

Міністерство освіти і науки України
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ОДЕСЬКА ПОЛІТЕХНІКА"
Інститут хімічних технологій та фармацевтики

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до лабораторних занять з курсу
"Загальна хімічна технологія"
для здобувачів вищої освіти за спеціальністю
161 – Хімічні технології та інженерія

Затверджено на засіданні кафедри ХТ
Протокол № 1 від 29.08.2022 р.

Одеса: ОП, 2022

Методичні вказівки до лабораторних занять з курсу "Загальна хімічна технологія" для здобувачів вищої освіти за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія / Уклад.: Л.В. Іванченко, В.Я. Кожухар, І.В. Шаповал; Нац. ун-т "Одеська політехніка". – Одеса, 2022. – 32 с.

Укладачі: Іванченко Л.В., к.т.н, доцент,
Кожухар В.Я., д.т.н., професор,
Шаповал І.В.

Л.В. Іванченко, В.Я. Кожухар, І.В. Шаповал. Методичні вказівки до лабораторних занять з курсу "Загальна хімічна технологія". В методичних вказівках наведено теоретичне обґрунтування, методики виконання лабораторних робіт та порядок оброблення отриманих експериментальних даних. Наведено вимоги до протоколів лабораторних робіт та основні положення техніки безпеки в лабораторії. Методичні вказівки призначено для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія

ЗМІСТ

1 ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ ПРОЦЕСИ	3
1.1 Загальні відомості	3
1.2 Експериментальна частина.....	5
1.3 Оброблення результатів експерименту.....	6
1.4 Контрольні питання	7
2 МЕТОДИ ВИМІРЮВАННЯ ГУСТИНИ.....	7
2.1 Ареометричний метод	8
2.2 Пікнометричний метод визначення густини	9
2.3 Метод гідростатичного зважування.....	9
2.4 Експериментальна частина.....	10
2.5 Контрольні питання	14
3 ТЕХНІЧНИЙ АНАЛІЗ ВОДИ	15
3.1 Визначення карбонатної жорсткості	15
3.2 Визначення загальної і некарбонатної (постійної) жорсткості	16
3.3 Визначення окисності води	17
3.4 Контрольні питання	17
4 НЕЙТРАЛІЗАЦІЯ СТОКІВ	18
4.1 Методика виконання роботи	18
4.2 Експериментальна частина.....	19
4.3 Контрольні питання	20
5 Калібрування витратомірів	21
5.1 Теоретична частина	21
5.2 Експериментальна частина.....	24
5.3 Оброблення результатів.....	26
5.4 Контрольні питання	28
6 ТЕХНІЧНИЙ АНАЛІЗ КАРБОНАТНИХ СИСТЕМ	29
6.1 Теоретичне обґрунтування	29
6.2 Методика дослідження і оброблення результатів	29
6.3 Порядок проведення експерименту	30
6.4 Контрольні питання	31
ЗАГАЛЬНІ ПИТАННЯ	31
Вимоги техніки безпеки	31
Вимоги до звіту.....	32
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	32

1 ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ ПРОЦЕСИ

1.1 Загальні відомості

Електрохімічними називають процеси, які пов'язані з перетворенням електричної енергії в хімічну та навпаки. Хімічна енергія перетворюється в електричну, наприклад, в акумуляторах. Електрична енергія перетворюється в хімічну в процесі електролізу розчинів та розплавів, що широко використовується в хімічній, металургійній, металооброблювальній та інших галузях промисловості. За допомогою електролізу водяних розчинів одержують кисень, водень, хлор, луи, перхлорати, персульфати, гіпохлорити, перекис водню, мідь, нікель, цинк і т.д. Електроліз розплавів – це один з основних процесів у виробництві алюмінію, мангану, кальцію, натрію та інших металів, які не можливо виділити з водяних розчинів іншим шляхом.

Нижче розглянуто електролітичний процес нанесення покриттів міді (нікелю або хрому) на деталі для захисту від корозії, надання зовнішнього вигляду та інше.

Підвищення віку служби машин та апаратів має велике значення. В останні роки гальванотехніка набуває все більшого практичного значення в процесах будування машин, апаратів, приладів, у виробництві різних металевих виробів. Металеві покриття використовуються не тільки для захисту апаратів чи деталей від корозії та механічного зносу, але і для надання поверхні виробу естетичного вигляду або різних підвищених фізичних властивостей: електропровідності, жаростійкості, антифрикційності і т.п. Гальванотехніка розглядає питання, пов'язані з одержанням відкладень металів на поверхні металевих та неметалевих виробів, і підрозділяється на два основних розділи: гальваностегію та гальванопластику.

Під **гальваностегією** розуміють нанесення на поверхню металів порівняно тонких (тисячні та соті частки мм) металевих покриттів з забезпеченням максимально міцного зчеплення їх з основою.

Гальванопластиком являється одержання точних металевих копій, відтворюючих усі деталі рельєфу оригіналу.

Гальванотехніка ґрунтується на процесі електролізу. Широко вживаються водні розчини солей, кислот та лугів. Під час виготовлення електролітів використовують солі, які містять йони металів міді, нікелю, цинку, стибію, заліза, срібла, золота, хрому та деяких інших.

Як відомо, у разі занурення металу в електроліт виникає стрибок потенціалу між металом і електролітом, названий електродним потенціалом даного металу, який вимірюється у вольтах. Послідовно розташовані метали за величиною їх електродних потенціалів в стандартному розчині електроліту утворюють ряд, який носить назву електрохімічного ряду напруги (табл. 1.1).

Під час захисту залізвуглецевих сплавів від корозійного впливу покриттями з інших металів треба керуватися положенням цих металів в ряду напруги. За засобом нанесення покриття розділяються на анодні, катодні та оксидні.

Якщо будь-який метал покрити більш електронегативним покриттям, то в випадку корозії воно буде руйнуватися (ставши анодом), тоді як основний метал виробу стане катодом, і тим самим його буде збережено від корозії. Покриття більш електронегативним металом має назву анодного.

Покриття електропозитивним металом (катодне покриття) може забезпечити тільки механічний захист, тобто шар осажденного металу буде добре уберігати основу тільки до того часу, поки він не буде порушений. За відношенням до заліза катодними будуть покриття з нікелю, олова, свинцю, міді, срібла.

До оксидних покриттів відноситься воронування сталі, анодування алюмінію та його сплавів, оксидування цинку та магнієвих сплавів. Відносна простота технологічних процесів та висока продуктивність сприяють широкому застосуванню методів захисту металів оксидними плівками.

Таблиця 1.1 – Електрохімічний ряд напруги

Метал	Йони у розчині	Нормальний потенціал, В	Метал	Йони у розчині	Нормальний потенціал, В
Калій	K^+	- 2,92	Олово	Sn^{2+}	- 0,14
Натрій	Na^+	- 2,71	Свинець	Pb^{2+}	- 0,13
Алюміній	Al^{3+}	- 1,66	Водень	H^+	0,00
Магній	Mg^{2+}	- 2,67	Сурма	Sb^{3+}	+ 0,20
Цинк	Zn^{2+}	- 0,76	Миш'як	As^{3+}	+ 0,30
Хром	Cr^{3+}	- 0,55	Мідь	Cu^{2+}	+ 0,34
Залізо	Fe^{2+}	- 0,44	Срібло	Ag^+	+ 0,808
Кадмій	Cd^{2+}	- 0,40	Ртуть	Hg^{2+}	+ 0,86
Кобальт	Co^{2+}	- 0,277	Золото	Au^+	+ 1,68
Нікель	Ni^{2+}	- 0,25			

Особливо широке розповсюдження за останні роки отримало електролітичне хромування, яке дає змогу одержати хромуючі покриття з дзеркальним блиском прямо із електролітичної ванни без додаткового оброблення (полірування). Покриття відрізняються високою хімічною стійкістю, більшою твердістю та зносостійкістю. Зовнішній вид зберігається за підвищеної температури (450...500 °С).

Оскільки хромуючі покриття дуже пористі, то навіть у товстих шарах не забезпечують надійний захист заліза від корозії, незважаючи на свою високу хімічну стійкість. Їх наносять на вироби після покриття поверхні проміжними шарами інших металів, наприклад, міді, нікелю або з використанням чотиришарового покриття Ni – Cu – Ni – Cr.

Властивість покриття зазвичай залежить від умов осадження: складу та концентрації електроліту, наявності домішок, щільності струму, температури, часу і т.д. Підвищення температури електроліту дає змогу застосувати вищі щільності струму і тим самим збільшувати швидкість нарощування покриття, але в той же час приводить до зниження виходу за струмом.

Важливе значення має підготовлення поверхні виробу. Від ступеня хімічної чистоти поверхні метала залежить якість та властивості осадженого металевого покриття, міцність його зчеплення з основним металом, пористість і зовнішній вигляд. Тому до нанесення гальванічних покриттів у цехах застосовують такі методи механічного оброблення: шліфування та полірування, крацування – оброблення дротяними щітками, галтівка – оброблення піском або дробом (у спеціальних барабанах).

Хімічне оброблення складається з такого:

1. Шліфування поверхні виробу – проводиться наждаком, кварцовою мукою, крокусом (роздрібнений ферум оксид) тонкого помелу, а для м'яких металів – порошкоподібним трепелом або крейдою.

2. Знежирювання – здійснюється в процесі промивання металу розчинником (бензин, спирт, трихлоретилен), а потім водою.

3. Травлення зразка в розведеній кислоті (10...15 % H_2SO_4) для отримання однорідної поверхні виробу з наступним промиванням водою.

4. Декапірування – відбувається перед безпосереднім зануренням зразка в електролітичну ванну для розчину тонких оксидних плівок, мінливості та плям. Такі нашарування, часто непомітні оку, утворюються тільки в тому випадку коли зразки після їх травлення залишаються хоча б ненадовго на повітрі вологими. З метою декапірування, вироби промивають у розведеній хлоридній кислоті (1 : 15), а потім водою.

Основним обладнанням є електролітичні ванни, їх виготовляють у виді прямокутних резервуарів, зварених з листової сталі, або вироблених з кераміки, фарфору, фаоліту, емалі (та дерев'яні – для слабокислих електролітів). Розміри ванн залежать від кількості і величини виробів, що покриваються.

В процесі нанесення гальванічних покриттів намагаються отримати дрібнокристалічні щільні, гладкі та світлі осади, досить тверді, рівномірні за товщиною, не крихкі, що мають міцне зчеплення з основним металом, який покривають.

Покриття сталі та чавуну міддю відноситься до катодних покриттів. Їх впроваджують для економії нікелю у разі нікелювання та хромування. При цьому досягають кращого зчеплення між основним металом і металом покриття та зменшують шкідливий вплив водню. Електроосадження міді проводять з електролітів двох типів: кислого та лужного (ціаністого).

Найпоширенішим електролітом є розчин, що містить: купрум сульфат (CuSO_4) 240...260 г/л, сульфатну кислоту (H_2SO_4) 50...70 г/л. Щільність струму від 2 до 10 А/дм², температура 20...25 °С.

Осадження металів з розчинів електролітів ґрунтується на процесах електролізу, кількісні співвідношення підпорядковуються законам Фарадея [1]. Під час проходження постійного електричного струму через розчин електроліту (у випадку міднення це суміш розчинів CuSO_4 та H_2SO_4) на катоді відбуваються процеси електрохімічного відновлення міді:



В якості другого електроду – аноду використовують мідні пластини, і тому на аноді проходить процес електрохімічного окиснення міді:



У разі використання вугільних анодів можливе виділення кисню внаслідок розрядження гідроксиду:



1.2 Експериментальна частина

Мета роботи – одержати одношарові покриття міді за вказаний перебіг часу; визначити товщину покриття та вихід за струмом.

Порядок проведення роботи.

1. Підготувати зразок до іспитів – старанно обробити металеву пластину (очистити, промити, знежирити та висушити у сушильній шафі).

2. Визначити розміри пластини (см): l – довжину, h – ширину.

3. Визначити вагу пластини m_1 (г) з точністю до четвертого знаку;

4. Розрахувати потрібну силу струму за формулою:

$$I = D_k \cdot S , \quad (1.5)$$

де D_k – катодна щільність струму, рівна 2 А/дм² (0,02 А/см²);

S – загальна площа пластини.

Оскільки покриваються дві поверхні пластини, тому загальна площа її подвійна. Також умовно не враховується площа торців, бо пластини дуже тонкі. Тому площу пластини розраховуємо за формулою:

$$S = 2 \cdot l \cdot h . \quad (1.6)$$

5. Після декапірування встановити пластину (катод) у електролітичну ванну; зібрати електричну схему та заповнити ванну електролітом. Схема лабораторної установки наведена на рис. 1.1.

Установка включає: джерело постійного струму (газотвірний або селеновий випрямляч) – 1; електролітичну ванну – 2; реостат для встановлення потрібної сили струму у ванні – 3; аноди – 4 та катод – 5; амперметр – 6 та вольтметр – 7.

6. Після перевірення схеми викладачем увімкнути постійний струм для проведення процесу у заданому перебігу часу (від 20 до 50 хвилин). Величину струму регулюють реостатом, напругу – випрямлячем.

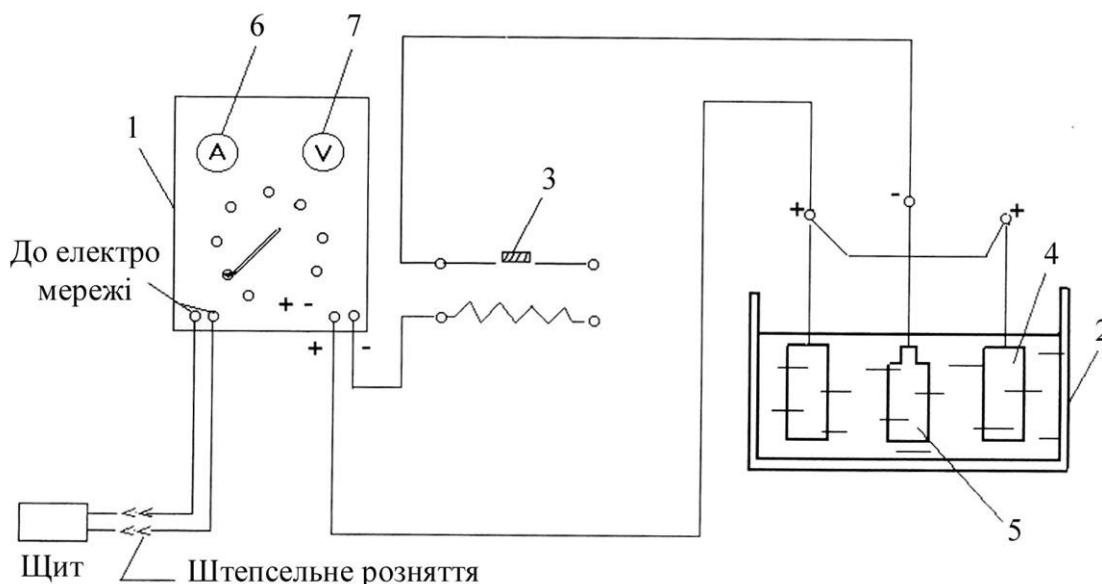


Рис. 1.1 – Схема установки для міднення

7. Після закінчення процесу установку вимикають, катод (зразок) виймають, промивають проточною, а потім дистильованою водою, сушать за температури 60 °С до постійної ваги. Висушену пластину зважують на аналітичних вагах з точністю до четвертого знаку (m_2).

1.3 Оброблення результатів експерименту

1. Розраховують практичну масу покриття пластини (приріст маси пластини протягом експерименту) за формулою:

$$m_{\text{прак}} = m_2 - m_1, \quad (1.7)$$

де m_1 – маса пластини до експерименту, г;

m_2 – маса пластини після експерименту, г.

2. Розраховують товщину покриття (мкм) за формулою:

$$\delta = \frac{m_{\text{прак}} \cdot 10000}{\rho_{\text{Cu}} \cdot S}, \quad (1.8)$$

де ρ_{Cu} – густина міді; $\rho_{\text{Cu}} = 8,93 \text{ г/см}^3$.

3. Визначають теоретичну масу осадженої міді у відповідності з законом Фарадея:

$$m_{\text{теор}} = \frac{I \cdot \tau \cdot c_e}{F}, \quad (1.9)$$

де I – сила струму (А), розрахована за формулою (1.5);

τ – тривалість дослідження, год.;

c_e – еквівалентна маса міді; $c_e = \frac{M_{\text{Cu}}}{2}$;

M_{Cu} – молекулярна маса міді, г;

F – число Фарадея (кількість електрики, потрібної для одержання на катоді 1 г – еkv. речовини); $F = 26,8 \text{ А / год}$.

4. Розраховують вихід за струмом.

Вихід за струмом (η) – це відношення кількості практично осадженої міді до теоретичної її кількості, виражене в процентах:

$$\eta = \frac{m_{\text{прак}}}{m_{\text{теор}}} \cdot 100. \quad (1.10)$$

1.4 Контрольні питання

1. Види електрохімічних покриттів та їх використання.
2. Теоретичні основи процесу, що відбувається на катоді.
3. Ряд напруги. Поняття стандартного електродного потенціалу.
4. Розглянути методику виконання роботи та розрахунків.

Вимоги до звіту та основні положення техніки безпеки дивись у розділі "Загальні питання".

2 МЕТОДИ ВИМІРЮВАННЯ ГУСТИНИ

У хімічній промисловості мають справу з великою кількістю різноманітних складних розчинів – напівпродуктів, конденсатів, стоків та інше. Виникає необхідність визначити деякі характеристики вихідних речовин або проміжних чи кінцевих продуктів технологічних процесів. Це можуть бути гази, розчини або тверді компоненти. На виробництвах, як правило, поточні аналізи виконують приладами. Але в лабораторних умовах користуються класичними стандартними та специфічними методами аналізу.

Частіше за все треба вимірювати густину рідин, жорсткість води, концентрацію окремих розчинів, витрату газових потоків, тощо.

Густина ρ є однією з фізичних констант, що характеризують індивідуальну чисту речовину.

Для однорідної речовини ρ визначається її масою в одиниці об'єму. Густина неоднорідних речовин є межа відношення маси до об'єму, коли об'єм стягується до точки, в якій визначається густина.

Відношення густини двох речовин за певних стандартних фізичних умов називається відносною густиною: для рідких і твердих речовин вона зазвичай визначається за відношенням до густини дистильованої води за 4 °С, для газів – за відношенням до густини сухого повітря або водню за нормальних умов. Середня густина тіла ρ визначається відношенням маси тіла m до його об'єму V , тобто:

$$\rho = \frac{m}{V}. \quad (2.1)$$

Одиницею густини є кг/м³ або г/см³. На практиці використовуються також позасистемні одиниці густини: г/л, т/м³ та інші.

Діапазон значень густини природних тіл і середовищ виключно широкий. Так, густина міжзоряного середовища не перевищує 10⁻²¹ кг/м³, Землі – 5520 кг/м³, найбільша густина металів 22500 кг/м³ (осмій), густина речовини атомних ядер 10¹⁷ кг/м³, густина нейтронних зірок може досягати 10²⁰ кг/м³.

Для пористих сипучих тіл розрізняють істинну густину (її визначають без урахування порот, що є в тілі) і уявну густину (відношення маси тіла до всього об'єму, що займається).

Густина, як правило, меншає зі зростанням температури (внаслідок теплового розширення тіл) і збільшується з підвищенням тиску. Аномально поведуться, наприклад, вода, чавун, аморфний кварц. Так, у води густина має максимальне значення за 4 °С і меншає як з підвищенням, так і з пониженням температури.

В процесі агрегатних перетворень речовин густина змінюється стрибком, причому у разі переходу з рідкого стану в тверде густина зазвичай росте, однак у води, наприклад, вона під час затвердження меншає. Значення густини (кг/м³) деяких речовин і матеріалів, що широко використовуються, наведено в табл. 2.1.

Таблиця 2.1 – Густина речовин і матеріалів

Гази		Рідини		Тверді речовини	
Водень Н ₂	0,090	Водень (– 240 °С)	43,2	Пробка	240
Гелій Не	0,178	Кисень (– 200 °С)	122,5	Парафін	890
Метан СН ₄	0,717	Етиловий спирт С ₂ Н ₅ ОН	789,4	Лід	900
Аміак NH ₃	0,771	Вода Н ₂ О	998,2	Текстоліт	1350
Азот N ₂	1,251	СН ₃ СООН	1049,0	Бетон	2150
Повітря (сухе)	1,293	Гліцерин	1260,0	Граніт	2600
Кисень O ₂	1,429	ННО ₃	1510,0	Алюміній	2700
Карбон(IV) оксид СО ₂	1,977	Н ₂ SO ₄	1840,0	Олово	5850
Сульфур(IV) оксид SO ₂	2,927	Ртуть	13546	Сталь	7750
Хлор Cl ₂	3,214			Залізо	7874
Ксенон Хе	5,851			Свинець	11340
Радон Rn	9,730			Вольфрам	19300
				Платина	21450
За t = 20 °С і p = 101300 Па		За t = 20 °С і 98066 Па		За t = 20 °С і p = 98066 Па (середні значення густини)	

Для вимірювання густини речовин застосовують ареометри, пікнометри, гідростатичне зважування (ваги Вестфала).

Інші методи визначення густини ґрунтуються на зв'язку густини з параметрами стану речовини або із залежністю процесів, що відбуваються у речовині, від її густини. Так, густина ідеального газу може бути обчислена за рівнянням стану:

$$\rho = \frac{P \cdot M}{R \cdot T}, \quad (2.2)$$

де P – тиск газу;

M – молярна маса газу;

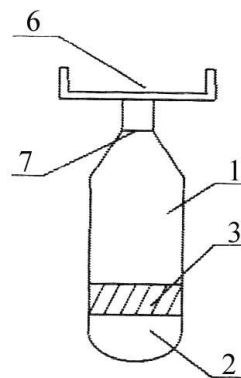
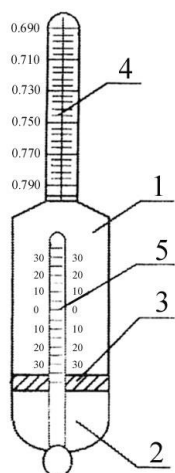
R – універсальна газова стала;

T – абсолютна температура або визначена, наприклад, за швидкістю поширення в газі ультразвуку.

2.1 Ареометричний метод

Застосування ареометра, приладу для вимірювання густини рідин і твердих тіл, дає змогу швидко і з достатньою точністю провести вимірювання. Дія ареометра ґрунтується на законі Архімеда (вага рідини, витісненої плаваючим тілом, рівна вазі зануреної частини тіла): за глибиною занурення ареометра і його вазі визначають густину рідини, що досліджується. Відомі ареометри двох типів – сталої ваги та сталої об'єму (рис. 2.1 та 2.2).

Більш поширеними є ареометри сталої ваги – денсіметри, шкали яких градууються в одиницях густини (г/см³), а у разі вимірювання концентрації розчинів – у % за об'ємом або за масою (це спиртоміри, лактоденсіметри, цукроміри і т.д.).



1 – порожнистий корпус; 2 – баласт; 3 – зв’язуюча речовина; 4 – шкала густини; 5 – шкала температури; 6 – тарілка для гир; 7 – кільцева мітка.

Рис. 2.1 – Денсіметр (скляний) сталої ваги Рис. 2.2 – Денсіметр сталого об’єму

Густина (концентрація) відлічується безпосередньо шкалою. Ціна поділу шкали еталонних денсіметрів становить 0,0001 і 0,0005 г/см³, у робочих (залежно від меж вимірювання) – від 0,0005 до 0,02 г/см³, у випадку визначенні концентрації – від 0,1 до 2 %.

У разі вимірювання густини ареометром сталого об’єму (рис. 2.2) залишається незмінним об’єм навантаженої частини приладу, що досягається зміною ваги ареометра. Густина визначається за масою гир, знятих або доданих для того, щоб ареометр навантажився до мітки, що вказує об’єм витісненої рідини.

Густину твердих тіл вимірюють ареометрами сталого об’єму з додатковою тарілкою, приєднаною до корпусу ареометра знизу.

2.2 Пікнометричний метод визначення густини

Пікнометри – скляні судини спеціальної форми і певної місткості застосовують для вимірювання густини речовини в газоподібному, рідкому, твердому станах.

Густину твердих речовин визначають, занурюючи їх в пікнометр з рідиною, в якій ці речовини не розчиняються. Для вимірювання густини газів застосовують пікнометри спеціальної форми (шароподібні).

Основні переваги пікнометричного методу визначення густини:

- висока точність вимірювання (до 10⁻⁵ г/см³);
- можливість використання малих кількостей речовини (0,5...100 см³);
- мала площа вільної поверхні рідини в пікнометрі, що практично виключає випарування рідини і поглинання вологи з повітря;
- роздільне проведення операцій підтримання постійної температури в термостаті і подальшого зважування.

2.3 Метод гідростатичного зважування

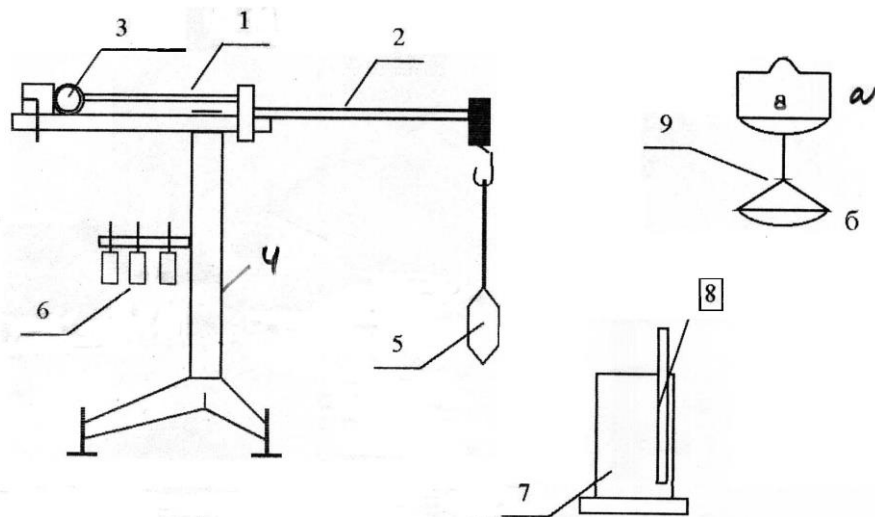
Гідростатичне зважування, як метод визначення густини рідин і твердих тіл, ґрунтується на законі Архімеда.

Густину твердого тіла визначають його двократним зважуванням спочатку в повітрі, а потім в рідині, густина якої відома (зазвичай в дистильованій воді): під час першого зважування визначається маса тіла, за різницею результатів обох зважувань – його об’єм.

У разі вимірювання густини рідини проводять зважування в ній якого-небудь тіла (зазвичай скляного поплавця), маса і об'єм якого відомі.

Залежно від необхідної точності, зважування проводять на технічній, аналітичній або зразковій вазі. У разі масових вимірювань застосовують менш точні, але більш швидкі пристрої – спеціальні гідростатичні ваги (вага Вестфала).

Гідростатичні ваги уявляють собою ваги з нерівноплічним важелем (рис. 2.3). Під час визначення густини рідин в судину з рідиною, що досліджується, занурюють поплавець і врівноважують вагу гирями-рейтерами. Під час визначення густини твердих тіл замість поплавця підвішують подвійну чашку, нижню частину якої занурюють в дистильовану воду відомої густини (її значення знаходять за таблицею залежності густини води від температури).



1 – коромисло; 2 – шкала; 3 – нерухома противага; 4 – шкала показника рівноваги; 5 – скляний поплавець; 6 – гирі-рейтери; 7 – судина з рідиною; 8 – термометр; 9 – подвійна чашка (а – верхня латунна, б – нижня скляна з алюмінію).

Рис. 2.3 – Гідростатичні ваги

Густину твердого тіла визначають за двома лічильниками: під час приміщення тіла на верхню і на нижню частину. Межі вимірювання ваги $0,2 \div 2 \text{ г/см}^3$, гранична похибка показання ($\pm 0,0005 \text{ г/см}^3$).

Безперервне (або періодичне) вимірювання густини речовин в процесах їх виробництва або перероблення здійснюється густиномірами, встановленими безпосередньо в технологічних лініях або виробничих агрегатах. За принципом дії гістиноміри для вимірювання густини рідин діляться на групи: поплавцеві, вагові, гідростатичні, вібраційні, радіоізотопні, ультразвукові. Три останніх типи приладів можуть бути застосовані для визначення густини твердих і газоподібних речовин.

2.4 Експериментальна частина

Мета роботи – практичне ознайомлення здобувачів з методами вимірювання густини речовин у різному стані. Завдання можуть бути обрані викладачем згідно тематики:

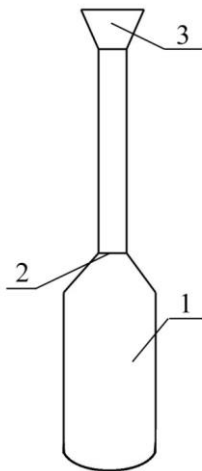
- вимірювання густини газоподібних, рідких і твердих речовин;
- визначення істинної густини твердих речовин;
- визначення насипної (об'ємної) густини;
- визначення концентрації речовин в розчинах за їх густиною.

Нижче наведені приклади використання деяких найбільш поширених у практиці методів вимірювання густини.

2.4.1 Вимірювання густини твердих речовин

Для великої кількості твердих зернистих тіл характерна пориста будова, тобто наявність в гранулах каналів і пустот різного розміру і форми, які надзвичайно сильно змінюють внутрішню поверхню гранул. У залежності від характеру пористої структури, форми і розміру часток міняється і густина одиниці об'єму зернистого матеріалу. Розрізняють істинну, уявну і насипну (об'ємну) густину.

2.4.1.1 Визначення істинної густини. Під істинною густиною розуміють масу одиниці об'єму твердого матеріалу без урахування об'єму пір. З усіх відомих способів визначення істинної густини найбільш поширений пікнометричний метод. Пікнометрами називаються калібровані судини місткістю 1...100 см³ різноманітної форми, точний об'єм яких може бути легко визначений зважуванням з водою (рис. 2.4).



1 – балон пікнометру; 2 – риска; 3 – конус; 4 – штатив; 5 – мірна посудина.

Рис. 2.4 – Пікнометр

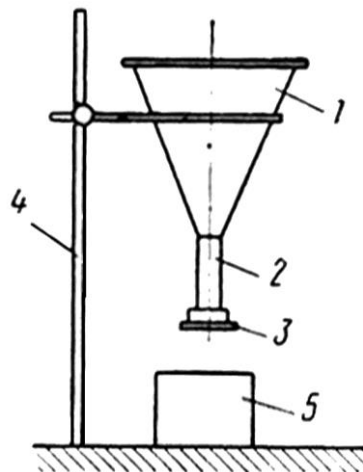


Рис. 2.5 – Прилад для визначення насипної густини

Для визначення істинної густини твердого матеріалу ретельно вимитий і висушений пікнометр заповнюють рідиною і витримують у термостаті за температури 20 °С протягом 30 хв. Після закінчення цього часу перевіряють рівень рідини в пікнометрі з міткою, ретельно витирають фільтруючим папером внутрішню поверхню пікнометру вище за мітку і всю зовнішню поверхню, потім закривають пробкою і зважують разом з нею. Засипають через воронку зразок матеріалу в такій кількості, щоб дно пікнометру було покрито шаром товщиною в 1...2 зерна. Закривають пробкою і зважуванням визначають наважку зразка. Потім наважку заливають рідиною (до половини широкої частини пікнометру), у відкритому вигляді ставлять в термостат за 80...90 °С і витримують за цих умов приблизно 1 годину, стежачи за тим, щоб зразок був весь час покритий рідиною. Під час кипіння рідини повітря, що заповнює пори матеріалу, виділяється і вони заповнюються рідиною.

Можна виділити повітря з порошкоподібного матеріалу, якщо витримати відкритий пікнометр під вакуумом в ексікаторі (з ексікатора повітря відкачується водоструминним насосом). Потім пікнометр виймають з термостата, охолоджують, доливають рідиною до мітки, закривають пробкою і витримують протягом 30 хвилин за температури 20 °С. Не виймаючи пікнометра з термостату, доводять рівень рідини в ньому до мітки, витирають рідину зі стінок вище за мітку, закривають пробкою і знов зважують на аналітичній вазі. Істинну густину твердого матеріалу (ρ_i) розраховують за формулою:

$$\rho_i = \frac{\rho_{п.р.} \cdot g}{M_1 - (M_2 - g)}, \quad (2.3)$$

де $\rho_{п.р.}$ – густина пікнометричної рідини за 20 °С, г/см³;

g – наважка зразку, г;

M_1 – маса пікнометру з рідиною, г;

M_2 – маса пікнометру з рідиною і наважкою, г.

2.4.1.2 Визначення насипної (об'ємної) густини. Під насипною густиною мають на увазі масу одиниці об'єму сипучого матеріалу в природному стані з урахуванням його пористості. Можна визначити насипну густину в рихлому і ущільненому стані. Визначення проводиться за допомогою приладу (рис. 2.5).

Прилад складається з оберненого усіченого конуса 1, який закінчується трубкою 2 із засувкою на кінці 3. Воронка укріплена на певній висоті за допомогою штатива 4. Під трубкою конуса вміщена мірна судина 5. В воронку приладу за закритої засувки засипають подвійну за об'ємом (за відношенням до об'єму судини 5) кількість матеріалу. Відкривають засувку і заповнюють матеріалом судину 5 з деяким лишком. Засувку закривають, а надлишок сипучого матеріалу зрізують металічною або дерев'яною лінійкою, тримаючи її в похилому положенні і притискаючи до країв судини 5. Потім судину зважують з матеріалом і без нього.

Насипну густину (ρ_n , г/см³) визначають за формулою:

$$\rho_n = \frac{M_1 - M_2}{V}, \quad (2.4)$$

де M_1 – маса судини з матеріалом, г;

M_2 – маса пустої судини, г;

V – об'єм судини, см³.

Визначення проводять тричі і беруть середнє арифметичне з трьох результатів.

2.4.2 Визначення концентрації речовин в розчинах за їх густиною

Густина речовини залежить від її складу. Густина розчинів залежить від концентрації речовини. Тому вимірювання густини застосовують для визначення концентрації розчинів. Для таких визначень існують таблиці, з яких можна знайти концентрацію, знаючи густину. Вимірювання густини застосовують також для визначення ваги речовини за її об'ємом.

З підвищенням температури густина меншає і навпаки. Внаслідок цього під час визначення густини вказують температуру, до якої вона відноситься. Зазвичай за таку температуру приймають для рідини 20 °С, і тому густину позначають ρ^{20} .

У тих випадках, коли густину рідини за умовами досліду визначають не за 20 °С, а за іншої температури t , її значення ρ^t перераховують на нормальне значення ρ^{20} за формулою:

$$\rho^{20} = \rho^t + \delta \cdot (t - 20), \quad (2.5)$$

де ρ^t – густина рідини за температури випробування;

δ – середня температурна поправка (табл. 2.2);

t – температура випробування, °С.

В старій технічній літературі зустрічаються позначення питомої ваги і густини як d_4^{20} , d_{20}^{20} , ρ_4^{20} , ρ_{20}^{20} . Це вказує на те, що питома вага або густина визначені за 20 °С, причому величини, що приводяться, віднесені до ваги чи об'єму води за 4 °С або, відповідно, за 20 °С.

Якщо потрібно перерахувати ρ_4^{20} на ρ_{20}^{20} , то користуються формулою:

$$\rho_4^{20} = 0,9982 \cdot \rho_{20}^{20}, \quad (2.6)$$

де 0,9982 – густина води за 20 °С, кг/м³.

Порядок проведення експерименту такий:

1. Ретельно вимитий і висушений пікнометр прогрівають 10...15 хвилин за 100 °С (з відкритою пробкою). Потім його ставлять на 15...20 хвилин біля ваги для охолодження і зважують ($g_{п.п.}$).

2. Пікнометр наповнюють дистильованою водою трохи вище за мітку, ставлять у водяну баню з температури 20 °С і витримують за цієї температури 15 хвилин, не виймаючи пікнометр з бані, знімають фільтруючим папером надлишок води, тобто доводять об'єм до мітки. Пікнометр виймають з бані, ретельно витирають і зважують ($g_{п.в.}$).

Таблиця 2.2 – Температурні поправки під час визначення густини

Густина, кг/м ³	Температурна поправка δ на 1 °С
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

3. Воду виливають, пікнометр висушують, прогрівають 10 хвилин за 100 °С і охолоджують 15...20 хвилин, наповнюють випробуваною рідиною і ставлять у водяну баню за температури 20 °С. За цієї температури пікнометр витримують 15 хвилин, потім знімають надлишок рідини, пікнометр виймають і зважують ($g_{п.р.}$).

4. Вагу дистильованої води розраховують за формулою:

$$g_{H_2O} = g_{п.в.} - g_{п.п.}, \quad (2.7)$$

де $g_{п.в.}$ – вага пікнометра з водою;

$g_{п.п.}$ – вага пустого пікнометру.

5. Вагу рідини розраховують за формулою:

$$g_p = g_{п.р.} - g_{п.п.} \quad (2.8)$$

де $g_{п.р.}$ – вага пікнометра з рідиною.

6. Знаходять питому вагу (густину) рідини за формулою:

$$\rho = \frac{g_p}{g_{H_2O}} \quad (2.9)$$

7. Знайдене значення густини розчину (за завданням викладача) використовують для визначення концентрації розчинів за табличними даними (табл. 2.3) і методом інтерполяції.

Приклад: знайдена густина за 16 °С, яка становить 0,8842 г/см³. Знайти густину за 20 °С. За табл. 2.2 поправка в межах густини 0,880...0,890 становить 0,000660. Визначаємо густину за формулою 2.5:

$$\rho^{20} = 0,8842 + 0,000660 \cdot (16 - 20) = 0,8816 \text{ г/см}^3 \quad (2.10)$$

Таблиця 2.3 – Густина розчинів за 20 °С

Сполука	Концентрація, %					
	2	10	20	30	40	50
NH ₄ NO ₃	1,006	1,040	1,083	1,123	1,175	1,226
(NH ₄) ₂ SO ₄	1,010	1,057	1,115	1,172	1,228	1,283
NaNO ₃	1,012	1,067	1,143	1,226	1,318	–
KNO ₃	1,011	1,063	1,133	–	–	–
NaCl	1,0346	1,0714	1,1488	1,197	–	–

8. Для визначення густини ареометром випробувану рідину після перемішування обережно наливають в циліндр діаметром не менш за 5 см: під час наливання необхідно стежити, щоб не було пухирців повітря і піни, для чого продукт наливають стінкою циліндра.

Температура рідини не повинна відрізнятись від температури повітря більш ніж на ± 5 °С.

Чистий сухий ареометр беруть за верхній кінець і обережно опускають його в рідину що знаходиться в циліндрі. Після того як ареометр встановиться і припиняться його коливання, проводять відлік по верхньому краю меніска. Під час відліку око повинне знаходитися на рівні меніска. Ареометр ні в якому разі не повинен торкатися стінок циліндру.

Одночасно вимірюють температуру рідини. Точність визначення густини ареометром не більш за 0,0005, розходження між паралельними визначеннями не повинні перевищувати 0,001.

Коли вимірювання зроблене, вводять поправки на температуру.

2.4.3 Визначення густини розчинів

Порядок проведення експерименту такий:

1. Готують розчин заданої викладачем концентрації. Наприклад необхідно визначити густину 15 % розчину натрій хлориду; об'єм розчину 120 мл. З довідника визначають густину розчину ($\rho_d = 1,1101$ г/см³); розраховують масу розчину $m = \rho \cdot V = 1,1101 \cdot 120 = 133,212$ г. Отже, для того, щоб приготувати 133, 212 г розчину необхідно узяти $133,212 \cdot 0,15 = 19,9818$ г натрій хлориду та $133,212 - 19,9818 = 113,2302$ г води.

2. Визначають густину розчину в ареометричний спосіб. Розчин обережно наливають в циліндр діаметром не менш за 5 см: під час наливання необхідно стежити, щоб не було пухирців повітря і піни, для чого розчин наливають стінкою циліндра. Чистий сухий ареометр беруть за верхній кінець і обережно опускають його в рідину що знаходиться в циліндрі. Після того як ареометр встановиться і припиняться його коливання, проводять відлік за верхнім краєм меніска. Під час відліку око повинне знаходитися на рівні меніска. Ареометр ні в якому разі не повинен торкатися стінок циліндру.

3. Визначають густину розчину в пікнометричний спосіб. Ретельно вимитий і висушений пікнометр зважують ($g_{п.п.}$). Пікнометр наповнюють дистильованою водою до мітки і зважують ($g_{п.в.}$). Воду виливають, пікнометр ополіскують розчином, наповнюють розчином до мітки і зважують ($g_{п.р.}$). Вагу дистильованої води розраховують за формулою (2.7). Вагу рідини розраховують за формулою (2.8). Знаходять питому вагу (густину) рідини за формулою (2.9).

4. Визначають похибки вимірювання густини порівнюючи експериментальні значення густини з довідковим значенням.

2.5 Контрольні питання

1. Основні методи вимірювання густини.
2. Ареометричний та пікнометричний методи.
3. Визначення істинної густини.
4. Визначення концентрації речовин в розчинах за їх густиною.

Вимоги до звіту та основні положення техніки безпеки дивись у розділі "Загальні питання".

3 ТЕХНІЧНИЙ АНАЛІЗ ВОДИ

Одним з найважливіших питань захисту навколишнього середовища є охорона водного басейну від забруднень. З цією метою в хімічній промисловості збільшують потужності систем оборотного і повторного використання вод, розробляють і впроваджують на підприємствах безстічні системи водокористування.

Стічні води підприємств, особливо хімічної і нафтохімічної промисловості, характеризуються змінним складом багатьох компонентів та високою токсичністю, тому біологічні методи не завжди забезпечують очищення, достатнє для повторного використання води.

Фізико-хімічні і хімічні методи очищення стічних вод, нарівні з забезпеченням необхідної якості води, дають змогу також витягнути з стічних вод цінні продукти і знизити втрати виробництва.

Для оцінки якості природних та стічних вод на різних стадіях технологічного процесу прийнято нижче приведені показники. Їх визначають у профільтованих пробах і тільки один показник – завислі речовини визначають безпосередньо у відібраній пробі, користуючись ваговим методом.

Сухий залишок (мг/л) визначають унаслідок випарювання визначеного об'єму попередньо профільтрованої проби і послідуячого просушування залишку за температури 110...120 °С. Він виражає вміст розчинних у воді мінеральних та органічних домішок, що не летять за вказаної температури.

Мінеральний залишок (загальний солевміст) підраховується сумацією концентрацій катіонів та аніонів, визначених в процесі проведення повного хімічного аналізу води.

Прокалений залишок (мг/л) характеризує вміст у воді мінеральних речовин. Його визначають в процесі прокалювання за 800 °С сухого залишку.

Окисність – показник, що характеризує вміст у воді органічних речовин.

Загальна жорсткість J_3 – сумарна концентрація у воді катіонів кальцію та магнію. Виражається в мг-екв/л або г-екв/м³. Складається з карбонатної жорсткості J_k та некарбонатної $J_{нк}$:

$$J_3 = J_k + J_{нк} . \quad (3.1)$$

Карбонатна жорсткість обумовлена наявністю у воді кальцій та магній гідрогенкарбонатів.

Некарбонатна жорсткість – наявність у воді хлоридів та сульфатів кальцію та магнію.

Загальна лужність води – це сумарна концентрація у воді розчинних гідроксидів та аніонів слабких кислот HCO_3^- та CO_3^{2-} з відрахуванням концентрації йонів гідрогену.

Стосовно йонного складу води, в ній містяться катіони Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ та аніони HCO_3^- , SO_4^{2-} , Cl^- , NO_2^- , NO_3^- , HS^- кількість яких обмежена.

Вимоги до хімічного складу технічної води визначаються умовами використання її в конкретних технологічних процесах. Основні показники якості води, що використовується в хімічній промисловості, приведено в табл. 3.1.

Мета роботи: практичне знайомство зі стандартними методами визначення різних видів жорсткості і окисності води.

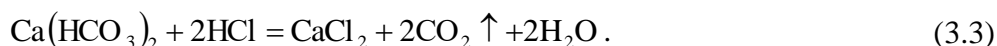
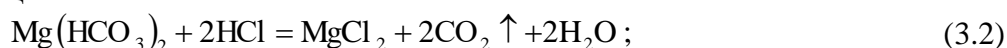
3.1 Визначення карбонатної жорсткості

100 мл води, що досліджується, за допомогою піпетки переносять в конічну колбу на 250 мл і титрують в присутності метилового оранжевого 0,1 н розчином хлоридної кислоти.

Таблиця 3.1 – Основні показники якості води

№	Назва показника	Значення
1	pH	6,2...8,3
2	Окисність (г/м ³ або мг/л)	не більше 2,0
3	Загальна жорсткість (г-екв/м ³ , мг-екв/л)	
	– вода дуже м'яка	0...1,5
	– вода м'яка	1,5...3
	– вода середньої жорсткості	3...6
	– вода жорстка	6...10
	– вода дуже жорстка	вище 10

Внаслідок взаємодії хлоридної кислоти з магній та кальцій гідрогенкарбонатами відбуваються такі реакції:



Карбонатну жорсткість води J_k визначають в міліграм-еквівалентах за формулою:

$$J_k = \frac{V_1 \cdot 0,0028 \cdot 1000}{20,04} = 1,4 \cdot V_1, \quad (3.4)$$

де V_1 – об'єм 0,1 н розчину хлоридної кислоти, що пішла на титрування, мл;

0,0028 – титр хлоридної кислоти за кальцій оксидом;

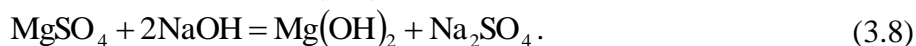
10000 – коефіцієнт для перерахунку вмісту кальцій оксиду в мг/л води;

20,04 – коефіцієнт для перерахунку отриманих результатів в міліграм-еквіваленти жорсткості (умовно в Ca^{2+}).

3.2 Визначення загальної і некарбонатної (постійної) жорсткості

Пробу води після визначення карбонатної жорсткості кип'ятять протягом 5...10 хв. для виділення CO_2 .

Додають піпеткою 25 мл розчину суміші (2 г NaOH і 2,75 г Na_2CO_3 в 1 л води) і знову кип'ятять протягом 5...10 хвилин для осадження солей кальцію і магнію за реакціями:



Після охолодження розчин разом з осадком переносять в мірну колбу місткістю 250 мл і розбавляють до мітки дистильованою водою.

Осадок відфільтровують, відбирають піпеткою 100 мл фільтрату (в конічну колбу на 250 мл) і титрують 0,1 н розчином HCl надлишок ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$) в присутності метилового оранжевого (V_3).

Для визначення загальної жорсткості J_3 користуються формулою:

$$J_3 = \frac{0,0028 \cdot 1000}{20,04} \cdot (V_2 - 2,5 \cdot V_3) = 1,4 \cdot (V_2 - 2,5 \cdot V_3), \quad (3.9)$$

де V_2 – кількість 0,1 н розчину HCl , що пішов на титрування 25 мл розчину ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$), мл; для визначення V_2 необхідно 25 мл розчину ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$) за допомогою

піпетки перенести в конічну колбу місткістю 250 мл і відтитрувати 0,1 н розчином НСІ в присутності метилового оранжевого;

V_3 – кількість 0,1 н розчину НСІ, що пішов на титрування надлишку розчину ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$), мл;

2,5 – коефіцієнт розбавлення.

Некарбонатну жорсткість визначають за різницею:

$$J_{\text{нк}} = J_3 - J_{\text{к}}. \quad (3.10)$$

3.3 Визначення окисності води

Дані, що отримуються під час визначення окисності води, дають змогу судити про кількість кисню, необхідного для окиснення органічних сполук, розчинених в ній.

Метод ґрунтується на властивості органічних сполук, що знаходяться у воді, окиснюватися калій тетраоксоманганатом(VI); повнота окиснення залежить від складу органічних сполук, концентрації KMnO_4 і умов випробування. Тому для отримання порівняних результатів, що характеризують відносну міру забруднення води органічними речовинами, необхідно дотримання постійних умов визначення.

Пробу води, що досліджується, в кількості 100 мл за допомогою піпетки переносять в конічну колбу. Додають 5 мл сульфатної кислоти (розбавлення 1 : 3) і 10 мл 0,01 н розчину KMnO_4 . Кидають скляні капіляри і кип'ятять протягом 10 хвилин.

По закінченні кип'ятіння до гарячого розчину підливають 10 мл 0,01 н розчину щавлевої кислоти, надлишок якої титрують 0,01 н розчином KMnO_4 до появи слабкорожевого забарвлення.

Для розрахунку окисності, що виражається в міліграмах кисню на 1 л води, користуються формулою:

$$X = [(a + b) - c] \cdot 0,08 \cdot 10, \quad (3.11)$$

де X – кількість кисню, мг/л;

a – кількість 0,01 н розчину KMnO_4 , підлитого до води для окиснення органічних домішок, мл;

b – кількість 0,01 н розчину KMnO_4 , що пішов на титрування надлишку щавлевої кислоти, мл;

c – кількість 0,01 н розчину щавлевої кислоти, мл;

0,08 – кількість кисню, яка відповідна 1 мл 0,01 н розчину KMnO_4 , мг;

10 – коефіцієнт для вираження отриманих результатів в мг/л.

3.4 Контрольні питання

1. Карбонатна (тимчасова) жорсткість води і методи її усунення.
2. Загальна жорсткість води.
3. Визначення окисності води.
4. Розглянути методику виконання роботи та розрахунків.

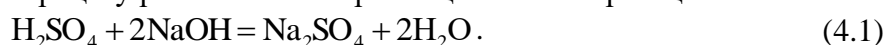
Вимоги до звіту та основні положення техніки безпеки дивись у розділі "Загальні питання".

4 НЕЙТРАЛІЗАЦІЯ СТОКІВ

Стічні води хімічних виробництв більше від усього забруднені мінеральними кислотами – сульфатною, нітратною, хлоридною або їх сумішами. Значно рідше в стічних водах зустрічаються нітрітна, фосфатна, сульфідна, сульфідна, флуоридна, а також органічні кислоти – оцтова, пікринова, та інші.

Концентрація кислоти зазвичай не перевищує 3 %, деколи досягає більшої величини. Так, у виробництві органічного синтезу вміст сульфатної кислоти в стоках досягає 40 %. Режими зливу кислих та лужних стічних вод різняться між собою. Кислі води зливаються в каналізацію рівномірно протягом всієї доби і мають постійну концентрацію. Лужні води зливаються періодично один – два рази за зміну. Тому для них встановлюють резервуар, об'єм якого відповідає кількості лужних вод за добу. Взаємна нейтралізація кислих стоків лужними здійснюється в реакторах, куди безперервно надходять регульовані витрати стоків, що забезпечує практично повну нейтралізацію стічних вод. Метод взаємної нейтралізації широко використовується на підприємствах хімічної промисловості.

Мета роботи – вивчення процесу реагентної нейтралізації стоків за реакцією:



4.1 Методика виконання роботи

Перед роботою на експериментальній установці треба виконати такі операції:

1. Визначити рН лужних та кислих стоків за допомогою індикаторного папірця;
2. Вимірити густину стічних вод ареометричним методом – $d_{\text{кк}}$ і $d_{\text{лс}}$ (г/см³ або кг/м³).

Для цього наливають у циліндр діаметром не менш ніж 5 см близько 100 мл відповідних стоків: під час наливання необхідно стежити, щоб не було пухирців повітря і піни, для чого продукт наливають по стінці циліндра.

Чистий сухий ареометр беруть за верхній кінець і обережно опускають його в рідину, що знаходиться в циліндрі. Після того як ареометр встановиться і припиняться його коливання, проводять відлік за верхнім краєм меніска. Під час відліку око повинне знаходитися на рівні меніска. Ареометр ні в якому разі не повинен торкатися стінок циліндру.

3. Визначити вміст сульфатної кислоти в кислих стоках ($C_{\text{кк}}$, %), тобто концентрацію кислих стоків.

Вміст H_2SO_4 в кислих стоках визначають ацидиметричним методом. Для цього пробу кислих стоків об'ємом 10 мл поміщують в конічну колбу місткістю 250 мл і титрують 0,5 н розчином NaOH в присутності метилоранжу.

Концентрацію кислих стоків розраховують за формулою:

$$C_{\text{кк}} = \frac{V_1 \cdot n_1 \cdot 49 \cdot 100}{10 \cdot d_{\text{кк}} \cdot 1000} = \frac{V_1 \cdot 0,5 \cdot 49 \cdot 100}{10 \cdot d_{\text{кк}} \cdot 1000} = \frac{0,245 \cdot V_1}{d_{\text{кк}}}, \quad (4.2)$$

де V_1 – об'єм розчину NaOH , якого витрачено на титрування, см³;

n_1 – нормальність розчину NaOH , $n_1 = 0,5$ н;

49 – маса моль-еквіваленту H_2SO_4 , г;

$d_{\text{кк}}$ – густина кислих стоків, г/см³;

10 – об'єм проби кислих стоків, що аналізується, см³.

4. Визначити вміст NaOH в лужних стоках ($C_{\text{лс}}$, %), тобто концентрацію лужних стоків.

Вміст NaOH у лужних стоках визначають ацидиметричним методом. Для цього пробу лужних стоків об'ємом 10 мл поміщують в конічну колбу місткістю 250 мл і титрують 0,5 н розчином HCl в присутності метилоранжу.

Концентрацію лужних стоків розраховують за формулою:

$$C_{\text{лс}} = \frac{V_2 \cdot n_2 \cdot 40 \cdot 100}{10 \cdot d_{\text{лс}} \cdot 1000} = \frac{V_2 \cdot 0,5 \cdot 40 \cdot 100}{10 \cdot d_{\text{лс}} \cdot 1000} = \frac{0,2 \cdot V_2}{d_{\text{лс}}}, \quad (4.3)$$

Де V_2 – об'єм розчину HCl, що витрачено на титрування, см³;

n_2 – нормальність розчину HCl, $n_2 = 0,5$ н;

40 – маса моль-еквіваленту NaOH, г;

$d_{\text{лс}}$ – густина лужних стоків, г/см³;

10 – об'єм проби лужних стоків, що аналізується, см³.

5. Для заданого викладачем об'єму кислих стоків $V_{\text{кк}}$ розрахувати необхідну кількість реагенту (лужних стоків) за реакцією нейтралізації.

Спочатку визначають кількість сульфатної кислоти (г) у заданому об'ємі кислих стоків за формулою:

$$G_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{V_{\text{кк}} \cdot d_{\text{кк}} \cdot C_{\text{кк}}}{100}. \quad (4.4)$$

Далі розраховують кількість NaOH (г) для нейтралізації за реакцією (7.1) цієї кількості сульфатної кислоти за формулою:

$$G_{\text{NaOH}} = \frac{2 \cdot M_{\text{NaOH}}}{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}} \cdot G_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{2 \cdot 40}{98} \cdot G_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 0,8163 \cdot G_{\text{H}_2\text{SO}_4}, \quad (4.5)$$

де M_{NaOH} – молекулярна маса NaOH;

$M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ – молекулярна маса H₂SO₄.

Розраховуємо потрібний об'єм лужних стоків ($V_{\text{лс}}$, мл) для заданого об'єму кислих стоків за формулою:

$$V_{\text{лс}} = \frac{G_{\text{NaOH}} \cdot 100}{C_{\text{лс}} \cdot d_{\text{лс}}} \cdot K, \quad (4.6)$$

де K – коефіцієнт надлишку NaOH; $K = 1,1$.

Поєднав рівняння (4.4), (4.5) і (4.6) можна записати:

$$V_{\text{лс}} = \frac{V_{\text{кк}} \cdot d_{\text{кк}} \cdot C_{\text{кк}} \cdot 2 \cdot 40}{98 \cdot C_{\text{лс}} \cdot d_{\text{лс}}} \cdot K. \quad (4.7)$$

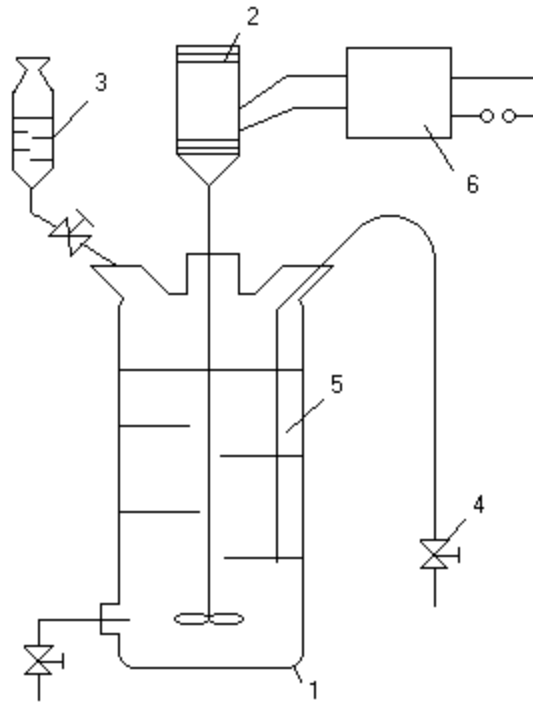
4.2 Експериментальна частина

Заданий об'єм кислих стоків $V_{\text{кк}}$ поміщують в реактор 1 з мішалкою 2 (рис. 4.1) та додають метиловий оранжевий для контролю процесу нейтралізації. Розрахований об'єм лужних стоків заливають у ділильну воронку 3. Після включення мішалки відмічають час τ_0 та вводять в реактор безперервно, повільно на протязі 5 хвилин $1/5$ розрахованого об'єму лужних стоків $V_{\text{лс}}$.

Подання реагенту припиняють, і відбирають (за ввімкнутої мішалки) 10 мл рідини з реактору на аналіз. Відібрану пробу титрують 0,5 н розчином NaOH і розраховують концентрацію кислих стоків $C_{\text{кк}}^\tau$ через 5 хвилин від початку нейтралізації за формулою:

$$C_{\text{кк}}^\tau = \frac{V_\tau \cdot n_1 \cdot 49 \cdot 100}{10 \cdot d_{\text{кк}}^\tau \cdot 1000} = \frac{V_\tau \cdot 0,5 \cdot 49 \cdot 100}{10 \cdot d_{\text{кк}}^\tau \cdot 1000} = \frac{0,245 \cdot V_\tau}{d_{\text{кк}}^\tau}. \quad (4.8)$$

В рівнянні (4.8) умовно приймають, що $d_{\text{кк}}^\tau = d_{\text{кк}}$.



1 – реактор; 2 – мішалка з електродвигуном; 3 – ділильна воронка; 4 – сифон для відбору проби; 5 – досліджувана рідина; 6 – трансформатор.

Рис. 4.1 – Схема установки для нейтралізації стоків

Потім цикл процесу нейтралізації повторюють через кожні 5 хвилин протягом 25 хвилин. Щоразу в реактор зливають 1/5 розрахованого об'єму лужних стоків $V_{лс}$.

Результати експерименту зводять у табл. 4.1 та строять графік залежності ступені нейтралізації кислих стоків від часу ($\alpha = f(\tau)$).

Ступінь нейтралізації кислих стоків (у процентах) за визначений час розраховують за формулою:

$$\alpha = \frac{C_{кс}^0 - C_{кс}^{\tau}}{C_{кс}^0} \cdot 100, \quad (4.9)$$

де $C_{кс}^0$ – концентрація кислих стоків в початковий момент часу, тобто до початку процесу нейтралізації ($C_{кс}^0 = C_{кс}$).

Таблиця 4.1 – Експериментальні та розрахункові дані

№	Начальна концентрація кислих стоків, $C_{кс}^0$, %	Час, τ , хв.	Об'єм NaOH, витрачений на титрування, V_{τ} , мл	Поточна концентрація кислих стоків, $C_{кс}^{\tau}$, %	Ступінь нейтралізації, α , %
1		5			
2		10			
3		15			
4		20			
5		25			

4.3 Контрольні питання

1. Значення процесу нейтралізації стічних вод.

2. Методика виконання роботи та розрахунків.
3. Оброблення отриманих експериментальних даних.

Вимоги до звіту та основні положення техніки безпеки дивись у розділі "Загальні питання".

5 КАЛІБРУВАННЯ ВИТРАТОМІРІВ

Метою роботи є отримання робочої характеристики реометра, тобто аналітичної і графічної залежності між витратою газу і перепадом тиску на реометрі. Ці дані потрібні для розрахунків витрати повітря та газових потоків (аміаку, сульфур(IV) оксиду) в процесі проведення досліджень технологічних процесів високотемпературних, каталітичних і таке інше.

5.1 Теоретична частина

Витратою речовини на цей момент або миттєвою витратою називається відношення кількості речовини, що протікає за деякий період до цього проміжку часу за умови, що величина останнього прагне до нуля.

Кількість газу вимірюють виключно об'ємним методом.

Перерахунок об'єму сухого газу за указаних умов до об'єму за нормальних умов проводиться за формулою:

$$V_0 = \frac{V \cdot P \cdot T_0}{P_0 \cdot T \cdot K_c}, \quad (5.1)$$

де P – тиск газу в робочому стані, кПа;

P_0 – тиск, відповідний нормальному стану газу, $P_0 = 101,3$ кПа;

T – температура газу в робочому стані, К;

T_0 – температура, відповідна нормальному стану газу, $T_0 = 293,15$ К;

K_c – коефіцієнт, що враховує відхилення реального газу від ідеального (коефіцієнт стисливості газу); за тиску, меншим 500 кПа і температури нижче за 50 °С коефіцієнт K_c практично рівний одиниці для всіх газів.

Для перерахунку газу в масові одиниці необхідно привести до нормальних умов густину газу. Густина сухого газу за нормальних умов визначається за формулою:

$$\rho_0 = \frac{\rho \cdot P_0 \cdot T \cdot K_c}{P \cdot T_0}, \quad (5.2)$$

де ρ – густина сухого газу в робочому стані за тиску P і температури T , кг/м³.

Густина газової суміші за нормальних умов визначається, виходячи з її складу, за формулою:

$$\rho_0 = V_1 \cdot \rho_1^0 + V_2 \cdot \rho_2^0 + \dots + V_n \cdot \rho_n^0, \quad (5.3)$$

де V_1, V_2, V_n – об'ємний вміст компонентів в газовій суміші, частки одиниці;

$\rho_1^0, \rho_2^0, \rho_n^0$ – густина окремих компонентів, що входять до газової суміші за нормальних умов, кг/м³.

Коефіцієнт стисливості газу K_c практично рівний одиниці для всіх газів, тиск яких не перевищує 500 кПа за температури не вище за 50 °С. Якщо умови вимірювання відрізняються від вказаних, то K_c визначають за графіками експериментальних даних. На густину газів помітно впливає вологовміст. Густина вологого газу в робочому стані $\rho_{в2}$ визначається за формулою:

$$\rho_{в2} = \rho_{с2} + \rho_{вп} = \rho_{с2} + \Phi \cdot \rho_{пн}, \quad (5.4)$$

де $\rho_{в2}$ – густина вологого газу за тиску P і температури T ;

ρ_{c2} – густина сухого газу у вологому газі за температури T і тиску $(P - \phi \cdot P_{вп})$;

$\rho_{вп}$ – густина пари в газі за його парціального тиску $\phi \cdot P_{вп}$;

ϕ – відносна вологість, тобто відношення маси водяної пари, що знаходиться в 1 м^3 вологого повітря, до максимально можливої маси його за тими же температури і тиску;

$\rho_{нп}$ – густина насиченої водяної пари за температури T ;

$P_{вп}$ – тиск насиченої водяної пари за температури T .

Густина сухого газу у вологому газі можна визначити за формулою:

$$\rho_{c2} = \rho_0 \cdot \frac{(P - \phi \cdot P_{вп}) \cdot T_0}{T \cdot P_0 \cdot K_c} \quad (5.5)$$

Прилади, що вимірюють витрату, називаються витратомірами.

Найпоширенішим і вивченим методом вимірювання витрати рідини, пари і газу є метод змінного перепаду тиску, який ґрунтується на використанні звужуючих пристроїв в трубопроводах (нормальних діафрагм, сопел, труб Вентурі, капілярів і т.д.). Дія звужуючого пристрою принципово не залежить від його типу, тому подальше буде розглянуто роботу діафрагми як приклад первинного приладу витратомірів. Схема потоку і графік розподілу тиску у разі установаження звужуючого пристрою в трубопроводах наведено на рис. 5.1. Діафрагма являє собою тонкий металевий диск з отвором, концентрично вмонтований до внутрішнього діаметра трубопроводу.

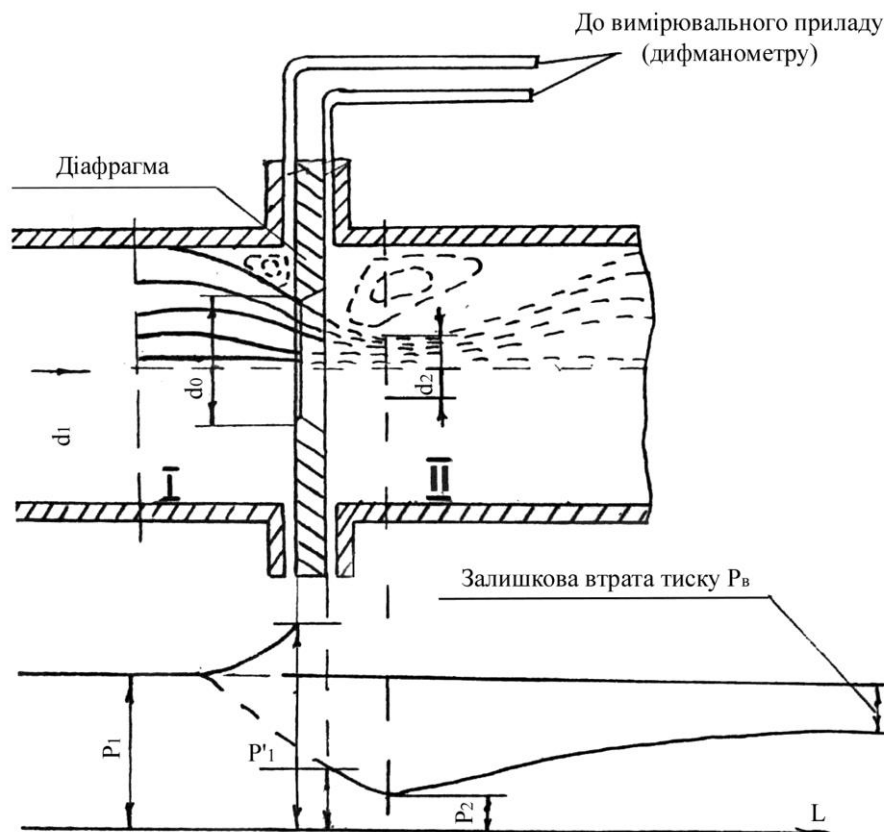


Рис. 5.1 – Схема потоку і графік розподілу тиску у разі установаження звужуючого пристрою в трубопроводі

Звуження потоку починається до діафрагми, потім на деякій відстані за нею, завдяки дії сил інерції, потік вужчає до мінімального перетину, а далі поступово розширюється до повного

перетину трубопроводу. Перед діафрагмою і за нею утворюються зони з вихровим рушенням, причому зона вихорів за діафрагмою більше, ніж перед нею.

Зміна тиску струменя по осі трубопроводу залежить від зміни швидкості потоку в кожному перетині і підкоряється закону переходу потенційної енергії речовини (статичного тиску) в кінетичну, що виражається рівняннями Бернуллі і нерозривності потоку.

З умови нерозривності струменя виходить:

$$Q = S_1 \cdot v_1 = S_0 \cdot v_0 = S_2 \cdot v_2, \quad (5.6)$$

де Q – витрата речовини, $\text{м}^3/\text{с}$;

S_1, S_0, S_2 – площі перетину трубопроводу, отвору діафрагми і найбільш звуженого місця струменя відповідно, м^2 ;

v_1, v_0, v_2 – середні швидкості в тих же перетинах потоку, $\text{м}/\text{с}$.

Закон збереження енергії для потоку виражається рівнянням Бернуллі:

$$\frac{P_1}{\rho} + \frac{K_1 \cdot v_1^2}{2} = \frac{P_2}{\rho} + \frac{K_2 \cdot v_2^2}{2} + \frac{\xi \cdot v_2^2}{2}, \quad (5.7)$$

де $\frac{P}{\rho}$ – статичний натиск, що виражає значення потенційної енергії;

$\frac{v^2}{2}$ – швидкісний натиск, що виражає значення кінетичної енергії;

ρ – густина газу або рідини, $\text{кг}/\text{м}^3$;

ξ – коефіцієнт опору на ділянці I – II;

$\frac{\xi \cdot v_2^2}{2}$ – втрати кінетичної енергії на ділянці I – II;

K_1, K_2 – поправочні коефіцієнти на нерівномірність розподілу швидкостей в перетинах I і II.

На рис. 5.1 показаний графік розподілу тиску на ділянці трубопроводу, де встановлено звужуючий пристрій. Ця залежність виходить з приведених вище закономірностей і дає змогу більш повно уяснити принцип роботи витратомірів змінного перепаду тиску. У перетині I потік має швидкість V_1 і тиск P_1 . Під час проходження через більш вузький перетин діафрагми (S_0) його швидкість відповідно до рівняння (5.6) зростає. Збільшення швидкості (кінетичної енергії) за рівнянням (5.7) можливе лише внаслідок відповідного зменшення величини потенційної енергії потоку, тобто статичного тиску. Тому на графіку показано падіння тиску від P_1 до P_2 в найбільш вузькому перетині струменя. Далі по мірі розширення струменя швидкість потоку меншає, тиск знов підвищується, але не досягає колишнього значення на величину P_v – втрати тиску на тертя та утворення вихорів. Різниця тисків ($P_1 - P_2$) залежить від величини витрати газу, пари або рідини, що протікає трубопроводом, й зветься перепадом тиску на звужуючому пристрої.

Залежність між витратою і перепадом тиску виводиться унаслідок спільного рішення рівнянь (5.6) і (4.7) і являє собою в об'ємних і масових одиницях такі рівняння:

– для рідини

$$Q = \alpha \cdot S_0 \cdot \sqrt{\frac{2}{\rho} \cdot (P_1 - P_2)}, \text{ м}^3/\text{с}; \quad (5.8)$$

$$Q = \alpha \cdot S_0 \cdot \sqrt{2 \cdot \rho \cdot (P_1 - P_2)}, \text{ кг}/\text{с}; \quad (5.9)$$

– для газів і пари

$$Q = \alpha \cdot E \cdot S_0 \cdot \sqrt{\frac{2}{\rho} \cdot (P_1 - P_2)}, \text{ м}^3/\text{с}; \quad (5.10)$$

$$Q = \alpha \cdot E \cdot S_0 \cdot \sqrt{2 \cdot \rho \cdot (P_1 - P_2)}, \text{ кг}/\text{с}; \quad (5.11)$$

де α – безрозмірний коефіцієнт, так званий коефіцієнт витрати, який враховує нерівномірний розподіл швидкостей по перетину потоку, зумовлений його в'язкістю і тертям об стінки трубопроводу, вимірювання тиску не в центрі потоку, а у стінок трубопроводу і іншими чинниками;

S_0 – площа поперечного перетину отвору звужуючого пристрою (діафрагми, сопла, капіляра);

E – поправочний множник на розширення середовища, що вимірюється, так званий коефіцієнт розширення;

ρ – густина середовища, що вимірюється.

Оскільки для певних умов вимірювання всі вказані величини є відомими і сталими, то залежності (5.8...5.11) можуть бути представлені загалом у вигляді:

$$Q = A \cdot \sqrt{\Delta P}, \quad (5.12)$$

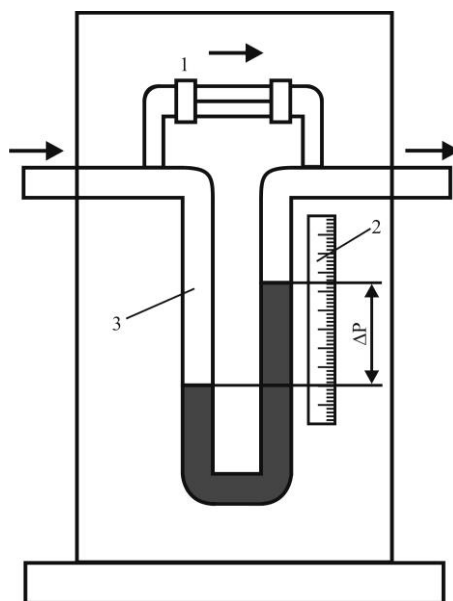
де $\Delta P = P_1 - P_2$ – перепад тиску на звужуючому пристрої.

Отже, для вимірювання витрати рідини, газу або пари в описаний спосіб досить вимірювати перепад тиску, виникаючий під час проходження потоку через встановлений в трубопроводі звужуючий пристрій.

5.2 Експериментальна частина

У промисловості, де витрати газів і рідин великі, для їх вимірювання використовуються стандартні звужуючі пристрої з диференціальними автоматичними манометрами, які градууються в одиницях витрати (за формулами 5.8...5.11). Однак, заводами серійно випускаються звужуючі пристрої тільки для трубопроводів з діаметром не менше за 50 мм.

У лабораторній практиці навчальних і науково-дослідних установ, як правило, необхідно вимірювати дуже малі витрати рідин і газів. Виготовити для цих вимірювань звужуючі пристрої із задалегідь заданими параметрами не представляється можливим. Тому користуються скляними капілярами і U-образними манометрами, які називають **реометрами** (рис. 5.2). Такі пристрої, частіше за все, використовуються для вимірювання витрати газу і потребують попереднього калібрування.



1 – капіляр; 2 – шкала; 3 – дифманометр.

Рис. 5.2 – Схема реометру

Реометри виготовляють різних конструкцій. Зазвичай це трубка, діаметр якої на невеликій ділянці зменшений до капіляра. Під час пропускання газу через таку трубку на кінцях її створюється різниця тиску. Ця різниця відмічається манометром, одне коліно якого включене в систему до капіляра, а друге після нього. Зі збільшенням швидкості пропускання газу зростає різниця рівнів рідини в манометричній трубці.

Реометри мають змінні капіляри. Це дає змогу вимірювати залежно від діаметра встановленого капіляра газовий потік від 0,1 мл/хв. до 100 л/хв.

Оскільки для реометрів неможливо унаслідок розрахунків встановити залежність між витратою та перепадом тиску на капілярі, то їх калібрують за допомогою газового лічильника, який вимірює об'єм газу, що проходить за одиницю часу.

Дія газового лічильника з водяним затвором полягає у безперервному відмірюванні однакових об'ємів газу. Конструкція газового лічильника наведена на рис. 5.3.

У циліндричному герметичному кожусі 1 обертається барабан 2, розділений перетинками 8 на чотири рівні камери 9. Кожна з камер має два отвори, через які вона з'єднується з циліндричною камерою 13 та з порожниною між кожухом і барабаном.

Перед пуском лічильник треба встановити горизонтально та залити в воронку 6 воду до тих пір, поки вона почне вилитися через воронку 11 і жолобок 10. Газ подається в лічильник через штуцер 3 і трубкою 12 попадає в камеру 13, а потім в ту камеру барабана, внутрішній отвір якої в цей час знаходиться над водою. Під тиском газу на стінку камери барабан обертається за стрілкою годинника. Коли камера, що заповнена газом, занурюється у воду, то вода витискує газ у простір між кожухом та барабаном, а потім в штуцер 5. Термометр 7 та манометр 4 показують температуру води і тиск газу у лічильнику. Похибка вимірювань не перевищує 5 %.

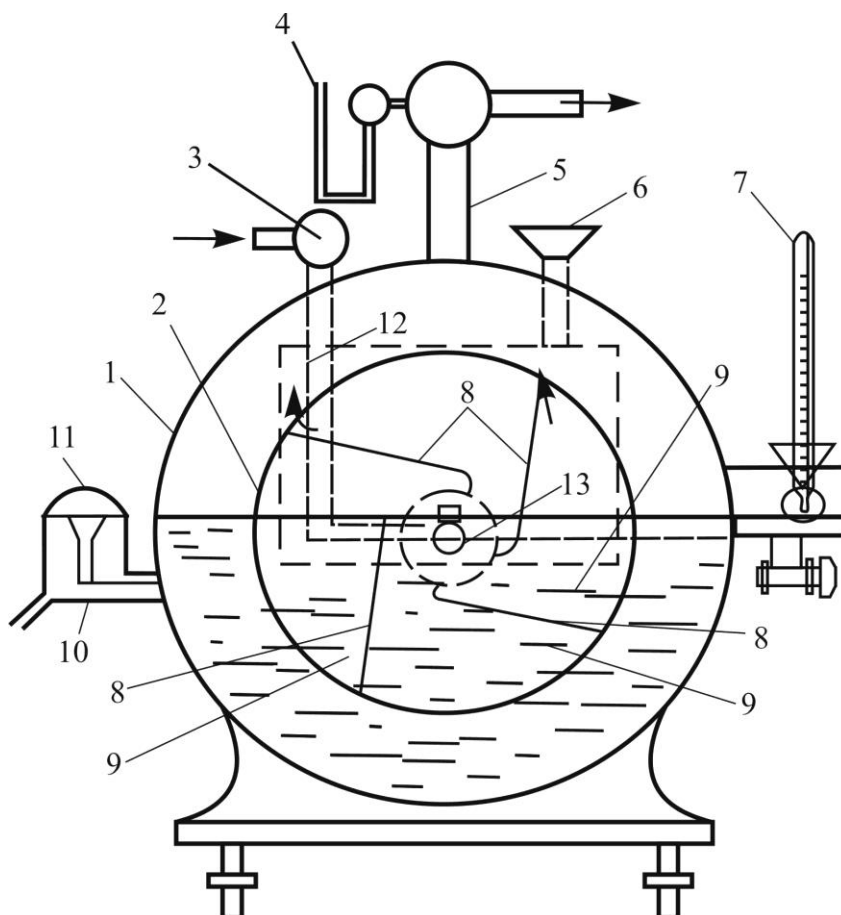


Рис. 5.3 – Схема газового лічильника

Кількість газу, що пройшов через лічильник, вказує стрілка на циферблаті. Стрілки з'єднані з обертовим валом барабану за допомогою системи зубчастих коліс. Більшість газових лічильників має чотири циферблати: на більшому з них стрілка вказує літри і десяті частки літру, на малих циферблатах – десятки, сотні та тисячі літрів. Кількість газу визначають за різницею показань приладу спочатку та в кінці вимірювання і приводять до нормальних умов.

В процесі виконання лабораторної роботи газовий лічильник включають послідовно перед реометром за ходом газу. За допомогою регулюючого затискача встановлюють витрату газу (повітря) відповідно визначеному перепаду тиску на реометрі (20, 40, 60 і т.д. мм стовпу затворної рідини).

Коли перепад тиску на реометрі установиться, визначають витрату газу за хвилину по газовому лічильнику, та одержані дані записують у табл. 5.1.

Таблиця 5.1 – Експериментальні та розрахункові данні

№ досліджу	Експериментальні данні		Розрахункові величини		
	Перепад тиску ΔP , мм стовпа рідини	Витрата повітря Q , л/хв.	Коефіцієнт A	$\lg Q$	$\lg \sqrt{\Delta P}$
1					
2					
...					
10					

5.3 Оброблення результатів

За отриманими даними необхідно:

1. Побудувати калібрувальну криву $Q = f(\Delta P)$.

2. За даними в кожному досліді виконати розрахунок коефіцієнта A в рівнянні (5.12) і розрахувати середню квадратичну помилку вимірювання за формулою:

$$S_n = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}{n-1}}, \quad (5.13)$$

де A_i – значення коефіцієнта в кожному досліді;

\bar{A} – середнє арифметичне значення коефіцієнта з всіх дослідів;

n – число дослідів.

3. Побудувати калібрувальну криву в логарифмічних координатах $\lg Q = f(\lg \sqrt{\Delta P})$ і графічно набути значення коефіцієнта A .

Методика перерахунку витратомірів на інші гази

У разі використання витратомірів, які калібровані за повітрям, для роботи на них з іншими газами необхідно врахувати властивості цих газів. Тиск, що витрачується на переборення місцевих опорів (без втрат на тертя) розраховується за формулою:

$$\Delta P = \frac{\varphi \cdot \rho \cdot v^2}{2}, \quad (5.14)$$

де ΔP – перепад тиску, Па;

φ – коефіцієнт опору;

ρ – густина газу, кг/м³;

v – швидкість потоку, м/с.

Об'ємна витрата газу визначається за формулою:

$$Q = v \cdot S, \text{ м}^3/\text{с}, \quad (5.15)$$

де S – площа перетину трубки, м^2 .

Приймаємо, що перепад тиску однаковий для повітря і для газу:

$$\Delta P_n = \Delta P_1 = \varphi \cdot \rho_n \cdot v_n^2 = \varphi \cdot \rho_1 \cdot v_1^2, \text{ м}^3/\text{с}, \quad (5.16)$$

де ΔP_n , ΔP_1 – перепад тиску повітря та будь-якого газу (SO_2 , NH_3 і т.д.), Па;

ρ_n , ρ_1 – густина повітря та газу відповідно, $\text{кг}/\text{м}^3$;

v_n , v_1 – швидкість повітря та газу, $\text{м}/\text{с}$.

Тоді:

$$\frac{\Delta P_n}{\Delta P_1} = \frac{\varphi \cdot \rho_n \cdot v_n^2}{\varphi \cdot \rho_1 \cdot v_1^2} = \frac{\rho_n \cdot v_n^2}{\rho_1 \cdot v_1^2}. \quad (5.17)$$

З рівняння (5.17) визначаємо швидкість газу:

$$v_1 = v_n \cdot \sqrt{\frac{\rho_n}{\rho_1}}, \text{ м}/\text{с}. \quad (5.18)$$

З рівняння (5.15) за рівними площами перетину $S_n = S_1 = \text{const}$ виходить:

$$Q_1 = Q_n \cdot \sqrt{\frac{\rho_n}{\rho_1}}, \text{ м}^3/\text{с}. \quad (4.19)$$

Наприклад, для SO_2 формула має вигляд:

$$Q_{\text{SO}_2} = Q_n \cdot 0,665. \quad (4.20)$$

Графічну інтерпретацію приведено на рис. 5.4.

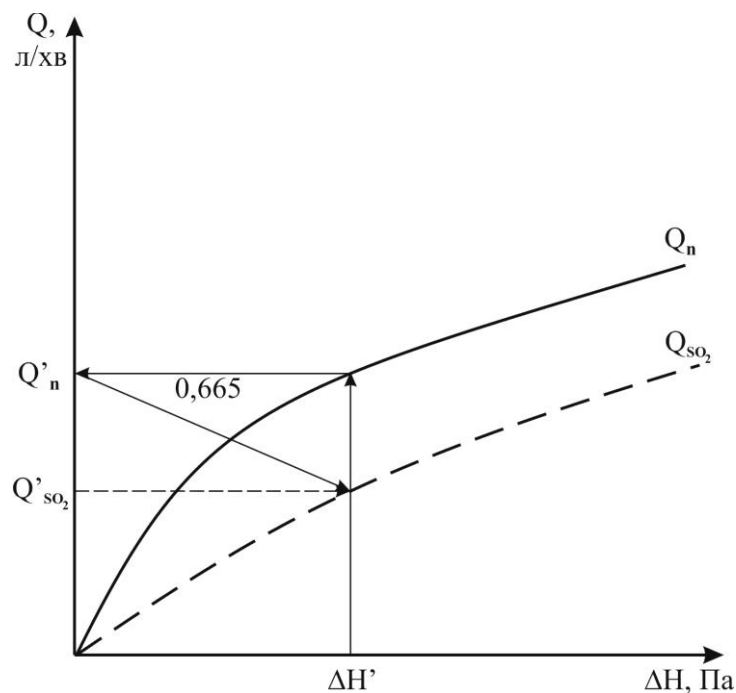


Рис. 5.4 – Графічна інтерпретація перерахунку для SO_2

За однакових об'ємних витрат, тобто $Q_1 = Q_n$, перепад тиску перераховується за рівнянням:

$$\Delta P_1 = \Delta P_n \cdot \frac{\rho_n}{\rho_1}. \quad (5.21)$$

Для SO_2 :

$$\Delta P_{SO_2} = \Delta P_n \cdot 2,26, \text{ Па.} \quad (5.22)$$

Для NH_3 :

$$\Delta P_{NH_3} = \Delta P_n \cdot 0,59, \text{ Па.} \quad (5.23)$$

Графічну інтерпретацію перерахунків приведено на рис. 5.5 та 5.6

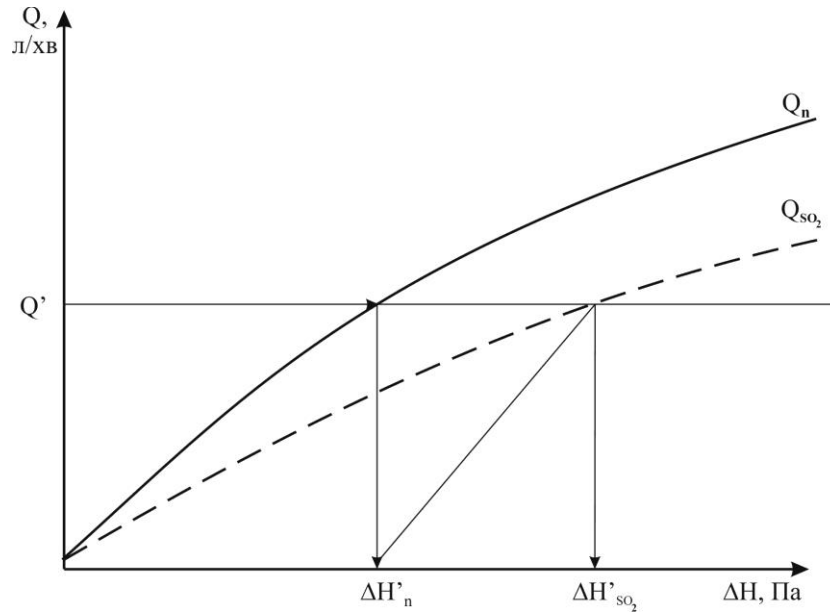


Рис. 5.5 – Графічний перерахунок витрати SO_2

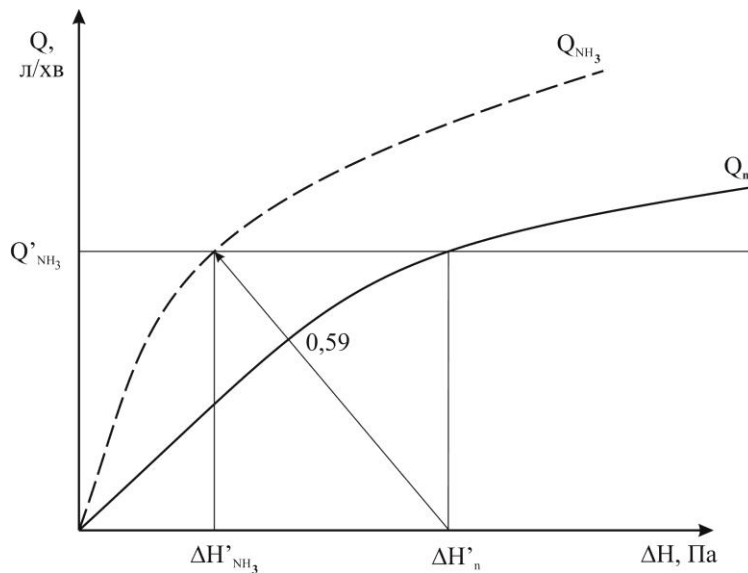


Рис. 5.6 – Графічний перерахунок витрати NH_3

5.4 Контрольні питання

1. Принцип роботи витратомірів перемінного перепаду тиску.
2. Конструкція та робота газового лічильника.
3. Розглянути методику виконання роботи та розрахунків.
4. Методика перерахунку витратомірів на інші гази.

Вимоги до звіту та основні положення техніки безпеки дивись у розділі "Загальні питання".

6 ТЕХНІЧНИЙ АНАЛІЗ КАРБОНАТНИХ СИСТЕМ

6.1 Теоретичне обґрунтування

Складні багатокомпонентні системи, що містять йони CO_3^{2-} , HCO_3^- (мають назву карбонатні системи), характерні для ряду технологій – виробництво кальцинованої соди (процес карбонізації), одержання натрій гідрооксиду хімічними методами (вапняковим чи феритним), виробництво карбаміду та інше [11, 14].

Наприклад: $\text{NaCl} - \text{H}_2\text{O} - \text{NH}_3 - \text{NaHCO}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$;

$\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaOH} - \text{H}_2\text{O}$;

$\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaOH} - \text{Ca}(\text{OH})_2$ та ін.

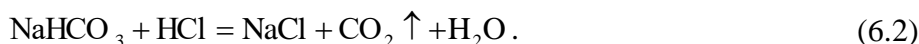
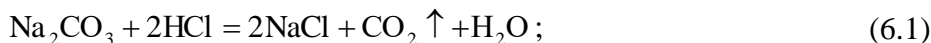
Ці же системи можна записати в іншій формі:

$\text{NH}_4^+, \text{Na}^+ \parallel \text{Cl}^-, \text{HCO}_3^-, \text{H}_2\text{O}$;

$\text{Na}^+ \parallel \text{OH}^-, \text{CO}_3^{2-}, \text{H}_2\text{O}$;

$\text{Na}^+, \text{Ca}^{2+} \parallel \text{OH}^-, \text{CO}_3^{2-}, \text{H}_2\text{O}$.

Склад таких систем може бути розрахований на основі аналізу продуктів розкладання карбонатів хлоридною кислотою:



Кількість виділеного карбон(IV) оксиду (CO_2) вимірюють за допомогою кальциметра.

6.2 Методика дослідження і оброблення результатів

Мета роботи:

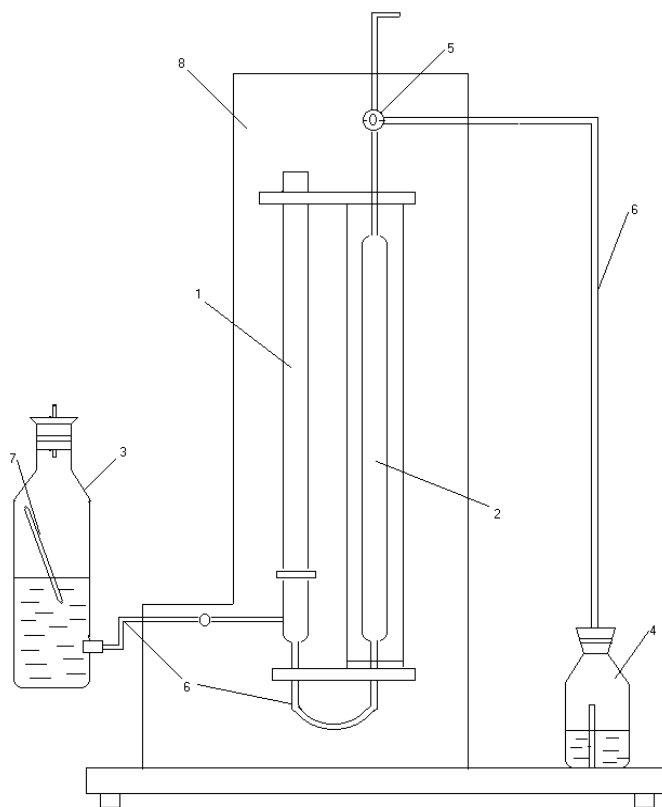
– розрахувати склад запропонованої ХТС за кількості виділеного CO_2 ;

– визначити ступінь розкладання досліджуваної проби.

Кальциметр являє собою вимірювальний скляний прилад, призначений для визначення вмісту CO_2 або кисню (%) в відповідно карбонат – чи оксигенвмісних речовинах (рис. 6.1).

Прилад складається з двох сполучених циліндрів (1, 2), заповнених підкрашеним насиченим розчином NaCl , зрівняльної склянки (3) та реакційної колби (4) з внутрішнім циліндриком, який припаяно основою до його дна. Циліндр (2) об'ємом 250 мл з нанесеною шкалою є вимірювальною бюреткою. Разом з циліндром (1) він закріплюється на штативі та з'єднуються через триходовий кран (5) з реакційною колбою (4), яка призначена для розкладання проби хлоридною кислотою. Триходовий кран (5) дає змогу з'єднати вимірювальну бюретку з реакційною колбою або атмосферою.

Для вимірювання кількості виділеного CO_2 або O_2 проводять підготовлення приладу – кальциметра. При цьому рідину у вимірювальному циліндрі (2) доводять до верхньої кругової мітки, що позначена цифрою "нуль" (у разі з'єднання вимірювального циліндру через триходовий кран з атмосферою). Перевіряють герметичність приладу – рівень рідини в вимірювальному циліндрі не повинен падати. Потім в реакційну колбу поміщають наважку проби (або 10 мл досліджуваного розчину). У внутрішній циліндрик реакційної колби піпеткою або через воронку наливають 10 %-ий розчин хлоридної кислоти (або визначену її кількість – за завданням викладача). Колбу герметично зачиняють пробкою, що має відвід до вимірювальної бюретки й, крутячи триходовий кран, її з'єднують з вимірювальною бюреткою.



1 – зрівнювальний циліндр; 2 – вимірювальний циліндр; 3 – зрівнювальна склянка; 4 – реакційна посудина; 5 – триходовий кран; 6 – єднальна гумова трубка; 7 – штатив приладу; 8 – мантия газовимірювального циліндра.

Рис. 6.1 – Схема кальциметра

Для з'єднання досліджуваної проби з кислотою колбу нахиляють та струшують. При цьому виділяється CO_2 або O_2 , які переходять до вимірювальної бюретки, витісняючи з неї рідину до циліндру (1) та порівнювальної склянки (3).

Коли реакція закінчиться, рідину у вимірювальному циліндрі (2) зрівнюють за допомогою склянки (3) та вимірюють об'єм виділеного газу (або витісненої рідини). Про закінчення хімічної взаємодії проби з кислотою свідчить рівність вимірюваних об'ємів газу за 3...4 вимірюваннями.

6.3 Порядок проведення експерименту

1. Приготувати наважку досліджуваної проби m_n з точністю до 0,01 г. (за завданням).

Якщо заданий об'єм CO_2 , який повинен виділитися за робочих умов $V_{\text{CO}_2(\text{теор})}^{P,t}$, то необхідно спочатку перевести цей об'єм до нормальних умов за формулою:

$$V_{\text{CO}_2(\text{теор})}^0 = \frac{V_{\text{CO}_2(\text{теор})}^{P,t} \cdot P \cdot T_0}{P_0 \cdot T}, \quad (6.3)$$

де P – барометричний тиск у лабораторії, кПа;

P_0 – тиск, який відповідає нормальним умовам, $P_0 = 101,3$ кПа;

T_0 – температура, що відповідає нормальним умовам, $T_0 = 273$ К;

T – температура у лабораторії, К.

Потім розраховують наважку досліджуваної проби за формулою:

$$m_H = \frac{V_{CO_2(\text{теор})}^0 \cdot M_c}{22,4 \cdot 1000}, \quad (6.4)$$

де M_c – молекулярна маса досліджуваної солі.

2. Підготувати кальциметр до роботи – перевірити герметичність приладу, встановити прилад на нульовій відмітці.

3. Помістити наважку проби (або її об'єм) і кислоту до реакційної посудини кальциметра.

4. Здійснити хімічну взаємодію системи в реакційній посудині та зміряти об'єм виділеного газу $V_{CO_2(\text{прак})}^{P,t}$ (або витісненої рідини), переконавшись у закінченні реакції – за рівністю об'ємів газу 3...4 вимірювань.

Відлік об'єму газу здійснювати за умови отримання (за допомогою зрівнювальної склянки 3) однакових рівнів запірної рідини (розчину NaCl) у сполучених циліндрах 1 та 2.

5. Перерахувати об'єм газу, що виділився до нормальних умов за формулою:

$$V_{CO_2(\text{прак})}^0 = \frac{V_{CO_2(\text{прак})}^{P,t} \cdot P \cdot T_0}{P_0 \cdot T}. \quad (6.5)$$

6. Розрахувати масу соли, що розкладалася у наслідку реакції за формулою:

$$m_c = \frac{V_{CO_2(\text{прак})}^0 \cdot M_c}{22,4 \cdot 1000}. \quad (6.6)$$

7. Розрахувати вміст CO_2 в досліджуваному розчині (г/л) за формулою:

$$C_{CO_2} = \frac{V_{CO_2(\text{прак})}^0 \cdot M_{CO_2} \cdot 1000}{22,4 \cdot 1000 \cdot 10}. \quad (6.7)$$

8. Розрахувати ступінь розкладення заданої речовини за формулою:

$$\eta = \frac{m_c}{m_H} \cdot 100 \%. \quad (6.8)$$

9. До протоколу занести теоретичне обґрунтування теми, ескіз приладу, результати розрахунків та висновки.

6.4 Контрольні питання

1. Загальні відомості про карбонатні системи.

2. Розглянути методику виконання роботи та розрахунків.

Вимоги до звіту та основні положення техніки безпеки дивись у розділі "Загальні питання".

ЗАГАЛЬНІ ПИТАННЯ

Вимоги техніки безпеки

1. Перед початком роботи необхідно ознайомитись зі схемою установки, правилами техніки безпеки, послідовністю виконання операцій, реактивами.

2. Обережно поводитись з хімічними реактивами стосовно загальної інструкції з техніки безпеки.

3. Для попередження опіків і отруєнь необхідно знати властивості речовин, з якими доведеться працювати, і вміти надати долікарську допомогу потерпілому.

4. Включення та виключення установок проводити в присутності викладача або інженера начального процесу.

5. Під час роботи необхідно ввімкнути вентиляцію у витяжній шафі.

6. В процесі завантаження та розвантаження електрохімічної ванни уникати попадання бризок електроліту на одяг, обличчя та шкіру рук, так як вони викликають опіки. Аналогічну обережність треба проявляти в процесі оброблення зразка розчинами лугів та кислот.

7. В процесі збирання установки особливу увагу звернути на ретельну ізоляцію провідників та правильне положення електродів у ванні: катод повинен бути жорстко укріплений клеюю паралельно анодам.

8. Включення струму проводити тільки у присутності викладача.

9. У процесі спостереження ні в якому разі не торкатися руками електродів ванни та струмопровідних частин установки.

10. Забороняється розташовувати біля працюючої установки відкритого вогню (пальника, електроплитки, тощо).

11. Електроліт з ванни виливати тільки у призначену для цього ємність.

12. Під час виконання робіт обережно поводитися з кислотами та лугами. У разі попадання кислоти на шкіру необхідно одразу ж промити вражене місце великою кількістю води і обробити спиртом.

13. Не залишати включену установку без догляду.

14. Після закінчення роботи треба вимити посуд, навести лад на своєму робочому місці, і тільки після цього з дозволу викладача залишити лабораторію.

Вимоги до звіту

У звіті в стислій формі викласти мету і завдання лабораторної роботи, накреслити схему установки, описати її роботу та методику аналізів (коротко). Привести необхідні розрахунки, одержані результати проаналізувати та звести в таблиці, якщо це потрібно, або представити у графічному вигляді. Записати висновки по роботі.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Конспект лекцій з курсу "Загальна хімічна технологія", частина 1 "Теоретичні основи хімічної технології" для студентів спеціальності 161 – Хімічні технології та інженерія / Л.В. Іванченко, В.Я. Кожухар. – Одеса: ОНПУ, 2017. – 110 с.

2. Конспект лекцій з курсу "Загальна хімічна технологія", частина 2 "Найважливіші хімічні виробництва" для студентів спеціальності 161 – Хімічні технології та інженерія / Л.В. Іванченко, В.Я. Кожухар. – Одеса: ОНПУ, 2019. – 92 с.

3. Загальна хімічна технологія: [підруч. для студентів вищих навч. закл.] / В.Т. Яворський, Т.В. Перекупко, З.О. Знак, Л.В. Савчук. – Львів: Національний університет "Львівська політехніка", 2005. – 552 с. Режим доступу: <https://www.twirpx.com/file/43833/>

4. Методи розрахунків у технології неорганічних виробництв: підруч. для студентів вищих навч. закл. / [Лобойко О.Я., Товажнянський Л.Л., Слабун І.О. та ін.]. за ред. проф. О.Я. Лобойка і проф. Л.Л.Товажнянського. – Х.: НТУ "ХПІ", 2001. – 512 с.

5. Краткий справочник физико-химических величин. / Под ред. А.А. Равделя, А.М. Пономаревой – [8-ое изд., перераб.]. – Л.: Химия, 1983. – 232 с.

6. Теорія процесів виробництв неорганічних речовин: [навч. посібник] / І. М. Астрелін, А.К. Запольський, В.І. Супрунчук, Г. М. Прокофьева.; за ред. А.К. Запольського. – К.: Вища школа, 1992. – 399 с.