

**Міністерство освіти і науки України
Національний технічний університет України
“Київський політехнічний інститут”**

**ПРАКТИЧНИЙ ПОСІБНИК
З КУРСУ
“ПРОМИСЛОВА ЕКОЛОГІЯ”**

**Київ
НТУУ “КПІ”
2010**

Міністерство освіти і науки України
Національний технічний університет України
“Київський політехнічний інститут”

ПРАКТИЧНИЙ ПОСІБНИК
З КУРСУ
“ПРОМИСЛОВА ЕКОЛОГІЯ”

для студентів спеціальності 6.040106
“Екологія, охорона навколишнього середовища та
збалансоване природокористування”

Затверджено
на засіданні кафедри
екології та технологій
рослинних полімерів
Протокол № 12 від 12.05.2010 р.

Київ
НТУУ “КПІ”
2010

Практичний посібник з курсу “Промислова екологія” для студентів спеціальності 6.040106 “Екологія, охорона навколишнього середовища та збалансоване природокористування”/ Укл. Гомеля М.Д., Іваненко О.І., Шаблій Т.О., Носачова Ю.В., Отрох О.А. – К.: НТУУ “КПІ”, 2010. – 48 с. – Укр. мовою.

Укладачі: Гомеля М. Д.
Іваненко О. І.
Шаблій Т. О.
Носачова Ю.В.
Отрох О.А.

ВСТУП

Курс “Промислова екологія” є одним із основних курсів для студентів спеціальності “Екологія та охорона навколишнього середовища”, який вивчається на IV курсі майбутніми спеціалістами та магістрами.

Мета даної роботи – забезпечення виконання студентами лабораторного практикуму по даному курсу, закріплення теоретичних основ, набуття навиків контролю основних процесів водоочищення, оцінки їх ефективності.

При виконанні лабораторних робіт студенти моделюють складні технологічні процеси водопідготовки для промислового споживання, очищення утворених стічних вод та утилізації рідких та твердих відходів.

Основні завдання роботи – допомогти студентам оволодіти не тільки основними методами управління та контролю якості промислових стічних вод, їх складом та корозійної агресивності, але й чітко зрозуміти вплив різноманітних технологічних факторів, характеристик води на ефективність процесів очищення стічних вод та утилізації відходів, кондиціонування води, їх економічні показники.

В ході виконання лабораторних робіт студенти також набувають навиків виконання науково-дослідних робіт по вибраній спеціальності, проведення наукового пошуку, вміння проаналізувати отримані результати, зробити висновки та розробити рекомендації.

Перед початком роботи студенти повинні обов’язково пройти загальний інструктаж по техніці безпеки.

Лабораторна робота №1

ВИЗНАЧЕННЯ ШВИДКОСТІ КОРОЗІЇ МЕТАЛІВ В РІЗНИХ СЕРЕДОВИЩАХ

Мета роботи: визначення корозійної агресивності розчинів по відношенню до металів для забезпечення тривалого терміну експлуатації обладнання.

Теоретичні положення

Корозія металів визначається як процес (і як результат) самовільного руйнування металів при їх хімічній, електрохімічній або біохімічній взаємодії з навколишнім середовищем. Цей процес є небажаним. Розрізняють наступні основні види корозії металів: хімічну, біохімічну і електрохімічну.

Хімічною корозією є самовільне руйнування, в основі якого лежать закони звичайних гетерогенних хімічних реакцій.

Біохімічна корозія – це результат життєдіяльності різних мікроорганізмів, які використовують метал як середовище або видаляють продукти, які руйнують метал. Для її розвитку найбільш приємні ґрунти певних складів, нерухомі зони і деякі органічні продукти.

Електрохімічна корозія зустрічається частіше інших і найбільш небезпечна для металів. Вона може протікати в газовій атмосфері, коли на поверхні металу можлива конденсація вологи (атмосфера корозія), в ґрунтах (ґрунтова корозія), в розчинах (рідинна корозія), підкоряється законам електрохімічної кінетики.

Для кількісної характеристики швидкості корозійного руйнування використовують кілька показників корозії.

Показник зміни маси W_C (показник ваги) характеризує втрату маси металу одиницею його поверхні за одиницю часу:

$$W_C = \frac{(g_0 - g_1)}{S \cdot t}, \text{ г/(м}^2 \cdot \text{год)}, \quad (1)$$

де: g_0 і g_1 – маса кородуючого зразку до та після корозії відповідно, г;

S – площа зразку, м²;

t – час корозії, год.

За своєю фізичною сутністю цей показник корозії є від'ємною величиною, тому його називають ще від'ємною зміною маси (або від'ємним ваговим показником корозії). Він придатний для характеристики всіх видів корозії.

Недоліком методу визначення швидкості корозії за втратами маси такі: важко повністю видалити всі її продукти, при цьому не торкаючись основного металу; не можливо оцінити нерівномірну корозію, міжкристалічне та транскристалічне корозійне руйнування.

Об'ємний показник корозії V_c - дорівнює об'єму газу, який видаляється або поглинається під час корозії одиницею поверхні на одиницю часу:

$$V_c = \frac{V_0}{S \cdot t}, \text{ см}^3/(\text{см}^2 \cdot \text{год}), \quad (2)$$

де: V_0 – об'єм видаленого або поглинутого газу за час корозії, доведений до нормальних умов (тиск 1 атм, температура 0 °C).

Струмівий показник корозії i_c (швидкість корозії, яка виражається в струмових одиницях) дорівнює щільності струму в стаціонарних умовах електродних процесів, за рахунок яких протікає корозія:

$$\begin{matrix} \rightarrow & \rightarrow & \leftarrow \\ i_c = i_M = i_H = i_O, & \text{А/см}^2, \end{matrix} \quad (3)$$

де: індексами М, Н, О позначені реакції за участю металу, водню, кисню відповідно, а стрілками $\rightarrow$ і $\leftarrow$ позначені катодний та анодний процеси.

Глибинний показник P_c виражає зміну товщини зразку внаслідок корозії за одиницю часу:

$$P_c = \frac{(g_0 - g_1) \cdot 8760}{S \cdot t \cdot r \cdot 1000} = \frac{8.76 \cdot W_c}{r}, \text{ мм/рік}, \quad (4)$$

де: ρ – щільність металу, г/см³;
8760 – кількість годин на рік.

Він придатний для характеристики тільки рівномірної корозії. Швидкість корозії, яка виражається кількісно одним з цих показників, є середньою за час τ . Істину швидкість корозії в даний момент визначають по тангенсу кута нахилу дотичної до кривої (i_c - τ), яка характеризує зміну швидкості корозії з часом.

Обладнання, прилади, матеріали, реактиви

Прилади та обладнання

- зразки металу;
- електроди;
- хімічний посуд;
- фотоколориметр КФК – 2;
- рН – метр;
- індикатор Р5126.

Реактиви та матеріали

- розчин хлориду натрію (3 %);
- розчин сірчаної кислоти (0,1Н);
- розчин лугу (0,1Н);
- розчин сульфосаліцилової кислоти (10%);
- розчин аміаку (10 %).

Рекомендації щодо виконання роботи

Визначення швидкості корозії масометричним методом

Корозійні дослідження ваговим методом проводять у хімічних склянках однакової ємності, які заповнюють розчином, який досліджується. В даному випадку: склянки з розчином 0.1Н сірчаної кислоти, 3 %-м розчином хлориду натрію та 0.1Н розчином лугу при $T=20-25^{\circ}\text{C}$.

В кожному склянку підвішують на скляних鉤ках не менше трьох попередньо підготовлених зразків металу (сталь 08 кп). Рівень розчину повинен бути на 2 см вище верхньої межі зразків. Тривалість експозиції зразків в корозійному середовищі – 7 діб.

Порядок роботи

У склянки, заповнені розчинами, занурюють зразки, які готують наступним чином: зачищають на дрібному наждачному папері, протирають фільтрувальним папером і знежирюють в ацетоні, зважують на аналітичних терезах. Зразки підвішують на скляних鉤ках і одночасно фіксують час початку досліду. Через 7 діб закінчують дослід.

Зразки після корозійних дослідів виймають з розчинів, промивають у проточній воді, видаляють продукти корозії м'якою гумкою, висушують фільтрувальним папером і зважують на аналітичних терезах.

Метод поляризаційного опору

Одним з найбільш швидких методів визначення швидкості корозії металів є метод поляризаційного опору, який дозволяє вимірювати швидкість корозії в даний момент часу з допомогою приладу Р5126.

Суть методу. При невеликих поляризаціях електроду зовнішнім струмом між величиною зміщення потенціалу електроду від потенціалу корозії ΔE і струмом ΔI спостерігається лінійна залежність. Тангенс кута нахилу цієї залежності називається поляризаційним опором R_n . Таким чином,

$$R_n = \Delta E / \Delta I \text{ при } \Delta E \rightarrow 0 \quad (5)$$

Величина поляризаційного опору характеризує схильність до самовільного переходу іонів металу в розчин. Так, на електродах, що ідеально поляризуються, відсутня електрохімічна реакція розчинення металу, тому поляризаційний опір досягає значних величин, які прямують до

нескінченності. При існуванні кородуючих електродів протікання електрохімічної реакції призводить до виникнення поляризаційного опору, значення якого зворотно пропорційне швидкості корозії, тобто

$$R_n = \frac{K}{i_c}, \quad (6)$$

де K – коефіцієнт, який враховує кінетичний стан особливості корозійного процесу; i_c – щільність струму корозії.

У випадку корозії металів в кислих середовищах K визначається за формулою:

$$K = \frac{\epsilon_K \cdot \epsilon_A}{2.3 \cdot (\epsilon_K + \epsilon_A)}, \quad (7)$$

де ϵ_K і ϵ_A – похили відповідно катодної та анодної поляризаційних кривих в тафелевській області.

При вимірюванні швидкості корозії методом поляризаційного опору в реальних умовах використовують корозійно-вимірювальні перетворювачі. Константа K для них в основному залежить від робочої площі електродів, природи металу і корозійного середовища і визначається експериментально з окремих дослідів.

Порядок роботи

Вимірювання швидкості корозії з допомогою приладу Р5126.

Підготувати електроди до вимірювання: зачистити наждачним папером, спочатку грубим, потім більш тонким, протерти фільтрувальним папером, знежирити.

Через розподільчу колодку паралельно можна вимірювати R_p (Ом) в різних середовищах.

Підключити прилад до мережі, підключити датчик до приладу (через розподільчу колодку).

Увімкнути тумблер (Δ) на приладі (ззаду, зліва).

Увімкнути 1 канал на приладі (на приладі канал 0 відповідає 1-му каналу на розподільчу колодку).

Занурити підготовлені електроди у стакан з розчином.

Переключити прилад на R_p , увімкнути тумблер “коефіцієнт” і виставити показник коефіцієнту. Вимкнути тумблер K (коефіцієнти виведені експериментально: для кислого середовища $K \approx 75$, для нейтрального - $K \approx 150$).

На цифровій шкалі висвічується значення R_p в Ом, яке фіксується як початкове τ .

Перші 60 хвилин вимірювання R_p проводяться з інтервалом 10 хвилин, далі три години з інтервалом у 30 хвилин. Дані заносять в табл. 2.

Визначають залишковий вміст заліза в середовищі, де знаходились електроди.

Методика визначення концентрації іонів заліза

До 10 см³ води, що містить 1...10 мкг заліза, додають 5 см³ 10 %-го розчину сульфосаліцилової кислоти, 5 см³ 10 %-го розчину аміаку, перемішують. Через 10 хв вимірюють оптичну густину по відношенню до розчину холостого досліду при $\lambda=440$ нм, товщині кювети 3 см. За калібрувальним графіком визначають концентрацію заліза.

Побудова калібрувального графіка

Готують серію розчинів заліза відомої концентрації: 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,1 мг заліза на 100 см³ дистильованої води, використовуючи стандартний розчин солі заліза (0,8634 г залізо-амонійних квасців змішують з 10 см³ сірчаної кислоти щільністю 1,84 г/см³ і розбавляють в 1 дм³ дистильованої води, отримуючи при цьому розчин з вмістом 0,1 мг заліза в 1 см³). Для цього в мірні колби додають 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0; 60,0; 70,0; 80,0; 90,0; 100,0 см³ розчину, доводять до мітки, потім за методикою визначають оптичну густину кожного розчину. Будують калібрувальний графік.

Спостереження та обробка експериментальних результатів

Результати масометричного визначення швидкості корозії

За різницею ваг до (g_0) та після (g_1) корозії розраховують швидкість корозії (ваговий показник корозії W_C) за формулою (1). Дані заносять в табл. 1.

Таблиця 1. Швидкість корозії сталі в різних середовищах

Корозійне середовище	Вага зразку до початку досліду (g_0), г	Вага зразку після закінчення досліду (g_1), г	Ваговий показник корозії W_C , г/(м ² ·год)
----------------------	---	---	--

Результати визначення швидкості корозії методом поляризаційного опору

Таблиця 2. Швидкість корозії у водних розчинах

Час τ , хв	Поляризаційний опір, Ом			
	Середовище 1	Середовище 2	Середовище 3	Середовище 4

На основі даних, приведених в табл.2, розраховують середнє значення поляризаційного опору для кожного середовища:

$$R_{p_c} = \frac{\sum (R_{p_{i+1}} - R_{p_i}) \frac{\Delta t}{2}}{t}, \text{ Ом}, \quad (8)$$

де $R_{p_{i+1}}$ – значення поляризаційного опору в даний період часу, Ом;

R_{p_i} – попереднє значення поляризаційного опору, Ом; Δt - час між двома

замірами поляризаційного опору, хв; τ - загальний час експерименту, хв.
Коефіцієнт затримання швидкості корозії визначають як:

$$J = \frac{Rp_c}{Rp_c^0}, \quad (9)$$

де Rp_c – середнє значення поляризаційного опору для даного середовища, Ом, Rp_c^0 – середнє значення поляризаційного опору для розчину порівняння, Ом.

Ступінь захисту від корозії розраховується за формулою:

$$Z = \left(1 - \frac{1}{J}\right) \cdot 100, \%. \quad (10)$$

Основні висновки

Лабораторна робота № 2

ОЧИЩЕННЯ СТИЧНИХ ВОД ВІД ХРОМАТИВ

Мета роботи: вивчення процесів очищення води від хроматів реагентним методом та методом іонного обміну.

Теоретичні відомості

Стичні води ряду виробництв містять сполуки хрому у вигляді солей хромової кислоти $Cr_2O_7^{2-}$ та Cr^{3+} . В відповідності до правил прийому стічних вод підприємств у каналізацію концентрація хрому Cr^{6+} в цих водах не повинна перевищувати 0,1 мг/дм³, а Cr^{3+} - 2,5 мг/дм³. Досягти таких рівнів концентрацій сполук хрому в воді за допомогою розведення важко і економічно не вигідно. Оптимальне рішення проблеми – очищення стічних вод від сполук хрому.

Останнім часом розроблено багато методів очищення води від сполук хрому. До найбільш поширених методів відносяться – реагентний метод, електрокоагуляція, гальванокоагуляція, іонний обмін, відновлення на активованому вугіллі. Кожний з цих методів має свої переваги та недоліки і може бути застосований в залежності від конкретних умов. При утилізації відпрацьованих електролітів, де концентрації хроматів можуть досягти 300 г/дм³ доцільно використовувати гальванокоагулятори або колони, заповнені активованим вугіллем. В даному випадку при підкисленні води до рН=2 можливе відновлення хроматів на 99% і більше. Але залишкові концентрації хроматів в воді будуть значно перевищувати рівень ГДК. Тому ці методи недоцільно застосовувати при очищенні від хроматів промивних вод гальванічних виробництв, які характеризуються низькими концентраціями сполук хрому. Реагентний метод – найбільш універсальний на вітчизняних підприємствах. При переробці концентрованих електролітів реагентним

методом хромати можна не тільки відновлювати, але і переводити в нерозчинні або малорозчинні сполуки, які можуть знайти використання як пігменти при виробництві фарб. Цей метод використовується також і при очищенні малоконцентрованих хромових стоків до рівнів концентрацій, нижчих ГДК. Найбільш ефективним при очищенні низькоконцентрованих стічних вод від хроматів є іонообмінний метод. В разі його застосування забезпечується значна економія природної води за рахунок організацій замкнених схем водопостачання, регенерується основна кількість хроматів.

Іонообмінні смоли можливо використовувати для регенерації відпрацьованих електролітів, що містять хромати в великих концентраціях.

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- фотоколориметр КФК – 2;
- рН – метр;
- лабораторна іонообмінна установка;
- хімічний посуд.
-

Реактиви та матеріали

- розчин біхромату калію з концентрацією $2,5 \text{ г/дм}^3$ по Cr^{6+} ($7,075 \text{ г } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в $1 \text{ дм}^3 \text{ H}_2\text{O}$);
- розчин H_2SO_4 (1:10);
- розчин NaOH (10%);
- розчин NaHSO_3 (Na_2SO_3);
- розчин H_2SO_4 (1:10);
- аніоніт АВ-17-8 (20 см^3);
- розчин H_2SO_4 (1:1)
- H_3PO_4 щільністю $1,68 \text{ г/см}^3$;
- розчин дифенілкарбазиду (ДФК) з масовою концентрацією 0,5% в ацетоні або ізопропанолі (свіжеприготований розчин).

Рекомендації щодо виконання роботи

Очистка води від хроматів реагентним методом

Виділення із води хроматів Cr^{6+} реагентним методом проводиться в два етапи. На першому етапі при $\text{pH}=1\div 5$ проводиться відновлення шестивалентного хрому в трьохвалентний. На другому етапі при $\text{pH}=8,5\div 9,6$ трьохвалентний хром висаджується в вигляді гідроксиду. Як відновники використовують бісульфіт натрію NaHSO_3 , бісульфіт амонію NH_4HSO_3 , метабісульфіт натрію Na_2SO_3 , залізний купорос FeSO_4 та інші.

Для нейтралізації розчину після відновлення хрому слід застосувати вапно або луги. Соду застосовувати не рекомендується, так як бульбашки CO_2 , що виділяється, заважають висадженню гідроксиду хрому (III).

На ефективність процесу відновлення хрому Cr^{6+} впливає ряд факторів: рН середовища, концентрація Cr^{6+} та надлишок відновника. При концентрації хроматів, нижчій 20 мг/дм^3 , необхідно використовувати значні надлишки реагентів. В табл.1 приведено питомі дози бісульфіту натрію, необхідні для відновлення шестивалентного хрому, в табл.2 – питомі дози сульфїту натрію, які рекомендуються при проектуванні очисних споруд.

Таблиця 1. Питомі дози бісульфіту натрію, необхідні для відновлення шестивалентного хрому

№ п/п	Концентрація Cr^{6+} , мг/дм^3	Питома доза бісульфіту натрію*, мг/см^3				
		pH=1	pH=2	pH=3	pH=4	pH=5
1	10	8,0	9,00	9,30	10,60	12,00
2	20	6,5	8,00	8,40	9,30	11,00
3	40	6,1	7,20	8,00	8,50	9,60
4	60	5,5	6,50	7,30	8,00	8,60
5	80	5,2	6,20	7,00	7,40	8,20
6	100	5,0	5,60	6,50	7,20	7,50
7	200	4,0	5,00	5,50	6,20	6,40
8	300	4,0	5,00	5,40	6,10	6,30
9	400	4,0	4,60	5,35	6,00	6,20
10	500	4,0	4,50	5,30	5,60	6,05
11	600	4,0	4,45	5,30	5,55	6,00
12	700	4,0	4,40	5,20	5,50	5,60
13	800	4,0	4,30	5,15	5,40	5,50
14	900	4,0	4,20	5,00	5,30	5,40

* При застосуванні гідросульфїту натрію $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ та піросульфїту натрію $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ питомі дози приймаються відповідно в 1,8 раза менше ніж бісульфіту натрію.

Таблиця 2. Питомі дози сульфїту натрію для відновлення шестивалентного хрому

№ п/п	Концентрація Cr^{6+} , мг/дм^3	Питома доза відновника, мг/дм^3			
		pH=1	pH=2	pH=3	pH=4
1	10	15,0	20,0	25,0	40,0
2	20	10,0	16,0	20,0	25,0
3	30	9,0	13,0	16,0	20,0
4	40	8,0	9,0	13,0	16,0
5	50	7,5	8,2	9,5	11,5
6	75	7,0	7,5	8,0	9,0
7	100	6,5	6,7	7,3	8,0
8	150	6,0	6,2	6,7	7,3
9	200	5,5	5,8	6,3	6,8

10	300	5,0	5,4	5,8	6,4
11	400	4,7	5,3	5,6	6,1
12	500	4,8	5,2	5,5	6,0

Метою даного розділу роботи є визначення оптимальних параметрів процесу відновлення Cr^{6+} до Cr^{3+} : величини рН реакційного середовища та дози відновника.

Визначення оптимального значення рН середовища при відновленні хроматів

Готують п'ять розчинів біхромату калію з концентрацією по Cr^{6+} 100 мг/дм³. При цьому в мірну колбу з розчином № 1 на 500 см³ переносять 20 см³ розчину біхромату калію з концентрацією 2,5 мг/дм³ по Cr^{6+} , додають 10 см³ розчину H_2SO_4 (1:10), доводять до мітки, визначають рН по рН-метру. Для приготування розчину № 2 в мірну колбу на 500 см³ наливають 20 см³ розчину біхромату, 5 дм³ розчину H_2SO_4 (1:10) і доводять до мітки дистильованою водою. При приготуванні розчину № 3 використовують 0,33 см³ розчину H_2SO_4 (1:10), розчину № 4 – 1 краплю розчину H_2SO_4 (1:10), в розчин № 5 кислоту не добавляють. Після визначення рН розчинів результати зводять в табл.3.

Таблиця 3. Залежність реакції середовища хроматного розчину від концентрації сірчаної кислоти

№ п/п	Концентрація Cr^{6+} , мг/дм ³	Кількість розчину H_2SO_4 (1:10), см ³	Об'єм розчину хромату з конц. по Cr^{6+} 2,5 г/дм ³	Загальний об'єм, см ³	рН розчину
1	100	10,00	20	500	
2	100	5,00	20	500	
3	100	0,33	20	500	
4	100	1 крапля	20	500	
5	100	-	20	500	

В відповідності з табл. 1 максимальна питома доза бісульфіту натрію складає 7,5 мг на мг Cr^{6+} , тому для 500 см³ розчину Cr^{6+} з концентрацією 100 мг/дм³ необхідно використати $7,5 \cdot 100 \cdot 0,5 = 375$ мг NaHSO_3 або 3,75 см³ 10% - го розчину NaHSO_3 .

По табл. 2 питома доза сульфиту натрію складає 8 мг на 1 мг Cr^{6+} . Для відновлення хрому необхідно використати 4 см³ 10% - го Na_2SO_3 .

Після внесення необхідної кількості відновника (3,75 см³ 10% - го розчину NaHSO_3 або 4 см³ 10% - го розчину Na_2SO_3) в кожний з розчинів, їх перемішують протягом 20 – 30 хвилин. Доводять рН кожного розчину до 3,5 ÷ 9 і відстоюють протягом 1 – 2 годин. Просвітлені розчини аналізують на вміст Cr^{6+} по приведеній методиці.

Визначення оптимальної дози реагенту

Готують п'ять розчинів біхромату калію з однаковою концентрацією Cr^{6+} (100 мг/дм³) і однаковим значенням рН. До кожного розчину приливають відновник в кількості 100, 150, 200, 250, 300 % від стехіометрії (по стехіометрії на 1 мг Cr^{6+} необхідно 3,46 см³ NaHSO_3 або 3,64 см³ Na_2SO_3). Далі розчин обробляють як описано в попередньому розділі. Визначають залишкові концентрації Cr^{6+} .

Очистка води від хроматів іонообмінним методом

Виділення хроматів із води іонообмінним методом проводиться з допомогою аніонів при концентрації хроматів до 100 мг/дм³. Найчастіше використовуються сильноосновні аніоніти, такі як АВ-17-8, АВ-17-16 та низькоосновні – АН-18 та АН-251. Динамічні об'ємні ємності до проскоку цих іонітів складають: АВ-17-8 - 720÷780 г-екв/дм³; АВ-17-16 – 480 ÷ 550 г-екв/дм³; АН-18 – 450 ÷ 680 г-екв/дм³; АН-251 – 850 г-екв/дм³.

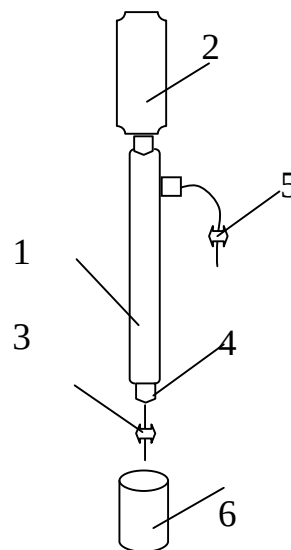
Процес очистки води на аніонітах ведуть в динамічних умовах. Швидкість фільтрування через установку до 6 м/год (10 см³/хв). Використовують не менше двох установок і одну резервну. Регенерація аніоніту здійснюється 10%-ним розчином гідроксиду натрію. Витрату регенераційного розчину приймають рівною 4-5 об'ємам від об'єму іоніту. Вода після іоніту скидається в каналізацію або повертається для повторного використання. В разі, коли вода скидається в каналізацію, іоніт працює до проскоку хроматів. Тобто до тих пір, поки концентрація Cr^{6+} не перевищує 0,1 мг/дм³. При повторному використанні води концентрація Cr^{6+} в воді після іоніту може досягти більших значень. Ці значення визначаються із технологічних вимог до якості води. Так, в промивній ванні концентрація Cr^{6+} може досягати 10 мг/дм³.

Лабораторна установка

Лабораторна установка (рис.1) складається із штативу, крапельної лійки, колонки, хімічних колб, стаканів, бюреток, рН-метра та фотоколориметра.

Рис.1. Схема лабораторної установки:

- 1 – колонка;
- 2 – крапельна лійка;
- 3, 4, 5 – пережим;
- 6 – хімічний стакан.



Колонка 1, заповнена іонітом АВ-17-8. За допомогою шліфів НШ-19 вона з'єднана з капельною лійкою 2. Колонка в нижній частині має відвід, який з'єднаний з резиною трубою, на якій розміщені пережими 3, 4 для регулювання швидкості фільтрування. В верхній частині колонка має відвід, який також з'єднаний з резиною трубою з пережимом 5. Цей відвід призначений для регулювання рівня води в колонці.

Визначення динамічної обмінної ємності аніоніту АВ-17-8 в залежності від реакції рН розчину

Готують 3 дм³ розчину біхромату калію з концентрацією 250 мг/дм³ розведенням в 10 разів розчину з концентрацією по Cr^{6+} 2,5 г/дм³.

З допомогою кислоти або лугу доводять рН до заданого значення (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7). Колонку 1 на 50% заповнюють водою. Знімають пережим 4 і за допомогою пережиму 3 встановлюють швидкість фільтрування на рівні 15 см³/хв. Знімають лійку 2 і виливають рештки води. Коли рівень води над іонітом буде 1-2 см, пережимом 4 закривають нижній відвід колонки. Лійку 2 знову з'єднують з колонкою 1 і заповнюють хроматом з концентрацією розчину по Cr^{6+} 250 мг/дм³. Відкривають кран лійки 2 і знімають пережим 4. Вода фільтрується з швидкістю 15 см³/хв. Відбирають проби об'ємом по 200 см³ і аналізують на вміст Cr^{6+} . В разі необхідності з допомогою крану лійки 2 та пережиму 5 регулюють рівень води над іонітом. Коли концентрація хроматів в фільтраті досягає значення 250 мг/дм³ по Cr^{6+} , процес закінчується. З лійки 2 виливають рештки розчину хромату, пережимом 4 закривають нижній відвід колонки.

Регенерація іоніту АВ-17-8

Регенерацію іоніту АВ-17-8 здійснюють 10 %-вим розчином NaOH. Швидкість фільтрування 1-5 см³/хв. Об'єм розчину лугу 80 см³. Іоніт промивають 300÷500 см³ води. Визначають концентрацію Cr^{6+} в регенераційному лужному розчині.

Методика визначення концентрації хроматів

Визначення концентрації

До 100 см³ води, що містить (0,005÷0,1 мг Cr^{6+}) додають 1 см³ розчину H_2SO_4 (1:1) і 0,3 см³ розчину H_3PO_4 , перемішують, додають 2 см³ 0,5%-го розчину дифенілкарбазиду, перемішують. Через 5-10 хв. розчин фотометрують при світлофільтрі з $\lambda=540$ нм, товщині кювети $l=10$ мм. По калібрувальному графіку визначають концентрацію Cr^{6+} .

Побудова калібрувального графіку

Готують серію розчинів $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ відомої концентрації: 0,005; 0,0075; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,1; 0,12; 0,15 мг Cr^{6+} в 100 см³ дистильованої води. Потім по методиці визначають оптичну густину кожного із розчинів. Результати зводять в таблицю, будують калібрувальний графік.

Обробка експериментальних даних

Обробка результатів реагентної очистки води

Розраховують ступінь очистки реагентним методом для всіх випадків по формулі:

$$a = \frac{C_0 - C}{C} \cdot 100, \%, \quad (1)$$

де C_0 - початкова концентрація Cr^{6+} , мг/дм³;

C - залишкова концентрація Cr^{6+} , мг/дм³.

Результати зводять в таблицю. Будують графік залежності ступеню очищення від рН середовища та дози реагенту.

Обробка результатів іонообмінної очистки води

Після визначення концентрації хрому Cr^{6+} в пробах фільтрату результати зводять в таблицю і будують графік залежності залишкової концентрації хрому Cr^{6+} від об'єму профільтованого розчину. По отриманому графіку розраховують обмінну динамічну ємність іоніту АВ-17-8 до проскоку та повну обмінну динамічну ємність.

Розраховують ступінь регенерації іоніту по формулі:

$$Z = \frac{m^I}{m} \cdot 100, \%, \quad (2)$$

де m^I – маса десорбованого Cr(VI) , мг;

m - маса сорбованого Cr(VI) , мг.

Визначення обмінної ємності іоніту, повної обмінної ємності іоніту, ступеню регенерації при іонообмінному очищенні води від хроматів

За отриманими результатами сорбції іонів хрому побудувати графік залежності концентрації іонів хрому у воді від об'єму пропущеного розчину (рис.1). Із вихідної кривої сорбції (рис.2) визначити обмінну ємність до проскоку та повну обмінну ємність. Площа фігури ОАДС (S_1) пропорційна масі іонів хрому, сорбованих до проскоку (m_1), площа фігури АДВ (S_2) пропорційна масі іонів хрому, сорбованих після проскоку (m_2).

Загальна маса сорбованих іонів:

$$M = m_1 + m_2, \text{ мг} \quad (3)$$

Обмінна ємність до проскоку:

$$\text{ОЄ} = m_1 / V_i, \text{ мг/см}^3, \quad (4)$$

де V_i – об'єм іоніту, см³

Повна обмінна ємність:

$$\text{ПОЄ} = M / V_i, \text{ мг/см}^3. \quad (5)$$

За отриманими результатами регенерації іоніту побудувати графік залежності концентрації іонів Cr^{6+} в регенеративному розчині від об'єму пропущеного розчину. Визначити масу десорбованих іонів.

Маса десорбованих іонів:

$$m_d = 0,01 \cdot (C_1 + C_2 + \dots + C_n), \text{ мг}, \quad (6)$$

де $C_1, C_2, \dots, C_n$ – концентрація іонів Cr^{6+} в кожній із проб регенераційного розчину.

Ступінь регенерації іоніту:

$$R = (m_d / M) \cdot 100 \% \quad (7)$$

де m_d – маса десорбованих іонів Cr^{6+} , мг.

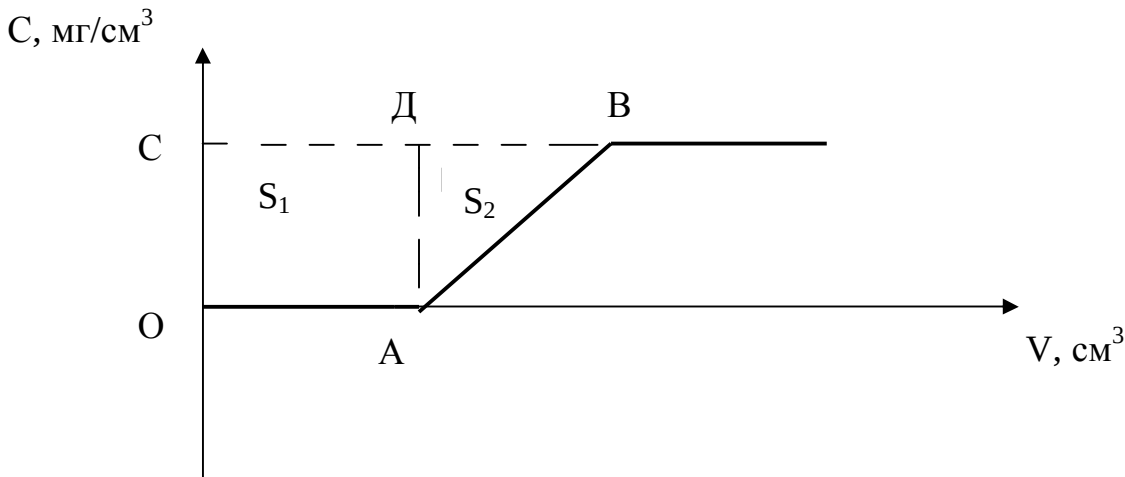


Рис.2. Вихідна крива сорбції іонів хрому (VI) на аніоніті АВ-17-8.

Основні висновки

Лабораторна робота №3

ОЧИЩЕННЯ СТИЧНИХ ВОД ВІД ФЕНОЛУ

Мета роботи: вивчення процесів очищення води від фенолу іонообмінним та деструктивним методами.

Теоретичні положення

Фенолвмісні стічні води скидаються електростанціями, що працюють на бурому та кам'яному вугіллі, коксохімічними та нафтопереробними заводами, а також багатьма хімічними та целюлозо-паперовими комбінатами. Відповідно до правил скидання стічних вод підприємств у каналізацію гранично допустима концентрація фенолу у цих водах не повинна перевищувати $0,05 \text{ мг/дм}^3$, а у водоймах – $0,001 \text{ мг/дм}^3$. Недопустимість вмісту фенолу у воді господарсько-побутового призначення пов'язана не тільки з його високою токсичністю, а й з його здатністю при хлоруванні навіть при концентрації $0,06 \text{ мг/дм}^3$ утворювати сполуки з дуже сильним “аптечним” запахом. Тому досить важливим є застосування високоефективних технологій очищення стічних вод від фенолів, серед яких

найкращий ступінь очищення забезпечують технології з застосуванням екстракції, іонообмінного та деструктивного методів.

Екстракцію широко застосовують для очищення фенолвмісних стічних вод в випадку високої концентрації забруднювача, оскільки це економічно вигідно при врахуванні високої вартості фенолу. В якості екстрагентів використовують антраценове масло, поглинальне масло (середні та важкі ароматичні вуглеводні), сирий бензол, побічні продукти виробництва бутилового спирту. Видалення фенолу із води іонообмінним методом проводять за допомогою сильноосновних аніонітів – АВ-17-8, АВ-17-16, ступінь вилучення якими фенолу складає 90...95%. Деструктивний метод очищення води базується на окисленні фенолу пероксидом водню, озоном та застосовується для доочищення стічних вод.

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- лабораторна іонообмінна установка;
- фотоколориметр КФК-2;
- озонатор;
- компресор повітря;
- ротаметр;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- розчин фенолу з концентрацією 1 г/дм³;
- аніоніт АВ-17-8 (20 см³);
- розчин NaOH (10%);
- розчин гексаціаноферату (III) калію (8%), свіжеприготований розчин;
- розчин персульфату амонію (20%);
- буферний аміачний розчин (рН=10,0);
- розчин 4-аміноантипірину (2%);
- розчин йодиду калію (2,5%);
- розчин сірчаної кислоти (10%);
- розчин крохмалю (0,5%);
- розчин тіосульфату натрію (0,01N).

Рекомендації щодо виконання роботи

Іонообмінний метод очищення стічних вод від фенолу

Очищення води від фенолів на аніоніті АВ-17-8 проводять у динамічних умовах. Швидкість фільтрування через установку – 10 см³/хв. Регенерацію аніоніту здійснюють 10%-ним розчином NaOH. Для повної регенерації аніоніту достатньо невеликого надлишку лугу проти теоретично необхідного. Лужний розчин після регенерації нейтралізують і використовують для отримання фенолу високої чистоти і подальшого

використання в синтезах, тим самим підвищуючи рентабельність виробництва.

Визначення динамічної об'ємної ємності аніоніту АВ-17-8

Розчин фенолу з концентрацією 100-500 мг/дм³ пропускають через аніоніт, відбираючи по 100 см³ проби та визначаючи залишкову концентрацію фенолу. Воду пропускають доти, поки концентрація фенолу на виході з аніоніту буде дорівнювати початковій концентрації його у вихідному розчині. За отриманими результатами будують графік залежності концентрації фенолу у воді від об'єму пропущеного розчину. Визначають обмінну динамічну ємність аніоніту АВ-17-8.

Регенерація аніоніту АВ-17-8

Регенерацію аніоніту здійснюють 10%-ним розчином NaOH. Швидкість фільтрування – 1 см³/хв. Відбирають проби по 10 см³, у яких визначають концентрацію фенолу. Розчин пропускають до того часу, коли концентрація фенолу буде меншою 1 мг/дм³. Аніоніт промивають 300...500 см³ води. За отриманими результатами будують графік залежності концентрації фенолу в регенеративному розчині від об'єму розчину.

Методика визначення концентрації фенолу

До 100 см³ води, що містить 0,1...1 мг фенолу, додають 1 см³ аміачного буферного розчину, 2 см³ розчину 4-аміноантипірину, перемішують, приливають 2 см³ гексацианоферату калію або персульфату амонію і знову перемішують. Через 15 хв вимірюють оптичну густину по відношенню до розчину холостого досліді при $\lambda=510$ нм, товщині кювети 1 см. За калібрувальним графіком визначають концентрацію фенолу.

Побудова калібрувального графіка

Готують серію розчинів фенолу відомої концентрації: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 мг фенолу на 100 см³ дистильованої води, використовуючи розчин фенолу з концентрацією 10 мг/дм³. Для цього в мірні колби додають 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0; 60,0; 70,0; 80,0; 90,0; 100,0 см³ розчину, доводять до мітки, потім за методикою визначають оптичну густину кожного розчину. Будують калібрувальний графік.

Деструктивний метод очищення стічних вод від фенолу шляхом озонування

Для знешкодження фенолвмісних стічних вод можливо використання деструктивного методу, суть якого полягає в окисленні забруднень озоном. Озонування дозволяє одночасно забезпечити обезбарвлення води, усунення присмаків та запахів, а також їх дезінфекцію.

Методика експерименту

Вмикають компресор, встановлюють швидкість подавання повітря в межах 0,2 – 1,0 дм³/хв. Вмикають охолодження реактора електроблоку, подають напругу на реактор озону. В барботажну колону заливають 200 см³ дистильованої води. Через 10 хв в поглинальну склянку заливають розчин йодиду калію (80 см³). Пропустивши певний об'єм озонowo-повітряної суміші, поглинальну склянку знімають, відбирають з неї 10 см³ розчину йодиду калію в колбу для титрування і додають 10 см³ 10%-го розчину сірчаної кислоти. Пробу титрують 0,01Н розчином тіосульфату натрію до переходу кольору з буро-оранжевого до солом'яно-жовтого, додають 1 см³ крохмалю (синій колір) і титрують до знебарвлення. Розраховують концентрацію озону в озонowo-повітряній суміші.

Для проведення експерименту по деструкції фенолу шляхом озонування в барботажну колону заливають 200 см³ розчину фенолу з концентрацією 10-20 мг/дм³. Через кожні 10 хв. відбирають по 10 см³ розчину та визначають концентрацію фенолу. Озонowo-повітряну суміш пропускають до тих пір, поки концентрація фенолу не буде меншою 1 мг/дм³. Будують графік залежності залишкової концентрації фенолу від часу озонування. Поглинальну склянку знімають, відбирають 10 см³ йодиду калію й титрують. Розраховують кількість озону у відпрацьованій озонowo-повітряній суміші.

Обробка експериментальних даних

Концентрацію озону в озонowo-повітряній суміші розраховують за формулою:

$$C_{\text{оз}} = (N_{\text{T}} \cdot X \cdot V_{\text{КІ}} \cdot 24) / (W \cdot V_{\text{Р}}), \text{ мг/дм}^3, \quad (1)$$

де N_{T} – нормальність тіосульфату натрію (0,01Н); X – об'єм 0,01Н розчину тіосульфату натрію для титрування, см³; $V_{\text{КІ}}$ – об'єм розчину йодиду калію в поглинальній склянці, см³ (80 см³); 24 – еквівалент озону; W – об'єм озонowo-повітряної суміші, дм³ (визначається по формулі $W = S \cdot t$, де S – швидкість подачі озонowo-повітряної суміші, дм³/хв; t – час пропускання через дистильовану воду, хв.); $V_{\text{Р}}$ – об'єм розчину йодиду калію для титрування, см³ (10 см³).

Кількість озону, яку поглинає розчин, розраховується за формулою:

$$Q = Q_1 - Q_2, \text{ мг}, \quad (2)$$

де Q – кількість озону, що поглинається, мг; Q_1 – кількість озону, що подається, мг; Q_2 – кількість озону у відпрацьованій озонowo-повітряній суміші, мг.

Кількість озону у відпрацьованій озонowo-повітряній суміші визначають за формулою:

$$Q_2=(N_T \cdot X \cdot V_{KI} \cdot 24)/V_P, \text{ мг.} \quad (3)$$

Кількість озону, що подається, розраховують за формулою:

$$Q_1=C_{O_3} \cdot P=C_{O_3} \cdot S \cdot t, \text{ мг} \quad (4)$$

де C_{O_3} – концентрація озону у озоново-повітряній суміші, мг/дм³; P – об'єм озоново-повітряної суміші для знебарвлення розчину, дм³; S – швидкість подачі озоново-повітряної суміші, дм³/хв; t – час знебарвлення, хв.

Визначають ефективність очищення води від фенолу та ефективність використання озону.

Основні висновки

Лабораторна робота №4

ОЧИЩЕННЯ СТИЧНИХ ВОД ВІД ІОНІВ КАДМІЮ

Мета роботи: вивчення процесів очищення стічних вод від іонів кадмію іонообмінним методом та вилучення їх з регенераційного розчину електрохімічним методом.

Теоретичні положення

Кадмій є типовим розсіяним елементом. Його добування в світі обчислюється тисячами тонн на рік, тому у більшості країн світу він належить до стратегічної сировини. Основна маса кадмію витрачається на антикорозійні покриття. Кадмування сталей захищає їх від корозії значно ефективніше, чим нікелювання, цинкування та лудження.

Металевий кадмій не токсичний, а його сполуки, незалежно від агрегатного стану, ядовиті. По своїй токсичності кадмій є аналогом ртуті та миш'яку. Гранична допустима концентрація на скид в каналізацію по іонах кадмію складає 0,05 мг/дм³, на скид у водойми – 0,001 мг/дм³.

На сьогодні розроблена велика кількість методів для очистки гальваностоків від іонів кадмію, проте більшість з них, як то реагентий, електрокоагуляційний, сорбційний, не дозволяють в повній мірі вирішити проблему вилучення кадмію з води без утворення відходів у вигляді токсичних шлаків. В цьому плані перспективним є метод іонного об'єму, який спрощує завдання вилучення металу у вигляді, придатному для повторного використання.

Хімічний склад промивних стічних вод гальванічних виробництв в значній мірі визначається складом електроліту. Електролітичне висадження кадмію на поверхні сталі може здійснюватись із розчинів, які містять кадмій як у вигляді простих солей, так і у вигляді комплексних катіонів та аніонів. В промисловості найбільш поширеними є кислі, аміакатні, ціаністі та пірофосфатні електроліти. В кислих електролітах кадмій міститься у вигляді

простого гідратованого катіону Cd^{2+} . Для його виділення доцільно використовувати катіоніт КУ-2-8, який характеризується високим значенням об'ємної динамічної ємності і до того ж найбільш поширений в Україні.

Отримання гідроксиду кадмію з розчинів після регенерації катіоніту супроводжується утворенням розчинів, забруднених хлоридами або сульфатами натрію та іонами кадмію, які також необхідно переробляти та утилізувати. Кращим способом переробки кислих регенераційних розчинів від іонів кадмію є їх електроліз з виділенням металевого кадмію та розчину кислоти, яку слід повторно використовувати для регенерації. Так як водень має велику перенапругу на кадмії, електроліз кислих розчинів кадмію провести не важко. Враховуючи те, що іони Cl^- сприяють руйнуванню анодів, при електролізі використовують регенераційні розчини, що містять кадмій та сірчану кислоту.

Вилучення іонів кадмію з води іонообмінним методом

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- лабораторна іонообмінна установка;
- фотоелектроколориметр КФК-2;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- катіоніт КУ-2-8 (10 см^3);
- розчин солі кадмію з концентрацією 1 г/дм^3 ;
- розчин HCl (20 %);
- розчин H_2SO_4 (20 %);
- розчин NaOH (10 %);
- розчин сульфиду натрію з концентрацією 25 г/дм^3 .

Рекомендації щодо виконання роботи

Сорбція кадмію на катіоніті КУ-2-8 в динамічних умовах

У колонку, заповнену дистильованою водою, додають порціями катіоніт КУ-2-8 в H^+ -формі. Об'єм іоніту – 10 см^3 . Модельний розчин іонів кадмію з концентрацією $0,5\text{--}1 \text{ г/дм}^3$ пропускають через катіоніт зі швидкістю $10 \text{ см}^3/\text{хв}$, відбираючи по 100 см^3 проби та визначаючи концентрацію іонів кадмію. Воду пропускають доти, поки концентрація кадмію на виході з катіоніту буде дорівнювати його початковій концентрації у модельному розчині. За отриманими результатами будують графік залежності концентрації кадмію у воді від об'єму пропущеного розчину. Визначають обмінну динамічну ємність катіоніту КУ-2-8 за іонами кадмію.

Регенерація катіоніту КУ-2-8

Перед регенерацією шар катіоніту промивають дистильованою водою (100 см^3). Далі через катіоніт пропускають розчин HCl або H_2SO_4 визначеної

концентрації зі швидкістю $1 \text{ см}^3/\text{хв}$. Відбирають проби по 10 см^3 , у яких визначають концентрацію кадмію. Розчин пропускають до того часу, коли концентрація кадмію буде меншою $0,1 \text{ мг/дм}^3$. Катіоніт придатний для повторного використання після промивання дистильованою водою до нейтрального значення рН. За отриманими результатами будують графік залежності концентрації кадмію в регенеративному розчині від об'єму розчину.

Методика визначення концентрації кадмію

Визначення концентрації

Для визначення вмісту кадмію в розчині до 25 см^3 проби, що містить 5 – 50 мкг Cd^{2+} , додають 1 см^3 розчину сульфиду натрію і відразу фотометрують при $\lambda = 440 \text{ нм}$, товщина кювети 3 см.

Побудова калібрувального графіка

Готують серію розчинів відомої концентрації: 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8; $2,0 \text{ мг/дм}^3$, що відповідає 5-50 мкг в 25 см^3 дистильованої води. Потім за методикою визначають оптичну густину кожного розчину. Будують калібрувальний графік.

Переробка регенераційних розчинів

Основна маса кадмію при використанні концентрованих кислот збирається в перших 30-40 % регенераційного розчину. Тому на переробку слід направляти тільки ту частину регенераційного розчину, де кадмій присутній в значних концентраціях. Вилучення кадмію з регенераційних розчинів відбувається шляхом осадження гідроксиду кадмію при додаванні стехіометричної кількості 10%-го розчину їдкого натру. Після чого осад гідроксиду відфільтровують, висушують та зважують. Результати зводять у таблицю 1.

Таблиця 1. Вихід оксиду кадмію

Кислота	Концент- рація кислоти, %	Концент- рація іонів кадмію, мг/дм^3	Об'єм розчину, см^3	Витрата NaOH , см^3	Маса CdO (теор.), г	Вихід по CdO , %
---------	---------------------------------	--	------------------------------------	---	---------------------------------	------------------------------------

Вилучення іонів кадмію з регенераційного розчину електрохімічним методом

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- електролізер об'ємом 200 см^3 ;
- ячейка;

- анод – свинець;
- катод – нержавіюча сталь;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- сульфат кадмію;
- розчин сульфідів натрію з концентрацією 25 г/дм³.

Рекомендації щодо виконання роботи

Електроліз проводять за допомогою електролізеру, ячейки та електродів – свинцевого аноду та катоду з нержавіючої сталі в розчинах сульфату кадмію з концентрацією по іонах кадмію 30-35 г/дм³ при силі струму 1...2 А, фіксуючи концентрацію кадмію в розчині через кожні 30 хв. В кожному випадку рахують вихід по струму і будують залежність залишкової концентрації іонів кадмію в розчині від часу електролізу та вихід по струму від часу електролізу. Результати досліджень заносять у таблицю 2.

Таблиця 2. Зміна залишкової концентрації іонів кадмію в розчині та вихід по струму в залежності від часу електролізу

τ, хв	Сила струму, А	Початкова концентрація іонів кадмію, г/дм ³	Залишкова концентрація іонів кадмію, г/дм ³	m _{п_{ракт}} , Г	m _{теор} , Г	В, %
30						
60						
90						
120						
150						

Оброблення експериментальних даних

Практичну масу виділеного на катоді кадмію розраховують, виходячи з початкової та залишкової концентрації іонів кадмію в розчині. Теоретичну масу знаходимо по формулі:

$$m_{\text{теор}} = KIt, \text{ г}, \quad (1)$$

де K – електрохімічний еквівалент кадмію, що дорівнює 2,09 г/А·год; I – сила струму, А; τ – час електролізу, год.

Вихід по струму рахують, виходячи з формули:

$$B = \frac{m_{\text{п_{ракт}}}}{m_{\text{теор}}} \cdot 100\% \quad (2),$$

де $m_{\text{пратк}}$ – маса кадмію, що виділилась на електроді, г; $m_{\text{теор}}$ – маса кадмію, що теоретично повинна була виділитись на електроді, г.

Основні висновки

Лабораторна робота №5

СТАБІЛІЗАЦІЙНА ОБРОБКА ВОДИ ПО ВІДНОШЕННЮ ДО НАКИПОУТВОРЕННЯ

Мета роботи: визначити вплив різних типів інгібіторів, їх доз, складу розчину на стабільність води.

Теоретичні положення

Використання природних вод в якості теплоносія або одного з компонентів системи, які підлягають тепловому впливу, особливо при підвищених температурі і тиску, призводить до виділення на “поверхнях контакту” різноманітних відкладень, які містяться в цих водах. Якщо в якості теплоносія використовується вода, то в склад осаду входять CaSO_4 , CaCO_3 , Ca(OH)_2 і інші солі. Відкладення мінеральних солей спричиняє найбільші порушення процесу теплообміну, призводячи до перегріву обладнання, зменшення його продуктивності. Тому для забезпечення продуктивної роботи обладнання використовують різноманітні технологічні прийоми. Найбільше розповсюдження отримав реагентний спосіб. В якості хімічних реагентів використовують різноманітні речовини, які перешкоджають відкладенню солей на поверхнях обладнання. Це гексаметофосфат і триполіфосфат натрію, різноманітні інгібітори відкладення солей на базі комплексонів, нітрилотриметилфосфонова кислота (НТФ), оксиетилидендифосфонова кислота (ОЕДФ), полімерні добавки. Висока термостійкість цих речовин дозволила використовувати їх для введення в систему циркуляційних вод з метою перешкодження відкладенню солей.

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- термостат;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- модельна природна вода;
- розчин 1: Na_2SO_4 (1,3%), NaCl (1,88%), $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,12%);
- розчин 2: CaCl_2 (1,32%);
- розчин ТПФNa з концентрацією 1 г/дм³;
- розчин ОЕДФК з концентрацією 1 г/дм³;

- розчин ИОМС з концентрацією 1 г/дм³;
- розчин КМЕАФ з концентрацією 1 г/дм³;
- розчин трилону Б (0,1Н);
- індикатор – еріохром чорний Т;
- амонійний буфер.

Рекомендації щодо виконання роботи

Залежність стабілізаційного ефекту по відношенню до карбонатної твердості води від дози та типу комплексону

Беруть 13 конічних колб (одна з яких з холостою пробою) з притертими кришками, що містять 100 см³ природної води, в якій попередньо визначено загальну твердість води. Приливають необхідну кількість реагентів (ТПФNa, ОЕДФК, ИОМС, КМЕАФ), перемішують і термостатують при температурі 85 - 90°C на протязі 4 годин. Після охолодження розчинів визначають залишкову твердість води.

Отриманні результати зводять у таблицю 1.

Таблиця 1. Залежність стабілізаційного ефекту по відношенню до карбонатної жорсткості води від дози та типу комплексону

Реагент	Доза, мг/дм ³	Залишкова твердість води, Т _з , мг-екв/дм ³	Зниження твердості ΔТ, мг-екв/дм ³	Стабілізаційний ефект, СЕ, %
холоста проба				
ТПФNa	2,0 5,0 10,0			
ОЕДФК	2,0 5,0 10,0			
ИОМС	2,0 5,0 10,0			
КМЕАФ	2,0 5,0 10,0			

Залежність стабілізаційного ефекту по відношенню до сульфатної твердості води від дози та типу комплексону

Беруть 13 конічних колб (одна з яких з холостою пробою) з притертими кришками, що містять 50 см³ розчину 1. Приливають необхідну кількість реагентів (ТПФNa, ОЕДФК, ИОМС, КМЕАФ), перемішують і додають 50 см³ розчину 2. Перемішують і термостатують при температурі 85

– 90°C на протязі 4 годин. Після охолодження розчинів визначають залишкову твердість води.

Отриманні результати зводять у таблицю 2.

Таблиця 2. Залежність стабілізаційного ефекту по відношенню до сульфатної жорсткості води від дози та типу комплексону

Реагент	Доза, мг/дм ³	Залишкова твердість води, Т _з , мг-екв/дм ³	Зниження твердості ΔТ, мг-екв/дм ³	Стабілізаційний ефект, СЕ, %
холоста проба				
ТПФNa	2,0			
	5,0			
	10,0			
ОЕДФК	2,0			
	5,0			
	10,0			
ИОМС	2,0			
	5,0			
	10,0			
КМЕАФ	2,0			
	5,0			
	10,0			

Оброблення експериментальних даних

Стабілізаційний ефект розраховують по формулі:

$$CE = (1 - \Delta T_i / \Delta T) \cdot 100 \% \quad (1),$$

де ΔТ – зниження твердості води в холостих дослідах, ΔТ_і – зниження твердості води в пробах, оброблених інгібітором.

Основні висновки

Лабораторна робота №6

ОЧИЩЕННЯ СТИЧНИХ ВОД ВІД НАФТОПРОДУКТІВ

Мета роботи: вивчення процесу очищення води від нафтопродуктів шляхом окислення на твердому окиснику та методом магнітної сепарації.

Теоретичні положення

Широке і різноманітне застосування нафтопродуктів у народному господарстві як палив, індустриальних масел, мастил, емульсій, розчинників призводить до того, що стічні води майже всіх промислових і транспортних

підприємств у різних кількостях містять нафтові забруднення. Особливо великі об'єми забруднених нафтопродуктами вод утворюються при експлуатації водооборотних систем охолодження нафтопереробних заводів, нафтобаз і т.і.

В системах очистки нафтовмісних стічних вод основними спорудами є нафтовловлювачі, в яких затримується 90-95% нафти. Для доочищення води використовують фільтри з зернистою загрузкою (піском, антрацитом, керамзитом, вермікулітом, пінополістиролом, пінополіуретаном та ін.). Для очистки нафтовмісних вод також широко застосовують фізико-хімічні методи, такі як коагуляція та флокуляція. Проте процеси відділення нафти в нафтоуловлювачах характеризуються невисокою продуктивністю та ефективністю, а фізико-хімічні методи вимагають застосування дорогих матеріалів та реагентів, значних енергетичних витрат. В наш час сорбція є практично єдиним методом, який дозволяє очищати стічні вод від нафти до гранично допустимої концентрації, яка складає на скид в каналізацію $4,4 \text{ мг/дм}^3$, а у водойми – $0,3 \text{ мг/дм}^3$. В якості сорбентів використовують гідрофобізований каолін, вермікуліт, бентоніт, керамзитовий гравій, магнетит, поліакрилонітрильні та поліефірні волокна, алюмосилікатні часточки. Однак застосування сорбентів в значній мірі також обмежується складністю процесів відновлення їх ємності, оскільки компенсувати вартість сорбентів за один цикл очищення практично досить важко.

Перспективним напрямком у розвитку сорбційного очищення води є використання феромагнетиків, ефективність застосування яких досить висока. Даний метод дозволяє очищувати масловмісні стічні води до будь-якого потрібного рівня незалежно від хімічної стійкості домішок та без внесення у воду будь-яких вторинних забруднень. В якості феромагнетиків зазвичай використовують порошки феромагнітних матеріалів, проте цілком придатні і їх колоїдні розчини.

Очищення включає в себе попередню обробку забруднень (намагнічування) з наступним їх виділенням в спеціальних магнітних системах (магнітних сепараторах). Для успішного намагнічування частки феромагнетиків повинні добре змочуватись нафтопродуктами. Для цього магнетит готують на основі рідини-носія, добре розчинній в забруднювачі та нерозчинній у воді. Найчастіше такою рідиною є гас, а для стабілізації суспензії вводять поверхнево-активну речовину, наприклад, олеат натрію.

Одним з методів видалення нафти з води є електрофлотація, яка створює сприятливі умови для утилізації цінних компонентів і здешевлення процесу утворення концентратів. Використання електричного поля дозволяє проводити безреагентну очистку вод. Особливість методу електрофлотації полягає в тому, що під дією постійного електричного струму одночасно протікають два основні процеси: коагуляція забруднень під дією електричного поля та формування і закріплення бульбашок електролітичного газу на поверхні скоагульованих часточок, що забезпечує їх наступну флотацію. Процес електрофлотації може протікати при використанні як

розчинних (залізо, алюміній), так і нерозчинних (платина, графіт, титан) анодів.

Для знешкодження вуглеводнів нафти серед деструктивних методів можна виділити окислення озоном, пероксидом водню, електрохімічне, електрокаталітичне і фотохімічне окислення. На особливу увагу заслуговує останній метод, так як перевагами його є можливість руйнування нафтопродуктів в широкому діапазоні концентрацій без додавання тих чи інших речовин. Як правило, фотохімічне окислення є заключним етапом очищення води, стадією доочищення до потрібного рівня. Крім того, вода під дією ультрафіолетових променів знезаражується. Ще одним перспективним методом знешкодження нафтопродуктів у воді є твердофазне окислення їх на MnO_2 . Головною відмінністю у застосуванні цього методу від фотохімічного окислення є те, що твердофазне окислення ефективне для видалення тільки розчинних органічних сполук, оскільки при вмісті нафтопродуктів десятки mg/dm^3 значна їх частина знаходиться в емульгованому стані, при фільтруванні через шар окисника буде вкривати зерна окисника плівкою і деактивувати його.

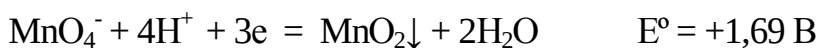
В якості активної окисної заправки використовували так званий "чорний пісок", який є значно дешевшим від мінералу піролюзит, і його можна легко отримати в лабораторних умовах.

Диоксид марганцю є досить активним окисником, який здатен реагувати з більшістю компонентів нафти та продуктів її переробки:



Диоксид марганцю проявляє амфотерні властивості, тому окислювальна колонка не буде працювати в сильноокислому середовищі внаслідок розчинення окисника.

Ємність окисних фільтрів з активною загрузкою MnO_2 дуже легко відновлюється. Для цього немає необхідності у вивантаженні відпрацьованого окисника і транспортування його до пункту регенерації. Достатньо лише пропустити через нього 2-5%-й розчин $KMnO_4$, який окислить органічну плівку, що вкриває зерна заправки, а продуктом його відновлення при рН близьких до нейтрального є власне MnO_2 :



Видалення нафтопродуктів із води магніто-сорбційним методом

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- магнітна мішалка;
- спектрофотометр SPECORD M40;
- рН-метр;
- магнітний сепаратор;

- ділильна лійка;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- машинне масло (М-30);
- сульфат заліза(II);
- хлорид заліза(III);
- олеат натрію;
- розчин гідроксиду натрію (20%);
- CCl_4 , C_6H_{14} , CHCl_3 .

Рекомендації щодо виконання роботи

Дослідження ефективності магніто-сорбційного методу при використанні необробленого магнетиту

Синтез магнетиту проводять за такою методикою. Наважки солей заліза $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ та $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ окремо розчиняють у дистильованій воді, змішують разом і доводять до об'єму 100 см^3 (співвідношення концентрацій $K = [\text{Fe(II)}]/[\text{Fe(III)}] = 0,2 - 3,0$). Потім при постійному перемішуванні і $t = 30 \div 35^\circ\text{C}$ швидким додаванням 20%-го розчину NaOH встановлюють значення $\text{pH} = 9,5 \div 10$. Отриманий осад 3-4 рази відмивають від надлишку солей до $\text{pH} = 6$ і відстоюють до об'єму суспензії 100 см^3 .

Готують масляну емульсію з концентрацією $10-30 \text{ мг/дм}^3$. Видалення масел з води при використанні магнетиту досліджують в статичних умовах при перемішуванні на магнітній мішалці. Для цього беруть 100 см^3 масляної емульсії та перемішують її протягом 2-3 год з дрібнодиспергованим у воді магнетитом дозою $50-250 \text{ мг/дм}^3$. Після цього фільтрують воду на магнітному сепараторі. В фільтраті вимірюють залишкову концентрацію масла. Результати зводять у таблицю 1.

Дослідження ефективності магніто-сорбційного методу при використанні гідрофобізованого магнетиту

Синтез магнетиту та дослідження ефективності магніто-сорбційного методу проводять за методикою, приведеною вище, яка відрізняється тим, що в процесі утворення магнетиту в розчин вносять олеат натрію в кількості 10-15% від маси магнетиту. Отримані результати зводять у таблицю 1.

Оброблення експериментальних даних

Ефективність очищення S розраховують за формулою:

$$S = \left(1 - \frac{C_K}{C_0}\right) * 100\%, \quad (1)$$

де C_K - залишкова концентрація нафти у воді, мг/дм^3 ; C_0 - початкова концентрація нафти у воді, мг/дм^3 .

Таблиця 1. Ефективність магніто-сорбційного методу

Сорбент	Доза магнети- ту, мг/дм ³	К	Початкова концентрація масла, мг/дм ³	Час пере- мішу- вання, год	Залишкова концентрація масла, мг/дм ³	S, %
Необробле- ний магнетит						
Гідрофобі- зований магнетит						

Методика визначення нафти і важких нафтопродуктів у воді екстракційно-спектрофотометричним методом

Для проведення аналізу готують нафтову емульсію об'ємом 200 см³ з концентрацією 0,1-10 мг/дм³ шляхом найповнішого перенесення нафти з посуду для зважування в ємність, в якій готується емульсія. Потім відбирають пробу води об'ємом 50 см³ і доводять рН до значення 4-7 шляхом додавання 0,1М розчину HCl або 0,1М розчину NaOH. Далі вносять 5 см³ органічного розчинника і екстрагують нафтопродукти протягом 4 хв. Органічну фазу відділяють на ділильній лійці і вимірюють оптичну густину розчинів на спектрофотометрі у кюветі товщиною 1 см при довжинах хвиль: для гексану C₆H₁₄ – 206 нм, чотирихлористого вуглецю CCl₄ – 265 нм, хлороформу CHCl₃ – 247 нм. За калібрувальним графіком визначають концентрацію нафти і важких нафтопродуктів у воді. Проводять 4 паралельних дослідження.

Побудова калібрувального графіка

Готують серію розчинів нафти в органічному розчиннику відомої концентрації: 0,005; 0,01; 0,015; 0,02; 0,025; 0,03; 0,035; 0,04; 0,045; 0,05 мг в 5 см³. Потім за методикою визначають оптичну густину кожного розчину. За результатами будують калібрувальний графік.

Твердофазне окислення нафти на MnO₂

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- 2 колонки діаметром 20 мм;
- спектрофотометр SPECORD M40;
- рН-метр;
- ділильна лійка;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- нафтова емульсія з концентрацією близько 10 мг/дм³;
- пісок фракції 1 мм;
- розчин NaOH (5%);
- розчин MnCl₂ (10%);
- розчин KMnO₄ (2%).

Рекомендації щодо виконання роботи

Приготування твердого окисника. „Чорний пісок” готують за наступною методикою. Пісок фракції ≈ 1 мм, відмитий від механічних домішок, поміщають в розчин NaOH для активації поверхні. Через добу пісок відмивають до нейтрального значення промивних вод і завантажують в колонку діаметром 20 мм. Через колонку пропускають послідовно розчин MnCl₂, воду для промивки, розчин KMnO₄ і знову воду для промивки. Пісок набуває темно-коричневого кольору внаслідок утворення на його поверхні плівки MnO₂.

Окислення нафти в динамічних умовах. Порівнюють ефективність роботи двох фільтрів, в одному з яких в якості загрузки знаходиться „чорний пісок”, а в іншому – звичайний необроблений пісок такої ж крупності. Маса пісчаних загрузок в обох випадках – по 30 г, висота фільтруючого шару – 5 см, об’ємна швидкість фільтрування – 5 см³/хв.

Фільтрат відбирають 4 рази порціями по 100 см³ і визначають залишковий вміст нафти екстракційно-спектрофотометричним методом. Будують криві залежності залишкової концентрації нафти від об’єму пропущеного розчину.

Основні висновки

Лабораторна робота №7

ВИКОРИСТАННЯ ФЛОКУЛЯНТІВ ДЛЯ ПОКРАЩЕННЯ ПРОЦЕСІВ УТРИМАННЯ МАКУЛАТУРНОЇ МАСИ НА СІТЦІ ТА ЗНЕВОДНЕННЯ ВОЛОКНИСТОГО ОСАДУ ПАПЕРОВО- КАРТОННИХ ВИРОБНИЦТВ

Мета роботи: вивчення впливу різних флокулянтів та їх доз на ефективність утримання макулатурної маси на сітці при виробництві картону та зневоднення волокнистого осаду фільтруванням.

Теоретичні положення

При виробництві картону основною волокнистою сировиною є макулатура. Основна маса макулатури, що надходить на підприємства по її переробці, містить суміш досить нерівноцінних по своїм папероутворюючим властивостям волокон целюлозних та напівцелюлозних порід деревини,

отриманих різними методами варки. В свою чергу волокна містять різні кількості неоднакових по властивостям сполук, що вносяться в папір та картон при їх виробництві та переробці, як мінеральні наповнювачі, матеріали для проклеювання, включаючи вологостійкі смоли, бітуми, типографські фарби, а також пісок, синтетичну плівку і т.п. Необхідно також зазначити, що фізико-механічні та папероутворюючі властивості волокон з макулатури при повторних циклах переробки дуже погіршуються. Тому макулатуру необхідно в першу чергу використовувати для виробництва таких видів продукції, які не утилізуються та не повертаються знову в макулатуру. Це насамперед туалетний, шпалерний, етикеточний та афішний види паперу, кровельний, термоізоляційний та інші види картону.

Самою небажаною фракцією в макулатурній масі є дрібні та дуже дрібні волокна, котрі утворюються на етапах приготування волокнистої суспензії і разом з наповнювачем відстоюються у зворотній воді у вигляді так званого скопу. Повернення скопу до вихідної композиції картонної маси є самим зручним способом переробки, однак його додавання в більшості випадків погіршує фізико-механічні показники картону. Значно покращити якість картону в даному випадку можна при додаванні в композицію деяких флокулянтів, що приводить до покращення утримання волокна на сітці та, як наслідок, зниження мутності підсіточної води. Однак, недостатні дози флокулянтів, як і надлишкові, призводять до погіршення фізико-механічних показників картону, що пов'язано з послабленням між волокнами водневих зв'язків. Також шляхами утилізації скопу є його використання для виготовлення плит, лігнобетону, добрив, пірокарбону та активованого вугілля.

Однією з перших стадій переробки та захоронення на звалищах скопу є його зневоднення, оскільки концентрація нерозчинних домішок в волокнистому осаді складає 100-300 г/дм³. Зневоднення скопу простим відстоюванням досить неефективне. При зберіганні його навіть при відносно низьких температурах відбуваються процеси бродіння, розкладу органічної маси, що призводить до погіршення водовіддачі осаду. Одним з найкращих процесів зневоднення скопу є його фільтрування з допомогою тканинних фільтрів.

Вплив флокулянтів на зневоднення волокнистого осаду паперово-картонних виробництв

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- установка для фільтрування осаду;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- волокнистий осад виробництва картону;

- флокулянти водамін, ВПК-402, поліетиленімін, ПАА.

Рекомендації щодо виконання роботи

Вплив типу та дози флокулянту на опір фільтрування скопу та ефективність його освітлення

Зневоднення осадів фільтруванням проводять на установці, представлений на рис. 1. Як фільтруючий матеріал використовують фільтрувальну тканину (ЧВ-16-КТ – поліамідне волокно). Фільтр змінюють після кожного фільтроциклу.

Пробу вологого осаду об'ємом 100 см^3 добре перемішують з внесеною дозою флокулянту з розрахунку 1-2 мг/г сухої речовини скопу, поміщають до комірки 1, підключають вакуум і включають секундомір, фіксуючи, за який час назбирається відповідний об'єм фільтрату. Для забезпечення постійного тиску в системі використовують капілярну трубку. Після закінчення фільтрування визначають мутність фільтрату та вологість осаду, затриманого на фільтрі. Будують криву залежності об'єму фільтрату від часу фільтрування і визначають параметр В. Розраховують питомий опір фільтруванню. Результати заносять у таблицю 1.

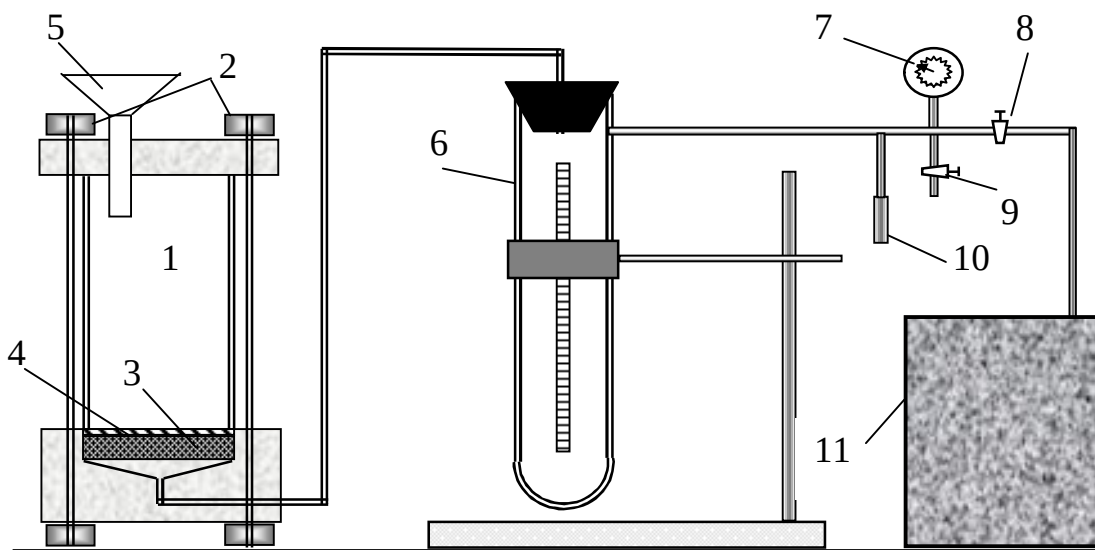


Рис. 1. Схема установки для фільтрування осаду: 1 - мікрофільтраційна комірка; 2 - стяжні болти; 3 - роз'ємна підтримуюча прокладка; 4 - фільтруюча тканина; 5 - лійка; 6 - градуйований циліндр для прийому фільтрату; 7 - манометр; 8 - кран для підключення вакуумного насоса; 9 - кран для вирівнювання тиску в системі; 10 - капілярна трубка для забезпечення стабільного вакууму в системі; 11 - вакуумний насос.

Таблиця 1. Ефективність фільтрування скопу в залежності від типу та дози флокулянту

Флокулянт	Доза, мг/г	Концентрація сухої речовини у скопі, кг/м ³	Залишковий тиск, Па	Мутність фільтрату, мг/дм ³	Вологість осаду, %	B, с/(см ³) ²	τ·10 ⁻⁸ , м/кг
-----------	------------	--	---------------------	--	--------------------	--------------------------------------	---------------------------

Оброблення експериментальних даних

Питомий опір фільтруванню розраховують по формулі:

$$t = \frac{2pF^2 10^{12} B}{hC}, \text{ м/кг}, \quad (1)$$

де p - залишковий тиск (вакуум) у фільтруючій системі, Па (1 кгс/см² = 98066,5 Па); F - площа фільтрування, м²; η - в'язкість фільтрату, П (пуаз), для води при 20 °С η = 0,01 П; c - концентрація сухої речовини у скопі, кг/м³; B - параметр, що визначається дослідним шляхом.

Параметр B визначають із залежності:

$$B = \frac{T}{V^2}, \quad (2)$$

де T – час фільтрування, с; V – об'єм фільтрату, м³.

Визначення впливу складу композиції на утримання макулатурної маси на сітці при виробництві паперу

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- листовідливний апарат;
- секундомір;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- скоп вологістю 50%;
- кукурудзяний крохмаль;
- флокулянти: водамін, ВПК-402, полиетиленімін, ПАА.

Рекомендації щодо виконання роботи

Готують 3 макулатурних композиції об'ємом по 1 дм³ з концентрацією скопу 3-5 г/дм³: макулатурну масу без домішок; макулатурну масу з додаванням кукурудзяного крохмалю в дозі 5-15 мг/г сухої речовини скопу;

макулатурну масу з додаванням кукурудзяного крохмалю та флокулянту в дозі 0,5-3 мг/г сухої речовини скопу.

Суміш перемішують протягом 10 хв, а потім переносять в листовідливний апарат, де отримують зразки паперу. Замічають час початку та закінчення обезводнення макулатурної маси. Підсіточну воду відбирають та визначають її мутність. Отримані результати заносять у таблицю 1.

Таблиця 1. Вплив складу композиції на отримання макулатурної маси на сітці

Склад композиції	Доза крохмалю, мг/г	Доза флокулянту, мг/г	Термін обезводнення,с	Мутність підсіточної води, мг/дм ³
Макулатурна маса	----	----		
Макулатурна маса, крохмаль				
Макулатурна маса, крохмаль, флокулянт				

Основні висновки

Лабораторна робота № 8

ВИКОРИСТАННЯ МАГНЕТИТУ ДЛЯ ІНТЕНСИФІКАЦІЇ ПРОЦЕСУ ОСВІТЛЕННЯ ВОДИ ЗА ДОПОМОГОЮ КОАГУЛЯНТУ

Мета роботи: вивчення впливу магнетиту на процес освітлення води за допомогою коагулянту.

Теоретичні відомості

Вміст завислих речовин в очищеній воді суттєво впливає на ступінь використання її в оборотних циклах. Ступінь очищення води від завислих речовин залежить від характеристик води, типу і дози реагентів, які використовуються при її освітленні, порядку використання даних реагентів, часу освітлення води та брудомісткості фільтрів, котрі використовуються для очищення води.

Як правило, для освітлення води використовуються неорганічні речовини - коагулянти, такі як сульфати заліза та алюмінію, хлорид заліза. Однак, час освітлення обробленої води складає кілька годин.

При використанні магнетиту інтенсифікується процес освітлення води. Це може бути просте відстоювання в постійному магнітному полі чи відділення суспензії на магнітному фільтрі, у порах якого створюється

магнітне поле великої напруженості. В цілому, магнітні фільтри характеризуються великою ефективністю очищення води і великою брудоемністю, що у кілька разів перевищує брудоемність звичайних насипних фільтрів.

Тому доцільно використовувати магнетит для підвищення ефективності освітлення води. У наукових працях показано, що доза магнетиту мало впливає на ефективність освітлення води, а також ефективність освітлення води практично не залежить від кратності повторного використання магнетиту в процесах очищення води. Тому можна використовувати магнетит у широкому діапазоні концентрацій з його рециркуляцією. При утворенні значних кількостей зависі на магнетиті її можна легко видалити механічним способом, тому що магнетит дуже легко відокремлюється від шламу в магнітних фільтрах.

Прилади, обладнання

- фотоколориметр ФЕК-56;
- магнітна мішалка;
- рН-метр;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- бентоніт;
- каолін;
- коагулянти: сульфат алюмінію, гідроксохлорид алюмінію, алюмінат натрію;
- сульфат заліза (II);
- хлорид заліза (III);
- розчин NaOH (20%).

Рекомендації щодо виконання роботи

Приготування суспензії. На технічних терезах зважити 0,2-0,6 г бентоніту (0,1-0,2 г каоліну). Наважку розчинити в 2 дм³ води. Ретельно перемішати. Визначити на фотоелектроколориметрі мутність модельного розчину.

Готування магнетиту. Наважки солей заліза FeSO₄·7H₂O і FeCl₃·6H₂O окремо розчиняють у дистильованій воді, змішують їх і доводять до об'єму 100 см³ (співвідношення концентрацій $K = [\text{Fe(II)}]/[\text{Fe(III)}] = 0,2-0,3$). Потім при постійному перемішуванні і при температурі 30-35 °С швидким додаванням розчину NaOH встановлюють значення рН=9,5-10,0. Отриманий осад тричі відмивають від надлишку солей до рН=6 і відстоюють до об'єму суспензії 100 см³.

Визначення ефективності освітлення води при використанні коагулянту

Ретельно перемішавши, модельний розчин розлити в 6 склянок по 100 см³. В кожену склянку внести розрахований об'єм розчину коагулянту, що відповідає 0 (холоста проба); 5; 10; 15; 20; 30 мг/дм³. Через кожні 30 хвилин протягом 2 годин відбирати пробу води декантацією для визначення залишкової мутності. Визначити оптимальну дозу коагулянту.

Визначення ефективності освітлення води при використанні магнетиту

Ретельно перемішавши, модельний розчин розлити в 5 склянок по 100 см³. В кожену склянку внести розрахований об'єм розчину магнетиту, що відповідає 10; 20; 30; 50; 100 мг/дм³. Перемішати розчин протягом 5 хвилин. Відстоювання проводити в магнітному полі. Через кожні 30 хвилин протягом 2 годин відбирати пробу води декантацією для визначення залишкової мутності. Визначити оптимальну концентрацію магнетиту.

Визначення ефективності освітлення води при спільному використанні коагулянту і магнетиту

Ретельно перемішавши, модельний розчин розлити в 5 склянок по 100 см³. У кожену склянку внести розрахований об'єм розчину магнетиту (або коагулянту) оптимальної концентрації. Потім у кожену склянку внести розрахований обсяг розчину коагулянту (або магнетиту), що відповідає вище вказаним дозам. Перемішати розчин протягом 5 хвилин. Відстоювання проводити в магнітному полі. Через кожні 30 хвилин протягом 2 годин відбирати пробу води декантацією для визначення залишкової мутності.

Оброблення експериментальних даних

Ступінь освітлення води після відстоювання протягом години розраховується по формулі:

$$Z_0 = \left(\frac{M_k - M_{\text{коаг}}}{M_k} \right) \cdot 100\%, \quad (1)$$

де M_k - мутність води в холостій пробі після відстоювання, мг/дм³; $M_{\text{коаг}}$ - мутність води в пробі з реагентом після відстоювання, мг/дм³.

Результати досліджень заносять у таблиці 1-4.

По результатам досліджень побудувати графіки залежності мутності води від часу відстоювання для холостої проби, для проб з коагулянтом, з магнетитом та з коагулянтом і магнетитом одночасно; графіки залежності кінцевого ступеню освітлення води від дози внесеного коагулянту та магнетиту.

Таблиця 1. Залежність мутності води від часу відстоювання при використанні коагулянту $Al_2(SO_4)_3$.

Час відстоювання, хв	Мутність води (мг/дм ³) при використанні коагулянту $Al_2(SO_4)_3$ в концентраціях, мг/дм ³ :					
	0	5	10	15	20	30
30						
60						
90						
120						

Таблиця 2. Залежність мутності води від часу відстоювання при використанні магнетиту Fe_3O_4 .

Час відстоювання, хв	Мутність води (мг/дм ³) при використанні магнетиту Fe_3O_4 в концентраціях, мг/дм ³ :				
	10	20	30	50	100
30					
60					
90					
120					

Таблиця 3. Залежність мутності води від часу відстоювання при використанні коагулянту $Al_2(SO_4)_3$ та магнетиту Fe_3O_4 .

Час відстоювання, хв	Мутність води (мг/дм ³) при використанні магнетиту Fe_3O_4 та коагулянту $Al_2(SO_4)_3$ в концентраціях (магн./коаг.), мг/дм ³ :				
	10/30	20/30	30/30	50/30	100/30
30					
60					
90					
120					

Таблиця 4. Залежність ступеню освітлення води від кількості та типу внесеного реагенту.

Час відстоювання, хв	Ступінь освітлення води Z (%) при додаванні коагулянту $Al_2(SO_4)_3$ в концентраціях, мг/дм ³					Ступінь освітлення води Z (%) при додаванні магнетиту Fe_3O_4 в концентраціях, мг/дм ³					Ступінь освітлення води Z (%) при додаванні магнетиту Fe_3O_4 та коагулянту $Al_2(SO_4)_3$ в концентраціях (магн./коаг.), мг/дм ³				
	5	10	20	25	30	10	20	30	50	100	10/30	20/30	30/30	50/30	100/30
30															
60															
90															
120															

Основні висновки

Лабораторна робота № 9

ЦЕМЕНТАЦІЯ МІДІ В ВІДПРАЦЬОВАНИХ ЕЛЕКТРОЛІТАХ

Мета роботи: вивчення процесів цементациї міді в відпрацьованих електролітах.

Теоретичні положення

Розчини сполук Cu (II) є одним з найбільш поширених відходів промислових підприємств, що виготовляють різноманітні радіоелектронні пристрої. Ці розчини утворюються в основному в результаті травлення друкованих плат і можуть бути як кислі, так і лужні. Концентрація іонів міді в цих розчинах може досягати 100 мг/дм³ і більше, що робить їх утилізацію економічно вигідною. Найбільшого поширення набув зараз електролітичний метод вилучення міді з таких розчинів. Але в зв'язку з великими витратами електроенергії його широке впровадження стримується. З цієї точки зору перспективним є вилучення іонів міді методом цементациї з отриманням мідного порошку високої дисперсності. Цей процес базується на здатності більш електровід'ємних металів витіснити з розчину іони менш електровід'ємних металів. При цьому необхідною умовою є те, що метал-висаджувач повинен знаходитись в твердому стані, а метал, що видаляється – в розчинному стані. В нашому випадку для висадження іонів міді найбільш часто використовують залізо чи алюміній. Якщо розглянути стандартні потенціали окремих елементів (табл. 1), то слід відмітити, що для міді цей потенціал має позитивне значення, а залізо та алюміній в ряді потенціалів стоять значно раніше. З хімічної точки зору процеси, що проходять при цементациї міді залізом можливо описати наступними рівняннями:



Таблиця 1. Стандартні потенціали окремих елементів

Електрод	φ° , В	Електрод	φ° , В	Електрод	φ° , В
Mg(II)/Mg	-2,363	Fe(III)/Fe	-0,037	As(III)/As	0,247
Ti(II)/Ti	-1,628	Cd(II)/Cd	-0,403	Cu(II)/Cu	0,337
Al(III)/Al	-1,662	Co(II)/Co	-0,277	Cu(I)/Cu	0,521
Mn(II)/Mn	-1,180	Co(III)/Co	-0,430	Fe(II)/Pt	0,771
Zn(II)/Zn	-0,763	Ni(II)/Ni	-0,250	Ag(I)/Ag	0,799
Cr(III)/Cr	-0,744	Sn(II)/Sn	-0,136	Au(III)/Au	1,498
Fe(II)/Fe	-0,440	2H(I)/H ₂ Pt	0,000	Au(I)/Au	1,691

Найбільш часто в процесах цементації використовують відходи заліза різноманітного походження. При цьому слід враховувати, що швидкість висадження міді значно залежить від реакційної поверхні заліза, тому, по можливості, використовують відходи розміром окремих кусків не більше 10 мм.

Ступінь вилучення міді в процесі цементації може досягати 95-97% і значно залежить від параметрів процесу (рН, температури, швидкості перемішування і т.п.). Середня витрата заліза становить 1,2 - 1,4 кг на 1 кг міді. Ця величина також значно змінюється в залежності від рН та температури. Так як активність алюмінію майже в 3 рази перевищує активність заліза, то і витрати його в процесі цементації коливається в межах 0,33 – 0,42 кг на 1 кг міді.

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- рН-метр;
- фотоколориметр ФЕК-56;
- постійний магніт;
- магнітна мішалка;
- сушильна шафа;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- розчин сульфату міді (9,0 г $\text{CuSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ в 300 cm^3 дистильованої води);
- розчин H_2SO_4 (2Н);
- залізні пластинки;
- розчин соляної кислоти (1:9);
- розчин желатину (0,5%);
- розчин трилону Б (5%);
- розчин диетилдитіокарбамінату натрію (0,1%).

Рекомендації щодо виконання роботи

Розчин міді розливають в 3 склянки об'ємом 100 cm^3 . Додаючи розчин сірчаної кислоти, встановлюють в пробах показник рН=1-5. В кожену склянку занурюють попередньо зважену на аналітичних терезах залізну пластинку і залишають на 1 год. Розчин фільтрують та використовують для проведення аналізу на наявність іонів міді в розчині. Теоретична вага порошку міді визначається як різниця між початковою та залишковою її кількостями в 100 cm^3 розчину. Утворену на пластинках мідь відділяють, промивають, сушать при 50°C, після чого зважують на аналітичних терезах, визначаючи її практичну масу.

Визначення концентрації міді в розчині

Розчин, що аналізується, об'ємом від 1 до 10 см³ в залежності від очікуваної кількості міді в пробі, переносять в колбу ємкістю 50 см³, додають 5 см³ соляної кислоти (1:9), 10 см³ 0,5% розчину желатину, 2 см³ 5% розчину трилону Б, 5 см³ 0,1% розчину диетилдитіокарбамінату натрію, доводять до мітки, фотометрують при $\lambda = 590$ нм, товщина кювети 5 см. По калібрувальному графіку визначають вміст Cu²⁺, мг в пробі. Концентрацію іонів Cu²⁺ в розчині знаходять по формулі:

$$C_{Cu^{2+}} = \frac{C_{граф} \cdot 1000}{V_{проб}}, \text{мг/дм}^3.$$

Побудова калібрувального графіка

Готують серію розчинів міді відомої концентрації: 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,1 мг міді в 1 см³ дистильованої води, використовуючи робочий розчин солі міді, який готують розбавленням стандартного розчину в 10 разів (0,1256 г CuSO₄ розбавляють в 0,5 дм³ дистильованої води, отримуючи при цьому розчин з вмістом 0,1 мг заліза в 1 см³). Для цього в мірні колби додають 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ розчину, потім за методикою визначають оптичну густину кожного розчину. Будують калібрувальний графік.

Обробка результатів

Результати всіх вимірювань заносять в табл. 2.

Таблиця 2. Вплив рН на ефективність виділення міді

№	рН	Об'єм розчину, см ³	Маса залізної пластинки, г	Початкова концентрація Cu ²⁺ , мг/дм ³	Залишкова концентрація Cu ²⁺ , мг/дм ³	Теоретична маса виділеної міді, г	Практична маса виділеної міді, г	Витрата заліза, г/1 г міді
1								
2								
3								

Із таблиці 2 визначають оптимальну рН, при якій найефективніше виділяється мідь. Порівнюють теоретичну та практичну масу виділеної міді.

Основні висновки

Лабораторна робота № 10

ВИЛУЧЕННЯ ІОНІВ ЗАЛІЗА З ТРАВІЛЬНИХ РОЗЧИНІВ

Мета роботи: вивчення методів утилізації залізовмісних кислих розчинів з отриманням магнетиту.

Теоретичні положення

Широке використання сполук заліза в промисловості зумовлює утворення значних об'ємів січних вод, що містять ці сполуки. Особливої шкоди завдають навколишньому середовищу відпрацьовані залізовмісні травильні розчини, концентрація іонів заліза в яких може перевищувати 100 г/дм³. Крім сполук заліза такі розчини завжди містять значну кількість соляної чи сірчаної кислоти, тому їх скид в каналізацію, чи, тим більше, в відкриті водоймища, суворо заборонено. Такі розчини необхідно переробляти, утилізуючи сполуки заліза.

Традиційним методом такої переробки є нейтралізація розчину лугом з утворенням нерозчинного $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Більш перспективним є метод утилізації з отриманням пігменту чорного кольору – магнетиту Fe_3O_4 . Оскільки магнетит має кристалічну структуру, то швидше седиментує, його об'єм та вологість значно нижчі від об'єму та вологості $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Вологість осадів, що отримуються в процесах переробки травильних розчинів, має велике значення, оскільки визначає як технологію обезводнення цих осадів, так і склад та потужність необхідного обладнання. Більш дисперсні осад утримують більше води, а процеси їх зневоднення досить трудомісткі і потребують значних витрат енергії.

Крім того, магнетит можна використати як пігмент для лаків, красок, а також як сировину для радіотехнічної промисловості.

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- рН-метр;
- фотоколориметр ФЕК-56;
- компресор;
- магнітна мішалка;
- сушільна шафа;
- лійка Бюхнера;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- розчин іонів Fe^{2+} ;
- розчин NaOH (20 %);
- розчин KOH (20 %);
- розчин NH_4OH (20 %);

- розчин сульфосаліцилової кислоти (10%);
- розчин аміаку (10 %).

Рекомендації щодо виконання роботи

Для проведення роботи готується 0,5 дм³ розчину іонів заліза (II) (FeSO₄, FeCl₃) з концентрацією іонів Fe²⁺ 3 г/дм³. Розчин розливають порівну в дві склянки. В першу склянку додають розчин NaOH, постійно контролюючи зміну рН та об'єм лугу. При рН=10 суміш інтенсивно перемішують та переливають в мірний циліндр. Заміряють об'єм осаду через кожні 10 хвилин протягом 2 годин, визначають залишкову концентрацію іонів заліза в маточному розчині, вимірюють кінцевий рН.

В другій склянці аналогічно доводять рН розчину до 10 і протягом 20 хвилин продувають через розчин повітря. Після цього заміряють об'єм осаду через кожні 10 хвилин протягом 2 годин, визначають залишкову концентрацію іонів заліза в маточному розчині, вимірюють кінцевий рН.

Аналогічні серії дослідів проводять з розчинами NH₄OH та КОН.

Після цього кожний розчин відфільтровують на лійці Бюхнера. Після зневоднення осади переносять в попередньо висушені та зважені бюкси, визначають їх загальну масу і розміщують в сушильній шафі, де температура не повинна перевищувати 105°C. Періодично контролюючи вагу бюксів з осадами, встановлюють момент, коли зниження їх маси припиняється.

Оброблення експериментальних даних

Результати всіх вимірювань заносять в табл. 1. Будують графіки залежності об'єму осаду від часу відстоювання. Порівнюють витрату різних лугів на осадження одиниці іонів Fe²⁺, об'єми осадів при різних умовах, вологості отриманих осадів.

Таблиця 1. Вплив лугу та умов осадження на процес вилучення іонів заліза

Луг	Кількість лугу, г-екв	Наявність продування повітрям	Об'єм осаду через 2 год, см ³	Залишкова конц. Fe ²⁺ , мг/дм ³	рН	
					почат.	кінц.

Вологість осадів визначають за формулою:

$$W = (W_0 - W) / W_3 \cdot 100\%, \quad (1)$$

де W₀ – маса осаду до висушування, г; W – маса осаду після висушування, г.

Отримані результати заносять в табл. 2.

Таблиця 2. Вплив лугу та умов осадження на вологість отриманого осаду

Осад	Луг	Вага осаду до зневоднення, г	Вага осаду після зневоднення, г	Вологість осаду, %
Fe(OH) ₂	NaOH			
Fe ₃ O ₄	NaOH			
Fe(OH) ₂	KOH			
Fe ₃ O ₄	KOH			
Fe(OH) ₂	NH ₄ OH			
Fe ₃ O ₄	NH ₄ OH			

Основні висновки

Лабораторна робота № 11

ФЕРИТНИЙ МЕТОД ПЕРЕРОБКИ ЕЛЕКТРОЛІТІВ

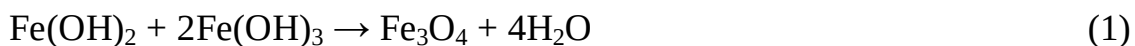
Мета роботи: вивчення феритного методу переробки електролітів.

Теоретичні положення

Більшість іонів металів гідролізується в лужному середовищі, переходячи в нерозчинні гідроксиди, що дає можливість відокремлювати їх від маточного розчину. В той же час всі ці осадки мають дуже високу дисперсність та займають великий об'єм, седиментують тривалий час, важко відділяються на фільтрувальному обладнанні. З цієї точки зору більш перспективним є феритний метод утилізації електролітів.

Суть методу полягає в тому, що в розчині створюються умови, котрі призводять до утворення кристалічних часток з магнітними властивостями – феритів. На відміну від гідроксидів ферити швидше седиментують та займають менший об'єм. Крім цього, наявність магнітних властивостей дозволяє застосовувати для вилучення феритів магнітне поле, що значно прискорює процес їх обезводнення.

Найпоширенішою сполукою цього класу є магнетит – Fe₃O₄ або FeO·Fe₂O₃. Як видно з формули, співвідношення концентрацій іонів заліза (II) та заліза (III) дорівнює 0,5. За сучасними уявленнями утворення магнетиту проходить в сильнолужному середовищі по реакції:



Реакція описує лише початкові та кінцеві продукти. В реальних умовах в розчині утворюється велика кількість проміжних, короткий термін існування яких не дозволяє їх реєструвати.

Ще дві сполуки, котрі можливо отримати в водному розчині описаним методом – ферити міді та хрому. При цьому максимальні магнітні

властивості мають осад, що отримані при початкових співвідношеннях концентрацій $[\text{Fe}^{2+}]/[\text{Cu}^{2+}]=4$ та $[\text{Fe}^{2+}]/[\text{Cr}^{6+}]=15$.

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- рН-метр;
- магнітна мішалка;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- розчини іонів Fe^{2+} з концентраціями 1 г/дм³; 2,4 г/дм³; 2,82 г/дм³;
- розчин іонів Fe^{3+} з концентрацією 2 г/дм³;
- розчин іонів Cu^{2+} з концентрацією 0,6 г/дм³;
- розчин іонів Cr^{6+} з концентрацією 0,18 г/дм³;
- розчин NaOH (20 %);
- розчин H_2SO_4 (1:1)
- H_3PO_4 щільністю 1,68 г/см³;
- розчин дифенілкарбазиду (ДФК) з масовою концентрацією 0,5% в ацетоні або ізопропанолі (свіжеприготований розчин);
- розчин соляної кислоти (1:9);
- розчин желатину (0,5%);
- розчин трилону Б (5%);
- розчин диетилдитіокарбамінату натрію (0,1%);
- розчин сульфосаліцилової кислоти (10%);
- розчин аміаку (10 %).

Рекомендації щодо виконання роботи

В трьох склянках готують розчини з концентрацією 1 г/дм³ Fe^{2+} в першому, 2 г/дм³ Fe^{3+} в другому та суміш 1 г/дм³ Fe^{2+} та 2 г/дм³ Fe^{3+} в третьому. При цьому об'єм розчину в 1 склянці – 100 см³, в 2 – 200 см³, в 3 – 300 см³. Після цього розчином NaOH рН в кожній склянці при інтенсивному перемішуванні доводять до 10. Отримані суміші перемішують ще раз і переливають в мірні циліндри. Фіксує зміну об'єму осаду через кожні 10 хвилин протягом 2 годин, знімають криві седиментації для всіх трьох циліндрів. Причому, одну криву будують для розчину 3 (суміш Fe^{2+} та Fe^{3+}) і одну для суми об'ємів осаду в розчинах 1 та 2.

По аналогічній методиці проводять роботи з розчинами Cu^{2+} та Cr^{6+} . Для роботи з міддю готують наступні розчини:

- 1 – Cu^{2+} з концентрацією 0,6 г/дм³;
- 2 – Fe^{2+} з концентрацією 2,4 г/дм³;
- 3 – Cu^{2+} з концентрацією 0,6 г/дм³ та Fe^{2+} з концентрацією 2,4 г/дм³.

Для роботи з хроматами готують розчини:

- 1 – Cr^{6+} з концентрацією 0,18 г/дм³;

2 – Fe^{2+} з концентрацією 2,82 г/дм³;

3 – Cr^{6+} з концентрацією 0,18 г/дм³ та Fe^{2+} з концентрацією 2,82 г/дм³.

Об'єми розчинів такі ж, як і в першому випадку.

Вимірюють вологості отриманих осадів, визначають залишкові концентрації іонів заліза, міді та хрому в маточних розчинах.

Оброблення експериментальних даних

Результати всіх вимірювань заносять в табл. 1 та 2, будують графіки залежності об'єму осаду від часу відстоювання для всіх розчинів. Порівнюють криві седиментації, вологості осадів та залишкові концентрації іонів та роблять висновок про переваги та недоліки роздільного та сумісного осадження іонів металів.

Таблиця 1. Залежність об'єму осаду від часу відстоювання

Час седиментації, хв	Об'єм осаду, см ³								
	Fe^{2+}	Fe^{3+}	Fe^{2+} Fe^{3+}	Cu^{2+}	Fe^{2+}	Fe^{2+} Cu^{2+}	Cr^{6+}	Fe^{2+}	Fe^{2+} Cr^{6+}

Таблиця 2. Залежність залишкових концентрацій металів та вологості осадів від виду осадження

Осад	Fe^{2+}	Fe^{3+}	Fe^{2+} Fe^{3+}	Cu^{2+}	Fe^{2+}	Fe^{2+} Cu^{2+}	Cr^{6+}	Fe^{2+}	Fe^{2+} Cr^{6+}
Залишкова концентрація, мг/дм ³									
Вологість, %									

Основні висновки

Лабораторна робота № 12

УТИЛІЗАЦІЯ ЦИНКВІСНИХ РОЗЧИНІВ ШЛЯХОМ УТВОРЕННЯ БІЛИЛ

Мета роботи: вивчення методу утилізації цинквісних розчинів шляхом утворення цинкових білил.

Теоретичні положення

При виготовленні білил досить часто використовуються сполуки цинку. Як пігмент білого кольору, значного поширення набув оксид цинку ZnO . Зважаючи на те, що в багатьох галузях промисловості утворюються розчини сполук цинку, котрі необхідно утилізувати, то одним із шляхів такої утилізації і може бути отримання пігменту. Найчастіше для цих цілей використовують розчин сульфату цинку. Осадження таких розчинів аміаком дозволяє отримати пігмент білого кольору високої якості:



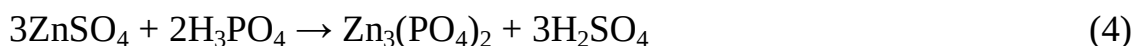
В результаті такої реакції гідроокис цинку випадає в осад. Промивання та прокалювання осаду дають оксид цинку, який можна використати для приготування цинкових білил:



Іншими білими пігментами, для виготовлення яких використовуються сполуки цинку, є алюмінат та фосфат цинку. Метод отримання алюмінату цинку полягає в прокалюванні сухої суміші оксиду цинку з гідроксидом алюмінію:



Фосфат цинку отримують із розчину сульфату цинку та фосфорної кислоти:



Максимальний вихід пігменту забезпечується при надлишку фосфату в 3 – 5%, нейтралізація суспензії до pH 4 – 4,5 і температурі 75 – 80 °С.

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- рН-метр;
- магнітна мішалка;
- сушильна шафа;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- ZnSO_4 (5 г/дм³ по Zn^{2+});
- NH_4OH (10%);
- H_3PO_4 щільністю 1,68 г/см³ ($\omega=61,6\%$);
- NaOH (10%).

Рекомендації щодо виконання роботи

Для роботи готують розчин 200 см³ ZnSO_4 з концентрацією 5 г/дм³ по іонах Zn^{2+} . Отриманий розчин нейтралізують розчином аміаку до pH 8 – 8,5. Після цього осад, що випав, три-чотири рази промивають гарячою водою, відфільтровують і прокалюють протягом 1 години при температурі 105 °С.

Отриманий пігмент розділяють на дві рівні частини, одну з яких зважують. Виходячи з цієї ваги за рівнянням (3) розраховують необхідну кількість гідроксиду алюмінію, який добре перемішують із зваженою частиною ZnO і прокалюють протягом 1 години при температурі 105 °С.

Готують розчин 100 см³ ZnSO₄ з концентрацією 5 г/дм³ по іонах Zn²⁺. За рівнянням (4) розраховують необхідну кількість фосфорної кислоти і збільшують її на 3 – 5%. Після нагрівання до 80 °С та інтенсивного перемішування суміш нейтралізують розчином NaOH до рН 8 – 8,5. Отриманий осад промивають кілька разів, відфільтровують і сушать.

Обробка результатів

Порівнюють якість пігментів, отриманих різними методами.

Основні висновки

Лабораторна робота № 13

ОТРИМАННЯ ПІГМЕНТІВ З ВІДПРАЦЬОВАНИХ МІДЬВМІСНИХ ЕЛЕКТРОЛІТІВ

Мета роботи: вивчення методу утилізації мідьвмісних електролітів шляхом утворення мідних пігментів.

Теоретичні положення

В технологічних процесах утворюється два основних види відпрацьованих мідних електролітів – кислі та лужні. Кислі розчини в переважній більшості містять CuSO₄ чи CuCl₂ та надлишок відповідної кислоти. Лужні розчини містять мідь в вигляді аміакатних комплексів.

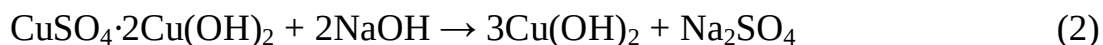
Відомо кілька сполук міді, що можуть використовуватись як пігменти. Найбільш простим є кристалічний гідроксид міді Cu(OH)₂, що має небесно-блакитний колір з зеленкуватим відтінком. Але такий пігмент досить нестійкий, чутливий до впливу світла, вологи, вапна, сірководню, жирних кислот. Тому частіше використовують ацетат міді – основну та нейтральну сіль складу Cu(CH₃COO)₂·nCu(OH)₂·mH₂O. Такий пігмент носить назву мідянки та має синьо-зелений колір.

Для отримання мідянки можна використати як кислі, так і лужні розчини. В випадку застосування кислих розчинів, наприклад, сульфату міді, реакція буде мати вигляд:

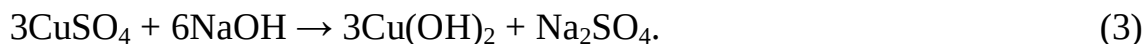


При цьому в осад випадає основна сіль постійного складу CuSO₄·2Cu(OH)₂. Для отримання мідянки необхідно спочатку отримати кристалічний гідроксид міді, оскільки аморфний гідроксид досить нестійкий і при дії гарячої води або розчину лугу втрачає колір та

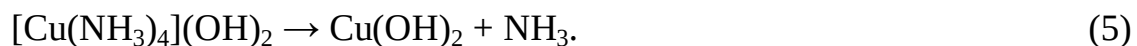
перетворюється в чорний окис міді. Тому на першій стадії додають лише 2/3 від стехіометрично необхідної кількості лугу. Отриманий в результаті першої реакції осад промивають водою і обробляють концентрованим розчином NaOH:



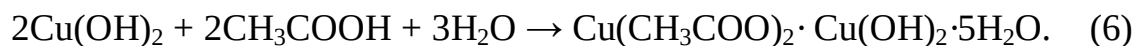
В результаті останньої реакції утворюється кристалічний гідроксид міді. Сумарна реакція цього процесу має вигляд:



В випадку використання лужних розчинів отримання гідроксиду міді проходить в два етапи. На першому етапі утворюється комплексний гідроксид, який на другому етапі розпадається на гідроксид міді та аміак:



Після отримання гідроксиду міді промитий та віджатий осад обробляють оцтовою кислотою:



Спочатку основна оцтовокисла сіль переходить в розчин, а потім кристалізується в вигляді порошку, що використовується як пігмент.

Прилади, обладнання, реактиви та матеріали

Прилади та обладнання

- реактор з мішалкою;
- лійка Бюхнера;
- хімічний посуд.

Реактиви та матеріали

- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$;
- NH_4OH (25%);
- оцтова кислота (60 – 80%);
- NaOH (10%, 20%).

Рекомендації щодо виконання роботи

Використання кислих розчинів

5 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ розчиняють в 200 см³ дистильованої води при температурі 40 – 60 °С. При повільному перемішуванні в розчин вливають

10% розчин NaOH до випадіння яблучно-зеленого осаду. Відбирають 5 см³ маточного розчину та додають невелику кількість аміаку. Якщо розчин не набуває кольору, то можна вважати осадження міді повним. При забарвленні розчину додають ще розчин NaOH. Після цього осад відстоюють та промивають декантацією 2 – 3 рази. Далі до осаду додають 20% розчин NaOH та перемішують суміш до переходу кольору з яблучно-зеленого в небесно-блакитний. Суміш відстоюють, промивають 3 – 4 рази декантацією та фільтрують на лійці Бюхнера.

Використання лужних розчинів

5 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ розчиняють в 200 см³ дистильованої води при температурі 80 – 85 °С. При повільному перемішуванні вливають близько 2 см³ NH_4OH протягом 1 – 2 хв для утворення забарвленого аміачного комплексу міді. Потім поступово додають 20% розчин NaOH до повного випадіння небесно-блакитного осаду. Суміш повинна мати температуру 60 – 70 °С. Осад відстоюють, промивають 3 – 5 разів декантацією та фільтрують на лійці Бюхнера.

Отримані осад $\text{Cu}(\text{OH})_2$ переносять у скляний посуд та додають по 10 см³ концентрованої оцтової кислоти. При цьому ацетат міді спочатку переходять в розчин, а через 1 – 2 год практично повністю кристалізуються. Отримані розчини відфільтровують і просушують.

Обробка результатів

Порівнюють якість пігментів, отриманих різними методами.

Основні висновки

ЛІТЕРАТУРА

1. Смирнов И. И. Физико-химические основы и технологии получения порошков тяжелых цветных металлов: Учеб. Пособие. – Красноярск: Изд-во Красноярск. Ун-та, 1984. – 128 с.
2. Беленький Е. Ф., Рискин И. В. Химия и технология пигментов: Изд. 4-е изд., перераб. и доп. - Л., «Химия», 1974. – 656 с.
3. Материалы II Межотраслевого совещания по методам получения и анализа ферритовых материалов и сырья для них (Донецк, 6 – 10 июня 1966 г.). – Ч.1. – М., 1968. – С. 240 – 251.
4. Беличенко Ю. П. Замкнутые системы водообеспечения химических производств. – М.: Химия, 1990. – 208 с.
5. Лившиц О.В. Справочник по водоподготовке котельных установок. – М.: Энергия, 1976. – 237 с.
6. Амиров А. Ионнообменная очистка сточных вод, растворов и газов. - Л.: Химия, 1983. - 295 с.
7. Абрамов Н. Н. Водоснабжение: Учебник для ВУЗов. – 3-е изд. М.: Стройиздат, 1982. – 440 с.
8. Николадзе Г. И. Водоснабжение. – М.: Стройиздат, 1989. – 496 с.
9. Бабенко Е. Д. Очистка воды коагулянтами. – М.: Наука, 1977.-210 с.
10. Запольський А.К., Міткова Н.А., Астрелін І.М., Гвоздяк П.І., Брик М.Т., Князькова Т.В. Фізико-хімічні основи технології очищення стічних вод: Підручник. – К: Лібра, 2000. – 552с.
11. Терман Л.С., Покровський В.Н. Химические и термические методы обработки воды на ТЭЦ. – М.: Энергетика, 1977. – 232с.
12. Кульский Л.А. Теоретические основы и технология кондиционирования воды. - Киев: Наук. думка, 1983. – 560 с.
13. Кульский Л. А., Строкач П. П. Технология очистки природных вод. - Киев: Вища школа, 1986. – 352 с.
14. Кульский Л. А. Основы химии и технологии воды. - Киев: Наук. думка, 1991. – 568 с.
15. Руденко Г. Г., Гороновский И. Т. Удаление примесей из природных вод на водопроводных станциях. - Киев: Будівельник. – 1976. – 205 с.
16. Родионов А.И., Клушин В.Н., Торочешников Н.С. Техника защиты окружающей среды.- М.: Химия, 1989. – 512 с.
17. Когановский А.М., Левченко Т.М. Адсорбция растворенных веществ. - Киев: Наукова думка. – 1977. – 222 с.
18. Когановский А.М. и др. Очистка промышленных сточных вод. – Киев: Техника, 1975. – 60 с.
19. Тороченников Н.С. и др. Техника защиты окружающей среды. Учебное пособие для ВУЗов. – М.: Химия, 1981. – 36 с.
20. Воюцкий С.С. Курс коллоидной химии. – М: Химия, 1975 – 512с.

ЗМІСТ

1.	Вступ.....	4
2.	Лабораторна робота №1. Визначення швидкості корозії металів в різних середовищах.....	5
3.	Лабораторна робота №2. Очищення стічних вод від хроматів.....	10
4.	Лабораторна робота №3. Очищення стічних вод від фенолів.....	17
5.	Лабораторна робота №4. Очищення стічних вод від кадмію.....	21
6.	Лабораторна робота №5. Стабілізаційна обробка води по відношенню до накипоутворення.....	25
7.	Лабораторна робота №6. Очищення стічних вод від нафтопродуктів....	27
8.	Лабораторна робота №7. Використання флокулянтів для покращення процесів утримання макулатурної маси на сітці та зневоднення волокнистого осаду паперово-картонних виробництв.....	32
9.	Лабораторна робота №8. Використання магнетиту для інтенсифікації процесу освітлення води за допомогою коагулянту	36
10.	Лабораторна робота №9. Цементация міді в відпрацьованих електролітах.....	40
11.	Лабораторна робота №10. Вилучення іонів заліза з травильних розчинів.....	43
12.	Лабораторна робота №11. Феритний метод переробки електролітів.....	45
13.	Лабораторна робота №12. Утилізація цинквмісних розчинів шляхом утворення білил	47
14.	Лабораторна робота №13. Отримання пігментів з відпрацьованих мідьвмісних електролітів	49
15.	Література.....	52

Навчальне видання

Практичний посібник
з курсу “Промислова екологія”
для студентів спеціальності 6.040106
“Екологія, охорона навколишнього середовища та
збалансоване природокористування”

Укладачі: Гомеля Микола Дмитрович
Іваненко Олена Іванівна
Шаблій Тетяна Олександрівна
Носачова Юлія Вікторівна
Отрох Олена Анатоліївна