

Температурой затвердевания называют температуру, при которой вещество переходит из жидкого состояния в твердое при охлаждении. Для определения температуры затвердевания используют две методики.

Методика 1. В сухую внутреннюю пробирку прибора 1 (рис. 1) помещают достаточное количество (около 10 г) испытуемого вещества, находящегося в жидком состоянии (твердое вещество предварительно расплавляют при температуре не выше 20°C ожидаемой температуры затвердевания) и укрепляют таким образом, чтобы ртутный шарик находился посередине слоя испытуемого вещества. Затем внутреннюю пробирку с испытуемым веществом помещают во внешнюю пробирку и, при быстром охлаждении, определяют приблизительную температуру затвердевания. После этого внешнюю пробирку вместе с внутренней помещают на водяную баню с температурой на 5°C выше приблизительно определенной температуры затвердевания до полного расплавления испытуемого вещества. Затем заполняют стакан водой или насыщенным раствором натрия хлорида с температурой на 5°C ниже ожидаемой температуры затвердевания. Внешнюю пробирку вместе с внутренней помещают в стакан. При постоянном перемешивании испытуемого вещества отмечают температуру каждые 30 с. Вначале происходит постепенное понижение температуры, затем при появлении твердой фазы, она остается некоторое время постоянной или повышается перед тем, как стать постоянной (в этот момент прекращают перемешивание), а затем снова падает. Отмечают наиболее высокую температуру, остающуюся короткое время постоянной при переходе вещества из жидкого состояния в твердое. Эту температуру и принимают за температуру затвердевания.

Если вещество остается жидким при ожидаемой температуре затвердевания, его охлаждают на $1 - 2^{\circ}\text{C}$ ниже ожидаемой температуры затвердевания и вызывают затвердевание введением малых количеств (нескольких кристаллов) испытуемого вещества или потиранием стенок внутренней пробирки термометром.

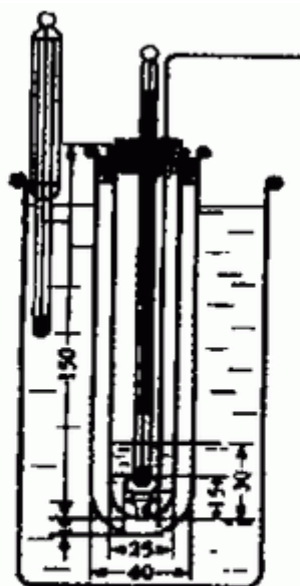


Рисунок 1. Прибор для определения температуры затвердевания

Размеры указаны в мм

Прибор 1. Прибор (рис.1) состоит из толстостенной пробирки с внутренним диаметром около 25 мм и длиной около 150 мм, помещенной внутри другой пробирки диаметром около 40 мм и

длиной около 160 мм. Внутренняя пробирка закрыта пробкой, снабженной термометром длиной около 175 мм с ценой деления $0,2^{\circ}\text{C}$, который закреплен таким образом, чтобы ртутный шарик находился на расстоянии около 15 мм от дна пробирки. Во внутренней пробирке имеется отверстие, через которое проходит вал мешалки, изготовленный из стеклянного стержня или другого подходящего материала, согнутый на конце под прямым углом в виде петли, внешний диаметр которой около 18 мм. Внутреннюю пробирку вместе с внешней пробиркой размещают в центре стакана вместимостью 1 л, содержащего подходящую охлаждающую жидкость, уровень которой находится на расстоянии около 20 мм. Охлаждающая баня также должна быть снабжена термометром.

Методика 2. Для твердых веществ, имеющих высокую температуру затвердевания с диапазоном от $+30$ до $+100^{\circ}\text{C}$ (парафины и высокоплавкие кристаллические вещества).

Испытуемое вещество, расплавленное на водяной бане или в термостате при температуре на $15 - 20^{\circ}\text{C}$ выше ожидаемой температуры затвердевания, тщательно перемешивают и заливают в подогретый прибор 2 (рис.2) на $3/4$ его высоты. Температура испытуемого вещества после помещения в прибор должна превышать ожидаемую температуру затвердевания не менее чем на 8°C . В отверстие прибора вставляют термометр на пробке по оси прибора так, чтобы ртутный шарик термометра находился приблизительно на половине высоты слоя расплавленного вещества. Оставляют прибор до достижения температуры на $3 - 4^{\circ}\text{C}$ выше температуры затвердевания. По достижении этой температуры записывают температуру через каждую минуту. Сначала температура понижается быстро. Затем понижение замедляется, и температура в течение нескольких минут сохраняется постоянной или снижается очень медленно. После этого температура снова быстро понижается. За температуру затвердевания вещества принимают то показание термометра, при котором температура оставалась постоянной или снижалась наиболее медленно.

Рассчитывают среднее арифметическое трех определений. Расхождение между определениями не должно превышать $0,2^{\circ}\text{C}$.

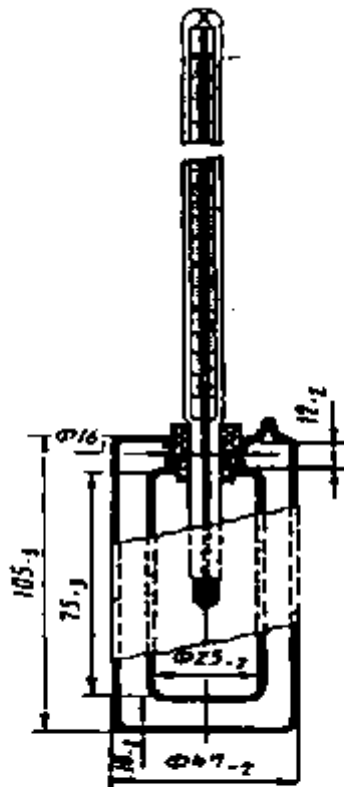


Рисунок 2. Прибор Жукова.

Размеры указаны в мм

Прибор 2 (прибор Жукова) - дьюаровский сосуд из прозрачного стекла (рис. 2). Снабжен пробкой, в которой укреплен термометр с диапазоном температур от +30 до +100°C и ценой деления 0,2°C.