

ТЕХНІКА ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

Тема 2.3. Вимірювання об'єму та густини речовини

Мірний посуд: циліндри, мензурки, колби, пікнометри, піпетки, бюретки.
Визначення густини рідких та твердих речовин: ареометричний метод, пікнометричний метод, волюмометричний метод.

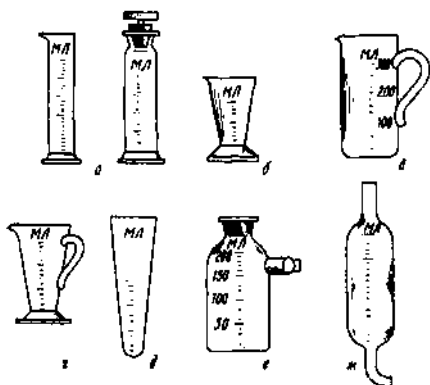
ВИМІР ОБ'ЄМУ І ГУСТИНИ РЕЧОВИНИ

Одиниця об'єму речовини – кубометр (1 м^3). Літр – спеціальна назва кубічного дециметра ($1 \text{ л} = 1 \text{ дм}^3 = 10^{-3} \text{ м}^3$). При точних вимірах застосовують співвідношення $1 \text{ л} = 1,000028 \text{ дм}^3$. Молярний об'єм - це об'єм одного моля речовини. Для ідеальних газів дорівнює $22,414 \text{ л}$ при 101325 Па і $0 \text{ }^\circ\text{C}$. Питомий об'єм - величина, зворотна густині речовини.

1. Мірні циліндри, мензурки та інший мірний посуд

Мірні циліндри – циліндричні посудини різної місткості з нанесеними на зовнішній стінці поділками, що вказують об'єм у мілілітрах. Щоб відміряти необхідний об'єм рідини, її наливають у мірний циліндр доти, поки нижній меніск не досягне рівня потрібної поділки. Мірні циліндри калібрують звичайно на наливання.

Циліндри виготовляють зі скла і прозорих поліетилену або поліпропілену. Скляні циліндри можуть мати пластмасову підставку.



Об'єми летучих кислот, органічних розчинників або рідких розчинів газів звичайно вимірюють за допомогою мірних циліндрів із притертою скляною пробкою, пробкою із фторопласту або поліетилену. Такі циліндри зручні і для оцінки розмірів об'ємів рідких гетерофазних систем. Похибка при визначенні об'ємів рідин за допомогою мірних циліндрів лежить у межах 1-10 %.

Мензурки (від лат. mensura - міра, мірка) - посудини конічної форми, у яких, як і у мірних циліндрів, на зовнішній поверхні нанесені поділки для виміру об'ємів рідини в мілілітрах (б). Мензурки застосовують для виміру об'єму осадів, що утворюються при відстоюванні суспензій. Осад збирається в нижній частині мензурки. Їх використовують також для визначення об'ємів двох рідких фаз, що не змішуються, одна з яких, більшої густини, присутня у меншій кількості. Мензурки калібрують на відливання.

Інший мірний посуд. У технологічній практиці при дозуванні малолетких рідин застосовують *скляні мірні кружки* (в, г). Вивчення процесів седиментації, осідання часток з рідких систем, проводять у ряді випадків з використанням конусів *Імгоффа* (д). Коли необхідно встановити об'єм фільтрату при вакуумному фільтруванні, застосовують *циліндричні мірні склянки* (е). Бічний тубус склянки приєднують до водоструминного насоса, у її горло вставляють лійку Бюхнера за допомогою шліфа або гумової пробки.

2. Мірні колби і пікнометри

Мірні колби використовують для приготування розчинів певної концентрації. Вони мають вузьке горло з однієї або декількома мітками, що означають границю

відмірюваного об'єму. Місткість мірних колб коливається від 5 мл до 2 л. На кожній колбі зазначена місткість (у мл) і температура, при якій проводилося її калібрування, звичайно це 20 °С.

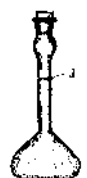
Мірні колби є вимірювальними посудинами, розрахованими на вливання, тобто об'єм рідини до мітки відповідає місткості колби. Змочування стінок і розтікання рідини по внутрішній поверхні колби не грають ніякої ролі. Випускаються мірні колби і на виливання. Такі колби (*колби Штоманна*) мають на горлі дві кільцеві відмітки, тому що об'єм вилитої рідини буде трохи менше відміряної.

Мірні колби можуть мати пришліфовані скляні пробки, а також гумові, фторопластові або поліетиленові пробки.

Для приготування розчину потрібної концентрації в мірну колбу спочатку насипають або наливають через лійку речовину, яку розчиняють, а потім наповнюють колбу до половини розчинником і обережно струшують круговими рухами, притримуючи рукою колбу за дно. Перемішування продовжують до повного розчинення речовини. Після цього колбу залишають на 5-10 хв для вирівнювання її температури з навколишнім середовищем, потім доливають розчинник, не доводячи до мітки на 5-10 мм, і висушують горло над міткою згорнутим у трубочку шматком фільтрувального паперу. Нарешті доливають розчинник по краплях до мітки, намагаючись не замочити внутрішню частину горла. Наповнену колбу закривають пробкою і обережно перемішують вміст, перевертаючи колбу; тримати її треба при цьому двома руками: лівою за основу, а правою - за горло із пробкою. Для точного вимірювання об'єму колбу з розчином, що не доходить трохи до мітки, поміщають на 10-15 хв у термостат, настроєний на температуру 20 °С, при цьому з термостату рідини повинне виступати тільки горло з міткою, а не розчин у ньому. При доливанні розчинника колбу виймають за горло з термостата, щоб мітка і меніск були на рівні очей.

Для приготування розчинів твердих речовин строго певної концентрації застосовують мірні *колби Кольрауша* з розширеною верхньою частиною горла. У таку мірну колбу зручно насипати через лійку з короткою трубкою здрібнену в ступці тверду речовину.

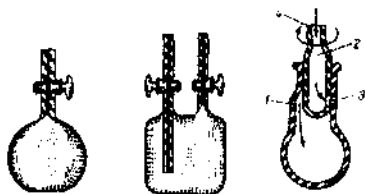
Пікнометри (від грець. *ρυκνος* - густий) - посудини невеликого об'єму, застосовувані для визначення густини рідин і твердих речовин. Існує багато різновидів пікнометрів. Їхня форма визначається родом досліджуваної речовини, зручністю і відтворюваністю заповнення і зважування, необхідною точністю вимірювання. Але навіть при найбільш точній роботі ($\pm 5 \cdot 10^{-6}$ г/см³) не слід збільшувати об'єм кожного з пікнометрів понад 30 мл, якщо вважати похибку зважування 0,1 мг. Кращі за якістю пікнометри виготовлені зі скла марки "пірекс" або із кварцового скла, яке має низький коефіцієнт термічного розширення.



Пікнометр Менделєєва застосовують для швидкого вимірювання у тих випадках, коли достатня точність біля 0,001 г/см³ і коли важко строго підтримувати сталість температури. Пікнометр має пришліфований термометр, що дозволяє вести безперервне спостереження за зміною температури розчину. Недоліком пікнометрів цього типу є неминуча нещільність шліфа термометра і ковпачка бічної трубки, особливо небажана в тому випадку, якщо температура при зважуванні вище температури пікнометра при його заповненні.

Звичайний *пікнометр* - це власне кажучи невелика мірна колбочка із протравленої навколо горлечка міткою 3, що визначає його місткість.

Простір, розташований над міткою, може заповнювати рідина у випадку її розширення при зважуванні. Такі пікнометри рекомендуються для вимірювання густини чистих однокомпонентних рідин. Нанесення по всій висоті горлечка міток, розташованих на рівних відстанях одна від одної, роблять пікнометр більше зручним для роботи.



Густину газів, що не містять пароподібних речовин, які легко конденсуються, визначають при атмосферному тиску і температурах 18-25 °С за допомогою пікнометрів, зображених на рис.

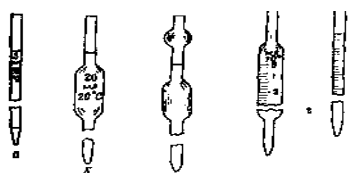
3. Піпетки

Піпетки служать для вимірювання об'ємів рідини у вигляді цілої порції (об'єм піпетки від 0,1 до 200 мл) або її частини. Піпетку заповнюють за допомогою гумової груші, приєднавши її до верхнього кінця піпетки.

Засмоктувати рідину в піпетку ротом не рекомендується! Це небезпечно для здоров'я (рідина і її пари можуть потрапити в рот і легені) і, крім того, приводить до забруднення жиром і слиною внутрішніх стінок піпетки.

Піпетки завжди відкалібровані на витікання, тобто зазначений на піпетці об'єм відповідає об'єму рідини, що витікає, коли піпетку наповнюють до відмітки на верхній трубці, а потім дають рідині самостійно витікати. В об'єм витікаючої рідини не входить рідина, яка залишається в носіку нижньої трубки, і рідина, яка змочує стінки піпетки. Нижній отвір піпетки не повинен бути широким, щоб швидкість витікання рідини не була великою, але і не занадто вузьким, щоб наприкінці витікання рідини в місці з'єднання нижньої трубки з балоном піпетки не утворилася крапля.

Вважають, що тривалість вільного витікання води з піпеток місткістю 5, 10, 25, 50 і 100 мл повинна бути рівною відповідно 15, 20, 25, 30 та 40 с.



Піпетки типу *a-в* призначені на виливання всього об'єму рідини, а піпетки типу *г-д* - для часткового зливу необхідного об'єму рідини відповідно до градуювання. Об'єми отрутих рідин, кислот і сильних основ відмірюють піпетками із запобіжним розширенням у верхній трубці піпетки або спеціальною піпеткою.

Регульовані *поршневі мікропіпетки* мають місткість від 0,002 до 1,0 мл з похибкою від $\pm 2 \cdot 10^{-4}$ до $\pm 5 \cdot 10^{-3}$ мл. Вони мають плавне регулювання об'єму відбирання рідини. Всі механізми і деталі мікропіпеток виконані із фторопласта та поліпропілену. При заборі рідина попадає тільки в знімний кінець піпетки, виготовлений з поліпропілену, і із самим механізмом піпетки не стикається. Після роботи знімний кінець знімають і промивають, а якщо потрібно, то і стерилізують при 110 °С, потім повторно використовують.



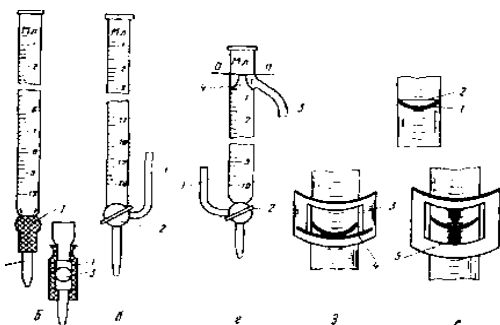
Піпетки звичайно калібрують по чистій воді, тому ними не можна відмірювати рідини, в'язкість яких помітно відрізняється від в'язкості воли. Об'єм відібраної рідини в цьому випадку не буде відповідати зазначеному на піпетці. Для в'язких рідин піпетку треба перекалібрувати.

Якщо деякі розчини залишають на стінках піпетки прилиплі краплі навіть при ретельному знежиренні скла, то рекомендують піпетки піддавати силіконуванню –

покриттю внутрішніх стінок найтоншою силіконовою плівкою, що не змочується водою. Силіконовану піпетку калібрують по чистій воді при 20 °С. У силіконованих піпеток меніск рідини опуклий. Утворена при силіконуванні гідрофобна плівка не змивається водою і не руйнується кислотами. Її можна видалити при кип'ятінні піпетки в 10 %-му водному розчині КОН або NaOH.

4. Бюретки

Бюретка - циліндрична скляна трубка з поділками, краном або затиском, проградуєвана в мілілітрах. Бюретки застосовують для точного вимірювання невеликих об'ємів і при титруванні. Розрізняють бюретки об'ємні, вагові, поршневі, газові і мікробюретки.



Об'ємні бюретки (а-г) із ціною поділки в 0,1 мл дозволяють вести відлік з точністю до 0,02 мл. Безкранові бюретки Мора мають у нижній частині гумову трубку з капіляром. Гумова трубка пережимається або затиском Мора, або усередину її закладають скляну кульку чи паличку з кулястим потовщенням. Рідина з такої бюретки витікає при натисканні пальцями на верхню частину кульки. Бюретки з гумовою трубкою застосовують для слабо лужних розчинів, що звичайно заїдають притерті скляні крани.

Недолік таких бюреток у тому, що гумова трубка на початку і наприкінці виливання розчину розтягується в різному ступені, внаслідок різниці гідростатичних тисків і різного ступеня обтиснення кульки пальцями. Похибка буде менше, якщо використовувати порівняно товстостінний і короткий еластичний шматок гумової трубки, а затиск надягати на неї завжди на тому самому місці. При цьому варто також уникати розчинів, що окиснюють каучук, зокрема розчинів йоду у водному розчині KI.

Місцем відліку рівня розчину в бюретці завжди вибирають нижній край меніска. По цьому краю і калібрують бюретку. Тільки у випадку непрозорих розчинів (водний розчин KMnO_4 , розчин I_2 у водному розчині KI та ін.) необхідно робити відлік по верхньому краю меніска.

Верхній кінець бюретки закривають від потрапляння пилу і випаровування розчину маленькою склянкою або широкою, але короткою пробіркою.

Мікробюретки відрізняються від об'ємних бюреток невеликим об'ємом. Вони мають градування по 0,01 мл, що дає можливість робити відлік з точністю до 0,005 мл.

Газові бюретки застосовують для вимірювання відносно невеликих об'ємів газів.

Вагові бюретки застосовують у тих випадках, коли потрібна особлива точність у визначенні об'єму рідини або газу. Їх треба градувати і перевіряти. Масу вагових бюреток визначають заздалегідь, а потім їх зважують разом з розчином, підвішуючи до коромисла терезів за дріт. Носик таких бюреток повинен бути завжди ретельно закритий пришліфованою склянкою.

За допомогою вагових бюреток можна виміряти масову частку (W_p) розчиненої речовини:

$$W_p = \frac{m_p}{m_p + m_{p-ka}},$$

де m_p – маса речовини, m_{p-ka} – маса розчинника для розчинення m_p .

5. Перевірка мірного посуду

Мірні колби, пікнометри, піпетки і бюретки перед роботою необхідно перевіряти. Масове виробництво мірного посуду без паспортизації кожної її одиниці приводить до того, що зазначена на мірному посуді місткість часто не відповідає дійсній.

Перед перевіркою мірний посуд ретельно миють і висушують. Висушений мірний посуд, використовуваний на "вилиття" (піпетки і бюретки), перед перевіркою змочують чистою водою: наливають її в посуд, який перевіряють, і дають постояти 1-2 хв, після чого виливають, як і при звичайному використанні.

Перевірка мірного посуду полягає у визначенні маси чистої води, що не містить домішок і розчиненого повітря, наливої в посуд до мітки (мірні колби і пікнометри) або вилитої з неї (піпетки і бюретки) при даній температурі і атмосферному тиску. Для перевірки мікропіпеток і мікробюреток замість води застосовують ртуть. По знайденій масі води або ртуті визначають дійсну місткість мірного посуду, використовуючи таблиці густини води або ртуті для визначених температури та тиску.

При перевірці піпеток воду з них спускають у бюкс із кришкою і зважують. Не виливаючи воду з бюкса, спускають у нього знову повну піпетку і зважують. Так роблять і втретє. Із трьох значень маси води беруть середнє. При перевірці бюреток вимірюють масу всього її об'єму, а потім - масу води через кожні 10 мл. Для точного калібрування перевіряють масу кожного мілілітра. Перевірений мірний посуд краще використовувати тільки тому експериментатору або аналітику, який перевіряв його.

На самостійне пророблення: калібрування мірного посуду!

6. Визначення густини рідких і твердих речовин

Густина речовини (символ ρ , одиниця кг/м^3 , г/мл , г/см^3) – величина, рівна відношенню маси речовини m до її об'єму V .

$$\rho = \frac{m}{V}.$$

Густина, виражена в г/л , збігається зі значенням густини в кг/м^3 . *Відносна густина* (символ d , величина безрозмірна) - це густина даної речовини, ділена на густину речовини, узятої за еталон

$$d = \frac{\rho_p}{\rho^0}.$$

Таким еталоном, або стандартною речовиною, є або чиста вода при тиску 101325 Па (1 атм) і температурі $3,98 \text{ }^\circ\text{C}$, або сухе повітря при нормальних умовах (101325 Па , $0 \text{ }^\circ\text{C}$). Густина води при $3,98 \text{ }^\circ\text{C}$ і 101325 Па дорівнює $1,0000 \text{ г/мл}$, а

повітря в нормальних умовах - 1,2928 г/л при складі (масові частки): 0,7547 N₂, 0,2310 O₂, 0,0129 Ar і 0,00046 CO₂.

Оскільки густина і відносна густина залежать від температури, підрядковим індексом вказують температуру, при якій вимірювали густину. Якщо густина еталонної речовини визначена при температурах, відмінних від наведених вище, то біля символу відносної густини ставлять два індекси. Наприклад, позначення d_{25}^5 (N₂O) = 1,5300 свідчить, що відносна густина оксиду діазоту визначена при 25 °С відносно густини повітря, яка визначена при 5 °С.

Питома вага (символ γ , одиниця Н/м³) - величина, рівна відношенню ваги G (у Н), тобто сили ваги, до об'єму V (у м³):

$$\gamma = \frac{G}{V}.$$

Питома вага залежить від прискорення вільного падіння g і може бути виражена як добуток густини речовини на прискорення вільного падіння

$$\gamma = \rho \cdot g.$$

Густину рідини або розчину вимірюють за допомогою ареометрів, гідростатичних ваг, пікнометрів та ін. способами. Густину твердої речовини визначають пікнометричним методом, гідростатичним зважуванням і волюмометрично.

Визначення густини за допомогою ареометрів. *Ареометри постійної маси* (інша назва - *денсиметри*) звичайно є скляними. Вони мають у верхній частині паперову шкалу із позначенням густини в г/см³. Нижня частина ареометра заповнена баластом (свинцеві дробинки), нерухомо закріпленим зв'язувальною речовиною, яка розм'якшується при температурі не нижче 80 °С. Баласт потрібний для зниження центра ваги ареометра, щоб останній при зануренні в рідину плавав у строго вертикальному положенні і перебував при цьому в стійкій рівновазі. На паперовій смужці у верхній трубці ареометра зазначена температура, при якій він відкалібрований, - звичайно 20 °С.

Межі вимірів густини рідких середовищ зразковими ареометрами становлять 0,6500-2,0000 г/см³ при ціні поділки 0,0005 г/см³, а ареометрами загального призначення - 0,700-1,840 г/см³ при ціні поділки 0,001 г/см³. Випускають набори, що містять від 10 до 25 ареометрів, кожний з яких розрахований на свій інтервал вимірів густини. Перед визначенням густини з набору вибирають ареометр із потрібною межею вимірів.

ЗАКОН АРХІМЕДА: *на всяке тіло, занурене в рідину, діє виштовхуюча сила, спрямована нагору і рівна вазі витиснутої ним рідини.*

При зануренні в рідину ареометр, відповідно до закону Архімеда, зазнає дію виштовхувальної сили, яка рівна вазі витиснутої ним рідини. У той момент, коли виштовхувальна сила стає рівна вазі всього ареометра, настає стан рівноваги, і ареометр починає плавати в рідині. Чим більше густина рідини, тим на меншу глибину поринає ареометр. Тому чисельні значення густини на шкалі ареометра розташовуються в зростаючому порядку зверху вниз.

Рідину для вимірювання густини наливають у скляний циліндр із діаметром, що вдвічі перевищує діаметр корпусу ареометра, і висотою, більшою, ніж довжина ареометра. Циліндр перед заповненням рідиною необхідно вимити і висушити. Заповнений рідиною циліндр витримують у кімнаті доти, поки температура його

вмісту не буде відрізнятися від температури навколишнього повітря на ± 2 °С. Після вирівнювання температур рідини і повітря в неї обережно опускають ареометр, взявши його двома пальцями за верхній кінець трубки. Ареометр при опусканні не повинен зачіпати стінки циліндра. Його не випускають із пальців доти, поки відмітка шкали очікуваної густини не виявиться на 3-5 мм вище рівня рідини і не з'явиться впевненість у тім, що ареометр плаває. Якщо його відпустити передчасно, то при швидкому зануренні в рідину він удариться об дно циліндра і може розбитися. Таке трапляється при неправильному виборі ареометра для досліджуваної рідини. При зануренні ареометра рідина не повинна змочувати верхню трубку набагато вище відмітки визначуваної густини. У протилежному випадку показання ареометра будуть неточними. Занурений ареометр витримують у рідині 3-4 хв. для вирівнювання температур і визначають показання по нижньому краю меніска. Про це повинне бути сказано в паспорті. Якщо такої вказівки не має, то ареометр варто перевірити або по зразковому ареометру, або за показниками пікнометричної (табличної) густини відомої рідини.

Якщо температура досліджуваної рідини помітно відрізняється від температури, зазначеної на ареометрі (20 °С), у показання вводять виправлення, знайдене зі співвідношення:

$$\Delta\rho_t = \beta \cdot (t_0 - t) \cdot \rho,$$

де $\beta = 2,5 \cdot 10^{-5} (^\circ\text{C})^{-1}$; t_0 - температура, при якій був відкалібрований ареометр; t - температура рідини; ρ - знайдена густина рідини.

Ареометри після використання обмивають водою, а потім етанолом, якщо їх опускали у водні розчини речовин, або бензином, тетрахлоридом вуглецю і ацетоном, якщо досліджувана рідина була органічною. Потім ареометри висушують в сушильній шафі або в ексікаторі і зберігають у закритих посудинах.

Визначення густини гідростатичним методом. При гідростатичному зважуванні скляний поплавець гідростатичних терезів опускають у досліджувану рідину. Густина рідини відразу ж відраховують по масі гир, узятих для досягнення рівноваги ваг.

Для вимірювання густини рідини спочатку зважують (г) поплавець із його підвіскою (дротом) у повітрі (m_1), а потім у чистій воді (m_2) і після цього в досліджуваній рідині (m_3). Перші два вимірювання проводять заздалегідь і вже потім їх не повторюють. Рівень рідини в циліндрі завжди повинен перебувати на одній і тій же відмітці, нанесеній на дріт, за який підвішений поплавець до коромисла терезів. Таким чином, частина дроту являє собою невелику постійну частку загального об'єму поплавця.

Густина досліджуваної рідини ρ , (г/см³) при температурі t після вимірів обчислюють по рівнянню

$$\rho_t = \rho_p \frac{m_1 - m_3}{m_1 - m_2}$$

де ρ_p - густина води при температурі t .

Дріт для підвіски поплавця повинен бути дуже тонким і прямим, щоб зменшити вплив поверхневого натягу. Крім того, він не повинен взаємодіяти з рідиною. Довжина дроту, зануреної в рідину, звичайно береться не більше 15 мм,

щоб звести до мінімуму зменшення маси в рідині. При гідростатичному зважуванні температуру рідини підтримують постійною і стежать за тим, щоб на поверхні поплавця і частині дроту, зануреної в рідину, не осідали пухирці повітря. Температуру рідини в циліндрі вимірюють із точністю до 0,1 °С до і після кожного зважування, приймаючи до уваги середнє з отриманих значень. Термометр увесь час повинен перебувати в рідині.

При визначенні густини твердої речовини ρ її підвішують замість поплавця. Твердою речовиною може бути або застиглий розплав, у якому закріплений дріт для підвіски, або монокристал чи полікристал, вирощені з розчину або розплаву на запалі, укріпленому на дроті-підвіску:

$$\rho_t = \frac{m_1 \cdot \rho_p}{m_1 - m_2},$$

де m_1 – маса твердої речовини на підвісці в повітрі, m_2 – її маса в еталонній рідині.

Одним з основних джерел похибок при гідростатичному зважуванні твердої речовини є вплив поверхневого натягу і в'язкості рідини, що знижує чутливість терезів. Крім того, метод ускладнюється тим, що потрібна спеціальна підготовка твердої речовини, яка не повинна включати навіть дрібних пухирців повітря і не мати порожнечі і тріщини.

Якщо терези з поплавцем калібрувалися при 20 °С, то припустимі відхилення температури рідини ± 5 °С не вимагають спеціальних виправлень.

Визначення густини за допомогою пікнометрів використовують, коли необхідні точні вимірювання. Для визначення густини рідини проводять три зважування: порожнього пікнометра (m_1), пікнометра, заповненого чистою водою до певної відмітки (m_2), і пікнометра, заповненого досліджуваною рідиною до тієї ж відмітки (m_3). Перші два зважування дозволяють встановити дійсну ємність пікнометра, а перше й третє - масу досліджуваної рідини в об'ємі пікнометра.

Густина рідини ρ при температурі t буде дорівнювати (при рівності температур води і рідини):

$$\rho_t = \rho_B \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1},$$

де ρ_B - густина чистої води при температурі t .

Для 20 °С можна зневажити густиною повітря і прийняти густину води 0,99820 г/мл.

Густину рідини визначають у такий спосіб. Вимитий і просушений пікнометр зважують на аналітичних вагах, потім заповнюють його свіжою дистильованою водою до рівня трохи вище мітки або до країв капілярної трубки і витримують у термостаті при 20 °С не менш 30 хв, регулюючи температуру в межах $\pm 0,1$ °С. При особливо точних вимірюваннях температуру варто підтримувати постійною з точністю $\pm 0,01$ °С. Коли температура води в пікнометрі, а отже, і її рівень перестануть змінюватися, надлишок води над міткою видаляють або за допомогою піпетки з капілярним кінцем, або смужкою фільтрувального паперу. Після цього пікнометр закривають пробкою і ретельно обтирають зовні шматком лляної або батистової тканини, що не залишає на поверхні пікнометра волокон, дають йому

можливість прийняти температуру навколишнього повітря і зважують. Цю операцію повторюють 2-3 рази і знаходять середнє значення маси.

Аналогічно зважують пікнометр із досліджуваною рідиною, попередньо висушивши його. При точних вимірюваннях досліджувану рідину до термостатування нагрівають до кипіння, щоб видалити розчинене у ній повітря, охолоджують до кімнатної температури і тільки після цього заливають у пікнометр.

Щоб виміряти в пікнометрі густину твердої речовини, проводять три зважування: досліджуваної речовини на повітрі (m), пікнометра, наповненого чистою водою або іншою рідиною з відомою густиною, з якої тверда речовина не взаємодіє (m_1), і пікнометра, наповненого тією же рідиною із зануреною у неї досліджуваною речовиною (m_2).

Густину твердої речовини ρ знаходять зі співвідношення

$$\rho_t = \frac{\rho_p m}{m - (m_2 - m_1)}$$

де ρ_p - густина допоміжної рідини при температурі t .

Тверду речовину насипають у пікнометр або у вигляді відносно великих кристалів, що проходять через горло пікнометра, або у здрібненому до порошкоподібного стану вигляді і висушеною в сушильній шафі протягом 1-2 год при 105-110 °С. Якщо тверда речовина таку температуру не витримує, то її висушують у вакуум-ексикаторі над відповідним реагентом.

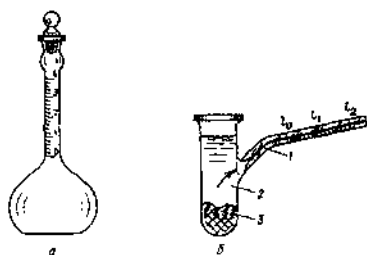
Пікнометр із порошком заповнюють на 2/3 рідиною і ставлять на 0,5-1,0 год на водяну баню, нагріту до 60-70 °С, для видалення із часток порошку абсорбованого повітря, при цьому пікнометр час від часу струшують. Потім пікнометр охолоджують і далі проводять операції так само як з рідиною, у якій треба встановити густину. Для кращого проникнення рідини в капіляри порошку рекомендують приєднувати пікнометр під час його нагрівання на водяній бані до вакууму.

Допоміжна рідина повинна мати низький тиск пари, змочувати тверду речовину і стінки пікнометра, а її густина не повинна бути вище густини твердої речовини. Як таку рідину застосовують толуол, ксилол, бензол, бензин, етанол і інші органічні рідини. Вибір рідини багато в чому визначає значення похибки при вимірі густини твердої речовини. Густина допоміжної рідини встановлюють одним з описаних вище способів.

Волюмометричний метод визначення густини твердих речовин заснований на вимірі об'єму допоміжної рідини, витиснутої твердою речовиною. Якщо навішення твердої речовини m_p , а об'єм витиснутої нею допоміжної рідини V_p , то густина речовини ρ_p легко визначається з рівняння

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p}.$$

Для вимірювання використовують пікнометри із градуйованим горлом або пробірки з капіляром. Такі посудини одержали назву волюмометрів. У волюмометр типу *a* наливають допоміжну рідину і доводять її рівень у термостаті з температурою 20 °С до нульової відмітки на горлі. Потім всипають обережно точну наважку здрібненої речовини m_p і вміст волюмометра злегка струшують, щоб



Волюмометри. никрометрический (а) и капиллярный (б)

рідина зміла із внутрішньої поверхні горла всі частки речовини, що пристали до неї. Після цього волюмометр поміщають у термостат, настроєний на 20 °С, і витримують у ньому 20-40 хв. Потім відзначають рівень рідини на горлі. Це буде значення V_p у мл. Густина розраховують по формулі.

Пробірку волюмометра типу б перед визначенням густини закріплюють вертикально в штативі, при цьому капіляр буде спрямований трохи нагору. У пробірку наливають допоміжну рідину так, щоб частина її дійшла до відмітки l_0 . Потім обережно вводять попередньо зважений сухий порошок досліджуваної речовини, при цьому меніск рідини в капілярі зсувається до відмітки l_1 . Далі з піпетки доливають у пробірку точно відомий об'єм допоміжної рідини, що приводить до переміщення меніска до відмітки l_2 . Об'єм твердої речовини буде дорівнювати:

$$V_p = V \frac{l_1 - l_0}{l_2 - l_1},$$

де V - об'єм рідини, доданої з піпетки; V_p - об'єм витиснутої рідини, або об'єм твердої речовини.

При вимірах треба стежити за рівністю температур допоміжної рідини, піпетки і пробірки з капіляром і за відсутності пухирців повітря.

Тема 2.4. Визначення температури та її регулювання

Температура. Шкала температур (Кельвіна, Цельсія, Фаренгейта, Реомюра, Ранкіна). Термометри (рідинні, газові, парові), термопари, термістори, пірометри. Регулювання температури (контактний термометр, термостати).

Вимірювання температури і її регулювання

Температура не є конкретною фізичною величиною, а являє собою характеристику середньостатистичного значення кінетичної енергії часток реального тіла, яке перебуває в будь-якому агрегатному стані (твердому, рідкому, газоподібному і плазменному). У тому випадку, якщо середнє значення кінетичної енергії у всіх частинах енергетично ізольованої системи однаково, температуру такої системи називають термодинамічною. Можливий у природі діапазон температур обмежений верхньою і нижньою фізичними межами. Нижня межа температури - абсолютний нуль - обумовлений законом Гей-Люсака, який говорить, що в замкнутому об'ємі газ при зміні температури на один градус змінить свій об'єм на $1/273$ частину (*об'єм даної маси газу при постійному тиску змінюється пропорційно температурі*). Оскільки при зниженні температури нижче мінус 273°C у газі повинен виникнути негативний тиск, що фізично неприпустимо, за абсолютний нуль була прийнята температура мінус 273°C (надалі уточнена до мінус $273,16^{\circ}\text{C}$) (також абсолютна температура – температура холодильника в циклі Карно, ККД якого дорівнює 1). Верхня межа можливої в природі температури обумовлена теорією відносності, яка виключає можливість руху матеріального тіла зі швидкістю, що перевищує швидкість світла. Виходячи із цього кінетична енергія матеріальних часток, які рухаються зі швидкістю, що наближається до швидкості світла, відповідає температурі 10^{12} K ($2,7316 \cdot 10^{14}^{\circ}\text{C}$).

Температурні шкали. Прилад, який вимірює температуру, - термометр, як і будь-який показуючий прилад, повинен мати шкалу для відліку числових значень тієї фізичної величини, термометричні властивості якої закладені в метод вимірювання.

При побудові температурної шкали вибирають два реперних значення температури, інтервал між якими розбивають на рівні частини. Кожну із цих частин приймають за одиницю шкали і називають градусом. Таким чином, градус температури є не одиницею температури, а тільки мірою масштабу температурної шкали.

Найбільше поширення одержали дві температурні шкали: термодинамічна шкала Кельвіна і стоградусна шкала Цельсія. За абсолютний нуль термодинамічної температури прийнятий 0 K . У температурній шкалі Цельсія температура плавлення чистого льоду прийнята рівної 0°C , а температура кипіння чистої води при тиску в 101325 Па (1 атм , 760 мм рт. ст.) прийнята рівної 100°C .

Розмір Кельвіна і градуса Цельсія однаковий: зміна температури на 1 K еквівалентно зміні температури на 1°C .

$$\Delta T(\text{K}) = \Delta t(^{\circ}\text{C}).$$

Однак нульові точки цих шкал відрізняються на $273,15^{\circ}\text{C}$

$$t = (T - 273,15),^{\circ}\text{C}.$$

Як реперна точка термодинамічної школи температур обрана температура потрійної точки води $T_{\text{пк}}$ – точки, в якій вода існує в трьох агрегатних станах

одночасно. Координати потрійної точки: тиск 611 Па, температура 273,160 К. Температура плавлення льоду (0 °С) нижче на 0,0100 °С температури потрійної точки води і дорівнює 273,150 К. Один Кельвін у термодинамічній шкалі температур дорівнює 1/273,160 термодинамічної температури потрійної точки особливо чистої води.

Крім цих двох шкал у закордонній довідковій і технічній літературі зустрічаються ще шкали Ранкіна, Реомюра і Фаренгейта. Для переведення температур, виражених по шкалах Ранкіна (t_{Ra}), Реомюра (t_R) і Фаренгейта (t_F), у температуру по шкалі Цельсія застосовують співвідношення:

$$t(^{\circ}\text{C}) = \frac{5}{9}t_{Ra} - 273,15 = \frac{5}{4}t_R = \frac{5}{9}(t_F - 32).$$

У шкалі температур Фаренгейта за нуль температури прийнята температура плавлення суміші льоду з NH_4Cl або NaCl , рівна -32 F. Як друга крапка була обрана температура тіла здорової людини, рівна 96 F. По шкалі Фаренгейта температура кипіння води при 1 атм, або 101325 Па, відповідає +212 F.

У шкалі температур Реомюра за нуль температури прийнята температура танення льоду, але крапці кипіння води при 101325 Па = 1 атм привласнене значення 80 °R. Інтервал між цими крапками розбитий на 80 частин, і 1/80 частина являє собою градус Реомюра.

У шкалі температур Ранкіна за нуль температури прийнятий абсолютний нуль (0 K), а розмір градуса Ранкіна дорівнює градусу Фаренгейта. Тому по шкалі Ранкіна температура танення льоду дорівнює 491,67 °Ra, а кипіння води 671,67 °Ra.

Методи вимірювання температури. Оскільки власне температура не є конкретною фізичною величиною, для того, щоб її виміряти, температуру перетворюють в іншу вимірювану фізичну величину. Для цього використовують різні речовини, фізичні властивості яких залежать від температури. Найчастіше користуються перетворенням температури в електричний сигнал, який можна точно зареєструвати простими способами. Широко використовують також властивість газів і рідин змінювати свій об'єм при зміні температури, що лежить в основі газових і рідинних термометрів. Здатність обраної речовини реагувати на зміну температури називається *термометричною властивістю*.

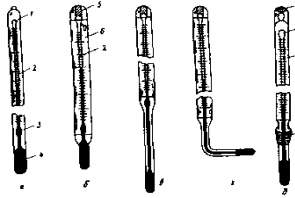
Існують два принципових методи вимірювання температури: контактний, коли термочутливий елемент перебуває в безпосередньому контакті із середовищем або тілом, температуру яких треба виміряти, і безконтактний, при якому не потрібно безпосереднього контакту вимірника з об'єктом вимірювання температури.

Вимірювання температур проводять за допомогою рідинних, газових і парових термометрів, термопар, термісторів, пірометрів різних типів, керамічних піроскопів і кварцових резонаторів.

Ртутні термометри

Найбільш простим приладом для вимірювання температури є рідинний (ртутний, галієвий, спиртовий) термометр. Ртутний термометр застосовують для вимірювання температур від -30 до +630 °С, а в окремих випадках і до 800 °С. Ртутний термометр складається з майже циліндричного резервуара, заповненого ртуттю, і вакуумованої капілярної трубки. Ртутні термометри бувають паличними (товстостінний капіляр, шкала зовні) і трубчастими із вставною пластинкою, на якій нанесена температурна шкала. Нижня границя області застосування ртутних

термометрів визначається температурою затвердіння ртуті ($-38,87^{\circ}\text{C}$). а верхня - температурою кипіння ртуті при тиску $0,1\text{ МПа}$ (1 атм) ($+356,58^{\circ}\text{C}$). Проте можливе застосування ртутних термометрів і для вимірювання більш високих температур. У цьому випадку їх готують із кварцового скла, а капіляри заповнюють азотом або аргоном під значним тиском. Зокрема, для температур від 300 до 500°C тиск у капілярі становить $1,5\text{ МПа}$.



Ртутні термометри не мають високу точність вимірювання температури (межа точності $0,001^{\circ}\text{C}$), але зате вони зручні в роботі, а їхня скляна оболонка в достатній мірі термічно і хімічно стійка. Порівняно більші розміри ртутного резервуара не дозволяють застосовувати рідинні термометри для вимірювання температур малих об'єктів. Непридатні ртутні термометри і для дистанційного виміру температури.

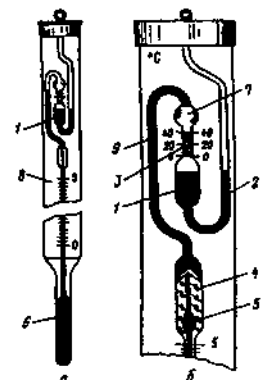
Паличні термометри являють собою товстостінні капілярні трубки із зовнішнім діаметром $5-8\text{ мм}$, на зовнішній стороні яких витравлені поділки, зафарбовані чорною або червоною фарбою. Такі термометри мають достатню механічну міцність і вібростійкість. Паличні термометри застосовують для вимірювання високих температур. Еталонні термометри роблять завжди паличними. Недоліком цих термометрів є те, що вони мають капіляр, у якому рух ртуті при повільній зміні температури може припинитися на якийсь час через капілярний опір. Щоб усунути «мертвий хід» ртуті, перед відліком варто злегка постукати по боці термометра пальцем або скляною паличкою з гумовим наконечником.

Термометри із пластинкою - трубчасті тонкостінні термометри із вкладеною пластинкою з молочного скла, на якій нанесені поділки. Пластинка розташована позаду капіляра і скріплена з ним. Недолік таких термометрів - можливість зсуву пластинчастої шкали щодо капіляра. Термометри з подовженою ніжкою із ртутним резервуаром застосовують для контролю в посудинах з горлом або якщо ті мають значну висоту. Термометри з вигнутим капіляром застосовують для вимірювання температур об'єктів, які мають тільки бічні отвори. Термометри зі шліфом можуть мати ніжку різної довжини. Їх використовують у посудинах, які мають пришліфовані горла або тубуси.

Термометри Аншютца - укорочені термометри, розраховані на певний вузький інтервал температур, наприклад $100-110$, $260-270^{\circ}\text{C}$. Ними вимірюють температури від -30 до $+300^{\circ}\text{C}$. Такі термометри мають на капілярі розширення вище мітки 0°C , і робочий інтервал температур залежить від розмірів цього додаткового резервуара. Ціна поділки шкали термометрів Аншютца $0,5^{\circ}\text{C}$. Застосовують термометри для вимірювання температур у малогабаритних посудинах.

Для точного вимірювання невеликої різниці температур (не вище 5°C) у температурному інтервалі від 20 до 150°C застосовують термометри Бекмана.

Термометри **Бекмана**, або метастатичні термометри, мають основну шкалу 8 довжиною $25-30\text{ см}$, поділену всього на $1-5$ градусів, з відмітками між ними кожні $0,01^{\circ}\text{C}$. У верхній частині термометра розташована сифоноподібна камера, у яку переливають частину ртуті з нижнього резервуара. Чим вище інтервал вимірюваних температур, тим більше ртуті повинно бути перелито з нижнього резервуара у верхню камеру. Термометр крім основної має допоміжну шкалу для



попереднього визначення нижньої межі вимірювання при переливанні ртуті з резервуара в камеру.

Налаштований термометр не можна класти на стіл. Він повинен бути укріплений вертикально за голівку в штативі. Точність термометра Бекмана при вимірюванні різниці температур становить $0,001\text{ }^{\circ}\text{C}$, якщо відлік робити за допомогою лупи або оптичної труби.

Ртутно-парові термометри застосовують для точного вимірювання низьких температур.

Термометри з **органічними рідинами** мають значну інерційність через невелику теплопровідність термометричних рідин і підвищену в'язкість при низьких температурах (у порівнянні з в'язкістю ртуті). Тому перед зняттям показань необхідна витримка в одну-дві хвилини і легке постукування по термометру пальцем або дерев'яною паличкою. Оскільки органічні рідини змочують поверхню капіляра, охолоджувати такі термометри треба повільно, занурюючи спочатку у вимірюване середовище резервуар з термометричною рідиною, а потім, через 3-4 с, іншу частину термометра. Інакше можлива значна похибка у вимірюванні температури. Зберігають термометри з органічними рідинами у вертикальному положенні.

Термометри встановлюють у приладах і посудинах по можливості в безпосередньому контакті рідинного резервуара з вимірюваним середовищем, щоб не збільшувати запізнювання показань термометра і розміри приладу та посудини. Якщо термометр треба помістити у фтороводневу кислоту, у концентрований водний розчин гідроксиду лужного металу або в автоклав, необхідна захисна гільза, але варто подбати про те, щоб зазор між резервуаром рідини і внутрішньою поверхнею гільзи був якнайменшим (гільзу надягають на рідинний резервуар). Для кращої теплопередачі в гільзу додають трохи силіконового масла так, щоб у нього був занурений весь резервуар термометра. Для середовищ, взаємодіючих зі склом, гільзу виконують із фторопласту-4 або поліетилену, які можна використовувати до температур $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ і $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ відповідно.

Правила роботи з термометрами і їхня перевірка. Термометри - досить чутливий інструмент вимірювання температури. При їхньому використанні потрібна обережність і дотримання правил, зазначених у прикладених до термометрів паспортах.

Так, ртутні термометри мають термічну інертність, вони не відразу сприймають температуру вимірюваного середовища. Якщо температура середовища постійна, то доводиться вичікувати якийсь час, щоб вся ртуть у резервуарі термометра встигла прийняти температуру навколишнього простору.

Не можна нагрівати термометри вище максимальної температури, зазначеної на шкалі. Це може привести до поломки капіляра або перекручуванню показань термометра.

Найбільш часте ушкодження - розрив ртутного стовпчика, що може відбутися з ряду причин, але найчастіше через різке охолодження термометра, нагрітого перед цим до високої температури. Таке ушкодження вдається виправити, якщо обережно нагріти термометр до температури, при якій стовпчики ртуті з'єднуються. Після цього термометр варто повільно остудити.

Великим недоліком скляних термометрів є зміна показань з часом через старіння скла, у результаті якого відбувається зміна об'єму ртутного резервуара і

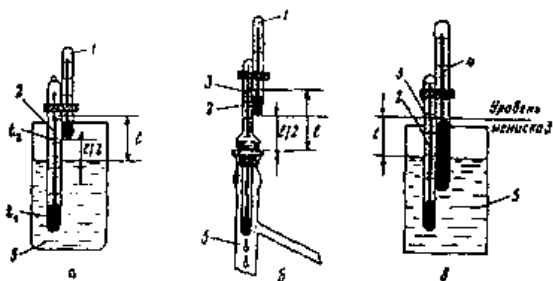
капіляра, що приводить до зсуву нульової відмітки. Практично незсувну нульову відмітку мають тільки термометри, виготовлені із кварцового скла.

Варто мати на увазі, що звичайна гарантія на правильність показань скляних термометрів з виправленнями, зазначеними в паспортах, становить біля року. Після цього строку термометри навіть при правильному поводженні з ними варто перевіряти по зразковому термометру і вводити до їхніх показань відповідні виправлення.

Одним з найбільш важливих виправлень, які треба вводити до показань навіть нових термометрів, є *виправлення на виступаючий стовпчик ртуті*. Температура ртуті в цьому стовпчику t_2 завжди відрізняється від температури t_1 ртуті в резервуарі термометра (показання термометра). Виправлення, що враховує цю різницю температур, дорівнює

$$\Delta t = \alpha \cdot l \cdot (t_1 - t_2),$$

де α - коефіцієнт розширення ртуті в склі, рівний для паличних термометрів 0,000168 і для термометрів із вставною пластинкою 0,000158; l - довжина виступаючого стовпчика ртуті в градусах даного термометра.



Значення t_2 визначають, приклавши кінець термометра Аншютца до середини виступаючого стовпчика ртуті. Більш точно виправлення одержують, застосовуючи допоміжний термометр із подовженим ртутним резервуаром (5-20 см). Верхній кінець резервуара повинен перебувати на рівні меніска термометра, який перевіряють,

а нижній кінець - у вимірюваному середовищі.

Тільки при зануренні термометра у вимірюване середовище вище рівня ртуті в капілярі показання його будуть точними і виправлення на виступаючий стовпчик ртуті вводити не знадобиться.

Приклад. Термометр із лінійкою поміщений в алюмінієвий блок до поділки $+20^{\circ}\text{C}$, а показання термометра становлять 220°C . Температура стінки термометра на середині виступаючого стовпчика ртуті становить 18°C . Звідси значення $l = 220 - 20 = 200$, а $t_1 - t_2 = 220 - 18 = 202$, отже, виправлення на виступаючий стовпчик ртуті складає: $\Delta t = 0,000158 \cdot 200 \cdot 202 = 6,38^{\circ}\text{C}$.

Таким чином, температура алюмінієвого блоку дорівнює $220 + 6,38 = 226,38^{\circ}\text{C}$.

Перевірка термометра після закінчення його гарантійного строку починається із встановлення положення нульової точки термометра. Для цього термометр занурюють у крижану кашку, отриману з льоду чистої води. Потім виконують калібрування термометра по точці кипіння чистої води.

Перевіряти показання термометра можна і по еталонному термометру, поміщаючи обидва термометри поруч або у воду (до 100°C), або в парафінове масло (до 250°C). Ртутні резервуари обох термометрів повинні стикатися один з одним. Воду або парафінове масло перемішують при повільному підвищенні температури: одна мала поділка шкали термометрів у хвилину. Показання термометрів знімають за допомогою лупи або зорової труби. Перед цим термометри злегка постукують дерев'яною паличкою. Щоб не робити виправлення

на виступаючий стовпчик ртуті, обидва термометри занурюють у рідину на те саме число градусів.

Газові тензиметричні термометри

Газовий тензиметричний термометр являє собою посудину з постійною масою газу, термічні властивості якого добре відомі. Стан газу при нагріванні змінюється відповідно до рівнянь Менделєєва - Клапейрона для ідеального газу

$$pV = nRT$$

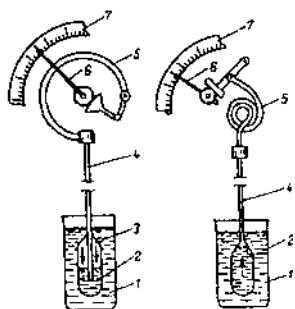
або реального газу

$$pV = nRT(1 + [nB(T)/V]).$$

З рівнянь слідує, що при заданій температурі газ під певним тиском займає цілком певний об'єм. Зміна температури спричиняє зміну тиску або об'єму. По цих змінах і визначають температуру. У лабораторній практиці звичайно використовують газові термометри постійного об'єму і постійного тиску.

Парові і рідинні манометричні термометри

Паровий манометричний термометр складається з металевого балончика, заповненого легко киплячою рідиною всього на 60 %. Діаметр балончика для вимірювання температур до 300 °С дорівнює 17-18 мм, а довжина капілярної трубки становить 100-1000 мм. Внутрішній її діаметр не перевищує 0,1-0,4 мм при зовнішньому діаметрі 2-7 мм. Капілярна трубка вимагає дуже акуратного поводження. Для захисту від корозії на неї наносять гумове або поліетиленове покриття.



Тиск пари рідини експоненційно зростає з підвищенням температури середовища і не залежить від кількості рідини в балончику. Зміну тиску сприймає пружний елемент термометра, який надає руху стрілці, що показує по шкалі температуру вимірюваного середовища. Фірми випускають парові манометричні термометри із пропаном (від -40 до +40 °С), діетиловим ефіром (від +40 до 160 °С), діоксидом сірки (від 0 до 160 °С), етанолом (від 85 до 245 °С), ксилолом (від 150 до 360 °С).

У рідинних манометричних термометрів балончик, капіляр, а також пружний елемент повністю заповнені рідиною. При підвищенні температури середовища об'єм, займаний рідиною, збільшується відповідно різниці теплового розширення рідини і балончика. Збільшення об'єму розкручує пружний елемент, який представляє собою трубку Бурдона, що пов'язана з механізмом руху стрілки по шкалі, відкаліброваної в градусах Цельсія.

Як рідину в таких термометрах застосовують ртуть і деякі органічні речовини. Розміри балончика і капілярної трубки такі ж, як і у парових манометричних термометрів. Манометричні термометри мають практично лінійну шкалу температур.

Термометри опору

Термометри опору є найбільш точними датчиками для вимірювання температур у досить великому температурному інтервалі. Точність вимірювання температури в області до 400°С може досягати 0,00001°С. Термометр опору і

прилад для вимірювання опору можуть перебувати на потрібній відстані друг від друга.

Відомо, що опір провідника R (Ом) визначається з рівняння

$$R = \rho \frac{l}{S},$$

де l - довжина провідника, см; S - поперечний переріз провідника, см²; ρ - питомий опір, Ом·см.

Питомий опір в області температур 0-100 °С лінійно залежить від температури:

$$\rho = \rho_0(1 + \alpha \cdot t),$$

де ρ_0 - питомий опір при 0 °С; t - температура, °С; α - температурний коефіцієнт опору. У зазначеному інтервалі температур для платини і міді значення α дорівнює відповідно $0,38 \cdot 10^{-2}$ і $0,43 \cdot 10^{-2}$ (°С)⁻¹.

Зі збільшенням температури електричний опір металів безупинно і монотонно збільшується і для області температур від мінус 180 до плюс 630 °С ця залежність досить точно визначається рівнянням типу

$$R_t = R_0(1 + a \cdot t + b \cdot t^2),$$

де R_t - вимірюваний опір; t - вимірювана температура; R_0 , a і b - сталі для даного термометра опору, значення яких знаходять при градуванні термометра по чотирьох реперних точках, обраних для даного інтервалу температур. Отримані рівняння вирішують і визначають температуру за значенням R_t .

Для точних вимірів температури в інтервалі від -180 до +630 °С застосовують тільки платинові термометри опору, виготовлені із платинового дроту діаметром від 0,04 до 0,5 мм. Із платинового дроту діаметром 0,5-0,6 мм випускають термометри опору для вимірюванні температур від +630 до +1060 °С з похибкою вимірювань $\pm 0,1$ °С.

Вимірювання температур в інтервалі від -50 до +180 °С проводять також з використанням мідних термометрів опору. Випускаються термометри опору, виготовлені з інших металів і їхніх сплавів.

Термістори

Термістор - це напівпровідниковий термочутливий опір. При підвищенні температури опір термістора різко зменшується, а отже, збільшується його електропровідність. Основна перевага термісторів - великий температурний коефіцієнт опору, рівний 3-4 % на градус (у платини і міді близько 0,4 % на градус). Малі габарити термісторів забезпечують їх невелику теплову інерційність, що важливо при вимірюванні порівняно швидко мінливих температур.

Термістори можуть бути виготовлені дуже невеликих розмірів для вимірювання температур у мініатюрних приладах і у малодоступних місцях. Звичайний опір термісторів, застосовуваних для вимірювання температур, становить від 1 до 5 кОм. При такому значному опорі результати вимірювань не залежать від довжини сполучних проводів. Температурний діапазон застосування термісторів становить від -50 до +180 °С. Випускають термістори, що працюють і

до 450 °С. Однак опір термісторів з ростом температури падає не лінійно, а експоненційно. Іншим недоліком термісторів є систематична зміна опору з часом і пов'язана із цим невисока відтворюваність показань.

Термопари

Термопара (термоелектрична пара, термоелемент) - це датчик температури, що складається із двох зварених (спаяних) різнорідних по складу провідників струму, які називають термоелектродами. Їхній спай, називаний головним, поміщають у середовище вимірюваної температури. Два інші кінці з'єднують із проводами, що йдуть до вимірювальних приладів. Місця з'єднання з проводами утворюють побічні спаї термопари.

Гradient температур створює в провіднику gradient концентрацій носіїв заряду (електронів), в результаті чого виникають два дифузійних потоки носіїв заряду уздовж і проти gradienta температур, які створюють надлишок негативних зарядів на одному кінці провідника, а на іншому - позитивних. Напруга, яке визначається гальванометром, залежить від різниці рухомостей "гарячих" й "холодних" електронів.

Термопари служать переважно для вимірювання температур в інтервалі 300-1500 °С. Якщо потрібно виміряти температуру вище 600 °С з великою точністю, то термопари майже незамінні. Застосовують термопари і для вимірювання дуже низьких температур.

Пірометри

Пірометри - прилади, що дозволяють оцінити температуру нагрітого простору шляхом вимірювання його теплового випромінювання. Візуальне спостереження теплового випромінювання закритого розпеченого простору дозволяє при деякому досвіді приблизно встановити температуру, наприклад, муфельної печі через отвір у дверцятах або тигельної печі через отвір у кришці. У табл. наведені кольори розпеченого тіла, яке перебуває в замкнутому просторі, і його температури.

Пірометри умовно ділять на *пірометри сумарного випромінювання*, *пірометри порівняння* (яскравість випромінювання розпеченого простору порівнюють із яскравістю розжарення вольфрамової нитки в спеціальній лампі) і *фотоелектронні пірометри* (як приймач теплового випромінювання використовують фотоелементи або фотоопори).

В хімічних лабораторіях пірометри застосовують рідко. Їх більше використовують, у металургії і будівельній індустрії для контролю за тепловим режимом мартенівських печей, печей по випалі вапняку та інших матеріалів. Однак для контролю температури в спеціальних печах пірометри можуть замінити дефіцитні і дорогі високотемпературні термопари.

Таблиця

Температура і колір розпеченого тіла, яке знаходиться в печі з невеликим отвором

Температура, °С	Колір розпеченого тіла	Температура, °С	Колір розпеченого тіла
1	2	3	4
550	Темно-червоний	1100	Темно-жовтогарячий

1	2	3	4
700	Червоний	1200	Жовтий
800	Темно-вишневий	1300	Білий
900	Вишневий	1400	Яскраво-білий
1000	Світло-вишневий	1500	Сліпуче білий

Пірометри дозволяють оцінити температуру теплового випромінювання в межах від 300 до 6000 °С.

Конуси Зегера (керамічні піроскопи)

Конус Зегера - конус висотою 30 - 60 мм, виготовлений із суміші речовин, яка має певну температуру плавлення. Шкала конусів Зегера, що нараховує до 60-80 номерів, включає інтервал температур від 600 до 2000 °С. Звичайно три-чотири конуса, що мають різні температури плавлення, поміщають строго вертикально на шамотову пластину в піч, температуру якої бажають виміряти. Температурою печі вважають температуру плавлення того конуса, вершина якого зігнеться і торкнеться опори. Точність вимірювання температури за допомогою конусів Зегера не перевищує ± 20 °С.

Регулювання температури

На регулювання температури в тому або іншому нагрівальному приладі (муфельні печі, термостати, сушильні шафи та ін.) значно впливають розміри і геометрія обігрівного об'єму, теплопровідність стінок, що обмежують цей об'єм, швидкість подачі і відводу теплоти.

Якщо до сталості температури не пред'являють жорстких вимог, а підведення і відвід теплоти більш-менш збалансовані, то підтримки температури на потрібному рівні можна досягти ручним регулюванням електрообігрівання за допомогою автотрансформатора. Точність такого регулювання при деякому досвіді і постійному контролі можна довести до $\pm(2...5)$ °С. Зрозуміло, для тривалих дослідів без догляду за нагрівальним приладом цей спосіб непридатний. Для автоматичного регулювання температури необхідні три пристрої: датчик температури, електронна схема перетворення сигналу датчика і реле, з'єднане із джерелом теплоти. При автоматичному регулюванні температури віддають перевагу електрообігріванню.

Контактний термометр - найбільш простий і надійний датчик температури, що дозволяє її регулювати від -30 до 500 °С. У термометрі один контакт нерухомо зв'язаний зі стовпчиком ртуті, а інший (вольфрамовий або платиновий дротик) пересувається по капіляру за допомогою овальної гайки, яка піднімається або опускається гвинтом, що приводиться у рух постійним обертовим магнітом. Коли стовпчик ртуті досягне кінця дроту рухливого контакту, відбувається замикання ланцюга електронного реле, яке розмикає ланцюг електричного нагрівача. Температура нагрівального об'єму знижується доти, поки ртутний стовпчик не відірветься від кінця дроту рухливого контакту. У цей момент замикаються контакти реле і електронагрівач знову виявляється включеним у ланцюг електричного струму.

Контактний термометр працює разом із простим реле або більш складним електронним реле, що подає на нього можливо меншу напругу і силу струму, щоб у капілярі не утворювалися іскри. Іскра, яка виникає під час контакту дротика зі

стовпчиком ртуті, викликає розпилення ртуті і металу, появу в капілярі забруднень, що зменшує надійність у регулюванні температури. Точність регулювання температури контактним термометром не перевищує $\pm 0,05$ °С. Якщо така точність недостатня, застосовують толуолові терморегулятори з більшим об'ємом робочої рідини.

Термостати

Під термостатами розуміють установки, що дозволяють підтримувати в робочому просторі постійну температуру вище температури навколишнього середовища. Термостати можуть бути рідинними, паровими, твердотільними і повітряними.

Рідинні термостати - найпоширеніший вид лабораторних термостатів. У рідинних термостатах можна підтримувати постійну температуру від 25 до 350 °С з точністю $\pm 0,02$ °С. Нагрівальним елементом термостата служить ніхромовий дріт у скляній, кварцовій або металевій трубці, розташованій над дном термостата. Терморегулятор - контактний термометр, зв'язаний з електронним реле. Контроль за температурою рідини ведуть за допомогою термометра. Рідина перемішується найчастіше пропелерною мішалкою, розташованою ексцентрично щодо осі термостата, щоб уникнути обертання всієї маси термостатуєчої рідини. Мішалка працює більш спокійно і перемішує більш ефективно, якщо надає рідині рух нагору. У протилежному випадку на поверхні утворюється повітряна лійка, яка всмоктує повітря, і мішалка втрачає рівномірність обертання.

Рідину для термостата вибирають залежно від інтервалу робочих температур. Вона повинна мати невисоку в'язкість, незначний тиск пари і високу термостійкість, мати хімічну інертність до матеріалів термостата і фізіологічну нешкідливість, не бути горючою і дорогою. Як таку рідину в інтервалі температур 25-80 °С застосовують воду, від 80 до 150 °С – 80 %-й розчин гліцерину у воді, від 150 до 350 °С - кремнійорганічні рідини (поліорганосилоксани), нафтові масла, рідкі суміші висококиплячих вуглеводнів. Нафтові масла, наприклад циліндрове, застосовують до температури, яка не перевищує 250 °С. До їхніх недоліків відносять низький коефіцієнт тепловіддачі і забруднення термостатованих посудин продуктами обсмолення.

Парові термостати - термостати, у яких сталість температури в паровому просторі забезпечує фазова рівновага рідина - пара. У процесі конденсації насиченої пари температура не змінюється, а перенос енергії від пари до стінки термостатованої посудини ефективний через високий коефіцієнт теплообміну.

Підтримувати сталість температури кипіння в парових термостатах важко, тому що вона залежить від атмосферного тиску. Тому подібний спосіб застосований для термостатування протягом невеликих проміжків часу, поки атмосферний тиск практично постійний і близький до 101325 Па (1 атм). У деяких випадках парові термостати з'єднують із вакуумом і, підтримуючи постійний тиск, домагаються постійної температури кипіння. За допомогою вакууму можна також регулювати значення температури кипіння взятої рідини.

Твердотільні термостати являють собою металеві блоки (до 500 °С із алюмінію або міді і її сплавів), що обігріваються електричним струмом. У блоці перебувають камери для розміщення об'єктів термостатування, контактного термометра або іншого терморегулятора, термопари або термометра (ртутного або опору) для контролю температури. Зовні блок має теплову ізоляцію. Для

рівномірного розподілу температури по всьому блоці електронагрівачі поміщають у декількох кишнях. У процесі підтримки температури на тому чи іншому рівні обігрів здійснюють всіма або деякими електронагрівачами.

Повітряні термостати - це герметично закриті шафи з теплоізоляцією, обладнані вентилятором з виносним електромотором, терморегулятором і контрольним термометром, електронагрівачем і повітряними відбивачами. Робочий інтервал застосування повітряних термостатів по їхній температурній характеристиці - від 50 до 200 °С. Повітряні термостати рідко застосовують для точного термостатування через погану теплопередачу від повітря до термостатованого об'єкта. При автоматичному регулюванні не можна домогтися однієї й тієї ж температури в різних точках термостата. Навіть при інтенсивному перемішуванні не вдається знизити розходження в температурах менш ніж на 10 °С. Тому терморегулятор і контролюючий термометр завжди розташовують поблизу термостатованого об'єкта.

Кріостати

Кріостати - прилади, у яких підтримується постійна температура нижче температури навколишнього середовища. Низьку температуру в кріостатах створюють плавкі охолодні речовини, киплячі охолодні рідини і паркі рідини з низькими температурами кипіння

Температури трохи нижче кімнатної - від +5 до + 15 °С підтримують за допомогою термостатів, через змійовик яких пропускають охолодну воду, а температуру регулюють шляхом нагрівання охолодженої води, яка знаходиться в термостаті. Для охолодження води її пропускають через камеру-теплообмінник, наповнену якою-небудь охолодною сумішшю.

При заповненні камери теплообмінника сумішшю, що складається з 3 кг льоду і 1 кг NaCl, досягається температура біля -23 °С. У цьому випадку циркулюючою рідиною є 20 %-й водний розчин NaCl. У лабораторіях застосування такої рідини не рекомендують через корозію змійовика і відцентрового насоса, утворення нальотів NaCl на сполучних вузлах. Зручніше користуватися водними розчинами метанолу.

Температури від 0 до +8 °С підтримують охолодженням 30 %-м розчином гліцерину у воді, який пропускають через змійовик термостата.

Тема 2.5. Нагрівання та охолодження речовин та їх сумішей

Бані (рідинні, рідинно-сольові, рідкометалеві, піскові, повітряні). Газові пальники, електричні плитки, муфельні печі, тигельні печі, газові печі, сушильні шафи. Засоби і пристрої для охолодження.

Нагрівання і охолодження

Нагрівання і охолодження речовин та їхніх сумішей - найважливіші операції в хімічній лабораторії. Температура - один із самих потужних факторів впливу на хімічні реакції. Синтез багатьох речовин неможливий без нагрівання або охолодження реакційної суміші. Розкладання твердих фаз при одержанні простих і складних оксидів або газів також вимагає нагрівання. Одержання і перетворення радикалів та іонів у твердих заморожених речовинах немислимо без застосування криохімічної техніки. Розділення і очищення речовин методами перегонки і конденсації, розчинення і кристалізації, сублимації і десублимації вимагають або нагрівання, або охолодження, або поперемінної дії цих процесів. Розглянемо елементарні пристрої для здійснення процесів нагрівання і охолодження.

Бані

Бані залежно від теплоносія ділять на рідинні, рідкосольові, рідкометалеві, повітряні, парові, піскові та криптолові. Бані застосовують для нагрівання скляних і порцелянових посудин, коли потрібно створити навколо нагріваного об'єкта більш-менш рівномірне температурне поле і уникнути використання відкритого полум'я та розпеченої електричної спіралі.

Рідинні бані бувають одно- і багатомісними, як правило, із закритим електричним обігрівом, з автоматичним регулюванням рівня рідини. Всі багатомісні рідинні бані обладнані рівнеміром.

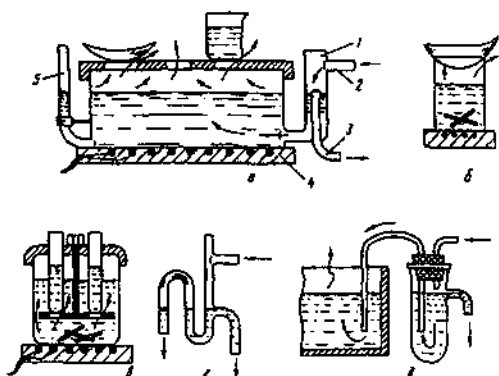


Рис. 110. Жидкостные бани: многоместная (а), одноместная (б) и пробирочная (в). Переносной (г) и пробирочный (д) регуляторы уровня.

Для нагрівання посудин до $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ застосовують *водяні бані*. Вода в порівнянні з іншими рідинами має найвищу теплопровідність (уступає тільки ртуті). Така баня придатна для нагрівання за допомогою електронагрівача колб із рідиною, що кипить при температурі не вище $80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Рівень води в бані не повинен доходити 2-3 см до її краю. Посудина, яку нагрівають, може бути занурена у киплячу воду, а може перебувати і вище її рівня. Наприклад, склянки звичайно встановлюють на кришці бані. Вода в бані під час її використання постійно кипить. Тому баню обладнують регулятором постійного рівня, конструкція якого була запропонована ще в 1890 р. Ферстером (а). Трубки 2 і 3 регулятора приєднують за допомогою гумових шлангів відповідно до водопровідного крана та зливальної раковини. Напір води регулюють водопровідним краном з таким розрахунком, щоб через трубку 3 витікав тоненький струмок води. Верхній зріз трубки 3 визначає рівень води в бані. Регулятором рівня води в бані може служити трубка Істерфельда (е) або проста пробірка із сифоном (д).

Крім води в рідинних банях застосовують водні розчини деяких солей, які мають високу теплопровідність і дозволяють підтримувати в бані температуру від 105 (MgSO_4 , KCl , NH_4Cl , NaNO_3 , NaCl) до $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ (CaCl_2 , K_2CO_3 , NH_4NO_3).

Поверхню водних розчинів солей захищають від появи кристалічної плівки, додаючи в баню 5-10 мл парафінового масла. Для підтримки постійної температури киплячого водного розчину солі варто зберігати її вихідну концентрацію, автоматично додаючи чисту воду до початкового рівня за допомогою регуляторів.

Як киплячу рідину крім водних розчинів солей застосовують суміш 400 г 85 %-го розчину H_3PO_4 і 100 г твердого $(\text{HPO}_3)_4$. Така суміш залишається прозорою і стійкою при нагріванні до $250\text{ }^\circ\text{C}$. Однак водні розчини солей і фосфорних кислот викликають сильну корозію металевих бань; крім того, при охолодженні бань спостерігається кристалізація солей на стінках і кришці. Тому бані для сольових розчинів готують або з нержавіючої сталі, або з титану. Деякі фірми випускають бані, виготовлені з порцеляни із внутрішніми кварцовими електронагрівачами. Теплоносієм рідинних бань може бути гліцерин у температурному інтервалі від 60 до $180\text{ }^\circ\text{C}$. При температурі вище $200\text{ }^\circ\text{C}$ гліцерин починає диміти і розкладатися з утворенням акролеїну, який викликає сльозотечу та кашель. До того ж гліцерин - відносно в'язка рідина і легко поглинає воду.

В інтервалі температур від 60 до $250\text{ }^\circ\text{C}$ може бути використаний безбарвний триетиленгліколь із температурою плавлення $-7,2\text{ }^\circ\text{C}$ і кипіння $287,4\text{ }^\circ\text{C}$.

Бані з парафіновим (вазелиновим) маслом можна нагрівати тільки до температури $150\text{ }^\circ\text{C}$. При тривалому їхньому використанні спостерігається обсмолення, рідина набуває жовто-коричневого кольору, стає в'язкою, а при $200\text{ }^\circ\text{C}$ починає сильно диміти.

Для області температур від 100 до $250\text{ }^\circ\text{C}$ широке застосування знайшли масляні бані, у яких рідиною є висококиплячі продукти перегонки нафти, наприклад масло циліндрове 52 ("Вапор") або менш в'язке масло циліндрове 24 ("Віскозин"), температура запалення яких близька до $300\text{ }^\circ\text{C}$. Масло при контакті з повітрям починає темніти тільки вище $360\text{ }^\circ\text{C}$, і швидкість його окиснення з одночасним збільшенням в'язкості росте з подальшим підвищенням температури. Одночасно зростає і можливість раптового запалення. У часто використовуваній масляній бані масло необхідно міняти не рідше одного разу на місяць.

Кращим теплоносієм для масляних бань є безбарвне силіконове масло (суміш кремнійорганічних сполук), що витримує тривале нагрівання до $300\text{-}360\text{ }^\circ\text{C}$ без помітної зміни кольору і в'язкості; масло не викликає корозії металевих бань. Баню заповнюють маслом до $1/2$ об'єму, тому що при нагріванні масло розширюється і надлишок може перелитися через край і запалитися. У масляних банях потрібно безупинно контролювати температуру. Постійної температури масло не має, і перегрів його також може викликати запалення. При нагріванні в масло не повинні попадати вода та інші низькокиплячі рідини. Уже від декількох крапель води масло спінюється і розприскується.

Масляні бані варто використовувати у витяжній шафі: пара масла шкідлива і має неприємний запах. Поруч із масляною банею завжди треба тримати азбестову тканину. Іноді при тривалому нагріванні із гранично припустимою температурою масло в бані спалахує. Щоб погасити вогонь, лазню накривають азбестовою тканиною. ***Ні воду, ні пісок для гасіння палаючого масла застосовувати не можна!***

Рівень речовини, яку нагрівають, у посудині, поміщеній у масляну баню, повинен збігатися з рівнем масла. При виведенні посудини з гарячої бані її спочатку тримають над порцеляною чашкою, щоб масло могло стекти з її стінок,

а потім шматочком фільтрувального паперу знімають залишки масла і занурюють для видалення останніх масляних слідів у CCl_4 .

Нагрів до температури вище $350\text{ }^\circ\text{C}$ практично не витримує жодна рідина як теплоносії. Тому для таких температур застосовують бані з розплавами солей (рідкосольові бані) і з розплавами металів та їхніх сплавів (рідкометалеві бані).

Рідкосольові бані використовують тоді, коли не можна скористатися рідинними банями. Для рідкосольових бань частіше застосовують три суміші солей:

а) суміш BaCl_2 (31 %), CaCl_2 (48 %) NaCl (21 %) з температурою плавлення $430\text{ }^\circ\text{C}$ и областю застосування $580\text{-}700\text{ }^\circ\text{C}$;

б) суміш BaCl_2 (50 %), KCl (30 %) і NaCl (20 %), використовувану в інтервалі температур $650\text{-}900\text{ }^\circ\text{C}$;

в) суміш BaCl_2 (50 %) і NaCl (50 %) для температурного інтервалу $750\text{-}900\text{ }^\circ\text{C}$.

Суміші з нітритів і нітратів калію і натрію використовувати для рідкосольових бань не рекомендують через небезпеку миттєвого запалення і вибуху при перегріванні та потраплянні органічних речовин. Скляну посудину не можна відразу поміщати в рідкий розплав солей - вона лопне. Щоб цього не трапилось, нагрівають тверду суміш солей і одночасно в ній проплавляють поглиблення, у яке й поміщають посудину. Через це поглиблення рідкий сплав, що утворюється на дні бані, зможе, обмиваючи посудину, впливати на поверхню твердої маси. Поглиблення проплавляють герметичним електронагрівником, здатним розвивати необхідну температуру. По закінченні роботи посудину негайно видаляють із рідкого розплаву і тільки після цього відключають нагрівання бані.

Рідкометалеві бані застосовують у тих випадках, коли потрібна сталість високої температури і нагрівання невеликих посудин. Висока теплопровідність рідких металів і їхніх сплавів дозволяє автоматично регулювати температуру в зоні нагрівання посудини з точністю $\pm 0,01\text{ }^\circ\text{C}$ без якого-небудь перемішування розплаву. Щоб попередити прилипання металу до скла, стінки посудини покривають графітом і зскрібають метал сталеву пластинкою із ще гарячої посудини, а потім витирають його насухо вовняною тканиною або шматочком сукна. Недолік таких бань - висока густина розплавів, що викликає виштовхування посудини з її середовища, і окиснюваність поверхні розплаву на повітрі. Крім того, метали при високій температурі починають випаровуватися, а пари деяких з них (свинець, кадмій) отрутні.

Речовина	Склад	Температура плавлення, $^\circ\text{C}$	Температура кипіння, $^\circ\text{C}$	Область застосування, $^\circ\text{C}$
1	2	3	4	5
Вісмут	Bi	271,4	1564	280-350
Олово	Sn	231,9	2620	250-400
Свинець	Pb	237,4	1745	250-400
Сплав Вуда	Bi (50%), Pb (25%), Sn (12,5%), Cd (12,5%)	65,5	765	70-300

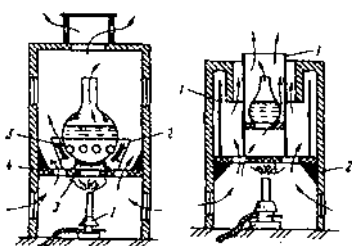
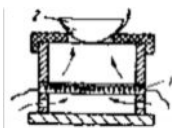
1	2	3	4	5
Сплав Ліповіца	Bi (50%), Pb (26,7%), Sn (13,3%), Cd (10%)	70,0	-	70-300
Сплав Ньютона	Bi (56%), Pb (44%)	125	-	140-300
Сплав Розе	Bi (50%), Pb (25%), Sn (25%)	93,7	-	100-300

Піскові і криптолові бані містять як теплоносії або сухий дрібнозернистий пісок, або вугільну крихту з розміром часток 0,5-3,0 мм (криптол). Такі бані мають електричний або газовий обігрів. Вони значно безпечніше масляних бань і дозволяють піднімати температуру нагрівання посудин до 500-800 °С (у криптолових банях можна розвивати температуру до 1500 °С, якщо створити інертну атмосферу).

Перед застосуванням у металеву баню насипають пісок або криптол шаром близько 2-3 см, ставлять посудину, яка підлягає нагріванню, а потім ще додають пісок або криптол, розташовуючи їх навколо нагріваного предмета. Поруч із ним поміщають термоміру для контролю за температурою.

Піскові бані, на відміну від криптолових, прогріваються нерівномірно, і при роботі з ними важко підтримувати більш-менш постійну температуру. Недолік криптолових бань - поступове вигорання вугільної крихти з утворенням CO і CO₂; при цьому залишається зола, яка оплавляє керамічну футеровку бані і захисні чохла електронагрівників.

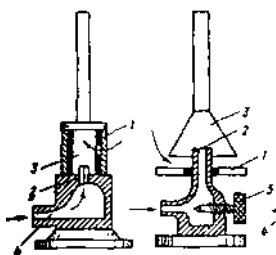
Повітряні бані - бані, у яких теплоносієм є повітря, що має найменшу теплопровідність серед всіх теплоносіїв. Тому повітряну лазню варто нагрівати до більше високих температур при інтенсивній циркуляції гріючого повітря, щоб передати потрібне значення енергії нагріваному об'єкту. Температуру в повітряних банях, як правило, регулюють, і використовують їх найчастіше для випарювання розчинів.



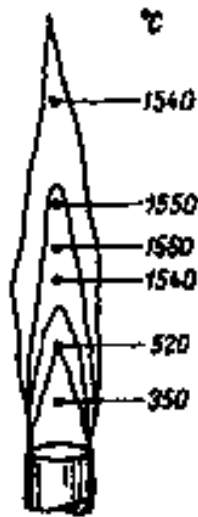
До повітряних бань можна віднести нагрівач повітря для сушіння посуду. Він являє собою керамічну або кварцову трубку, усередині якої розташована спіраль із ніхромового дроту. Через трубку подають простим побутовим вентилятором повітря, що виходить через тримач висушуваного хімічного посуду.

Газові пальники

Відомо багато типів газових пальників, але майже всі вони сконструйовані по типу *пальника Бунзена*: природний газ або пропан з газових балонів надходить по трубці 4 через ніпель 2 і змішується в камері 3 з повітрям, кількість якого регулюють заслінкою 1. Газ згоряє в отворі пальника блакитним полум'ям. При недостатці повітря з'являється світне полум'я газу, яке коптить, більш "холодне", чим несвітлове.



Пальник Теклю (б) має регулювальний гвинт 5 для збільшення або зменшення подачі газу в пальник і диск 1, що переміщається нагору й униз по нарізній трубці для регулювання припливу повітря в камеру 3 через ніпель 2.



При неправильному співвідношенні між кількостями газу і повітря, коли приплив газу занадто малий, горіння може поширитися усередину пальника ("проскакування полум'я"). Це дуже небезпечне явище: пальник сильно розігрівається, гумова трубка підведення газу плавиться і запалюється, створюється погроза пожежі в лабораторії. У цьому випадку варто негайно припинити подачу газу в пальник. Проскакування полум'я означає, що швидкість його поширення в газоповітряній суміші стала більше швидкості руху самої суміші через вихідний отвір пальника. Швидкість поширення полум'я в газоповітряній суміші значно зростає з підвищенням температури, тому нерідко спостерігається проскакування полум'я в добре відрегульованого пальника після довгої його роботи в гарячому просторі, наприклад у повітряних лазнях або при обгородженні пальника з усіх боків азбестовим аркушем.

Полум'я газового пальника Бунзена або Теклю має кілька температурних зон: від 300 до 1540 °C. У нижній частині полум'я від 300 до 520 °C відбувається неповне згорання газу (відновна зона). У верхній частині полум'я досягається найбільш висока температура (окисна зона), і тому предмет, що нагрівають, не слід глибоко опускати в полум'я пальника, нагрівати його треба у верхній третині полум'я.

Для захисту полум'я від руху повітря рекомендують надягати на верхню частину трубки пальника бляшаний або азбестовий конічний ковпачок. Перед запалюванням пальника варто спочатку відкрити газовий кран, а потім, виждавши 2 - 3 с, поки газ витисне повітря зі шланга й внутрішньої порожнини пальника, запалити і відразу ж відрегулювати доступ у нього повітря до одержання несвітлового полум'я.

Рідинні пальники і тверде пальне

У рідинних пальниках, використовуваних у цей час в лабораторіях, основним паливом є етанол C_2H_5OH , тому їх часто називають "спиртівками". Етанол, а також метанол дають при згорянні блідо-голубе майже не світне полум'я з відносно низькою температурою порядку 800-1000 °C.

У спиртівок повинен бути добре притертий ковпачок, що запобігає випар спирту в непрацюючих пальників. Гніт готують із некручених бавовняних ниток (ґноти з вати й марлі дають погане полум'я).

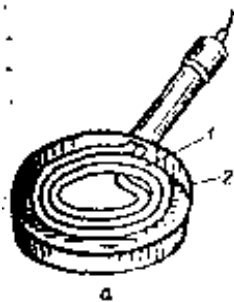
Для усунення коливань полум'я на голівку "спиртівки" надягають циліндр із металевої сітки, верхній зріз якого повинен перебувати на рівні 2/3 висоти полум'я. Полум'я, захищене такою сіткою, майже не коливається і нагріває посудину набагато швидше та рівномірніше. Сама гаряча частина полум'я - верхня його третина. При гасінні спиртівки не слід дути на полум'я, а треба прикрити його ковпачком.

При відсутності газу і спирту застосовують "сухий" або "твердий спирт". Сухий спирт являє собою суміш уротропіну з невеликою кількістю парафіну. Це пальне дає жовтувато-блакитне полум'я, майже не залишаючи золи після згорання. При використанні таблетки сухого спирту кладуть на керамічну плитку, залізну пластинку або аркуш азбесту.

Інфрачервоні випромінювачі

Електричні інфрачервоні випромінювачі (ІЧ-випромінювачі) - джерела теплової радіації, у яких електрична енергія перетворюється у світлову з довжиною хвилі від 0,8 до 15 мкм.

Для упарювання розчинів і висушування порошків застосовують трубчасті ІЧ-випромінювачі, часто розташовувані у відбивних чашах з непрозорого кварцу або вогнетривкої кераміки. Кварцова трубка містить ніхромову або вольфрамову спіраль, навиту на тонкий кварцовий стрижень. При пропусканні струму спіраль розжарюється до 900-1200 °С і випромінює тепловий потік енергії з максимумом в області 2-3 мкм.



Лампові ІЧ-випромінювачі містять вольфрамову нитку розжарювання, покриту карбідом танталу для збільшення частки випромінювання в ІЧ-області спектра. Внутрішня поверхня скляної колби лампи покрита плівкою алюмінію для відбиття теплового випромінювання і концентрування його в потрібному напрямку, через ребристий розсіювач. Максимум випромінювання таких ламп падає на область 1,2-1,3 мкм.



ІЧ-випромінювачі з металевою оболонкою (ТЕНи) являють собою металеву трубку, виготовлену з нержавіючої сталі, міді, алюмінію, латуні або іншого металу, заповнену електроізоляційною масою, усередині якої знаходиться електронагрівник. Трубка може мати спиралеподібний, петлеподібний вид. Максимум випромінювання в ТЕНів доводиться на 4 - 5 мкм, а потужність їх досягає 0,05 - 25 кВт.

Теплові ІЧ-випромінювачі дозволяють здійснювати швидкий перенос енергії у формі теплоти до нагріваного об'єкту. Застосовують ІЧ-випромінювачі для випарювання розчинів, висушування порошкоподібних речовин і плівкових покриттів. Ступінь нагрівання об'єкта за допомогою ІЧ-випромінювачів може коливатися від 40 до 200 °С. Швидкість випаровування рідкої фази регулюють, змінюючи потужність ІЧ-випромінювача і відстань його від поверхні нагріваної речовини або розчину.

Поглинання ІЧ-випромінювання поверхнею залежить від її забарвлення і падає в ряду: чорне>синє>зелене>жовте>біле. Чорні й сірі порошки за інших рівних умов висихають швидше світлих. Пофарбовані поверхні приймають ІЧ-випромінювання на невелику глибину. З такої поверхні інтенсивно випаровується рідка фаза, тоді як інша частина речовини залишається менш нагрітою. Водні розчини і розчини безбарвних речовин в органічних розчинниках порівняно прозорі для ІЧ-випромінювання. Тому упарювати безбарвні розчини треба в посудинах із чорною внутрішньою поверхнею. У цьому випадку ІЧ-випромінювання проникає майже до дна посудини і нагріває його, а отже, і всю масу розчину.

Дуже зручні ІЧ-випромінювачі для нагрівання важкодоступних частин лабораторних установок. Теплові промені проникають через скляні стінки до потрібного вузла і нагрівають його.

Електричні плити, трубчасті електронагрівники закритого типу, колбонагрівники та струмопровідні плівки

Електричні плити із закритим електронагрівальним елементом часто застосовують у хімічних лабораторіях. Верхня частина таких плиток, яка закриває

дротовий опір, повинна бути стійка до дії хімічних реагентів. Нею може бути плита або диск із кварцу, вогнетривкої кераміки, графіту, стеатиту (силікату магнею) і інших подібних матеріалів.

Трубчасті електронагрівники мають найрізноманітнішу конструкцію. Дротовий опір у трубчастих електронагрівниках може мати форму простої спіралі з діаметром трохи меншим, чим внутрішній діаметр трубки. Іноді дротовий опір уводять у трубку у формі подвійної або трикутної спіралі.

Реакційні трубки часто нагрівають знімними електричними сорочками, виготовленими з азбесту. Такі сорочки витримують температуру, що не перевищує 400-500 °С. При більш високій температурі розпечений дріт, стикаючись із оточуючим її азбестом, викликає його підпалювання, що у свою чергу руйнує метал дроту.

При виборі дротового опору варто враховувати температурну межу нагрівання робочого простору. Температура дротового опору завжди буде вище цієї межі.

Колбонагрівники. Для нагрівання круглодонних колб застосовують електричні колбонагрівники, які мають напівсферичне або конусоподібне поглиблення з термостійкої кераміки, під яким розташована ніхромова спіраль.

Електропечі

Електропечі підрозділяють на муфельні, трубчасті, тигельні, шахтні і криптолові.

Муфельні печі - це електропечі з горизонтально розташованою камерою нагрівання (муфельом), виготовленою з вогнетривкого матеріалу, який має достатню теплопровідність і стійкість до змін температури. На зовнішній поверхні муфеля розміщують електронагрівальний елемент у вигляді дротового або стрічкового опору, навколо якого розташована теплоізоляція. Контроль за температурою в муфелі здійснюють за допомогою термодари. Припустимі температури нагрівання муфельних електропечей залежать від матеріалу електроопору. Особливо цінними є мегапір, кантал і ніхром, опори яких майже не залежать від температури. При перегріві печі з наступним її охолодженням дріт зі сплавів заліза, хрому, нікелю та алюмінію рветься і може навіть розсіпатися в порошок.

Всі теплоізолюючі матеріали при високих температурах проводять електричний струм, але постійний струм викликає їхнє електрохімічне розкладання, що приводить до руйнування дротового опору. Тому для нагрівання муфельних печей застосовують майже завжди змінний струм. Крім того, при температурах вище 1500 °С хімічна активність керамічних і теплоізоляційних матеріалів стає настільки значною, що вони починають реагувати один з одним і стають проникними для газів. Звичайно муфельні печі дозволяють розвивати температуру від 250 до 1150 °С з точністю її підтримки ± 20 °С. Час прогрівання муфеля до 1100 °С становить приблизно 2 год.

Трубчасті печі являють собою відкриті із двох кінців керамічні або кварцові труби, на які намотаний дротовий опір. Трубчасті печі можуть бути горизонтальними, вертикальними і похилими. Є печі, які можна повертати та встановлювати під потрібним кутом. Невеликі трубчасті печі роблять рознімними, двостулковими. Вони потрібні для проведення деяких аналітичних робіт. Трубчасті печі із дротовим опором з мегапіру або канталу розраховані на



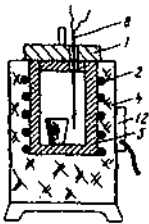
температуру усередині робочої порожнини 1200-1250 °С (температура усередині печі завжди на 50-100 °С нижче, ніж температура самого дровового опору).

Чим довша труба і чим менше її діаметр, тим більше зона рівномірного нагрівання. Піч із широкою і короткою трубою має значну різницю температур між серединою та кінцями труби.

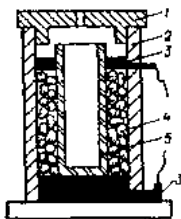
Потужні трубчасті печі ніколи не включають у мережу відразу, а вводять спочатку опір реостата і підвищують температуру печі поступово, намагаючись, щоб піч нагрілася на 400-500 °С на протязі не менш однієї години. Такого ж режиму введення печі в роботу дотримуються і для муфельних електропечей. Після досягнення зазначеної температури можна без побоювання вивести реостат і довести піч до максимально можливої для неї температури. При різкому ж підвищенні температури через місцеві перегріву руйнується керамічна труба.

Вимикання трубчастої і муфельної печей виконують відразу, вивівши реостат і відключаючи мережу, тому що остигання великої маси кераміки і теплоізоляції протікає повільно.

Температуру трубчастої печі регулюють за показниками термомпери або термометра опору, розміщеними або безпосередньо усередині трубки, або під електронагрівником, ближче до центра трубки. Температура в трубчастих печах неоднакова по всій довжині трубок, тому нагріваний об'єкт треба поміщати поблизу датчика температури.



Тигельні печі мають вертикальне розташування керамічного циліндричного муфеля зі знімною керамічною кришкою, звичайно складеної із двох половинок для введення однієї або двох термомпери. Високотемпературні тигельні печі роблять каскадними із двома нагрівачами - зовнішнім і внутрішнім. У тигельній печі з молібденовим дрововим опором можна розвивати температуру до 1100-1500 °С.

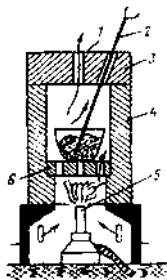


Криптолова піч містить як нагрівач криптол (вугільні зерна). При пропусканні струму через графітові електроди між окремими зернами вугілля виникають маленькі електричні дуги. Виділення енергії у вигляді теплоти відбувається також через великий опір у місцях контакту зерен.

Шахтні лабораторні печі відрізняються від тигельних тільки своїми розмірами та потужністю.

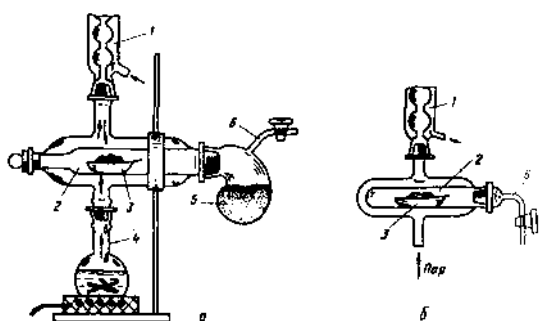
Газові печі

У газових печах джерелом енергії є природний газ або пропан. Такі печі в лабораторіях застосовують рідко. Проте вони мають свої переваги, пов'язані насамперед з рівномірним розподілом тепла в нагріваному об'ємі печі внаслідок інтенсивної циркуляції нагрітих продуктів згоряння газу. Рознімна газова піч складається із двох частин: корпуса і кришки. На вогнетривкому керамічному диску з отворами розміщують нагріваний посуд. Такі печі збирають із шамотної цегли або блоків з оксиду магнію. Нижня частина печі прикріплена на підставці нерухомо, а верхня може зніматися. Регулюючи висоту диска над полум'ям пальника і розмір отворів у ній, можна створити в печі температуру від 800 до 1200 °С. Кришка має два отвори: для виходу газів і термомпери.



Сушильні шафи

Сушильні шафи – теплоізольовані металеві камери круглої або прямокутної форми з полками і герметичними дверцятами. Шафи застосовують для видалення рідкої фази з порошкоподібних речовин або зі стінок вимитого посуду. Температуру усередині шафи можна змінювати від 50 до 350 °С з точністю ± 5 °С. Сушильні шафи принципово не відрізняються від повітряних термостатів. Майже всі сушильні шафи мають електричний обігрів і обладнані стрижневими терморегуляторами. Підведення зовнішнього повітря і видалення продуктів випаровування відбувається через спеціальні отвори з регулюючими заслінками. Для прискорення процесу сушіння і зниження його температури застосовують вакуум-сушильні шафи, що дозволяють підтримувати в робочій камері вакуум 600–1200 Па.



Для висушування невеликих мас твердих речовин застосовують трубчасті сушильні апарати, що одержали назву сушильних пістолетів. Нагрівання трубки, у якій знаходиться човник з висушуваною речовиною, здійснюється в пістолетах паром рідини, яка кипить у колбі при певній температурі. Пара конденсується у зворотному холодильнику і рідина повертається в колбу, обмиваючи трубку. Прилад дозволяє висушувати речовини під вакуумом. Вакуумна система приєднується до пістолета через трубку 6. Посудина 5 містить твердий осушувач для зменшення тиску пари води.

Засоби і прилади для охолодження

Звичайний прийом охолодження речовини - це занурення його разом з посудиною в чашу з охолодною сумішшю. Якщо посудина не велика, його поміщають в охолодну суміш, яка знаходиться в посудині Дьюара, у якій низька температура підтримується більш тривалий час.

Температуру близько 0 °С одержують із використанням крижаної кашки. Водні розчини і реакційні суміші, для яких допускається невелике розведення водою, охолоджують до 0 °С, додаючи шматочки чистого льоду, отриманого з дистильованої води.

Коли необхідно остудити речовину або реакційну суміш нижче 0 °С. застосовують охолодні суміші, що складаються з льоду і солей (тонкі шари льоду і солі кладуть поперемінно один на одного).

Охолоджувати посудини з речовиною до температур від -80 до -60 °С можна за допомогою твердого діоксиду вуглецю CO₂ («сухий лід»). Сам "сухий лід" охолоджує погано, тому що утворений газоподібний CO₂ ізолює хладагент від безпосереднього контакту з охолоджуваною посудиною; крім того, шматки твердого CO₂ швидко обволікаються шаром льоду через конденсацію вологи повітря. Тому для охолодження використовують суміш здрібненого твердого CO₂ з безводним органічним розчинником. Більш низьку температуру можна одержати, використовуючи рідкий азот (температура кипіння -195,8 °С).