8.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) zdefiniować pojęcie skręcalności właściwej?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2) oznaczyć kąt skręcania płaszczyzny polaryzacji światła przez badaną substancję?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3) obliczyć stężenie substancji na podstawie zmierzonego kąta skręcania płaszczyzny polaryzacji światła?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4) oznaczyć stężenie substancji metodą polarymetryczną korzystając z prostej wzorcowej?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

5. SPRAWDZIAN OSIĄGNIĘĆ

INSTRUKCJA DLA UCZNI

1. Przeczytaj uważnie instrukcję.
2. Podpisz imieniem i nazwiskiem kartę odpowiedzi.
3. Zapoznaj się z zestawem zadań testowych.
4. Test zawiera 20 zadań. Do każdego zadania dołączone są cztery możliwe odpowiedzi. Tylko jedna odpowiedź jest prawdziwa.
5. Udzielaj odpowiedzi na załączonej karcie odpowiedzi.
6. Prawidłową odpowiedź zaznacz X. W przypadku pomyłki, należy błędną odpowiedź zaznaczyć kółkiem, a następnie ponownie zakreślić odpowiedź prawidłową.
7. Kiedy udzielenie odpowiedzi będzie Ci sprawiało trudności, wtedy odłóż jego rozwiązanie na później i wróć do niego, gdy zostanie Ci czas wolny.
8. Ocenę dostateczną otrzymasz, jeśli udzielisz prawidłowej odpowiedzi na 13 zadań.
9. Na rozwiązanie testu masz 45 minut.

ZESTAW ZADAŃ TESTOWYCH

1. Wartość podziałki elementarnej skali przyrządu określa:
 - a) czułość pomiaru,
 - b) dokładność pomiaru,
 - c) zakres pomiaru,
 - d) warunki pomiaru.
2. Lepkość dynamiczną cieczy oznacza się w aparacie:
 - a) Englera,
 - b) Ubbelohde'a,
 - c) Höplera,
 - d) lepkościomierzu kapilarnym.
3. Jednostką lepkości względnej jest:
 - a) stokes,
 - b) puaz,
 - c) Pa·s,
 - d) stopień Englera.
4. Dysponując małą ilością substancji ciekłej, gęstość oznacza się:
 - a) areometrem,
 - b) wagą Mohra,
 - c) piknometrem,
 - d) areometrem i piknometrem.
5. W wyniku oznaczenia współczynnika załamania światła jodku butylu otrzymano w tych samych warunkach pomiaru następujące wyniki: 1,50006, 1,50010, 1,49920. Wynik końcowy badania wynosi:
 - a) 1,35500
 - b) 1,49979
 - c) 1,12345
 - d) 1,31000
6. Temperatura topnienia jest kryterium oceny czystości substancji. Substancję uważa się jako czystą, gdy topi się w zakresie temperatur:
 - a) $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$,
 - b) $\pm 1,0^{\circ}\text{C}$,
 - c) $\pm 1,5^{\circ}\text{C}$,
 - d) $\pm 2,0^{\circ}\text{C}$.
7. Metodą polarymetryczną ilościowo można oznaczyć stężenie:
 - a) roztworu chlorku sodu,
 - b) roztworu siarczynu(VI) potasu,
 - c) etanolu,
 - d) roztworu sacharozy.

8. Dla cieczy o przewidywanej $TZ > 250^{\circ}\text{C}$ tygielek Marcussona napełnia się cieczą do:
- a) czerwonej kreski,
 - b) poniżej czerwonej kreski,
 - c) do czarnej kreski,
 - d) powyżej czarnej kreski.
9. Zapis wyniku pomiaru $n_D^{20} = 1,3456$ oznacza wartość współczynnika:
- a) refrakcji,
 - b) w temperaturze 20°C ,
 - c) refrakcji w 20°C i świetle sodowym,
 - d) refrakcji w świetle sodowym.
10. Oznaczanie temperatury zapłonu oleju prowadzi się :
- a) pod dygestorium,
 - b) na blacie stołu laboratoryjnego,
 - c) na blacie stołu laboratoryjnego obok palącego się palnika gazowego,
 - d) w dowolnym miejscu na stole laboratoryjnym.
11. Pomiary wielkości fizycznych służą do:
- a) identyfikacji substancji,
 - b) identyfikacji substancji i oceny ich czystości,
 - c) oceny czystości,
 - d) oceny stopnia zanieczyszczeń.
12. Błąd paralaksy to błąd spowodowany:
- a) głębokością zanurzenia termometru,
 - b) zmianami ciśnienia,
 - c) zmianą objętości zbiorniczka termometru,
 - d) nieprawidłowym odczytem menisku.
13. Do oznaczenia temperatury wrzenia alkoholu etylowego należy użyć termometr o zakresie:
- a) $-35 - 650^{\circ}\text{C}$,
 - b) $-35 - 250^{\circ}\text{C}$,
 - c) $-35 - 30^{\circ}\text{C}$,
 - d) $0 - 100^{\circ}\text{C}$.
14. Temperatura topnienia to przemiana substancji:
- a) stałej w stan gazowy,
 - b) stałej w stan ciekły,
 - c) ciekłej w stan stały,
 - d) ciekłej w stan gazowy.
15. Kapilarę stosuje się do oznaczania temperatury:
- a) wrzenia,
 - b) zapłonu,
 - c) topnienia,
 - d) palenia.

16. Mokry piknometr należy osuszyć:
- w suszarce w temperaturze 50°C ,
 - opłukując alkoholem i suszyć w suszarce w temperaturze 50°C ,
 - próżniowo lub opłukując alkoholem,
 - w suszarce w temperaturze 70°C .
17. Oznaczono współczynnik załamania światła w roztworach CaCl_2 o stężeniach: 1%, 4%, 10%, 15% m/m. Podaj, który z niżej podanych wyników pomiaru odpowiada roztworowi o stężeniu 10%:
- 1,33556,
 - 1,34251,
 - 1,35589,
 - 1,36652.
18. Oznaczając temperaturę palenia oleju szczególne środki ostrożności, należy zachować ze względu na:
- łatwopalność,
 - toksyczność,
 - tworzenie mieszanin wybuchowych z powietrzem,
 - wszystkie wymienione w punkcie a, b, c.
19. Gęstość roztworu wyznaczona praktycznie wynosi $1,2451 \text{ g/cm}^3$, a gęstość odczytana z literatury wynosi $1,2531 \text{ g/cm}^3$. Błąd bezwzględny pomiaru wynosi:
- 0,0041,
 - 0,0050,
 - 0,0080,
 - 0,0103.
20. Podczas oznaczania gęstości stężonego kwasu solnego areometrem należy oznaczenie wykonać:
- pod wyciągiem, w rękawicach i okularach ochronnych,
 - pod wyciągiem,
 - w rękawicach i okularach ochronnych,
 - tylko w rękawicach.

KARTA ODPOWIEDZI

Imię i nazwisko.....

Badanie fizycznych właściwości substancji

Zakreśl poprawną odpowiedź, wpisz brakujące części zdania lub wykonaj rysunek.

Nr zadania	Odpowiedź				Punkty
1.	a	b	c	d	
2.	a	b	c	d	
3.	a	b	c	d	
4.	a	b	c	d	
5.	a	b	c	d	
6.	a	b	c	d	
7.	a	b	c	d	
8.	a	b	c	d	
9.	a	b	c	d	
10.	a	b	c	d	
11.	a	b	c	d	
12.	a	b	c	d	
13.	a	b	c	d	
14.	a	b	c	d	
15.	a	b	c	d	
16.	a	b	c	d	
17.	a	b	c	d	
18.	a	b	c	d	
19.	a	b	c	d	
20.	a	b	c	d	
Razem:					

6. LITERATURA

1. Klepaczko-Filipiak B., Jakubiak Z., Wulkiewicz U.: Badania chemiczne. Pomiary wielkości fizycznych substancji. WSiP, Warszawa 1998
2. Jarosz M., Malinowska E.: Pracownia chemiczna. Analiza instrumentalna. WSiP, Warszawa 1995
3. Klepaczko-Filipiak B., Łoin J.: Pracownia chemiczna. Analiza techniczna. WSiP, Warszawa 1992
4. Kupryszewski G.: Podstawowe zasady bezpiecznej pracy w laboratorium chemicznym. Wydawnictwo Gdańskie, Gdańsk 1999
5. Szyszko E.: Instrumentalne metody analityczne. PZWL, Warszawa 1985