

V. Czynności laboratoryjne związane z wymianą energii cieplnej

1. Ogrzewanie

W laboratorium chemicznym ogrzewanie stosuje się w celu:

- przeprowadzania reakcji chemicznych,
- zagęszczania i odparowania roztworów,
- suszenia substancji wilgotnych,
- usunięcia składników lotnych z substancji stałych,
- wyprżenia osadu.

Ogrzewanie można przeprowadzać w sposób bezpośredni i pośredni. Pierwszy sposób polega na bezpośrednim kontakcie przedmiotu ogrzewanego ze źródłem ciepła, np. ogrzewanie probówki w płomieniu palnika gazowego (rys. A23).



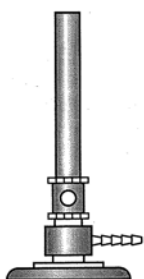
Rys. A23. Ogrzewanie probówki w płomieniu palnika

Drugim sposobem można ogrzać przedmiot przy wykorzystaniu warstwy izolacyjnej (sposób pośredni ogrzewania) pomiędzy przedmiotem a źródłem ciepła. Warstwę izolacyjną może stanowić:

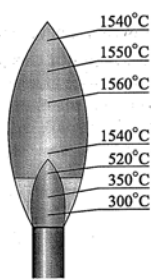
- płytka izolacyjna,
- powietrze,
- ciecz wypełniająca naczynie (np. łaźnię),
- piasek.

Bezpośrednie ogrzewanie stosuje się rzadko ze względu na możliwości pęknięcia naczyń, wskutek miejscowego przegrzania. Najczęściej ogrzewa się bezpośrednio: probówki, tygle porcelanowe, naczynia metalowe.

Źródłami energii cieplnej w laboratorium chemicznym są najczęściej gaz palny i prąd elektryczny. Do ogrzewania gazem są stosowane palniki typu: Bunsena, Teclu, Meckera. Wszystkie działają na tej samej zasadzie, a różnią się tylko szczegółami w konstrukcji. Każdy z nich składa się z podstawy, kominka i urządzenia do regulacji dopływu powietrza. Palniki łączy się z siecią gazową za pomocą węży gumowych. W **palniku Bunsena** (rys. A24) gaz dostaje się do kominka przez wąską dyszę. U dołu kominka znajdują się naprzeciwko siebie dwa okrągłe otwory, które można nakrywać i odsłaniać za pomocą nałożonego pierścienia. Gdy otwory te odsłoni się i u wylotu kominka zapali gaz, to wówczas wchodzące do wnętrza palnika (przez otwory) powietrze miesza się z gazem, tworząc mieszaninę spalającą się nieświecącym płomieniem. W płomieniu palnika (rys. A25) można zaobserwować dwie strefy: strefę wewnętrzną barwy niebieskiej, stosunkowo zimną - około 500 °C i strefę zewnętrzną koloru fioletowego mającą temperaturę około 1500 °C. W przypadku zamknięcia otworów doprowadzających powietrze uzyskuje się kopcący świecący płomień, o niewysokiej temperaturze.

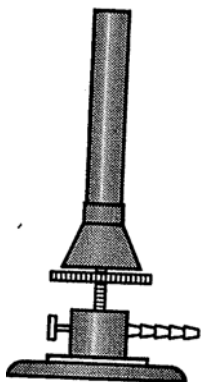


Rys. A24. Palnik Bunsena

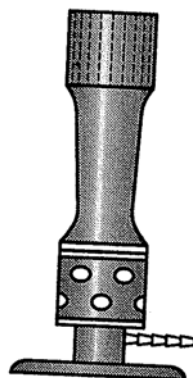


Rys. A25. Płomień palnika gazowego

Palnik Teclu (rys. A26) jest zmodyfikowanym typem palnika Bunsena, różni się jednak regulacją powietrza i gazu. Powietrze jest wpuszczane szparą znajdującą się nad krążkiem, przy dolnym brzegu kominka. Regulację dopływu gazu w palniku Teclu przeprowadza się za pomocą specjalnej śruby, wmontowanej w podstawę palnika.



Rys. A26. Palnik Teclu



Rys. A27. Palnik Meckera

Palnik Meckera (rys. A27) różni się od innych palników tym, że jego płomień jest jednolity nawet przy maksymalnym dopływie powietrza. Zimny płomień strefy wewnętrznej jest tu rozbity specjalną nasadką z niklu na szereg małych płomieni, których stożki dają wysoką temperaturę.

Zapalanie palnika gazowego wymaga pewnej wprawy i ostrożności.

Zapalając palnik należy najpierw palącą się zapalkę zbliżyć do palnika, a następnie powoli odkręcić kurek gazowy. Nie wolno postępować w kolejności odwrotnej. Przy zbyt dużym dopływie powietrza może nastąpić tzw. przeskoczenie płomienia, wtedy gaz zapala się wewnątrz palnika, przy wejściu do kominka. W takim przypadku należy natychmiast palnik zgasić, poczekać aż ostygnie, zamknąć dopływ powietrza i dopiero wtedy ponownie zapalić palnik. Częstym błędem, wynikającym z braku doświadczenia, jest zapalanie palnika przy pełnym dopływie powietrza do dyszy, na skutek tego płomień przeskakuje od razu w głąb palnika.

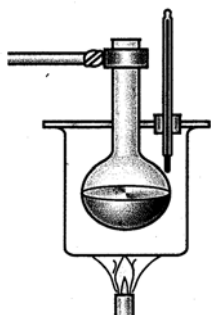
Uwaga! Nie wolno pozostawiać palących się palników bez nadzoru.

Do ogrzewania za pomocą **prądu elektrycznego** służą: maszynki elektryczne płaskie ze spiralą odkrytą lub zakrytą, czasze grzejne, grzałki, promienniki podczerwieni. Często do ogrzewania stosuje się **łaźnie**. Łaźniami nazywa się naczynia do ogrzewania pośredniego, w których wnętrzu znajduje się czynnik izolujący – przenoszący ciepło od bezpośredniego źródła do ciała ogrzewanego. Wyróżnia się łaźnie: powietrzne, wodne, parowe, olejowe, piaskowe i stopowe.

ŁAŹNIE POWIETRZNE

W łaźniach powietrznych czynnikiem ogrzewającym jest gorące powietrze. Najprostszą łaźnią powietrzną jest ogrzewana płytka izolacyjna, nad którą w pewnej odległości umieszcza się ogrzewane naczynie. Łaźnia ta nie daje możliwości utrzymania stałej temperatury.

Prostym urządzeniem jest również łaźnia powietrzna wykonana z metalowego naczynia, w którym umieszcza się ogrzewane naczynie przykryte pokrywką metalową (rys. A28). Temperaturę łaźni można kontrolować za pomocą termometru umieszczonego w pokrywce. Stosuje się również łaźnie powietrzne w postaci lejków metalowych (lejek Babo - rys. A29). Lejki te są wewnątrz wykładane materiałem izolacyjnym, który nie pozwala na bezpośrednie zetknięcie się szklanych naczyń z gorącą blachą lub płomieniem.



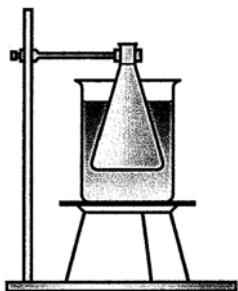
Rys. A28. Prosta łaźnia powietrzna



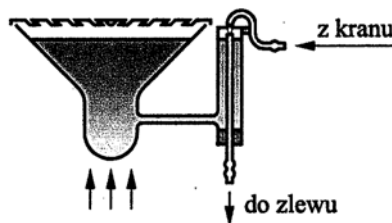
Rys. A29. Lejek Babo

ŁAŻNIE WODNE

Łaźnie wodne są najczęściej stosowanymi łaźniami w laboratorium chemicznym. Umożliwiają one ogrzewanie substancji do temperatury nie przekraczającej 100 °C. Najprostszą łaźnią wodną może być dowolne naczynie napelnione wodą, w którym zanurzone naczynie z cieczą ogrzewaną. Czynnikiem ogrzewającym jest woda, ogrzewana płomieniem gazowym, lub spiralą elektryczną (rys. A30). Łaźnie wodne firmowe są wykonane z blachy metalowej i mają regulację poziomu wody. Przykład takiej łaźni przedstawia rysunek A31.



Rys. A30. Łaźnia wodna wykonana ze zlewki



Rys. A31. Łaźnia wodna z regulacją poziomu cieczy ogrzewającej

ŁAŻNIE PAROWE

Łaźnie parowe mają podobną budowę do łaźni wodnych. Różnica polega na sposobie umieszczania naczynia ogrzewanego. W łaźni parowej naczynia nie umieszcza się w wodzie, ale nad powierzchnią wrzącej wody. Można również doprowadzić do nich parę wytwarzaną w innych urządzeniach.

ŁAŻNIE CIECZOWE

Łaźnie cieczowe są stosowane do ogrzewania substancji do temperatury powyżej 100 °C. Środkami ogrzewającymi są ciecze lub łatwo topliwe ciała stałe o wysokiej temperaturze wrzenia. Użycie oleju mineralnego umożliwia ogrzewanie do temperatury 250 °C, parafiny - ogrzanie do 150-200 °C, gliceryny - od 200 do 220 °C, oleju parafinowego - do 200 °C. Najprostszą łaźnią cieczową jest duża parownica, w której umieszcza się środek ogrzewający i zanurza naczynie z substancją ogrzewaną tak, aby poziom substancji ogrzewanej zrównał się z poziomem cieczy w łaźni. Należy uważać, żeby do ogrzewanej cieczy nie dostała się niżej wrząca ciecz, np. woda. Może to spowodować silne pienienie się zawartości łaźni. Wadą łaźni cieczowych jest ich dymienie podczas ogrzewania w wysokich temperaturach oraz kłopotliwe mycie naczyń. Po zakończeniu ogrzewania należy naczynie wyjąć z gorącej łaźni i poczekać aż olej ocieknie. Resztki cieczy usunąć z naczynia ligniną lub szmatką, a następnie przemyć odpowiednim rozpuszczalnikiem. Po użyciu łaźni glicerynowej naczynie wystarczy umyć wodą.

ŁAŻNIE PIASKOWE

Łaźnie piaskowe służą do ogrzewania substancji w temperaturach powyżej 200 °C. Są to płaskie metalowe miski napelnione czystym, drobnoziarnistym piaskiem. Naczynie z substancją ogrzewaną ustawia się na łaźni tak, aby nie dotykało dna, a ogrzewane naczynie było obsypane piaskiem. Łaźnie piaskowe nadają się, między innymi, do ogrzewania stężonego kwasu siarkowego(VI), gdyż w razie pęknięcia naczynia kwas wylewa się do piasku. Wadą łaźni piaskowych jest złe przewodnictwo cieplne piasku oraz trudność w utrzymaniu stałej temperatury.

NACZYNIA LABORATORYJNE SŁUŻĄCE DO OGRZEWANIA

Substancje należy ogrzewać w naczyniach przeznaczonych do tego celu; są to:

- probówki do ogrzewania niewielkich ilości substancji,
- zlewki o różnych pojemnościach,
- kolby stożkowe stosowane do ogrzewania przy niewielkim parowaniu cieczy,
- kolby kuliste stosowane do ogrzewania bez parowania cieczy,
- parownice stosowane do całkowitego odparowania cieczy.

Kształt i rodzaj materiału, z jakiego są wykonane te naczynia, zapewnia bezpieczne ogrzewanie, pod warunkiem stosowania odpowiedniej techniki.

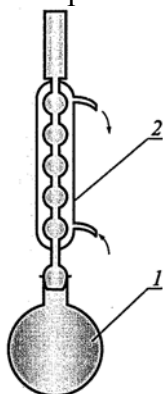
TECHNIKA PRACY

Ogrzewać należy:

- w sposób bezpieczny,
- zgodnie z wymaganiami instrukcji,
- ekonomicznie.

Na bezpieczeństwo pracy należy szczególnie zwracać uwagę przy ogrzewaniu cieczy łatwopalnych.

Ogrzewa się je w taki sposób, aby ani ciecz, ani wydobywająca się para nie miały bezpośredniego kontaktu ze źródłem ciepła, a szczególnie z płomieniem gazowym. Stosuje się więc w takich przypadkach różnego typu łaźnie, w zależności od wymaganej temperatury. Na miejsca wylotu par zakłada się chłodnice umożliwiające powrót par w postaci kroplin do ogrzewanej cieczy (chłodnica zwrotna - rys. A65c, d) oraz chłodnice umożliwiające odprowadzenie par w postaci kroplin podczas destylacji.

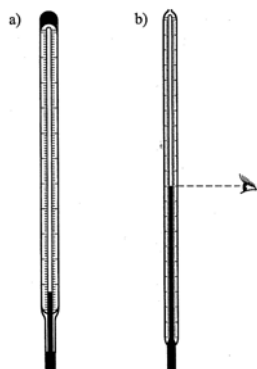


Rys. A32. Zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną: 1 - kolba, 2 - chłodnica zwrotna

Podczas ogrzewania należy pamiętać o podstawowych zasadach postępowania:

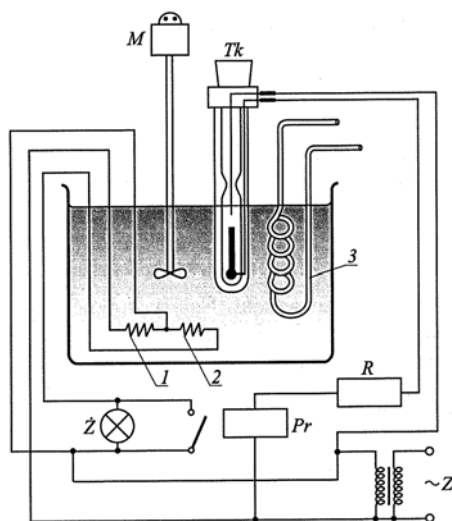
- naczynie ogrzewane musi mieć suche ścianki zewnętrzne, z wyjątkiem ogrzewania w łaźniach wodnych i parowych,
- nie wolno ogrzewać naczyń pękniętych,
- naczynie należy napełniać najwyżej w 75% jego pojemności,
- w cieczy ogrzewanej należy zanurzyć bagietkę lub wrzucić kamyki wrzenne, aby nie dopuścić do miejscowego przegrzania.

Najważniejszą umiejętnością podczas ogrzewania jest utrzymanie właściwej temperatury. W celu sprawdzenia wysokości temperatury umieszcza się w układzie termometr. Najczęściej do tego celu są stosowane termometry cieczowe (rys. A33), wypełnione rtęcią lub inną cieczą, np. alkoholem. Termometry rtęciowe mierzą temperaturę w zakresie od -35 do 380°C , natomiast zakres alkoholowych termometrów jest różny i zależy od rodzaju alkoholu, np. zaokienne termometry mają zakres od -50 do 50°C . Termometr musi być zamocowany w taki sposób, aby banieczka z cieczą wskaźnikową znajdowała się w określonej odległości od dna i ścian ogrzewanego naczynia. Termometr nie może być narażony na wstrząsy i uszkodzenia mechaniczne. Do mocowania termometru stosuje się statyw z łapą metalową.



Rys. A33. Termometry cieczowe: a) zwykły, b) bagietkowy, odczyt temperatury

Do ogrzewania przez dłuższy czas, w stałej temperaturze, są stosowane urządzenia zwane termostatami (rys. A34). Termostaty są to najczęściej łaźnie wodne, wyposażone w spirale grzejne połączone z termometrem kontaktowym. Termometr kontaktowy różni się od zwykłego termometru rtęciowego tym, że w określonej temperaturze zamyka obwód elektryczny, wywołując sygnał dźwiękowy lub świetlny. Sygnał ten wskazuje, że należy przerwać ogrzewanie. Najczęściej jest to proces automatyczny;



Rys. A34. Schemat termostatu: 1 i 2 - grzałki, 3 - chłodnica, M - mieszadło, Tk - termometr, Ż - żarówka, Pr - prostownik, R - rezystor, Z - źródło prądu

Ogrzewanie należy prowadzić ekonomicznie, czyli trzeba wybrać najtańszą metodę. Aby ocenić koszt ogrzewania, należy znać cenę nośników ciepła oraz ich zużycie.

PAMIĘTAJ!

Koszt energii cieplnej jest bardzo wysoki. Należy unikać strat energii cieplnej. Do ogrzewania należy stosować odpowiednie naczynia. Metody ogrzewania dobiera się tak, aby były bezpieczne i najtańsze.

2. Chłodzenie

Z procesem chłodzenia można się spotkać podczas:

- skraplania par przy ogrzewaniu cieczy pod chłodnicą zwrotną i w procesie destylacji,
- wydzielania kryształów substancji stałych z roztworu nasyconego na gorąco,
- utrzymywania stałej temperatury w reakcjach i procesach egzotermicznych, prowadzonych w temperaturze niższej od temperatury otoczenia.

Chłodzenie można prowadzić w sposób bezpośredni lub pośredni. Jeśli chłodzony układ styka się bezpośrednio z czynnikiem chłodzącym, to chłodzenie jest bezpośrednie, np. chłodzenie lodem dodanym do zlewki z substancją chłodzoną. W chłodzeniu pośrednim ciało chłodzone i czynnik chłodzący są oddzielone przegrodą, np. podczas oziębiania par w chłodnicy zwrotnej.

Wybór czynnika chłodzącego jest uzależniony od temperatury, do której należy układ oziębic oraz od ilości energii, którą trzeba odprowadzić w postaci ciepła. Najczęściej stosowane czynniki chłodzące to:

- zimne powietrze,
- zimna woda,
- lód.

Czynniki te są stosowane do powolnego chłodzenia do temperatury wyższej od 0 °C. Lód przeznaczony do oziębiania bezpośredniego należy otrzymać z wody destylowanej. Stosuje się go wtedy, kiedy ciecz chłodzona nie reaguje z wodą i układ można rozcieńczać. Do oziębiania pośredniego może być zastosowany lód otrzymany z wody wodociągowej, rozdrobniony i zmieszany z niewielką ilością wody. Uzyskuje się wtedy lepsze przewodnictwo cieplne. Mieszaniny oziębiające stosuje się do chłodzenia poniżej 0 °C. Są to zazwyczaj sole mineralne zmieszane z drobno potłuczonym lodem lub śniegiem. Temperatura mieszaniny oziębiającej jest stosunkowo niska, ponieważ ciepło jest pobierane na rozpuszczenie soli i stopienie lodu. Często są stosowane następujące mieszaniny:

- 100 g lodu lub śniegu i 33 g soli kamiennej - temperatura chłodzenia do -21 °C;
- lód z chlorkiem wapnia w stosunku masowym 2:3 - temperatura chłodzenia do -49 °C;

- lód lub śnieg z węglanem potasu w stosunku masowym – 100 części lodu i 65 części soli - temperatura chłodzenia do – 36 °C.

Inne mieszaniny można sporządzić na podstawie danych podanych w tabelach A5, 6, 7 i 8.

Tabela A5. Mieszaniny oziębiające - lód i dwie sole

Masa soli w g przypadająca na 100 g lodu	Temperatura chłodzenia w °C
1,4 g $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ + 10,5 g K_2SO_4	-3,1
24,5 g KCl + 4,5 g KNO_3	-11,8
55,3 g NaNO_3 + 48,0 g NH_4Cl	-17,7
12,0 g KCl + 19,4 g NH_4Cl	-18,0
62,0 g NaNO_3 + 10,7 g KNO_3	-19,4
9,6 g $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ + 69,0 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	-20,0
18,8 g NH_4Cl + 44,0 g NH_4NO_3	-22,1
12,2 g NH_4Cl + 50,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	-22,5
9,0 g KNO_3 + 74,0 g NH_4NO_3	-25,0

Tabela A6. Mieszaniny oziębiające - lód i jedna sól

Sól	Masa soli w g przypadająca na 100 g lodu	Temperatura chłodzenia w °C
$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	41	-9,0
CaCl_2	30	-11,0
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$	67,5	-11,0
KCl	30	-11,0
NH_4Cl	25	-15,8
NaNO_3	59	-18,5
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	62	-19,0
NaCl	33	-21,3
$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	82	-21,5
$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	125	-40,5
$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	143	-55,0

Tabela A7. Mieszaniny oziębiające - lód i H_2SO_4 o $C_p = 66\%$

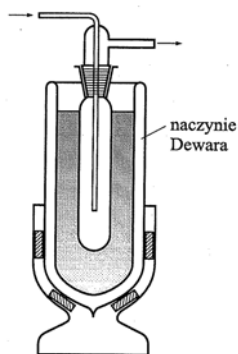
Masa kwasu w g przypadająca na 100 g lodu	8	13	25	40	72	100
Temperatura chłodzenia w °C	-16	-20	-25	-30	-35	-37

Tabela A8. Mieszaniny oziębiające - stały CO_2 i ciecz

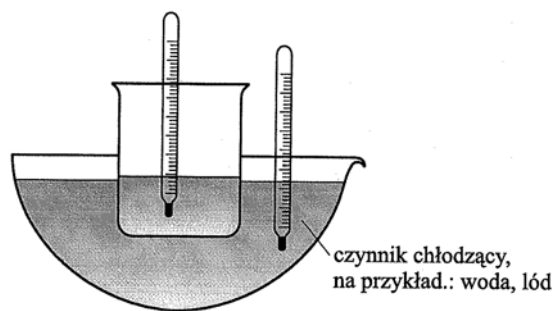
Ciecz	Temperatura chłodzenia w °C
etanol bezwodny	-72
eter dietylowy	-77
chloroform	-77
aceton	-78
metanol	-80
kwas siarkowy(VI)	-82

Mieszaniny o tak niskich temperaturach, jak podano w tabeli A8, umieszcza się w specjalnych naczyniach, tzw. naczyniach Dewara. Naczynie Dewara jest zbiornikiem szczelnie zamkniętym o podwójnych ścianach, pomiędzy których wypompowano powietrze (rys. A35).

W laboratorium chemicznym chłodzi się substancje o różnych stanach skupienia. Małe ilości cieczy można oziębiać w zlewce umieszczonej w dużej parownicy z czynnikiem chłodzącym. Temperaturę sprawdza się za pomocą dwóch termometrów - w cieczy chłodzonej i w mieszaninie chłodzącej (rys. A36).



Rys. A35. Naczynie Dewara



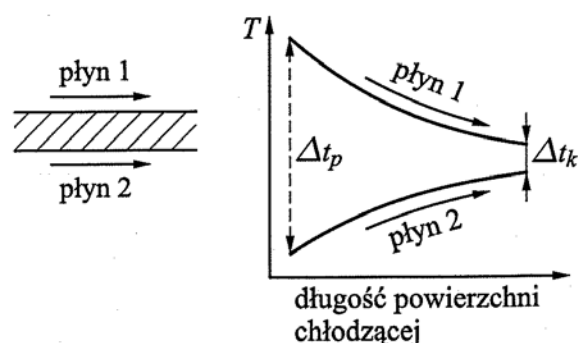
Rys. A36. Zestaw do oziębiania cieczy

Pary, uzyskane podczas ogrzewania cieczy, chłodzi się w chłodnicy zwrotnej lub Liebiga. Substancje stałe najczęściej się chłodzi w lodówkach lub zamrażarkach.

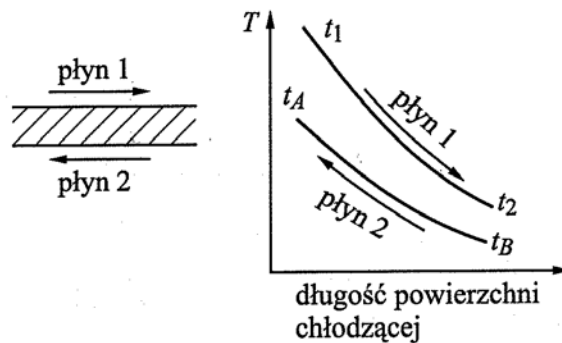
Proces oziębiania można przyspieszyć stosując:

- mieszanie układu,
- zwiększając powierzchnię chłodzenia,
- wybierając odpowiedni kierunek przepływu czynników wymieniających energię na sposób ciepła.

Wyróżnia się dwa kierunki przepływu płynów przy chłodzeniu pośrednim - współprąd i przeciwprąd. Współprąd stosuje się podczas skraplania par pod chłodnicą zwrotną (rys. A28). Pary cieczy i ciecz chłodząca przepływają wzdłuż dzielącej je ścianki w tym samym kierunku. W tym przypadku największa różnica temperatury występuje u wlotu płynów (Δt_p), a w miarę przesuwania się ku wylotowi różnica szybko maleje (Δt_k). Przeciwprąd występuje wtedy, gdy dwa płyny przepływają wzdłuż dzielącej je ścianki w kierunkach przeciwnych, np. podczas skraplania par w chłodnicy destylacyjnej. Różnice temperatur płynów na wlocie i wylocie z chłodnicy są zbliżone, ale wystarczająco duże, aby następowała dobra wymiana ciepła. Metodą tą można chłodzić płyny do niższej temperatury niż przy współprądzie.



Rys. A37. Współprądowy przepływ płynów



A38. Przeciwprądowy przepływ płynów

PAMIĘTAJ!

Podczas chłodzenia substancji należy dobierać właściwy sposób chłodzenia i odpowiedni czynnik chłodzący oraz stosować czynniki przyspieszające chłodzenie.

3. Suszenie

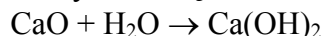
Suszeniem nazywa się proces usuwania wody lub innego rozpuszczalnika z substancji stałej, ciekłej lub gazowej. Suszenie jest jedną z najczęściej stosowanych operacji w laboratoriach chemicznych. Suszenie można przeprowadzać metodami fizycznymi oraz przy użyciu środków suszących. Do **sposobów fizycznych** suszenia należą:

- odparowywanie w temperaturze pokojowej, podwyższonej lub w próżni;
- wymrażanie, stosowane w suszeniu gazów, a polegające na obniżeniu temperatury poniżej temperatury krzepnięcia składnika usuwanego, spowodowaniu jego krzepnięcia i oddzieleniu go w postaci ciała stałego;

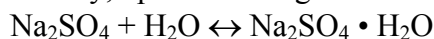
- wysalanie, stosowane m.in. przy rozdzielaniu emulsji - dodatek soli ułatwia tworzenie się kropeł cieczy, a następnie rozwarstwienie dwóch faz;
- ekstrakowanie, polegające na wytrząsaniu suszonej substancji z inną, stanowiącą lepszy rozpuszczalnik dla wody i powodującą przejście wody do fazy tego rozpuszczalnika;
- destylacja frakcyjna i azeotropowa - woda jest usuwana z wilgotnej cieczy podczas ogrzewania jej do wrzenia, w postaci jednej z frakcji lub w postaci mieszaniny wody i specjalnie dobranej składnika, tzw. mieszaniny azeotropowej o stałym składzie i stałej temperaturze wrzenia;
- adsorpcja, polegająca na powierzchniowym pochłanianiu wody przez substancje stałe o rozwiniętej powierzchni.

Środki suszące można podzielić na dwie grupy, ze względu na sposób pochłaniania wody:

- reagujące z wodą w sposób nieodwracalny i tworzące z wodą nowe związki chemiczne, np.



- reagujące z wodą w sposób odwracalny, np. sole nieorganiczne tworzące hydraty:



Środki reagujące z wodą w sposób odwracalny można łatwo regenerować. Wystarczy usunąć z nich wodę przez ogrzewanie do stałej masy w odpowiedniej temperaturze, a następnie przechowywać w szczelnie zamkniętych słojach. Zamknięcie słoików dobrze jest zalać stopioną parafiną.

Wybór sposobu suszenia substancji zależy od jej:

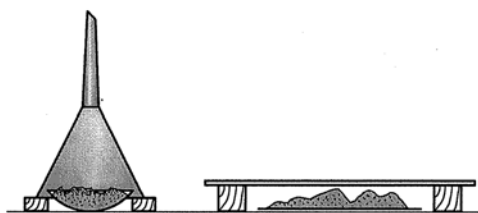
- stanu skupienia,
- składu chemicznego,
- ilości zawartej wody,
- wymaganego stopnia osuszenia.

Stopień osuszenia wyraża ilość usuniętej wilgoci z ciała suszonego. Można go podać jako ułamek całkowitej wilgoci zawartej w suszonym ciele, np. 0,5 oznacza, że połowa zawartej wilgoci została usunięta, lub można podać w procentach: $0,5 \cdot 100\% = 50\%$.

SUSZENIE SUBSTANCJI STAŁYCH

Substancje stałe można suszyć na wolnym powietrzu, w suszarkach elektrycznych i w eksykatorach.

Najprostszym sposobem jest rozsypanie substancji cienką warstwą na szkiełku zegarkowym, płytce szklanej lub na czystym białym papierze (ale nie na bibule filtracyjnej) i pozostawienie w miejscu przewiewnym. Aby nie dopuścić do zdmuchnięcia substancji, należy ją odpowiednio zabezpieczyć, najlepiej przykryć ją lejką lub bibułą, wspartą na korkach - rys. A39.

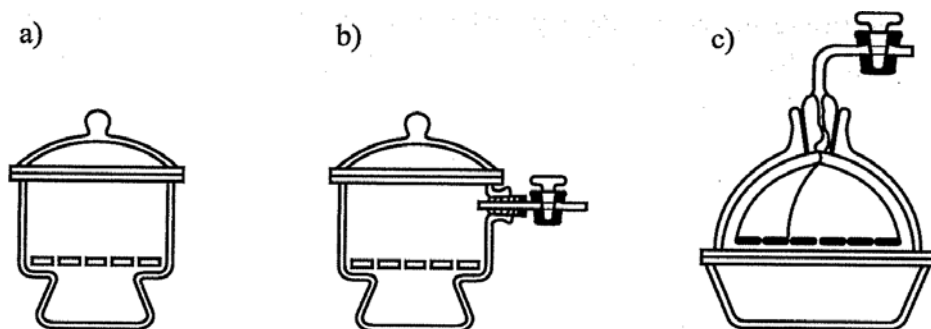


Rys. A39. Suszenie na powietrzu

Znacznie szybciej suszy się substancje w suszarkach elektrycznych. Nie wolno w nich suszyć substancji na papierze, ponieważ w przypadku wzrostu temperatury może ona ulec stopieniu i zalać papier, przesiąkając przez niego na półki suszarki, a przy znacznie wyższych temperaturach papier może ulec zwęgleniu. Suszarki są wyposażone w automatyczną regulację temperatury. Temperatura w suszarce musi być niższa od temperatury topnienia lub rozkładu suszonej substancji. W przypadku, gdy suszona substancja zawiera jeszcze znaczne ilości rozpuszczalnika, to trzeba ją suszyć w obniżonej temperaturze, aby zapobiec jej rozpuszczeniu. Do suszenia substancji higroskopijnych oraz wrażliwych na działanie tlenu lub dwutlenku węgla, zawartych w powietrzu, stosuje się eksykatory. Eksykatory są wykonane ze szkła grubościennego i zamykane doszlifowaną pokrywą. W celu uszczelnienia eksykatora szlif pokrywy smaruje się cienką warstwą wazeliny lub innego smaru, stosowanego do połączeń szlifowych. W eksykatorach jest umieszczony środek higroskopijny bezpośrednio na jego dnie lub w otwartym naczyniu. Środek suszący łącząc się z parą wodną, obniża jej zawartość w eksykatorze, przyspieszając tym samym wydzielanie pary z suszonego ciała. Szybkość suszenia substancji wzrasta w eksykatorach próżniowych. Eksykatory próżniowe są zaopatrzone w kran umieszczony w

ściance lub pokrywie, do którego podłącza się przewód próżniowy. Po wypompowaniu powietrza zamyka się kran i wyłącza pompę próżniową. Wskazane jest wyposażenie eksykatora w manometr, aby kontrolować ciśnienie podczas suszenia. Stosuje się także eksykatory, w których można ogrzewać suszone substancje. W tych urządzeniach substancję suszoną umieszcza się na dnie eksykatora, a środek suszący na specjalnym sitku w górnej jego części. Dolna część jest ogrzewana na łaźni wodnej. Stosowane najczęściej eksykatory przedstawia rysunek A40.

Eksykator próżniowy, przed usunięciem powietrza, należy zabezpieczyć przed skutkami ewentualnej implozji - różnica ciśnień pomiędzy wnętrzem naczynia a otoczeniem może spowodować pęknięcie, a następnie rozerwanie ścianek eksykatora. W tym celu można owinać go grubym ręcznikiem lub nałożyć gęstą siatkę drucianą.



Rys. A40. Eksykatory: a) zwykły, b) próżniowy, c) do suszenia w podwyższonej temperaturze

Substancje suszące stosowane w eksykatorach usuwają nie tylko parę wodną, ale pochłaniają także pary rozpuszczalników organicznych, a także substancje o charakterze kwasowym i zasadowym. Suszenie, jak wszystkie operacje, należy przeprowadzać w jak najkrótszym czasie. Czas suszenia ciał stałych zależy od:

- rodzaju związku,
- stopnia rozdrobnienia,
- grubości warstwy,
- zawartości wody lub innego usuwanego rozpuszczalnika,
- szybkości dyfuzji wilgoci z wnętrza warstwy do jej powierzchni,
- wielkości różnicy prężności pary nad substancją i w otoczeniu.

Należy więc odpowiednio przygotować substancję do suszenia oraz wybrać najskuteczniejszą metodę.

PAMIĘTAJ!

Dobre przygotowanie substancji do suszenia polega na:

- **dokładnym oddzieleniu rozpuszczalnika w procesie filtracji lub wirowania,**
- **rozsypaniu jej cienką warstwą,**
- **stworzeniu warunków do szybkiego parowania rozpuszczalnika - obniżanie prężności par w otoczeniu przez wzrost temperatury, stosowanie substancji suszących, podłączenie próżni.**

SUSZENIE CIECZY

Ciecze najczęściej się suszy przy użyciu środków suszących. Suszenie polega na bezpośrednim zetknięciu się substancji suszonej z suszącą. Substancja susząca wiąże wodę, tworząc z nią hydrat, lub adsorbuje ją na swojej powierzchni, może także tworzyć z wodą związek chemiczny. Działanie środków suszących na ciecze jest takie samo, jak w przypadku suszenia ciał stałych. Przykłady zastosowania środków suszących są podane w tabeli A9. Wybór środka suszącego zależy od wielu czynników, a szczególnie od właściwości obydwu składników układu. Dobry środek suszący powinien:

- nie reagować z substancją suszoną,
- nie katalizować rozkładu, utleniania i innych przemian wpływających na jakość składnika suszonego,
- nie rozpuszczać się w cieczy suszonej,
- suszyć szybko i efektywnie,
- być substancją taną i łatwo dostępną.

Wśród środków suszących znajdują się m.in. sita molekularne. Sita molekularne są syntetycznymi związkami nieorganicznymi, np. typu glinokrzemiany sodu, potasu, wapnia. Zbudowane są w taki sposób, że ich struktura

ma wiele regularnych kanalików, o dość ściśle określonych rozmiarach. Produkowane są sita o różnej wielkości kanalików (porów). Każdy rodzaj oznaczony jest innym symbolem, który zawiera informację o wielkości kanalików, np. 3A, 4A. Wskaźnik cyfrowy odpowiada średnicy porów i jest wyrażany w jednostkach zwanych angstromami (10^{-8} cm) oznaczanych literą A. Zasada odwadniania na sitach molekularnych opiera się na różnicy wielkości cząsteczek. Dobiera się rodzaj sita tak, aby substancja o mniejszych cząsteczkach (np. woda) została „uwięziona” w kanalikach, a cząsteczki o większych rozmiarach (substancja suszona) pozostała na zewnątrz. Po oddzieleniu granulek sita od roztworu wydzieli się z nich cząsteczki zaadsorbowane (wodę) przez ogrzanie. Następuje w ten sposób regeneracja sit molekularnych. Sita nie zmieniają swoich właściwości nawet po ogrzaniu do 300°C.

Tabela A9. Zastosowanie środków suszących

Środek suszący	Stosowany do suszenia	Nie nadaje się do suszenia	Uwagi
P ₂ O ₅	gazów obojętnych i kwasowych, acetyleny, węglowodórów i ich chlorowcopochodnych, kwasów w eksykatorach	substancji zasadowych, alkoholi, eteru, HCl, HF	rozpływa się
H ₂ SO ₄	gazów obojętnych i kwasowych	związków nienasyconych, alkoholi, substancji zasadowych, H ₂ S, HI	nie nadaje się do suszenia w próżni i w wysokiej temperaturze
wapno sodowane CaO, BaO	gazów obojętnych i zasadowych, amin, alkoholi, eteru	aldehydów, ketonów, substancji kwasowych	szczególnie dobrze nadają się do suszenia gazów
Na	eteru, węglowodórów, amin trzeciorzędowych	chlorowcopochodnych węglowodórów	—
CaCl ₂	węglowodórów, acetonu, eteru, gazów obojętnych i w eksykatorze	alkoholi, amoniaku, amin	bywa zanieczyszczony substancjami zasadowymi
CaSO ₄	uniwersalny	—	—
żel krzemionkowy	w eksykatorze	HF	pochłania resztki rozpuszczalników
sita molekularne	przepływających gazów, rozpuszczalników organicznych	węglowodórów nienasyconych	—

PAMIĘTAJ!

Podczas suszenia cieczy środkami suszącymi należy przestrzegać następujących zasad:

- stosować niewielkie ilości substancji suszącej, aby nie tracić substancji suszonej,
- wstrząsanie układu prowadzić do chwili, kiedy substancja susząca przestanie działać - stanie się wtedy sypka lub się rozplynie,
- jeżeli woda wydzieli się w postaci odrębnej fazy, to należy oddzielić ją w rozdzielaczu i ponownie dodać czynnik suszący,
- porcje czynnika suszącego dodawać tak długo, aż przestanie się on zmieniać,
- po wysuszeniu odsączyć środek suszący, dodać do układu następną porcję i pozostawić na kilka godzin.

ZADANIA:

Zad. 1. Wskaż sposoby osuszenia następujących substancji:

- 96-procentowego alkoholu etylowego,
- benzenu,
- chlorku kobaltu(II) uwodnionego,
- uwodnionego chlorku wapnia w eksykatorze.

Zad. 2. Opisz kolejność czynności podczas zapalania palnika gazowego.

Zad. 3. Przedstaw zastosowanie termostatu.

Zad. 4. Przedstaw skład mieszaniny oziębiającej do temperatury: a) – 9°C, b) – 25°C.