

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Емельянов Сергей Геннадьевич

Должность: ректор

Дата подписания: 25.09.2022 16:31:13

Уникальный программный ключ:

9ba7d3e34c012eba476ffd2d064cf2781953be730df2374d16f3c0ce536f0fc6

## МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Юго-Западный государственный университет»  
(ЮЗГУ)

Кафедра теплогазоводоснабжения



### ХИМИЯ РАБОЧИХ ТЕЛ

Методические указания к лабораторным работам для студентов направлений подготовки 08.03.01 «Строительство», 08.04.01 «Строительство», 13.03.01 «Теплоэнергетика и теплотехника», 13.04.01 «Теплоэнергетика и теплотехника»

Курск 2015 г.

УДК 628.1

Составитель: В.А. Жмакин

Рецензент

Кандидат технических наук, доцент кафедры  
теплогазоводоснабжения Н.Е. Семичева

**Химия рабочих тел:** методические указания к лабораторным работам для студентов направлений подготовки 08.03.01 «Строительство», 08.04.01 «Строительство», 13.03.01 «Теплоэнергетика и теплотехника», 13.04.01 «Теплоэнергетика и теплотехника» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: В.А. Жмакин. – Курск, 2015. – 39 с. – Библиогр.: с. 37.

Приводятся методики выполнения лабораторных работ и вопросы к защите лабораторных работ по химии воды и водоподготовке для теплогенераторов и систем теплоснабжения, а также необходимый справочный материал в виде таблиц.

Методические указания предназначены для студентов направлений подготовки 08.03.01 «Строительство», 08.04.01 «Строительство», 13.03.01 «Теплоэнергетика и теплотехника», 13.04.01 «Теплоэнергетика и теплотехника» очной и заочной формы обучения.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать . Формат 60x84 1/16.  
Усл. печ.л. Уч. изд.л. Тираж 50 экз. Заказ . Бесплатно.  
Юго-Западный государственный университет.  
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

## Содержание

Общие указания.....	4
Охрана труда и техника безопасности при выполнении лабораторных работ.....	5
Лабораторная работа 1.....	7
Лабораторная работа 2.....	10
Лабораторная работа 3.....	16
Лабораторная работа 4.....	21
Лабораторная работа 5.....	27
Библиографический список .....	37
Приложение.....	38

## ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

Перед выполнением работ необходимо изучить основные теоретические положения, ознакомиться с лабораторными стендами, записать метрологические характеристики используемых средств измерений (в лабораторных работах 1, 2, 3 и 5 следует записать диапазон измерения, цену деления и допускаемую погрешность бюреток, мерных стаканов и колб; в лабораторной работе 4 - диапазон измерения, цену деления и класс точности рН-метра).

После завершения лабораторных работ каждый студент должен составить отчет, в котором приводятся основные теоретические положения, рисунок лабораторной установки, по результатам опытов следует выполнить расчеты и сопроводить их необходимыми пояснениями, дать оценку погрешности измерения каждого параметра, а численные значения погрешностей занести в таблицы для записи результатов измерений и расчетов. Отчет завершается аргументированным выводом. Методы оценки результатов измерений и расчетов приведены в описании работ.

Отчет представляется студентом при сдаче зачета по данной дисциплине.

Приведенные в лабораторных работах методики могут использоваться при оценке показателей качества воды для следующих целей водопользования: для хозяйственно-питьевого водоснабжения; при подготовке добавочной воды для электростанций, работающих на органическом топливе; при подготовке добавочной воды для электростанций, работающих на ядерном топливе; при подготовке добавочной воды для паровых котлов различного назначения, для подпитки тепловых сетей.

Выполнение лабораторных работ и обработка результатов опытов позволяют оценить качество воды. В реальных условиях эксплуатации знание характеристик используемой воды, необходимо для организации оптимальных режимов работы теплоэнергетического оборудования. При анализе результатов лабораторных опытов целесообразно отметить:

1. К какому типу водопользования следует отнести анализируемую пробу воды;

2. Влияние исследуемой воды, учитывая полученные в опытах характеристики, на работу теплоэнергетического оборудования (образование накипи, шлама, коррозии);

3. Рекомендации по обработке исходной воды для получения воды с нормированными характеристиками.

Некоторые справочные материалы, необходимые для анализа, приведены в приложениях 1-3.

Вместо лабораторных работ, предложенных в данных указаниях, студенты могут выполнить работы исследовательского характера, связанные с подготовкой и использованием воды в условиях своего предприятия, направленные на совершенствование работы водоподготовительного оборудования и оборудования котельного цеха (котельная установка, деаэраторы, различного типа подогреватели). Содержанием этих исследовательских работ может быть:

а) определение характеристик воды (солесодержания, кремнесодержания, содержания свободной углекислоты, хлоридов, сульфатов, кислотности, общей жесткости и др.);

б) рассмотрение технологии обессоливания воды (химического, термического, электроионитного и др.); определение присоса охлаждающей воды в конденсаторе паровой турбины; влияние существующей подготовки воды на работу котельной установки;

в) теплехимические испытания котельной установки и др.

## **ОХРАНА ТРУДА И ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ**

Организация безопасной работы при выполнении лабораторных работ по кафедре теплоэнергетики производится в соответствии с требованиями ГОСТ 12.0.003-74. ССБТ "Опасные и вредные производственные факторы. Классификация", ГОСТ 12.1.004-85. ССБТ. "Пожарная безопасность. Общие требования", ГОСТ 12.1.005-76. ССБТ. "Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования", ГОСТ 12.1.010-76. ССБТ. "Взрывобезопасность. Общие требования", ГОСТ 12.1.019-79. ССБТ. "Электробезопасность. Общие требования".

К работе на лабораторных установках допускаются студенты, имеющие теоретическую подготовку по дисциплине, прошедшие

инструктаж по технике безопасности и расписавшиеся в соответствующем журнале.

При проведении лабораторных работ необходимо строго выполнять следующие правила:

1. **Запрещается** заливать воду в емкости, содержащие концентрированный раствор серной кислоты.

2. При попадании кислоты высокой концентрации на открытые участки тела необходимо удалить сухой тряпкой или ватой кислоту с пораженного участка, промыть место ожога 2% раствором бикарбоната натрия или водой, срочно обратиться в пункт медицинской помощи. Если кислота попала на слизистую оболочку глаза, его необходимо промыть большим количеством воды, затем 0,5% раствором бикарбоната натрия и срочно обратиться в пункт медицинской помощи.

3. В случае попадания щелочи на открытые участки тела или в глаза для промывания можно использовать соответственно 1% раствор уксусной кислоты и 2% раствор борной кислоты.

4. **Запрещается** использовать лабораторную посуду не по назначению.

5. **Запрещается** исследовать реактивы на вкус.

6. При определении запаха следует воздух с парами веществ подгонять к носу взмахами ладони.

7. Во время работы с огнеопасными веществами необходимо следить, чтобы поблизости не было открытого огня или сильно нагретых предметов.

8. При ожогах пораженные участки нельзя промывать водой и вскрывать волдыри.

По окончании лабораторных работ необходимо привести в порядок рабочее место.

Студенты, не выполняющие правила техники безопасности, отстраняются от проведения лабораторных работ.

## Лабораторная работа № 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЯРНОЙ МАССЫ ДИОКСИДА УГЛЕРОДА

**Цель работы** - нахождение молярной массы диоксида углерода по плотности газа на основе уравнения Менделеева – Клапейрона.

**Приборы и материалы:** аппарат Кипа, колбы конические, технические весы, мерный цилиндр, калькулятор, соляная кислота, мрамор.

### Теоретический материал, необходимый для выполнения работы:

Молярная масса - это масса одного моля вещества. Моль любого газообразного вещества при нормальных условиях ( $P_0=101,3$  кПа,  $T_0=273$ К) занимает 22,4 л. Эта величина называется молярным объемом газа при нормальных условиях.

Определение молярной массы газа может быть выполнено несколькими способами. Чаще всего определяют, исходя из абсолютной и относительной плотности газа.

Абсолютной плотностью газа называется масса единицы объема газа при нормальных условиях: за единицу объема газа обычно принимают 1 л. Зная массу 1 л газа при нормальных условиях ( $\rho$ ) и его молярный объем 22,4 л, определяют молярную массу газа  $\mu$ :

$$\mu = \rho \cdot 22,4 \quad (1.1)$$

Для приведения газа к нормальным условиям используют уравнение газового состояния:

$$\frac{V \cdot P}{T} = \frac{V_0 \cdot P_0}{T_0}$$

или  $V_0 = \frac{V \cdot P \cdot T_0}{P_0 \cdot T}$  (1.2)

где  $V$  – объем газа, измеренный при реальных условиях, то есть при атмосферном давлении  $P$  и температуре  $T$ ;  $V_0$  – объем газа при нормальных условиях - давлении  $P_0$  и температуре  $T_0$ .

Молярную массу газа можно вычислить также, пользуясь уравнением Менделеева – Клапейрона:

$$V \cdot P = \frac{m}{\mu} \cdot R_{\mu} \cdot T$$

$$\mu = \frac{m \cdot R_{\mu} \cdot T}{V \cdot P}, \quad (1.3)$$

где  $P$  - давление, кПа;  $V$  - объем, л;  $m$  - масса, г;  $\mu$  - молярная масса, г/моль;  $R_{\mu}$  - молярная газовая постоянная; равная 8,314 л·кПа/(моль К);  $T$  - абсолютная температура. Часто в лабораторной практике применяют следующие числовые значения:  $R_{\mu} = 0,082$  л·атм/град моль;  $R_{\mu} = 62360$  мл·мм рт.ст./град моль).

### Выполнение работы:

ОПЫТ 1: Определение молярной массы диоксида углерода.

Диоксид углерода получают в аппарате Кипа (рис. 1.1) действием раствора соляной кислоты на мрамор  $\text{CaCO}_3$ . Полученный диоксид углерода очищают от брызг соляной кислоты путем промывания раствором гидрокарбоната натрия  $\text{NaHCO}_3$  и осушают, пропуская через концентрированную серную кислоту.

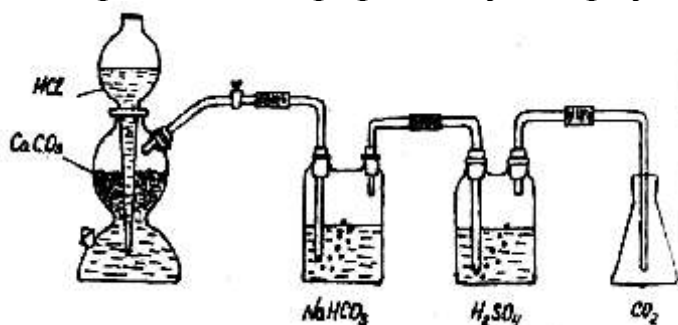


Рис. 1.1. Аппарат Кипа

Чистую и сухую колбу плотно закройте резиновой пробкой до метки и взвесьте на технохимических весах с точностью до 0,001 г.

Наполните колбу диоксидом углерода, получаемым в аппарате Кипа в течении 3-4 минут. Затем очень медленно выньте газоотводную трубку из колбы.

Закройте колбу пробкой и снова взвесьте. Наполнение и взвешивание колбы необходимо производить 2-3 раза до постоянной массы, т. е. когда два последовательных результата либо одинаковы, либо отличаются друг от друга не более чем на 0,01 г.



Определите объем колбы, заполнив ее водой до метки и перелив воду в мерный цилиндр.

Запишите в журнал (см. таблица 1.1) массу колбы с воздухом ( $m_1$ ), массу колбы с диоксидом углерода ( $m_2$ ), объем колбы ( $V$ ), давление и температуру, при которых производился опыт.

По полученным данным рассчитайте:

1. Массу диоксида углерода в объеме колбы, учитывая, что этим газом из колбы был вытеснен равный объем воздуха.

$$m_{\text{CO}_2} = m_2 - m_1 + m_{\text{в}} \quad (1.4)$$

где  $m_1$ ,  $m_2$  – определены экспериментально,  $m_{\text{в}}$  – массу воздуха находим по уравнению Менделеева - Клапейрона:

$$m_{\text{в}} = PV\mu_{\text{в}} / (R_{\mu} T) \quad (1.5)$$

Так как средний молекулярный вес воздуха равен  $\mu_{\text{в}} = 29$  г/моль, а  $T = 273 + t$ , то масса воздуха

$$m_{\text{в}} = 29 \cdot P \cdot V / R_{\mu} (273 + t). \quad (1.6)$$

Затем определите массу диоксида углерода по формуле (1.4).

2. Вычислите молекулярный вес двуокиси углерода по уравнению Менделеева – Клапейрона:

$$\mu_{\text{CO}_2} = m_{\text{CO}_2} \cdot R_{\mu} \cdot T / (P \cdot V) \quad (1.7)$$

3. Подсчитайте ошибку опыта в процентах:

$$\varepsilon = (\mu_{\text{теор}} - \mu_{\text{экс}}) \cdot 100\% / \mu_{\text{теор}}, \quad (1.8)$$

где  $\mu_{\text{теор}}$  – теоретическое значение молярной массу диоксида углерода 44 г/моль.

Таблица 1.1 – Результаты измерений

№ п/п	Масса колбы с воздухом $m_1$ , г	Масса колбы с диоксидом углерода $m_2$ , г	Объем колбы $V$ , мл	Давление $P$ , мм рт .ст	Температура $t$ , °C
1					
2					
3					

### Содержание отчета

1. Краткое описание лабораторной установки, технические и метрологические характеристики средств измерений, краткие пояснения проводимых опытов.
2. Результаты опытов и расчеты, рисунки, таблицы.
3. Выводы по работе и анализ результатов (см. "Общие указания").

### Контрольные вопросы и задания

1. Что называется молекулярной массой вещества? В каких единицах она выражается?
2. Что называется молекул? Какое количество молекул вещества содержится в одном моле?
3. Что называется относительной плотностью газа?
4. Описание лабораторной установки. Ход проведения опыта.
5. Рассчитайте молярную массу газа, если масса 1мл его равна 1,96мг (условия нормальные).
6. Методика расчета молярной массы диоксида углерода.
7. Рассчитайте массу 10 л азота при нормальных условиях.
8. Вычислите молекулярную массу вещества, если установлено, что масса 60 мл его паров при температуре 87 °С и давлении 524 мм рт. ст. равна 0,13 г.

### Лабораторная работа № 2.

#### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ И МЕТОДЫ УМЯГЧЕНИЯ ВОДЫ

**Цель работы:** проведение анализа воды на жесткость и устранение карбонатной жесткости воды.

**Приборы и материалы:** бюретка для титрования, конические колбы, соляная кислота, раствор комплексона III, метилоранж, эриохром черный Т, водопроводная вода.

#### Теоретический материал, необходимый для выполнения работы:

Жесткость воды обусловлена присутствием в ней солей кальция, магния и железа (карбонатами, гидрокарбонатами, сульфатами, хлоридами и др.). Воду с растворенными в ней солями

называют жесткой, а совокупность свойств такой воды — жесткостью.

Жесткость — один из главных технологических показателей, принятых для характеристики состава и качества природных вод. Согласно ГОСТ 6055-86 различают карбонатную, некарбонатную и общую жесткость.

Сумма концентраций ионов  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  является количественной мерой жесткости воды:

$$Ж = C(\text{Ca}^{2+}) + C(\text{Mg}^{2+}). \quad (2.1)$$

Единицей измерения жесткости является ммоль/л.

Карбонатная жесткость ( $Ж_{\text{к}}$ ) — это совокупность свойств воды, обусловленных присутствием в ней в основном гидрокарбонатов кальция, магния и железа и незначительной части их карбонатов.

Она отвечает той части содержащихся в воде катионов  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ , которая эквивалентна содержащимся в ней анионам  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ . Часть карбонатной жесткости, которая может быть устранена кипячением, называют устранимой или временной.

Некарбонатная жесткость ( $Ж_{\text{нк}}$ ) — совокупность свойств воды, обусловленных присутствием в ней сульфатов, хлоридов, силикатов, нитратов и фосфатов кальция, магния и железа.

Все соли, оставшиеся в растворенном состоянии после кипячения, обуславливают так называемую постоянную или неустранимую жесткость воды ( $Ж_{\text{нк}}$ ). Она отвечает той части содержащихся в воде катионов  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ , которая эквивалентна содержащимся в ней анионам  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}^-$ ,  $\text{Cl}^-$  и др.

Общая жесткость ( $Ж_{\text{общ}}$ ) складывается из карбонатной и некарбонатной жесткости. Она равна суммарной (общей) концентрации содержащихся в воде катионов  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ .

Общую жесткость также можно рассматривать как сумму постоянной и временной жесткости:

$$Ж_{\text{общ}} = Ж_{\text{к}} + Ж_{\text{нк}}. \quad (2.2)$$

### Методы анализа:

При контроле качества воды определяют ее жесткость. Анализ воды на жесткость предполагает обычно:

**а) определение общей жесткости,  $Ж_{\text{о}}$ .**

Для определения общей жесткости используют метод комплексонометрии. В основе этого метода лежит титрование воды в присутствии аммиачного буферного раствора ( $\text{pH}=10,0$ ) и индикатора раствором комплексона III до перехода розовой окраски в голубую.

При анализе применяют один из индикаторов: кислотный хром синий К или эриохром черный Т. В присутствии ионов жесткости  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  эти индикаторы окрашиваются в розовый цвет, в отсутствии – в голубой.

Комплексон III - двузамещенная натриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты. При титровании жесткой воды раствором комплексона III образуется внутрикомплексное соединение, т.е. связываются ионы  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$ . Поэтому в конце титрования индикатор изменяет окраску, раствор становится голубым.

### **Определение общей жесткости воды комплексонометрическим способом.**

Отберите мерным цилиндром 100 мл воды и перенесите его в коническую колбу. Добавьте к исследуемой пробе 5мл аммиачного буферного раствора и 5-7 капель индикатора кислотности хром синего К или несколько кристалликов (на кончике шпателя) эриохром черного Т.

Приготовленную пробу при постоянном помешивании оттитруйте раствором комплексона до перехода розовой окраски индикатора в голубую. Результаты титрования запишите. Повторите титрование еще раз. Если результаты двух титрований совпадут ( $\Delta V \leq 0,1 \text{мл}$ ), рассчитайте общую жесткость воды. В противном случае, оттитруйте еще одну пробу. Найдите среднее значение объема комплексона III, израсходованное на титрование воды.

Общую жесткость воды рассчитывают по формуле:

$$J_{\text{общ}} = N_2 V_2 \cdot 1000 / V_1, \text{ [ммоль/л]}, \quad (2.3)$$

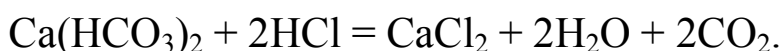
где  $V_1$  - объем анализируемой воды, мл;  $V_2$  - объем раствора комплексона III, мл;

$N_2$  - молярная концентрация раствора комплексона III, моль/л;

1000 - коэффициент перевода моль/л в ммоль/л.

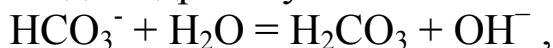
### **б) определение карбонатной жесткости, $J_k$ .**

Определение карбонатной жесткости воды -  $J_k$  сводится к определению концентрации гидрокарбонат-иона  $\text{HCO}_3^-$  и, тем самым, эквивалентной этим ионам концентрации ионов жесткости  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$ . Способ основан на реакции между соляной кислотой и гидрокарбонатами:



Анализ проводят методом нейтрализации. В основе этого метода лежит титрование воды в присутствии индикатора метилового оранжевого раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски индикатора в оранжевую. При титровании кислотой, добавленной в воду, индикатор метилоранж изменяет свою окраску, когда в растворе появляется небольшой избыток кислоты. Метилоранж — кислотно-основной индикатор, изменяющий свою окраску от красной при  $\text{pH} < 3,1$  до желтой при  $\text{pH} > 4,4$ . В точке перехода 3,1 метилоранж имеет оранжевую окраску.

Анион  $\text{HCO}_3^-$  - в воде гидролизуеться:



Поэтому при условии  $J_k > 0$  вода имеет щелочную реакцию среды и метилоранж в ней окрашен в желтый цвет. При титровании раствором  $\text{HCl}$  такой воды протекает реакция нейтрализации:



Ион  $\text{H}^+$  нейтрализует количество ионов  $\text{OH}^-$  а, эквивалентное концентрации иона  $\text{HCO}_3^-$ .

### **Определение карбонатной жесткости воды методом нейтрализации.**

Отмерьте с помощью мерного цилиндра в две колбы по 50 мл воды и прибавьте в каждую по 2-3 капли метилоранжа. Одна из колб будет служить контрольной. Во вторую колбу приливают из бюретки по каплям децинормальный раствор соляной кислоты до тех пор, пока от одной капли кислоты окраска из желтой перейдет в оранжевую (цвет сравнивают с цветом в контрольной колбе).

Титрование повторяют 2-3 раза. Для расчетов принимают средний результат. Расчет карбонатной (временной) жесткости воды проводят по формуле:

$$J_K = C_K \cdot V_K \cdot 1000 / V_B, \text{ [ммоль/л]}, \quad (2.4)$$

где:  $V_K$  - объем раствора кислоты, израсходованного на титрование,  
 $C_K$  - нормальная концентрация раствора кислоты,  
 $V_B$  - объем воды, мл.

### **в) вычисление некарбонатной жесткости $J_{нк}$ .**

Некарбонатная жесткость вычисляется как разность между общей жесткостью и карбонатной:

$$J_{нк} = J_{общ} - J_K. \quad (2.5)$$

## **Выполнение работы:**

### **1) Приготовление раствора:**

Наполнить пробирку на 1/2 объема известковой водой и пропустить через нее двуокись углерода, полученную в аппарате Киппа. После появления осадка карбоната кальция продолжать пропускать  $CO_2$  до растворения осадка, которое происходит вследствие образования кислой соли. В качестве исходного раствора можно взять водопроводную воду. Полученный раствор разделить на три части.

Определить общую, карбонатную и некарбонатную жесткость 1-й порции исходного раствора, пользуясь приведенными методами анализа. Результаты занести в таблицу.

### **2) Устранение жесткости химическим методом:**

Ко второй порции раствора добавить NaOH, получить осадок. Объяснить, пользуясь правилом произведения растворимости, растворение карбоната кальция в воде, содержащей  $CO_2$ . При этом следует учесть, что двуокись углерода с водой образует слабую угольную кислоту, которая диссоциирует главным образом по первой ступени.

Определить общую, карбонатную и некарбонатную жесткость умягченной воды, пользуясь приведенными методами анализа.

Результаты занести в таблицу.

### **3) Устранение жесткости кипячением.**

Колбу с 3-й порцией раствора из первой части опыта закрепить в штативе и, осторожно нагревая, кипятить раствор до образования осадка карбоната кальция. Записать уравнение реакции и объяснить причину смещения равновесия вправо при повышении температуры.

При нагревании воды происходит удаление части  $\text{CO}_2$ , среда становится менее кислой и равновесие диссоциации иона  $\text{HCO}_3^-$  (из гидрокарбоната) смещается вправо:  $\text{HCO}_3^- = \text{H}^+ + \text{CO}_3^-$ .

Концентрация  $\text{HCO}_3^-$  увеличивается и становится достаточной для образования осадка  $\text{CaCO}_3$  (концентрация ионов  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  становится равной произведению растворимости):



Определить общую, карбонатную и некарбонатную жесткость умягченной воды, пользуясь приведенными методами анализа. Результаты занести в таблицу 2.1.

**Вывод:** Результаты всех определений занести в таблицу. Сравнить жесткость исходного раствора и жесткость растворов, умягченных различными методами.

Таблица 2.1 - Результаты измерений

Раствор	Общая жесткость	Карбонатная жесткость	Некарбонатная жесткость
Исходный			
После устранения жесткости реагентным методом			
После устранения жесткости кипячением			

### Содержание отчета

1. Краткое описание лабораторной установки, технические и метрологические характеристики средств измерений, краткие пояснения проводимых опытов.
2. Результаты опытов и расчеты, рисунки, таблицы.
3. Выводы по работе и анализ результатов (см. "Общие указания").

### Контрольные вопросы и задания

1. Какие ионы определяют жесткость воды?
2. Что такое жесткость воды?

3. Назовите методы устранения жесткости воды.
4. В чем сущность метода умягчения воды с помощью ионного обмена?
5. Как определяют общую жесткость воды?
6. Как определяют карбонатную жесткость воды?
7. При определении общей жесткости воды на титровании 200 мл воды израсходовано 8 мл 0,1 М раствора комплексона III. Вычислить общую жесткость воды.
8. Вычислить карбонатную жесткость воды, если на титрование 200 мл воды израсходовано 8 мл 0,05 М раствора HCl.

### **Лабораторная работа №3.**

#### **Определение общей щелочности воды и отдельных форм щелочности**

**Цель работы:** практическое освоение методики аналитического контроля общей щелочности воды и отдельных форм щелочности; приобретение навыков анализа воды, используемой в теплоэнергетических установках.

#### **Основные теоретические положения**

Щелочность - свойство воды, обусловленное присутствием в ней бикарбонатов, гидратов и некоторых солей слабых органических кислот-гуматов.

Общая щелочность  $Щ_0$  обуславливается присутствием в воде суммы анионов  $\text{OH}^-$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HSiO}_3^-$ ,  $\text{SiO}_2^{2-}$  и гуматов. Общей щелочностью  $Щ_0$  называется выраженная в мг-экв/кг (мг-экв/л) суммарная концентрация содержащихся в воде анионов  $\text{OH}^-$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HSiO}_3^-$ ,  $\text{SiO}_2^{2-}$  и некоторых солей слабых органических кислот (гуматов). Определяется она количеством соляной кислоты, затраченной на титрование анализируемой пробы воды в присутствии индикатора (метилоранжа) при  $\text{pH}=3\text{...}4$ . Общую щелочность воды подсчитывают по формуле, мг-экв/л:

$$Щ_0 = K \cdot n \cdot A \cdot 1000 / V \quad (3.1)$$

где  $K$  - коэффициент децинормальности кислоты;  
 $n$  - нормальность кислоты, мг-экв/л (при использовании 0,1 н раствора  $K \cdot n = 0,1$  мг-экв/л);  
 $A$  - количество 0,1 н раствора кислоты, пошедшей на титрование, мл;  
 $V$  - объем анализируемой пробы, мл.



Знание общей щелочности бывает иногда недостаточным для выбора, например, метода обработки воды с целью получения вполне определенных показателей ее качества. В подобных случаях возникает необходимость определения отдельных форм щелочности. Основные формы щелочности:  $Щ_{г}$  – гидратная щелочность, обуславливается присутствием в воде гидроксильных ионов  $OH^-$ ;  $Щ_{к}$  – карбонатная щелочность, обуславливается присутствием в воде карбонатных ионов  $CO_3^{2-}$ ;  $Щ_{б}$  – бикарбонатная щелочность, обуславливается присутствием в воде бикарбонатных ионов  $HCO_3^-$ .

Анализы по определению отдельных форм щелочности основаны на том, что при титровании пробы воды сильной кислотой, реакции, протекающие между кислотой и различными анионами, обуславливающими форму щелочности, заканчиваются при различных значениях pH раствора.

Титрование проводится в присутствии двух индикаторов, каждый из которых рассчитан на определенный диапазон значений pH. Одним индикатором является метилоранж, окраска которого изменяется на желтую в кислой среде при  $pH=3...4$ , вторым - фенолфталеин, окраска которого изменяется на розовую в щелочной среде при  $pH \geq 8,4$ . Следует особо отметить, что значение  $pH=8,4$  имеют растворы чистых гидрокарбонатов ( $HCO_3^-$ ), постоянно присутствующих в водах. При анализе пробы воды на первом этапе используется фенолфталеин, а на втором – метилоранж.

### **Оценка отдельных форм щелочности**

Производится в соответствии с полученными при титровании данными. При этом возможны следующие случаи:

1) фенолфталеин не дает розового окрашивания, т.е.  $\Phi=0$ , где  $\Phi$  - расход соляной кислоты, пошедшей на титрование пробы, окрашенной фенолфталеином, мл. Метилоранж дает желтое окрашивание пробы, которая затем титруется соляной кислотой до изменения окраски. В этом случае в воде присутствуют только бикарбонаты (бикарбонатная щелочность)  $Щ_{б}$ , которая подсчитывается по формуле (3.1), где  $A=M$ , а  $M$  - расход кислоты на титрование пробы воды, окрашенной метилоранжем, мг-экв/л;

2) фенолфталеин дает розовое окрашивание, причем при титровании пробы оказалось, что  $2\Phi < M$ . В этом случае в воде присутствуют как бикарбонаты, так и карбонаты. Расчет  $Щ_{б}$

производится по формуле (3.1), где  $A = M - 2\Phi$ , для расчета  $\text{Щ}_к$  следует принять  $A = 2\Phi$ ;

3) фенолфталеин дает розовое окрашивание, причем  $2\Phi = M$ . В этом случае в воде присутствуют только карбонаты; для расчета  $\text{Щ}_к$  в формулу (3.1) следует подставить  $A = 2\Phi$ ;

4) фенолфталеин дает розовое окрашивание, причем  $2\Phi > M$ . В этом случае в воде присутствуют карбонаты и гидраты. Для расчета  $\text{Щ}_к$  в формулу (3.1) следует подставить  $A = 2(M - \Phi)$ , а для расчета  $\text{Щ}_г - A = (2\Phi - M)$ ;

5) фенолфталеин дает розовое окрашивание, причем  $M = 0$  (т.е. после обесцвечивания фенолфталеина дальнейшее увеличение объема метилоранжа сразу вызывает оранжевую окраску пробы воды). В этом случае присутствуют только гидраты; для расчета  $\text{Щ}_г$  в формулу (3.1) следует подставить  $A = \Phi$ .

При  $K \cdot n = 0,1$  мг-экв/л и  $V = 100$  мл для определения формы и численного значения щелочности удобно пользоваться таблицей.

Таблица 3.1 - Зависимость форм щелочности от реакции на метилоранж и фенолфталеин

Реакция только на метилоранж	Реакция на метилоранж и фенолфталеин					Реакция только на фенолфталеин
$\Phi = 0$	$2\Phi < M$	$2\Phi < M$	$2\Phi - M$	$2\Phi > M$	$2\Phi > M$	$M = 0$
$A = M$	$A = M - 2\Phi$	$A = 2\Phi$	$A = 2\Phi$	$A = 2(M - \Phi)$	$A = 2\Phi - M$	$A = \Phi$
$\text{Щ}_б$	$\text{Щ}_б$	$\text{Щ}_к$	$\text{Щ}_к$	$\text{Щ}_к$	$\text{Щ}_г$	$\text{Щ}_г$

Оценка точности значений щелочности, вычисленных по формуле (3.1), производится в случае однократного измерения с учетом погрешностей измерения объемов анализируемой пробы  $\Delta_V$ , мл, и кислоты  $\Delta_A$ , мл, пошедшей на титрование, мг-экв/л

$$\Delta_{\text{Щ}_i} = \pm \frac{100 \cdot \alpha}{V} \sqrt{\Delta_A^2 + \frac{A^2}{V^2} \cdot \Delta_V^2} \quad (3.2)$$

В случае многократных измерений и вычислений щелочности  $Щ_0$  по формуле (3.1), для оценки точности результатов, необходимо определить ее среднеарифметическое значение:

$$\overline{U}_i = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n U_{ii} \quad (3.3)$$

найти отклонения:

$$\Delta U_{ii} = \overline{U}_i - U_{ii} \quad (3.4)$$

и их квадраты  $\Delta U_{ii}^2$ .

и вычислить среднеквадратическое отклонение результатов измерения:

$$\sigma U_i = \pm \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n \Delta U_{ii}^2} \quad (3.5)$$

Определить доверительные границы  $\varepsilon_p$ , за пределы которых с заданной доверительной вероятностью  $p=0,95$  не выйдет истинное значение щелочности в пробе воды. Запись результата:

$$U_i = \overline{U}_i \pm \varepsilon_\delta \quad (3.6)$$

где  $\varepsilon_\delta = \sigma U_i \cdot t_p$

Коэффициент  $t_p$  определяется по таблице Лапласа, исходя из условия, что распределение погрешностей подчиняется нормальному закону.

В выражениях (3.3)...(3.6)  $n$  – число проводимых опытов, и соответственно значений щелочности, рекомендуемое число опытов - 3...4; при  $n=3$  значение  $t_p = 4,30$ , при  $n=4$   $t_p = 3,18$ .

Расчетное значение доверительных границ не должно превышать норму погрешности, найденную по данным [4].

### Описание лабораторной установки

Установка состоит (рис. 1) из колбы -1, бюретки -3 со сливным устройством -2, емкости -4 с 0,1 н раствором HCl, мерной колбы -5 и пипеток с индикаторами (на рис. 3.1 не показаны).

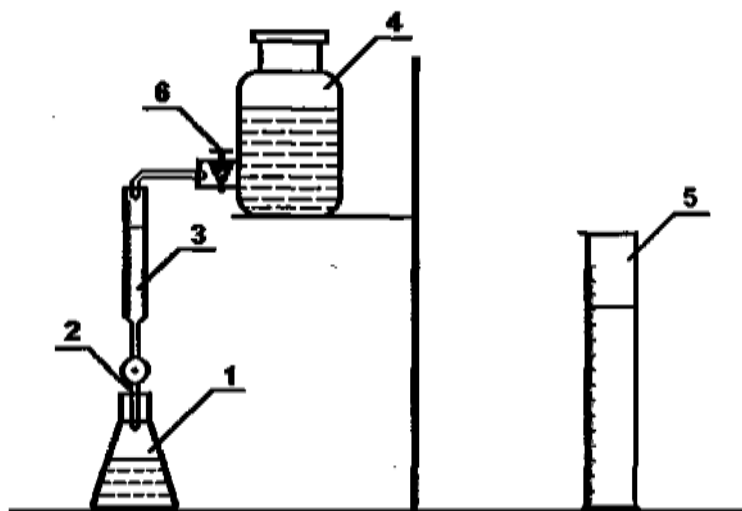


Рис. 3.1. Лабораторная установка

### Порядок выполнения лабораторной работы

1. Ознакомиться с лабораторной установкой, назначением и порядком включения двухходового крана - 6, конструкцией и порядком работы со сливным устройством - 2 бюретки - 3.

2. Записать технические и метрологические характеристики средств измерений, используемых в работе.

3. Определить общую щелочность анализируемой пробы воды; для этого:

а) мерной колбой - 5 отмерить 100 мл воды и перелить ее в колбу - 1, добавить туда же 2-3 капли фенолфталеина до появления розовой окраски (при отсутствии реакции на фенолфталеин выполнить п."б" и переходить сразу к п."г");

б) открыть двухходовой кран - 6 и заполнять бюретку - 3 до тех пор, пока середина мениска кислоты в бюретке не совпадет с любой оцифрованной отметкой в диапазоне 15...20 мл; перекрыть кран, записать значение начального объема  $A_n$  в таблицу 3.2; в эту же таблицу занести результаты последующих опытов и расчетов;

Таблица 3.2 - Результаты измерений

№ опыта	Начальный объем кислоты в бюретке $A_{н}$ , мл	Конечный объем кислоты в бюретке $A_{к}$ , мл	Объем кислоты, затраченный на титрование по фенолфталеину, $A_{ф}$ , мл	Объем кислоты, затраченный на титрование по метилоранжу $A_{м}$ , мл	Щелочность общая, ЩО, мг-экв/л
1					
2					
3					

Среднее арифметическое  $Щ_0$ , мг-экв/л.

Доверительные границы  $\epsilon_p$ , мг-экв/л.

Результат  $Щ_0$ , мг-экв/л.

в) поставить колбу-1 под сливное устройство бюретки-3, сжимая пальцами шарик сливного устройства-2, титровать пробу соляной кислотой до обесцвечивания пробы; прекратить титрование, занести в таблицу значение объема кислоты, затраченной на титрование  $A_{ф}$ ;

г) добавить в анализируемую пробу воды 2-3 капли метилоранжа. Если проба воды окрасилась в оранжевый цвет, эксперимент считается законченным, следует занести в таблицу значение объема кислоты затраченной на титрование  $A_{м}=0$ , и перейти к расчетам, как это указано в п."д"; при появлении желтой окраски следует титровать пробу, как это указано в п."в", до появления оранжевой окраски; прекратить титрование, занести в таблицу значение объема кислоты, затраченной на титрование.

д) вычислить расход кислоты  $\Phi$ , затраченной на титрование пробы воды, окрашенной фенолфталеином; расход кислоты  $M$ , затраченной на титрование пробы воды, окрашенной метилоранжем; суммарный расход кислоты  $A$ ; общую щелочность  $Щ_0$ ;

е) повторить еще два раза опыты и расчеты, как это указано в пп. (а)...(д), вычислить среднеарифметическое значение щелочности  $Щ_0$ , доверительные границы и записать окончательный результат;

### Содержание отчета

1. Краткое описание лабораторной установки, технические и метрологические характеристики средств измерений, краткие пояснения проводимых опытов.
2. Результаты опытов и расчеты, рисунки, таблицы.
3. Выводы по работе и анализ результатов (см. "Общие указания").

### Контрольные вопросы и задания

1. Что называется щелочностью воды?
2. Какие виды щелочности вы знаете? Какие ионы обуславливают отдельные виды щелочности воды?
3. Как определяется общая щелочность воды?
4. Описание лабораторной установки.
5. Методика проведения опытов на лабораторной установке.
6. Какие реагенты и индикаторы используются в опыте?

### Лабораторная работа №4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

**Цель работы:** Практическое освоение методики аналитического контроля общей, кальциевой и магниевой жесткости; приобретение навыков анализа воды, используемой в теплоэнергетических установках.

#### Основные теоретические положения

Одним из наиболее важных показателей качества воды является жесткость, численное значение которой зависит от концентрации в воде ионов кальция и магния (см. приложение 1). Именно жесткость в значительной степени обуславливает возникновение шлама в воде и отложений (накипи) на внутренних поверхностях труб и в проточной части турбин.

Различают следующие формы жесткости общую  $J_0$ , кальциевую  $J_{Ca}$ , магниевую  $J_{Mg}$ , карбонатную  $J_K$  и некарбонатную  $J_{НК}$ .

Общая жесткость воды  $J_0$  мг-экв/л может быть определена как сумма кальциевой и магниевой:

$$J_0 = J_{Ca} + J_{Mg} \quad (4.1)$$

или карбонатной и некарбонатной:

$$J_0 = J_K + J_{HK} \quad (4.2)$$

Установлена следующая классификация жесткости:  $J_0 < 1,5$  мг-экв/л – малая жесткость;  $J_0 = (1,5...3,0)$  мг-экв/л – средняя;  $J_0 = (3,0...6,0)$  мг-экв/л – повышенная;  $J_0 = (6,0... 12,0)$  мг-экв/л – высокая;  $J_0 > 12,0$  мг-экв/л – очень высокая.

Определяют общую жесткость титрованием анализируемой пробы воды при определенном значении рН трилоном Б (комплексом III) в присутствии индикатора. При наличии в пробе ионов кальция и магния индикатор окрашивает воду в розовый цвет; при исчезновении из воды ионов кальция и магния (связывание их в комплекс трилоном Б (комплексом III)) анализируемая проба изменяет свою окраску на зеленовато-голубую, что свидетельствует о завершении реакции. В качестве индикатора используют кислотный хромтемносиний, или кислотный хром-синий К, или эриохромчерный Т.

Так как каждый миллилитр 0,1 н раствора трилона Б (комплексона III) соответствует 0,1 мг-экв/кальция и магния (жесткости), то общая жесткость анализируемой пробы воды может быть вычислена по формуле, мг-экв/л:

$$A_i = \frac{\alpha \cdot \hat{E} \cdot i \cdot 1000}{V} \quad (4.3)$$

где  $\alpha$  - объем раствора трилона Б (комплексона III), пошедшего на титрование, мл;  $K$  - коэффициент децинормальности этого раствора;  $n$  - нормальность раствора, мг-экв/л;  $V$  - объем анализируемой пробы воды, мл.

Жесткость воды, обусловленная присутствием в ней только ионов кальция, называется кальциевой жесткостью  $J_{Ca}$ , мг-экв/л. Ионы кальция  $Ca^{2+}$  в маломинерализированных водах по количеству занимают первое место. Определение  $J_{Ca}$  производится по тому же методу, что и определение  $J_0$ . Разница заключается только в том, что проба воды должна быть сильнощелочная, поэтому к ней добавляют раствор КОН, в присутствии которого ионы  $Mg^{2+}$  практически полностью выпадают из раствора, а в качестве индикатора используют мурексид, окрашивающий щелочной раствор в присутствии ионов  $Ca^{2+}$  в красный цвет, а при отсутствии ионов кальция в лиловый. Численное значение  $J_{Ca}$  определяется по формуле (4.3).

Магниева жесткость  $J_{Mg}$ , мг-экв/л, обуславливается наличием в пробе воды только ионов магния  $Mg^{2+}$ . Эта жесткость характерна для высокоминерализованных вод, где концентрация ионов  $Mg^{2+}$  может достигать нескольких граммов на литр.

Численное значение  $J_{Mg}$  определяется из выражения (4.1) при известных  $J_0$  и  $J_{Ca}$ .

Карбонатная жесткость  $J_K$ , мг-экв/л, обуславливается наличием в воде бикарбонатов кальция и магния  $Ca(HCO_3)^{2-}$  и  $Mg(HCO_3)^{2-}$ .

Численное значение  $J_K$  и значение ее погрешности принимаются равными значениями общей щелочности и погрешности ее определения (см. лабораторную работу №3).

Некарбонатная жесткость  $J_{нк}$ , мг-экв/л, обуславливается наличием в воде хлоридов, сульфатов и других некарбонатных солей кальция и магния ( $CaCl_2$ ,  $MgCl_2$ ,  $CaSO_4$ ,  $CaSiO_3$  и др.).

Численное значение  $J_{нк}$  определяется из выражения (4.2) при найденных  $J_0$  и  $J_K = Щ_0$ ; погрешность определения можно вычислить по формуле, мг-экв/л:

$$\Delta_{\mathcal{A}i\hat{E}} = \pm \sqrt{\Delta_{\mathcal{A}i}^2 + \Delta_{\mathcal{A}\hat{E}}^2} \quad (4.4)$$

где  $\Delta_{\mathcal{A}\hat{E}} = \varepsilon_{\delta}$  из лабораторной работы № 3;  $\Delta_{\mathcal{A}i} = \varepsilon_{\delta}$  из лабораторной работы №4.

### Описание лабораторной установки

Лабораторная установка (рис. 2) состоит из колбы-1, бюретки-3 со сливным устройством-2, емкости-4 с 0,1 н раствором трилона Б, мерной колбы-5, пипеток с индикаторами и буферным раствором (на рисунке не показаны).

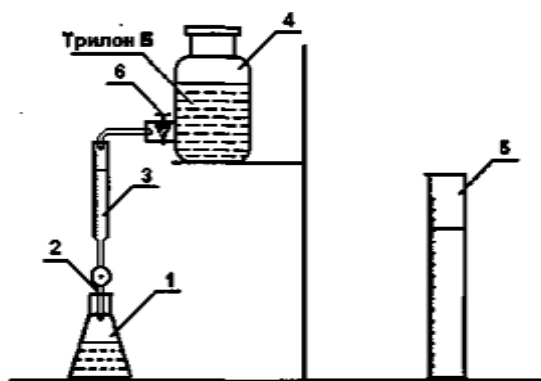


Рис. 4.1. Лабораторная установка



### Порядок выполнения лабораторной работы

1. Ознакомиться с лабораторной установкой, порядком заполнения бюретки раствором трилона Б, конструкцией и порядком работы со сливным устройством.

2. Записать технические и метрологические характеристики средств измерений, используемых в работе.

3. Определить общую жесткость воды, для этого:

а) открыть двухходовой кран емкости-4 и заполнить бюретку трилоном Б до тех пор, пока середина мениска жидкости в бюретке не совпадет с любой оцифрованной отметкой, но не ниже 10, после чего перекрыть кран и занести начальное значение объема в таблицу 4.1;

Таблица 4.1 - Результаты измерений

№ опыта	Начальный объем трилона Б в бюретке $\alpha_n$ , мл	Конечный объем трилона Б в бюретке $\alpha_k$ , мл	$\alpha$ , мл	Жесткость общая Жо, мг-экв/л
1				
2				
3				

Среднее арифметическое Жо, мг-экв/л

Доверительные границы  $\epsilon_p$ , мг-экв/л.

Результат, мг-экв/л.

б) в колбу-1 отмерить 100 мл исследуемой воды мерной колбой-5, добавить 5 мл аммиачного буферного раствора (для создания определенного значения рН) и 7-8 капель индикатора эриохромчерного Т; при этом анализируемая проба окрашивается в розовый цвет;

в) поставить колбу-1, сжимая пальцами шарик сливного устройства-2, медленно титровать пробу воды трилоном Б (все время интенсивно перемешивая) до изменения розовой окраски воды на зеленовато-голубую; прекратить титрование, занести в таблицу значение оставшегося в бюретке объема раствора трилона Б;

г) вычислить расход раствора трилона Б и общую жесткость воды;

д) повторить еще 2 раза весь опыт, как это указано в пп .(а)...(г), вычислить среднее арифметическое значение жесткости  $J_0$ , доверительные границы  $\epsilon_p$  и записать окончательный результат; эти расчеты производить, используя выражения (3.3)...(3.6), подставляя вместо щелочности  $Щ_0$  жесткость  $J_0$ .

4. Определить кальциевую жесткость воды, для этого:

а) проделать операции п. 3а;

б) в колбу-1 отмерить 100 мл исследуемой воды мерной колбой-5, добавить 2 мл 2 н раствора NaOH (для создания сильно щелочной среды) и 10... 15 мг сухой смеси (2-5 капель жидкости) индикатора мурексид; при этом анализируемая проба окрашивается в красный цвет;

в) проделать операции по п. 3в до перехода красной окраски в лиловую, прекратить титрование, занести конечное значение объема трилона Б в таблицу 4.1;

г) вычислить расход раствора трилона Б и кальциевую жесткость ЖСА, используя формулу (4.3); эксперимент и вычисление произвести однократно.

5. Определить магниевую жесткость воды, используя выражение (4.1) где  $J_0$  принять равным среднему значению  $J_0$  (см. п.2д), определить также карбонатную жесткость, используя результаты работы 1, и некарбонатную.

### Содержание отчета

1. Краткое описание лабораторной установки, технические и метрологические характеристики средств измерений, краткие пояснения проводимых опытов.

2. Результаты опытов и расчеты, рисунки, таблицы.

3. Выводы по работе и анализ результатов (см. "Общие указания").

### Контрольные вопросы и задания

1. Что называется жесткостью воды?

2. Какие виды жесткости вы знаете?

3. Какие методы умягчения воды вы знаете?

4. В чем сущность метода умягчения воды с помощью ионного обмена?

5. Как определяют общую жесткость воды?

6. Как определяют карбонатную жесткость воды?

7. При определении общей жесткости воды на титровании 200 мл воды израсходовано 8 мл 0,1 М раствора комплексона III. Вычислить общую жесткость воды.

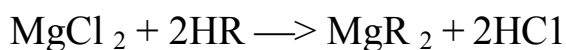
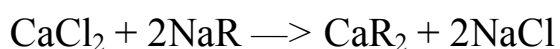
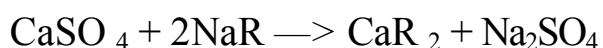
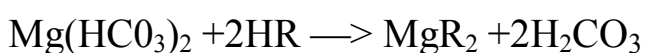
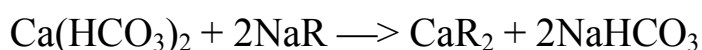
8. Вычислить карбонатную жесткость воды, если на титрование 200 мл воды израсходовано 8 мл 0,05 М раствора HCl.

### **Лабораторная работа №5. УМЯГЧЕНИЕ ВОДЫ МЕТОДОМ КАТИОННОГО ОБМЕНА**

**Цель работы:** Практическое освоение метода получения умягченной воды; приобретение навыков работы с H-катионитными и Na-катионитными фильтрами в системе подготовки воды для теплоэнергетических установок.

#### **Основные теоретические положения**

Для удаления молекулярно дисперсных (ионно дисперсных) примесей из исходной воды при подготовке добавочной воды для котельных установок, очистки конденсата и подготовке подпиточной воды для тепловых сетей широко используются методы ионного обмена (катионирование и анионирование). Сущность этого метода заключается в использовании специальных фильтров, наполненных ионитами - сульфо-углем или синтетическими смолами. Просачиваясь между зернами ионита, обрабатываемая вода обменивает часть ионов, содержащихся в ней на ионы ионита, в результате чего вода очищается, а ионит "загрязняется". В процессе катионирования происходят следующие реакции:



где R - обозначение катионита; NaR - натрий-катионит; HR - водород-катионит;

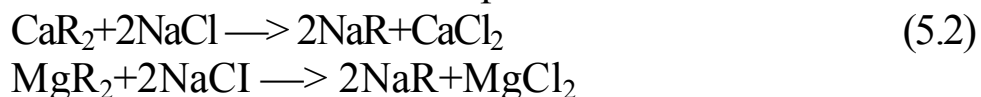
Из выражений (5.1) видно, что при Na-катионировании растворенные в обрабатываемой воде бикарбонаты кальция и магния замещаются бикарбонатом натрия, а сульфаты и хлориды кальция и магния - хлористым и серноокислым натрием; в результате этого остаточная жесткость воды после Na-катионирования снижается до 10 мкг-экв/л и ниже, щелочность и анионный состав не изменяются, а солесодержание воды несколько возрастает.

При H-катионировании вместо солей карбонатной жесткости образуется углекислота, а вместо солей некарбонатной жесткости - соляная и серная кислоты; при этом общая жесткость H-катионированной воды снижается до 10 мкг-экв/л и ниже, карбонатная жесткость полностью удаляется, устраняется щелочность и снижается солесодержание.

В процессе умягчения подвижные катионы  $\text{Na}^+$  или  $\text{H}^+$ , окружающие нерастворимое в воде ядро катионита, переходят в воду, а на их место закрепляются катионы  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$ ; в результате насыщения зерен катионита катионами кальция и магния обменная способность катионита постепенно снижается, соли жесткости начинают "проскакивать" сквозь фильтр, катионит истощается. Обменная способность катионита может быть восстановлена путем регенерации. Процесс регенерации можно разделить на три фазы: взрыхление слоя катионита; регенерация катионита; отмывка катионита.

Взрыхление катионита производится водой, подаваемой в фильтры снизу вверх с определенной скоростью, достаточной для приведения слоя катионита во взвешенное состояние. При этом из слоя катионита вымываются и уносятся в дренаж частицы ионита, сработавшиеся до пылевидного состояния. Взрыхление считается законченным при полном осветлении уходящей из фильтра воды от пыли ионита (например, сульфогугля).

Регенерация катионита производится для восстановления обменной способности катионита. В процессе регенерации Na-катионита через его слой фильтруется раствор поваренной соли ( $\text{NaCl}$ ), при этом происходит замена присоединенных ранее ядрами ионита катионов кальция и магния катионами натрия:



Известно, что для регенерации 1 м<sup>3</sup> Na-катионита 100% раствором NaCl требуется 60 кг этого раствора, т.е.  $g_{NaCl} = 60 \text{ кг/м}^3$ . При известном объеме Na-катионита ( $V_{\text{КАТ}}$ ) массовое количество 100% NaCl, необходимое для его регенерации, кг:

$$G_{NaCl}^{(100)} = V_{\text{КАТ}} \cdot g_{NaCl}^{(100)} \quad (5.3)$$

тогда массовое количество, например, 10% NaCl, необходимого для регенерации  $V_{\text{КАТ}}$ , кг:

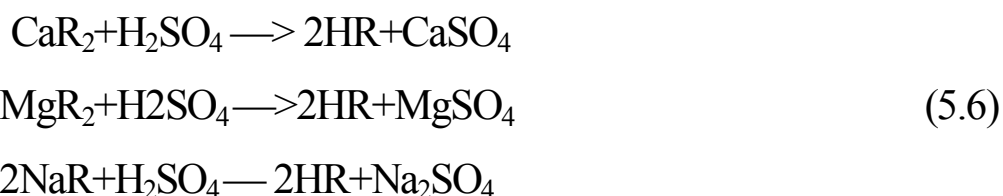
$$G_{NaCl}^{(10)} = G_{NaCl}^{(100)} \cdot 100 / 10 \quad (5.4)$$

а объемное ее количество, мл:

$$V_{NaCl}^{(10)} = 1000 \cdot G_{NaCl}^{(10)} / \rho_{NaCl}^{(10)} \quad (5.5)$$

где  $\rho_{NaCl}^{(10)}$  плотность 10% раствора NaCl при температуре процесса регенерации.

В процессе регенерации H-катионита через его слой фильтруется (1,0 ... 2,0) % раствор серной кислоты; при этом протекают реакции:



Для регенерации 1 м<sup>3</sup> H-катионита 100% раствором серной кислоты требуется 20 кг этого раствора, т.е.  $g_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 20 \text{ кг/м}^3$ . Для регенерации X/кат требуется массовое количество 100% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:

$$G_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{(100)} = V_{\text{КАТ}} \cdot g_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{(100)} \quad (5.7)$$

или 2% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, кг:

$$G_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{(2)} = G_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{(100)} \cdot 100 / 2$$

или 1% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> кг:

$$G_{I_2SO_4}^{(1)} = G_{I_2SO_4}^{(100)} \cdot 100 / 1$$

Объемное количество двух- или однопроцентной серной кислоты, необходимое для регенерации  $V_{\text{кат}}$  Н-катионита, мл

$$V_{I_2SO_4}^{(2)} = 1000 \cdot G_{I_2SO_4}^{(2)} / \rho_{I_2SO_4}^{(2)} \quad (5.8)$$

$$V_{I_2SO_4}^{(1)} = 1000 \cdot G_{I_2SO_4}^{(1)} / \rho_{I_2SO_4}^{(1)} \quad (5.9)$$

где  $\rho_{H_2SO_4}$  – плотность серной кислоты соответствующей концентрации.

Отмывка катионита производится водой со скоростью фильтрования  $W_{\text{отм}}$  м/ч, отмывочная вода сбрасывается в дренаж. Этот процесс необходим для удаления из катионита продуктов регенерации и избытка регенерационного раствора.

Отмывка считается законченной, когда концентрации хлоридов в отмывочной воде Na-катионита и сульфатов в отмывочной воде Н-катионита станут равными концентрациям хлоридов и сульфатов в исходной воде; анализ воды на содержание хлоридов и сульфатов производится при определенной жесткости отмывочной воды, например  $J_0=0,2$  мг-экв/л.

При оценке экономичности регенерации фильтров учитываются расходы воды на взрыхление и отмывку. Количество воды, пошедшее на взрыхление фильтра, л:

$$V_{\text{взр}} = W_{\text{взр}} \cdot f_{\text{е}} \cdot \tau_{\text{взр}} \cdot 10^{-3} \quad (5.10)$$

где  $W_{\text{взр}}$  - скорость воды при взрыхлении, м/с;  $f_{\text{к}}$  - сечение катионитового фильтра, м<sup>2</sup>.

$$f_{\text{е}} = \pi \cdot d_{\text{е}}^2 / 4 \quad (5.11)$$

$\tau_{\text{взр}}$  – время взрыхления, с.

Количество воды, пошедшее на отмывку фильтра, л:

$$V_{\text{отм}} = W_{\text{отм}} \cdot f_{\text{е}} \cdot \tau_{\text{отм}} \cdot 10^{-3} \quad (5.12)$$

где  $W_{\text{отм}}$  - скорость воды при отмывке, м/с;  $\tau_{\text{отм}}$  - время отмывки, с.

В процессе работы фильтров производятся анализы умягченной воды: определяются общая жесткость и общая щелочность Na-

катионированной воды, общая жесткость и кислотность Н-катионированной воды.

Доля и количество воды, которое необходимо пропустить через каждый из фильтров (Na- и Н-катионирования) для получения смеси воды с заданными щелочностью и жесткостью, определяются расчетным путем и контролируются анализами смеси воды.

Жесткость смешанной воды определяют из выражения, мг-экв/л:

$$E_{\tilde{n}i} = \tilde{O} \cdot E_i + (1 - \tilde{O}) \cdot E_{Na} \quad (5.13)$$

где  $J_H$  - общая жесткость Н-катионированной воды, мг-экв/л;  $J_{Na}$  - общая жесткость Na-катионированной воды, мг-экв/л;  $X$  - доля Н-катионированной воды в смеси;  $(1-X)$  - доля Na-катионированной воды в смеси

$$\tilde{O} = (E_e - \dot{U}_{i\tilde{N}\tilde{O}}) / E_i \quad (5.14)$$

где  $J_k$  - жесткость карбонатная Н-катионированной воды, мг-экв/л;  $\tilde{O}$  - заданная остаточная щелочность (например, 0,6 мг-экв/л).

$$(1-X) = (J_{нк} + \tilde{O}) / J_{Na}, \quad (5.15)$$

где  $J_{нк}$  - жесткость некарбонатная Na-катионированной воды.

Объем Н-катионированной воды для получения 1 л смеси с заданной  $\tilde{O}$ , мл:

$$V_H = X \cdot 10^3; \quad (5.16)$$

объем Na-катионированной воды для получения 1 л смеси с заданной  $\tilde{O}$ , мл:

$$V_{Na} = (1-X) \cdot 10^3. \quad (5.17)$$

### Описание лабораторной установки

Лабораторная установка (рис.5.1) состоит из двух фильтров (Н- и Na-катионирования), заполненных сульфоуглем, бутылей с водой ( $H_2O$ ), растворами кислоты ( $H_2SO_4$ ) и поваренной соли (NaCl) заданной концентрации, трубопроводов и управляющих кранов 1...11. При выполнении настоящей работы используются также установки лабораторных работ 3 и 4 (рис. 3.1 и 4.1).

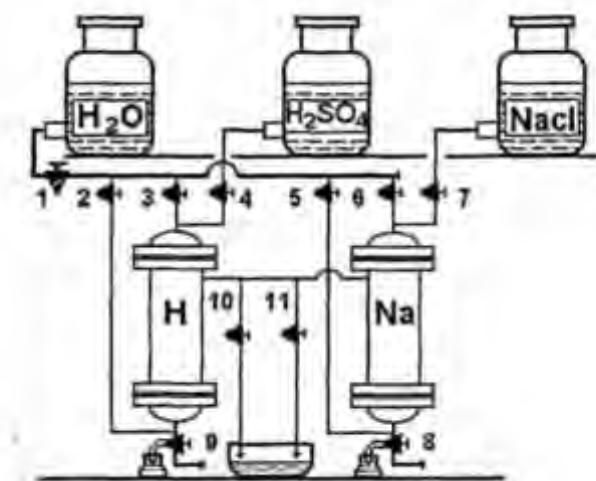


Рис. 5.1. Лабораторная установка

#### IV. Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с лабораторной установкой, порядком работы с фильтрами.

2. Записать технические и метрологические характеристики средств измерений, используемых в работе.

3. Определить общую щелочность исходной (до умягчения) воды; для этого:

а) отмерить в три колбы по  $(100 \pm 0,5)$  мл исходной воды (три пробы воды);

б) для каждой пробы определить общую щелочность и погрешность определения общей щелочности, как это указано в п. 3 лабораторной работы 3;

в) записать результаты экспериментов и расчетов в таблицу 5.2.

4. Определить общую и некарбонатную жесткости исходной воды; для этого:

а) отмерить в три колбы по  $(100 \pm 0,5)$  мл исходной воды (три пробы воды);

б) для каждой пробы определить общую жесткость, вычислить погрешность найденной общей жесткости исходной воды, как это указано в п. 3 лабораторной работы 4;

в) записать результаты экспериментов и расчетов в таблицу 4.1;

г) вычислить значение некарбонатной жесткости и погрешность этого значения, используя выражения (4.2) и (4.4).



5. Подготовить фильтры к регенерации; для этого:

а) открыть краны 2, 10, 5 и 11; медленно открывать кран 1, увеличивая скорость течения воды до тех пор, пока все зерна катионита не придут во взвешенное состояние, в этот момент зафиксировать начало процесса взрыхления; выдержать фильтры в таком состоянии до полного осветления выходящей из фильтра воды от сработанных до пылевидного состояния частичек сульфоугля;

б) закрыть краны 1, 2, 10, 5, 11, зафиксировать время и подсчитать количество воды, необходимое для взрыхления катионита (принять скорость воды и диаметр фильтра по указанию преподавателя).

6. Произвести операцию регенерации фильтров; для этого:

а) рассчитать количество 1% серной кислоты, необходимой для регенерации Н-катионитового фильтра, приняв  $V_{\text{кат}}$  по указанию преподавателя;

б) рассчитать количество 10% раствора NaCl, необходимое для регенерации Na-катионитового фильтра, приняв  $V_{\text{кат}}$  по указанию преподавателя;

в) открыть краны 4 и 9 и пропустить через Н-катионитовый фильтр 1% раствор  $\text{H}_2\text{SO}_4$  в количестве, вычисленном в п. 6а, после чего закрыть краны 4 и 9;

г) открыть краны 7 и 8, пропустить через Na-катионитовый фильтр 10% раствор NaCl в количестве, вычисленном в п. 6б, после чего закрыть краны 7 и 3.

7. Произвести операцию отмывки катионита, для этого:

а) открыть краны 1, 2, 9 и отобрать  $(120 \pm 10)$  мл исходной воды, краны закрыть, определить содержание в ней сульфатов и хлоридов по методикам, изложенным в приложении 3;

б) открыть краны 1, 3, 9, 6, 8, пропуская воду в дренаж; через  $(180 \pm 10)$  с отобрать в конические колбы по  $(100 \pm 0,5)$  мл воды после Н- и Na-катионитовых фильтров (из под кранов 8 и 9); определить общую жесткость  $J_{\text{н}}$  и  $J_{\text{Mg}}$  каждой пробы. Если жесткость окажется больше 0,2 мг-экв/л, вновь через  $(180 \pm 5)$  с отобрать пробы воды и произвести их анализ на общую жесткость; продолжать отмывку фильтров и производить анализы до тех пор, пока общая жесткость каждой пробы не станет, как минимум, равной 0,2 мг-экв/л;

в) отобрать ( $5 \pm 0,1$ ) мл воды после Н-катионитового фильтра и ( $100 \pm 0,5$ ) мл воды после Na-катионитового фильтра, закрыть краны 1, 3, 9, 6, 8, зафиксировать время отмывки фильтров;

г) определить содержание сульфатов и хлоридов (см. приложение 3) в пробах воды, взятых соответственно после Н- и Na-катионитовых фильтров, сравнить найденные значения сульфатов и хлоридов со значениями, найденными ранее в п. 7а. Операция отмывки считается законченной, если значения сульфатов (хлоридов), найденные в п. 7г, не превышают их значений, найденных в п. 7а; в противном случае продолжать отмывку в течение еще ( $180 \pm 5$ ) с, открыв краны 1, 3, 9, 6, 8, и произвести анализы в соответствии с п. 7г; зафиксировать общее время отмывки фильтров;

д) определить количество воды, пошедшее на отмывку катионита от продуктов регенерации.

8. Произвести операцию умягчения воды; для этого:

а) открыть краны 1, 3, 9, 6, 8, установить скорость фильтрования  $W_{\text{фильтр}} = 10 \dots 15$  м/ч (по указанию преподавателя);

б) отобрать через кран 9 (после Н-катионитового фильтра) три пробы по ( $100 \pm 0,5$ ) мл воды через ( $180 \pm 5$ ) секунд каждую, в колбы с обозначениями Н1, Н2, Н3; одновременно отбирать три пробы по ( $100 \pm 0,5$ ) мл воды через кран 8 (после Na-катионитового фильтра) в колбы с обозначениями Na1, Na2, Na3; закрыть краны 1, 3, 9, 6, 8;

в) определить общую жесткость  $J_{\text{Mg}}$ , некарбонатную жесткость  $J_{\text{нк}}$  и общую щелочность  $\text{Щ}_0$  воды в колбах Na1, Na2, Na3 в порядке, указанном в пп. 3, 4 настоящей работы; результаты записать в таблицу 5.1;

г) определить общую жесткость  $J_0$ , некарбонатную жесткость  $J_{\text{нк}}$ , общую щелочность  $\text{Щ}_0$  и кислотность  $K_{\text{н}}$  в порядке, указанном в пп. 3, 4 настоящей работы, а также в приложении 3; результаты записать в таблицу 5.1;

д) по найденным в п. 8 в, г показателям качества и нормам (см. приложение 1) определить, для каких целей может быть использована умягченная вода;

е) вычислить объемы Н- и Na-катионированной воды для получения 1л смеси с заданной остаточной щелочностью ( $\text{Щ}_{\text{ост}} = 0,6$  мг-экв/л) и общую жесткость смеси, результаты записать в таблицу 5.2;

ж) приготовить 1 л смеси H- и Na-катионированной воды с заданной щелочностью; определить экспериментально общую щелочность и общую жесткость смеси, как это указано в лабораторных работах 1 и 2; окончательные результаты анализов записать в таблицу 5.2, сравнить результаты расчетов и анализов.

Таблица 5.1 – Результаты измерений

№ пробы	Исходная вода, мг-экв/л			Вода после H-катионирования				Вода после Na-катионирования		
	Ж <sub>к</sub>	Ж <sub>нк</sub>	Ж <sub>о</sub>	Ж <sup>к</sup>	Ж <sup>нк</sup>	Ж <sup>о</sup>	К	Щ <sup>о</sup> <sub>Na</sub>	Ж <sup>нк</sup> <sub>Na</sub>	Ж <sup>о</sup> <sub>Naa</sub>
1										
2										
3										
Среднее арифметическое										
Доверительные границы										
Результаты измерения										

Таблица 5.2 – Результаты измерений

H-катионированная вода		Na-катионированная вода		Качество смешанной воды			
Доля в смеси X	Объем в 1 л смеси V <sub>H</sub> , мл	Доля в смеси (1-X)	Объем в 1 л смеси V <sub>Na</sub> , мл	Щелочность, мг-экв/л		Жесткость, мг-экв/л	
				Заданная	По анализу	По расчету	По анализу

### Содержание отчета

1. Краткое описание лабораторной установки и основные теоретические положения.
2. Технические характеристики оборудования и метрологические характеристики средств измерений.
3. Результаты опытов и расчетов, таблицы, рисунки.
4. Выводы по работе.

### Контрольные вопросы и задания

1. Что называется жесткостью воды?
2. В чем метода умягчения воды с помощью реакций ионного обмена?
3. Какие химические реакции происходят при Na-катионировании воды?
4. Какие химические реакции происходят при H-катионировании воды?
5. Как выполняется регенерация Na-катионитового фильтра?
6. Как выполняется регенерация H-катионитового фильтра?
5. Как определить расход воды на взрыхление фильтра?
6. Как определить расход воды на отмывку фильтра?
7. Описание лабораторной установки.
8. Ход проведения лабораторного опыта.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Теплогенерирующие установки [Текст] : учебник / Г. Н. Делягин [и др.]. - Изд. 2-е, перераб. и доп. - Москва : Бастет, 2010. - 624 с.
2. Теплогенерирующие установки [Электронный ресурс] : учебник / Г. Н. Делягин [и др.]. - 2-е изд., перераб. и доп. - Москва : Бастет, 2010. - 624 с.
3. Федоров, А. А. Методы химического анализа объектов природной среды [Текст] : учебник / А. А. Федоров, Г. З. Казиев, Г. Д. Казакова. - М. : КолосС, 2008. - 118 с.
4. ГОСТ 27384-87. Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств - М.: Изд-во стандартов, 1987. 12 с.
5. Водное хозяйство промышленных предприятий [Текст] : справочное издание / под ред. В. И. Аксенова. - М. : Теплотехник, 2007 - Кн. 3. - 368 с.
6. Водное хозяйство промышленных предприятий [Текст] : справочное издание / под ред. В. И. Аксенова. - М. : Теплотехник, 2007 - Кн. 4. - 240 с.
7. ГОСТ 52769-2007. Вода [Текст] : методы определения цветности / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии, ЗАО "Центр Исследования и Контроля Воды". - Изд. офиц. введен впервые, введен 26.10.2007. - М. : Стандартинформ, 2007. - 7 с. - (Национальный стандарт РФ).
8. Джирард, Дж. Е. Основы химии окружающей среды [Текст] / пер. с англ. В. И. Горшкова; под ред. В. А. Иванова. - М. : Физматлит, 2008. - 640 с.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### ПРАВИЛА РАБОТЫ С КИСЛОТАМИ И ЩЕЛОЧАМИ

1. Все концентрированные растворы кислот должны храниться в специальных бутылках (склянках) с притертыми пробками, поверх которых необходимо надевать притертый колпачок.

2. Щелочи следует хранить в широкогорлых банках из темного стекла, закрытых корковыми пробками, которые залиты поверх слоем парафина.

3. Посуда, в которой хранятся щелочи и кислоты, должна иметь четкие надписи.

4. Открывать сосуды с концентрированными кислотами и щелочами и готовить растворы из них разрешается только в вытяжных шкафах с включенной принудительной вентиляцией.

5. Щелочи следует брать только с помощью шпателей.

6. Бутыли с кислотами и другими едкими веществами следует переносить вдвоем в специальных корзинах или ящиках или подвозить их на специальных тележках.

7. При приготовлении растворов из кислот кислоту следует прибавлять в воду, а не наоборот, во избежание разбрызгивания раствора.

8. При работе с кислотами и щелочами категорически запрещается насасывать эти жидкости ртом; для этого следует использовать пипетки и резиновые груши.

9. Нюхать вещества не рекомендуется; при необходимости это следует делать крайне осторожно, держа склянку с веществом на расстоянии и движением руки направляя к себе пары вещества.

10. Пролитую кислоту необходимо сразу засыпать сухим песком, затем снять его лопаточкой и засыпать карбонатом натрия на несколько минут для нейтрализации остатков кислоты. После того как сода будет убрана, участок, на который была пролита кислота, следует промыть большим количеством воды.

11. Если была пролита щелочь, то ее необходимо сначала засыпать опилками, а затем, после удаления последних, этот участок заливают обильным количеством разбавленной уксусной или соляной кислоты, после чего хорошо промывают водой.

12. Если на кожу попала кислота, то после смыва водой пораженный участок следует промыть дополнительно 3 %-ным раствором гидрокарбоната натрия. При ожоге щелочью пораженный участок кожи после смыва проточной водой смачивают 2 %-ным раствором борной или уксусной кислоты.