

Wydział Chemii UMCS
Zakład Technologii Chemicznej

Ćwiczenie nr 19

Oznaczanie gęstości cieczy i ciał stałych.

Lublin

5.8. Oznaczanie gęstości cieczy i ciał stałych

Gęstością, inaczej masą właściwą, ρ nazywa się wielkość odpowiadającą masie jednostki objętości ciała:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad [\text{na przykład: kg/m}^3, \text{ g/cm}^3, \text{ kg/dm}^3]$$

Gęstość zależna jest od temperatury – zmniejsza się wraz ze wzrostem temperatury, co wynika z rozszerzalności objętościowej substancji. Dlatego przy wartościach liczbowych gęstości podaje się temperaturę oznaczenia. Wielkość ta, szczególnie w przypadku gazów i cieczy, wskutek ich ściśliwości, zależy także od ciśnienia.

Gęstością względną, d (zwyczajowo nazywaną często gęstością) nazywa się liczbę niemianowaną, wskazującą stosunek masy określonej objętości badanej substancji w temperaturze odniesienia (t) do masy takiej samej objętości substancji przyjętej za porównawczą w temperaturze odniesienia (t_r). Inaczej mówiąc, jest to stosunek gęstości badanej substancji w temperaturze odniesienia (ρ_t) do gęstości substancji przyjętej za porównawczą w temperaturze odniesienia (ρ_{wtr}):

$$d_{tr}^t = \frac{\rho_t}{\rho_{wtr}}$$

Zwykle temperaturą odniesienia dla gęstości badanej cieczy (na przykład dla produktów naftowych) jest temperatura 20°C. Substancją porównawczą jest woda o temperaturze 4°C, w której 1 cm³ wody ma masę 1 grama (dokładnie w temperaturze 3,98°C), lub woda o temperaturze 20°C. Symbolem gęstości względnej jest więc d_4^{20} lub d_{20}^{20} ; indeksy przy symbolu gęstości zawsze oznaczają temperaturę określoną w stopniach Celsjusza.

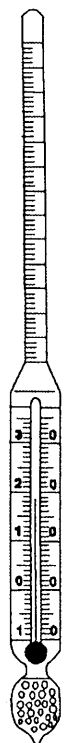
Ponieważ masa właściwa wody w temperaturze 4°C równa jest 1 g/cm³ to gęstość względna badanej substancji w tej temperaturze równa jest liczbowo jej masie właściwej i może być podawana z mianem [na przykład: g/cm³].

Do pomiaru gęstości cieczy używa się areometrów, piknometrów oraz wagi Westphala-Mohra.

5.8.1. Wyznaczanie gęstości cieczy za pomocą areometru

Metody oznaczania gęstości za pomocą areometru (rysunek 5.8.1) oparte są na prawie Archimidesa: ciało zanurzone w cieczy doznaje od niej parcia skierowanego ku górze, równego co do wielkości ciężarowi cieczy wypartej przez to ciało. Bezpośrednie odczytywanie gęstości na szyjce areometru jest właściwie odmierzaniem objętości cieczy, która waży tyle, ile areometr. Im więc ciecz ma większą gęstość, tym mniej areometr będzie się w niej zanurzał.

Areometr jest pływakiem o kształcie wrzecionowatym, wykonany najczęściej ze szkła, często wyposażony dodatkowo w termometr, nieraz z podwójną skalą wskazującą temperaturę w stopniach Celsjusza oraz odpowiednie poprawki gęstości dla danej temperatury i danego rodzaju cieczy. W przypadku temperatury wyższej od przyjętej za wzorcową należy poprawkę dodać, w przypadku niższej – odjąć (patrz tabela 5.8.1). W dolnej części areometru znajduje się zbiornik wypełniony śrutem lub innym materiałem obciążającym, natomiast górna część jest zaopatrzona w podziałkę wyskalowaną zwykle w jednostkach



Rysunek 5.8.1.
Areometr

gęstości, rzadziej jest to ciężar właściwy a czasami – stężenie składnika roztworu (na przykład, alkoholomierze lub cukromierze), co jest zawsze zaznaczone na areometrze.

Wykonanie oznaczenia wymaga pewnych ostrożności, bez zachowania których pomiar może być niedokładny. Przede wszystkim, areometr powinien być skalowany za pomocą roztworów o dokładnie znanym składzie lub gęstości starannie oznaczonej w piknometrze (rozdział 5.8.3). Areometr powinien być czysty i odfuszczony. Zanurza się go swobodnie w cylindrze z badaną cieczą, tak aby jego część pozostająca nad powierzchnią cieczy pozostała sucha. Cylinder powinien być umieszczony w termostatowanej łaźni. Po odczekaniu na wyrównanie temperatury przyrządu i cieczy, odczytuje się wartości gęstości (na skali trzpienia) w miejscu zetknięcia się poziomu cieczy z trzpieniem przyrządu. Wartość gęstości na skali areometru odczytuje się z dokładnością do najbliższej działki elementarnej, zwracając uwagę, aby oczy obserwatora znajdowały się na poziomie menisku cieczy. Przy odczycie gęstości zwykle uwzględnia się menisk górny ale zawsze należy tu postępować zgodnie z zaleceniem producenta podanym na areometrze. Menisk, który tworzy się wokół szyjki areometru, wynika z właściwości włoskowatych cieczy. Ponieważ właściwości włoskowate cieczy nieraz różnią się znacznie pomiędzy sobą, każdy areometr powinien być skalowany w tej cieczy, do której badania jest przeznaczony.

Wyniki oznaczenia gęstości przez tego samego wykonawcę, w tych samych warunkach i przy użyciu tego samego przyrządu można uznać za prawidłowe, jeżeli nie różnią się między sobą więcej niż o $0,001 \text{ g/cm}^3$.

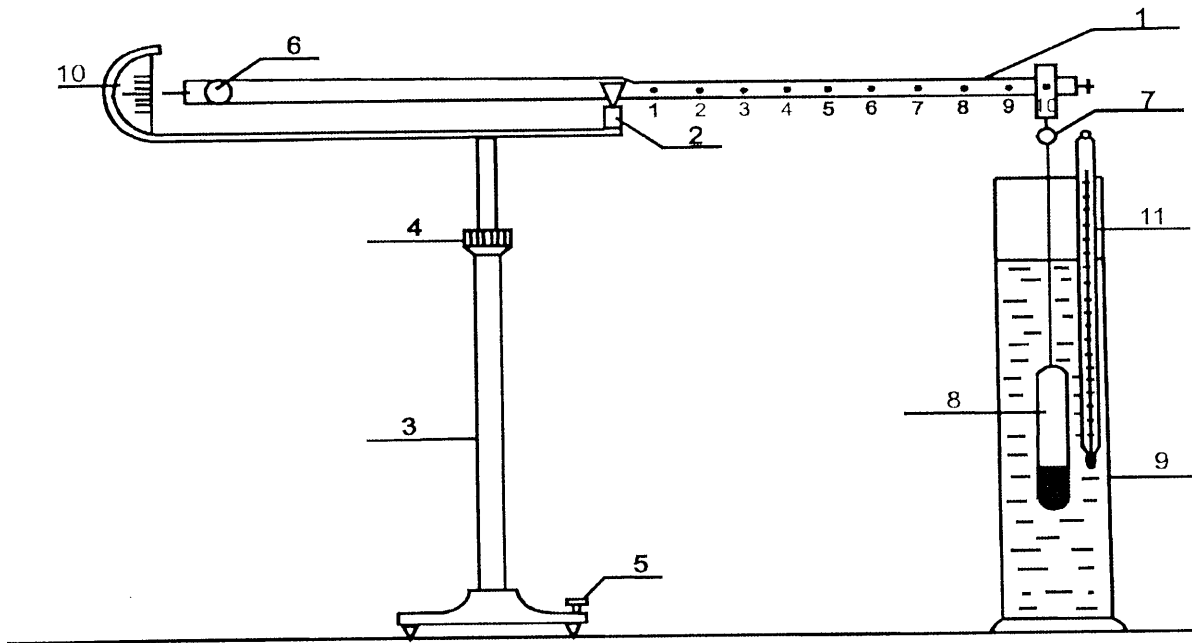
5.8.2. Oznaczanie gęstości cieczy za pomocą wagi hydrostatycznej

Zasada pomiaru gęstości za pomocą wagi hydrostatycznej Westphala-Mohra oparta jest, podobnie jak w przypadku areometru, na prawie Archimedesesa. Różnica pomiędzy tymi przyrządami polega na tym, że w przypadku areometru stały jest jego ciężar, natomiast w przypadku wagi stałą jest objętość pływaka, który zawsze musi być cały zanurzony w cieczy.

Budowa i montaż wagi

Podstawową częścią wagi hydrostatycznej (rysunek 5.8.2) jest belka (1) o ramionach różnej długości. Pryzmat belki wagi opiera się na podkładce zamontowanej na widełkach (2) rozsuwalnego statywu (3) wyposażonego w śrubę dociskową (4) i śrubę poziomującą (5). Na krótszym ramieniu belki zamocowany jest stały ciężarek przeciwwagi (6) oraz wskazówka skali (10), znajdującej się na końcu ruchomego pręta regulacyjnego statywu. Na dłuższym, ale lżejszym, ramieniu belki, na haczyku (7) na cienkim druciku zawieszony jest szklany pływak (8) wypełniony rtęcią. Pływak ten ma określoną objętość, zwykle 10 cm^3 . Ramię belki, na którym zawieszony jest pływak podzielone jest na 10 równych, ponumerowanych części, z zaczepami służącymi do zawieszania odważników. Na końcu dłuższego ramienia belki znajduje się regulowany obciążnik (tarownik) przeznaczony do wstępnego równoważenia wagi.

Integralnymi częściami wagi są także: komplet obciążników – 2 sztuki po 10 gramów oraz po jednym 1 gram, 0,1 grama i 0,01 grama oraz cylinder (9) o wysokości i średnicy



Rysunek 5.8.2. Schemat wagi hydrostatycznej (1 – belka wagi, 2 – widełki, 3 – statyw, 4 – śruba dociskowa, 5 – śruba poziomująca, 6 – przeciwwaga, 7 – zaczep pływaka, 8 – pływak, 9 – cylinder, 10 – skala, 11 – termometr)

zapewniających swobodne zanurzenie w badanej cieczy całego pływaka wraz z częścią drucika, na którym jest zawieszony i termometr (11) zawieszany na wewnętrznej ścianie cylindra.

Przed rozpoczęciem pomiarów należy poszczególne części wagi zmontować w następującej kolejności:

1. Złożyć rozsuwalny statyw (3), wkładając pręt regulacyjny statywu do otworu w kolumnie podstawy, zachowując przy tym ustawienie ramiączka pręta regulującego w jednej, prostopadłej do podstawy, płaszczyźnie ze śrubą poziomującą (5). Następnie unieruchomić pręt regulacyjny za pomocą śruby dociskowej (4).
2. Na statyw nałożyć belkę wagi (1), wkładając ją do widełek (2).
3. Zawiesić na haczyku (7) dokładnie wymyty i wysuszony pływak (8).
4. Śrubą poziomującą (5) i tarownikami ustalić równowagę belki tak, aby wskazówka umieszczona na końcu ramienia z przeciwwagą (6) pokryła się z kreską środkową skali (10).
5. W cylindrze (9) zawiesić termometr (11).

Wykonanie oznaczenia gęstości

Do czystego i suchego cylindra (9) wlać badaną ciecz i zmierzyć jej temperaturę przy pomocy termometru (11) – nie powinna różnić się od temperatury otoczenia więcej niż 5°C. Następnie do badanej cieczy wprowadzić czysty i suchy pływak (8). Dopasować wysokość statywu tak, aby po ostrożnym (przytrzymując pręt regulacyjny statywu) złuzowaniu śruby dociskowej (4) i podniesieniu się belki był on całkowicie zanurzony w wodzie wraz z częścią drutu (około 15 mm), na którym jest zawieszony. Pływak powinien znajdować się w środku cylindra i nie może dotykać jego ścian.

Po zanurzeniu pływaka równowaga wagi zostaje naruszona, co powoduje, że ramię belki z pływakiem podnosi się. Dla ustalenia równowagi należy zawiesić na ramieniu belki, na haczyku (7), w miejscu odpowiadającym dziesiątej kresce podziałki duży obciążnik (10 g). Jeżeli równowaga nie została osiągnięta, to:

- W przypadku gdy duży obciążnik będzie zbyt lekki, należy dodatkowo zawiesić mniejszy (1 gram) obciążnik na pierwszym lub kolejnym następnym zaczepie na dłuższym ramieniu belki a następnie, kolejno, jeszcze mniejsze obciążniki aż do osiągnięcia równowagi.
- W przypadku gdy duży obciążnik będzie za ciężki, trzeba przenieść go na dziewiąty zaczep na dłuższym ramieniu belki a mniejszy (1 gram) obciążnik zawiesić również na dziewiątym zaczepie lub na kolejnych niższych i w razie potrzeby zawieszać dalsze, mniejsze obciążniki aż do osiągnięcia równowagi.

Zasada odczytu obciążenia wagi

Zgodnie z prawem Archimedesesa, dla zrównoważenia wagi z pływakiem zanurzonym w cieczy, przeciwnie działające siły parcia cieczy (F) i ciężaru obciążników (P) powinny mieć jednakową wartość liczbową:

$$F = m_{\text{cieczy}} \cdot g = P = m_{\text{obciążniki}} \cdot g; \quad m_{\text{cieczy}} = m_{\text{obciążniki}}$$

gdzie: m_{cieczy} – masa cieczy wypartej przez pływak,
 $m_{\text{obciążniki}}$ – masa obciążników równoważących wagę,
 g – przyspieszenie ziemskie.

Obciążenie zrównoważonej wagi musi być więc równe masie cieczy wypartej przez pływak.

W konstrukcji wagi wykorzystano zasadę dźwigni, według której siła działania jest wprost proporcjonalna do długości ramienia dźwigni. W przypadku gdy objętość pływaka wynosi dokładnie 10 cm^3 to obciążnik 10 g zawieszony na dziesiątym wycięciu na dłuższym ramieniu belki będzie działał siłą równą $10 \cdot g$, na dziewiątym wycięciu – $9 \cdot g$, itd. Jednak w niektórych wagach objętość pływaka może być inna niż 10 cm^3 a dopasowane do niego obciążniki mogą nie być opisane. (Ogólna zasada dopasowania masy obciążników do pływaka jest taka, że największy obciążnik odpowiada masie wody o temperaturze 4°C wypartej przez pływak, następny jest 10 razy lżejszy, itd.) Dlatego, dla uniknięcia pomyłek przy stosowaniu wag hydrostatycznych różnych producentów, przyjęto następujący sposób odczytu obciążenia:

Najcięższy obciążnik (10 gramów) umieszczony w miejscu podwieszenia pływaka odczytuje się jako 1,0000 a odpowiednio na zaczepach od dziewiątego do pierwszego – jako pierwszą cyfrę po przecinku.

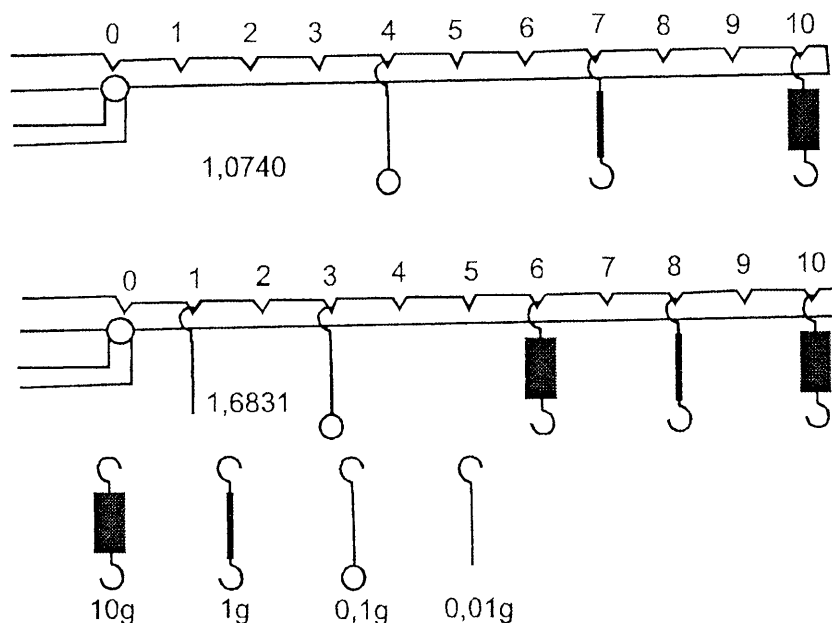
Następny co do wielkości obciążnik (1 gram), na tych samych zaczepach odczytuje się jako drugi znak po przecinku.

Trzeci co do wielkości obciążnik (0,1 grama) odczytuje się jako trzeci znak po przecinku, a najlżejszy odważnik (0,01 grama) jako czwarty znak po przecinku.

Zrozumienie sposobu odczytu ułatwi rysunek 5.8.3 oraz przykłady 1 i 2.

Przykład 1: Jeżeli po ustaleniu równowagi belki wagi okaże się, że pierwszy 10 gramowy (największy) obciążnik znajduje się na ósmym zaczepie, drugi 1 gramowy – na siódmym zaczepie, trzeci obciążnik 0,1 gramowy – na szóstym zaczepie i czwarty najmniejszy 0,01 gramowy – na piątym zaczepie, wówczas obciążenie wagi odczytuje się jako 0,8765.

Przykład 2: Jeżeli po ustaleniu równowagi belki wagi pierwszy 10 gramowy (największy) obciążnik będzie znajdował się na dziewiątym zaczepie, drugi 1 gramowy – także na dziewiątym zaczepie, trzeci obciążnik 0,1 gramowy – na ósmym zaczepie i czwarty najmniejszy 0,01 gramowy – na drugim zaczepie, wówczas obciążenie wagi wynosi 0,9982.



Rysunek 5.8.3. Odczyt obciążenia wagi hydrostatycznej

Obliczenie gęstości względnej

Obliczenie gęstości względnej wymaga porównania sił parcia badanej cieczy F_{bc} i cieczy porównawczej F_{cp} .

$$F_{bc} = m_{bc} \cdot g = V \cdot d_{bc} \cdot g$$

$$F_{cp} = m_{cp} \cdot g = V \cdot d_{cp} \cdot g$$

gdzie: m_{bc} – masa badanej cieczy wypartej przez pływak; obciążenie równoważące wagę podczas oznaczania gęstości badanej cieczy,

m_{cp} – masa cieczy porównawczej wypartej przez pływak; obciążenie równoważące wagę podczas oznaczania gęstości cieczy porównawczej,

V – objętość wypartej cieczy równa objętości pływaka,

d_{bc} – gęstość badanej cieczy,

d_{cp} – gęstość cieczy porównawczej,

g – przyspieszenie ziemskie.

$$\frac{F_{bc}}{F_{cp}} = \frac{m_{bc}}{m_{cp}} = \frac{d_{bc}}{d_{cp}}$$

$$d_{bc} = \frac{m_{bc}}{m_{cp}} \cdot d_{cp}$$

Jeżeli cieczą porównawczą jest woda o temperaturze 4°C to jej gęstość d_{cp} wynosi 1 a obciążenie belki m_{cp} wagi także powinno być równe 1, a więc w takim przypadku nie jest konieczne oznaczanie gęstości cieczy porównawczej. Gęstość badanej cieczy $d_{bc} = d_4^t$ w temperaturze pomiaru t równa jest więc obciążeniu wagi.

Po wyznaczeniu gęstości d_4^t należy ją przeliczyć do wartości d_4^{20} zgodnie ze wzorem:

$$d_4^{20} = d_4^t + \alpha \cdot (t - 20)$$

w którym: α – współczynnik cieplnych zmian gęstości (odczytany z tabeli 5.8.1),
 t – temperatura badanej cieczy, w stopniach Celsjusza.

Tabela 5.8.1. Współczynnik (α) cieplnych zmian gęstości cieczy (dane dla produktów naftowych)

Gęstość d_4^t (odczytana z wagi)	α ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}$)
0,6900 do 0,6999	0,000910
0,7000 0,7099	0,000897
0,7100 0,7199	0,000884
0,7200 0,7299	0,000870
0,7300 0,7399	0,000857
0,7400 0,7499	0,000844
0,7500 0,7599	0,000831
0,7600 0,7699	0,000818
0,7700 0,7799	0,000805
0,7800 0,7899	0,000792
0,7900 0,7999	0,000778
0,8000 0,8099	0,000765
0,8100 0,8199	0,000752
0,8200 0,8299	0,000738
0,8300 0,8399	0,000725
0,8400 0,8499	0,000712
0,8500 0,8599	0,000699
0,8600 0,8699	0,000686
0,8700 0,8799	0,000673
0,8800 0,8899	0,000660
0,8900 0,8999	0,000647
0,9000 0,9099	0,000633
0,9100 0,9199	0,000620
0,9200 0,9299	0,000607
0,9300 0,9399	0,000594
0,9400 0,9499	0,000581
0,9500 0,9599	0,000567
0,9600 0,9699	0,000554
0,9700 0,9799	0,000541
0,9800 0,9899	0,000528
0,9900 1,0000	0,000515

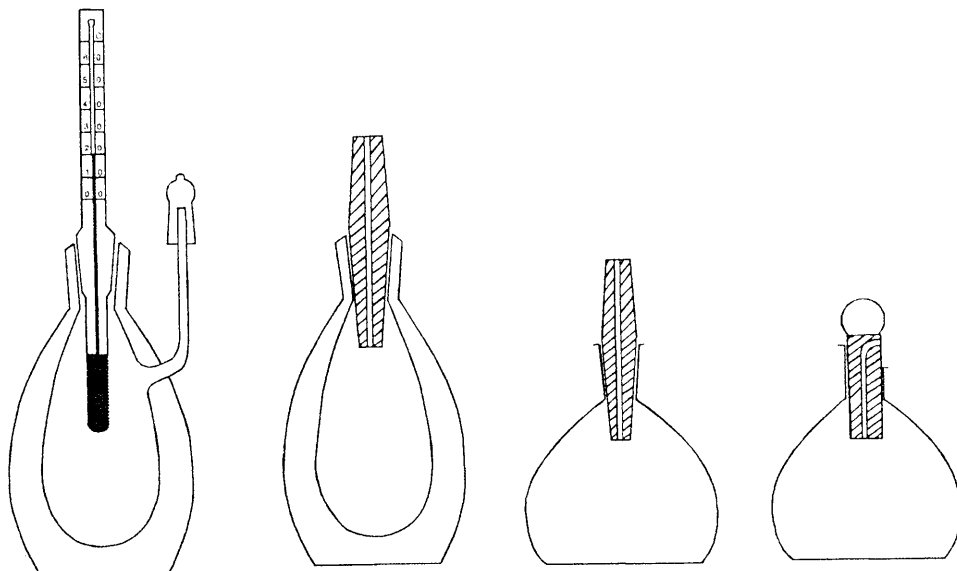
Za ostateczny wynik oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną kilku pomiarów nie różniących się między sobą więcej niż o 0,001. Wartość gęstości badanej cieczy podać także z dokładnością do 0,001.

5.8.3. Oznaczanie gęstości cieczy za pomocą piknometru

Do pomiaru gęstości zarówno cieczy jak i ciał stałych służą piknometry (rysunek 5.8.4). Piknometryczny pomiar gęstości polega na ścisłym oznaczeniu objętości i masy cieczy wypełniającej piknometr.

Piknometr jest to naczynie pomiarowe o objętości od kilkunastu do kilkudziesięciu centymetrów sześciennych, wykonane ze szkła, często o podwójnych ściankach dla ochrony zawartej w nim cieczy przed zmianami temperatury. Naczynie to, dzięki wyposażeniu go w kapilarną rurkę lub wysoki korek z otworem kapilarnym, można napełnić cieczą zawsze „do pełna” i tak samo.

Piknometr może być dodatkowo wyposażony w termometr (jak jeden z przedstawionych na rysunku 5.8.4), który oprócz określenia temperatury cieczy służy jako zamknięcie naczynia. Boczna szklana rurka kapilarna umożliwia wyciekanie nadmiaru cieczy po napełnieniu zbiornika i zwiększeniu temperatury przyrządu do wartości odpowiadającej tempe-



Rys. 5.8.4. Przykładowa budowa piknometrów

raturze oznaczenia. Dlatego przyrząd powinien być zawsze napełniany cieczą o niższej temperaturze niż temperatura pomiaru.

Wyznaczanie stałej piknometru

Przed przystąpieniem do właściwego oznaczenia gęstości cieczy należy wyznaczyć tak zwaną stałą piknometru. W tym celu należy:

1. Czysty i wysuszony piknometr (łącznie z korkiem i/lub termometrem czy kapturkiem) zważyć na wadze analitycznej (z dokładnością 0,0001 g).
2. Piknometr napełnić za pomocą pipety wodą destylowaną o temperaturze nie wyższej niż 18–19°C (łącznie z „szyjką”, w której potem znajdzie się korek).
3. Zamknąć piknometr korkiem (lub termometrem, jeśli używa się tego rodzaju piknometru), nadmiar wody powinien wypłynąć na zewnątrz naczynia przez kapilarę korka lub kapilarę boczną. Podczas termostatowania kapturek powinien być zdjęty z kapilary bocznej, natomiast do ważenia należy go ponownie założyć.
4. Piknometr umieścić w ultratermostacie o ściśle określonej temperaturze 20°C na okres 30–40 minut (czas niezbędny dla ustabilizowania właściwej temperatury wody w piknometrze). W przypadku użycia piknometru zaopatrzonego w termometr, termostatowanie można przerwać po osiągnięciu przez wodę w piknometrze temperatury 20°C.
5. Po ustabilizowaniu temperatury piknometr wyjąć z ultratermostatu, dokładnie wysuszyć z zewnątrz (bibułą) i zważyć na wadze analitycznej, łącznie z korkiem i/lub termometrem czy kapturkiem. Operacje suszenia i ważenia należy wykonać szybko i w pomieszczeniu, w którym temperatura otoczenia zbliżona jest do 20°C. W przeciwnym wypadku można spodziewać się zmiany temperatury cieczy w piknometrze, co może zasadniczo wpłynąć na wynik pomiaru.
6. Obliczyć stałą piknometru C , stanowiącą masę wody wypełniającej przyrząd:

$$C = m_2 - m_1$$

gdzie: m_1 – masa pustego piknometru w gramach,
 m_2 – masa piknometru z wodą w gramach.

Oznaczanie gęstości badanej cieczy

W celu oznaczenia gęstości badanej cieczy należy:

1. Postępując tak jak przy oznaczaniu stałej piknometru napełnić piknometr badaną cieczą (o temperaturze nie wyższej niż 18–19°C).
2. Piknometr umieścić w ultratermostacie o temperaturze 20°C. Dalej postępować jak przy wyznaczaniu stałej piknometru.
3. Ponieważ objętość badanej cieczy w piknometrze była taka sama jak objętość wody przy wyznaczaniu stałej piknometru, gęstość badanej cieczy oblicza się jako stosunek jej masy i stałej piknometru:

$$d_{20}^{20} = \frac{m_3 - m_1}{C}$$

gdzie: m_3 masa piknometru z badaną cieczą, w gramach.

Wyniki dwóch oznaczeń gęstości cieczy wykonanych przez tę samą osobę, w tym samym piknometrze i w tych samych warunkach uznaje się za prawidłowe, jeżeli nie różnią się między sobą więcej niż o 0,0006. W przypadku konieczności bardzo dokładnego określenia gęstości należy uwzględnić poprawkę na wypór powietrza (patrz Polska Norma PN-90/C-04004).

5.8.4. Oznaczanie gęstości ciał stałych za pomocą piknometru

Piknometryczne oznaczanie gęstości substancji stałych polega na określaniu ich objętości i masy, przez umieszczenie w piknometrze wraz z cieczą o znanej gęstości. Ciecz wypełniająca piknometr powinna mieć gęstość mniejszą niż badana substancja stała.

W przypadku, w którym nie ma możliwości dobrania takiej cieczy lub z innych powodów, na przykład ciało stałe ma bardzo małą gęstość, można ją określić pośrednio. W takim przypadku doświadczalnie dobiera się mieszaninę dwóch cieczy, której gęstość jest równa gęstości badanej substancji stałej (po umieszczeniu w takiej ciekłej mieszaninie próbka substancji stałej pozostaje w niej w stanie zawieszenia). Piknometryczne oznaczenie gęstości takiej mieszaniny pośrednio doprowadzi do określenia gęstości ciała stałego.

Bezpośrednie piknometryczne wyznaczanie gęstości ciał stałych

W celu piknometrycznego oznaczenia gęstości ciała stałego należy:

1. Wyznaczyć stałą piknometru w sposób opisany wcześniej w rozdziale 5.8.3.
2. Do czystego, suchego i zważonego z dokładnością 0,0001 g piknometru wsypać badane ciało stałe do około połowy jego objętości. Piknometr zamknąć korkiem i całość zważyć na wadze analitycznej.
3. Do piknometru zawierającego ciało stałe wlać taką ilość wody (lub innej cieczy o znanej gęstości), aby próbka ciała stałego była całkowicie w niej zanurzona. Wstawić odkryty (bez korka) piknometr do eksykatora próżniowego i odpowietrzyć próbkę (podciśnienie z pompki wodnej) w ciągu kilku do kilkunastu minut (w zależności od porowatości badanej substancji).
4. Po odpowietrzeniu piknometr dopełnić wodą (lub tą cieczą, którą wprowadzono tam wcześniej) o temperaturze nie wyższej niż 17–18°C i dalej postępować jak przy oznaczaniu gęstości cieczy (rozdział 5.8.3).
5. Gęstość badanego ciała stałego oblicza się według wzoru:

$$d_{20}^{20} = \frac{m_4 - m_1}{C - (m_5 - m_4)}$$

gdzie: m_4 – masa piknometrze z ciałem stałym w gramach,
 m_5 – masa piknometrze z ciałem stałym i wodą w gramach.

W przypadku użycia do oznaczania gęstości ciała stałego cieczy innej niż woda należy wyznaczyć dla niej stałą piknometrze i uwzględnić ją w powyższym równaniu.

Wyniki dwóch oznaczeń gęstości ciała stałego metodą bezpośrednią, wykonanych przez tą samą osobę, w tym samym piknometrze i w tych samych warunkach uznaje się za prawidłowe, jeżeli nie różnią się między sobą więcej niż o 0,0006. W przypadku konieczności bardzo dokładnego określenia gęstości należy uwzględnić poprawkę na wypór powietrza (patrz Polska Norma PN-90/C-04004).

Pośrednie piknometryczne wyznaczanie gęstości ciał stałych

Pośrednie oznaczenie gęstości ciał stałych polega na wymieszaniu dwóch cieczy (jedna o gęstości większej niż badane ciało stałe, na przykład woda, a druga o mniejszej gęstości, na przykład alkohol) w celu uzyskania mieszaniny o gęstości równej gęstości badanego ciała stałego i oznaczeniu gęstości tego roztworu za pomocą piknometrze.

Ten sposób wyznaczania gęstości stosuje się w zasadzie tylko dla ciał stałych o gęstości mniejszej niż wynosi gęstość wody. W celu pośredniego wyznaczenia gęstości ciała stałego należy:

1. Próbkę ciała stałego o objętości około 10 cm³ umieścić w cylindrze lub innym szklanym wysokim naczyniu.
2. Do cylindra wlać 50 cm³ wody destylowanej (lub innej cieczy, której gęstość jest znana) o temperaturze nie wyższej niż 18–19°C i całość umieścić w ultratermostacie w ten sposób, aby zapewniona była możliwość ciągłej obserwacji zachowania się ciała stałego w cylindrze. W cylindrze umieścić termometr dla kontroli temperatury. Ciało stałe powinno utrzymywać się na powierzchni wody.
3. Do naczynia z ciałem stałym i wodą dodawać porcjami (2–5 cm³) alkohol o temperaturze poniżej 20°C (lub inną ciecz o gęstości mniejszej niż gęstość badanego ciała stałego) do momentu, w którym ciało stałe zacznie opadać i znajdzie się w połowie wysokości cieczy w cylindrze. Ewentualne zmiany położenia badanej próbki korygować dodawaniem odpowiednio małych porcji wody i alkoholu. Podczas obserwacji zachowania się ciała stałego w cieczy należy kontrolować temperaturę mieszaniny, która powinna wynosić 20°C.
4. Po otrzymaniu mieszaniny wody i alkoholu o gęstości równej gęstości próbki ciała stałego (próbka pozostaje w niej w stanie zawieszonym) wyznaczyć gęstość tej cieczy piknometrycznie (według sposobu na oznaczenie gęstości cieczy metodą piknometryczną, opisanego w rozdziale 5.8.3).
5. Wyznaczona gęstość cieczy jest zarazem gęstością badanego ciała stałego.

5.8.5. Opis ćwiczenia

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest praktyczne zapoznanie z pomiarami gęstości cieczy i ciał stałych za pomocą wagi hydrostatycznej Westphala-Mohra i/lub piknometrze.

Zadania

1. Za pomocą wagi hydrostatycznej Westphala-Mohra określić gęstość względną badanej cieczy w temperaturze odniesienia 20°C.
2. Wyznaczyć gęstość względną badanej cieczy w temperaturze 20°C za pomocą piknometru.
3. Metodą pomiaru bezpośredniego wyznaczyć piknometrycznie gęstość względną badanego ciała stałego w temperaturze 20°C.
4. Metodą pomiaru pośredniego wyznaczyć piknometrycznie gęstość względną badanego ciała stałego w temperaturze 20°C.

Sprzęt i odczynniki

Sprzęt

Do zadania 1:

1. Waga hydrostatyczna z kompletem wyposażenia.

Do zadań 2, 3 i 4:

2. Piknometr.
3. Pipety do napełniania piknometru.
4. Ultratermostat.

Do zadania 4 (oprócz wymienionych wyżej):

5. Cylinder do sporządzania mieszaniny cieczy o gęstości równej gęstości badanego ciała stałego.

Odczynniki

Do zadania 1:

1. Czysta benzyna do mycia sprzętu i naczyń pomiarowych.

Do zadań 2, 3 i 4:

2. Woda destylowana
- Do zadania 4 (oprócz wymienionych wyżej):
3. Etanol.

Wykonanie ćwiczenia

Zadanie 1

1. Za pomocą wagi hydrostatycznej określić gęstość (d_4^t) badanej cieczy w temperaturze pomiaru, w sposób opisany w rozdziale 5.8.2.
2. Obliczyć gęstość (d_4^{20}) badanej cieczy w temperaturze odniesienia 20°C, w sposób opisany w rozdziale 5.8.2.

Zadanie 2

1. Wyznaczyć stałą piknometru, w sposób opisany w rozdziale 5.8.3.
2. Określić gęstość (d_{20}^{20}) badanej cieczy, w sposób opisany w rozdziale 5.8.3.

Zadanie 3

1. Wyznaczyć stałą piknometru, w sposób opisany w rozdziale 5.8.3.
2. Określić gęstość (d_{20}^{20}) badanego ciała stałego, w sposób opisany w rozdziale 5.8.4.

Zadanie 4

1. Dobrać skład mieszaniny wody i etanolu o gęstości odpowiadającej gęstości badanego ciała stałego, w sposób opisany w rozdziale 5.8.4.
2. Wyznaczyć stałą piknometru, w sposób opisany w rozdziale 5.8.3.
3. Określić gęstość (d_{20}^{20}) otrzymanej mieszaniny wody i etanolu, odpowiadającej gęstości badanego ciała stałego, w sposób opisany w rozdziale 5.8.3.

Literatura

1. Klepaczko-Filipiak B., Łoin J., *Pracownia chemiczna – analiza techniczna*, Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne, Warszawa 1998.
2. Szymański E., *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii fizycznej – aparatura pomiarowa*, Wydawnictwo Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej, Lublin 1991.
3. Łada Z., Różycki C., *Analiza techniczna i instrumentalna*, Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne, Warszawa 1990.
4. Sobczyk L., Kisza A., Gatner K., Koll A., *Eksperymentalna chemia fizyczna*, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1982.
5. Kłoczko E., *Metody eksperymentalne w chemii*, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1978.
6. Struszyński M., *Analiza ilościowa i techniczna*, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1957.
7. Polska norma PN-90/C-04004. *Ropa naftowa i przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości*.