

3.2.4. Складання балансу кількості електрики в процесі одержання мідного порошку електролітичним способом

Електричний баланс складається з прибутку та витрат електрики. Такий баланс доцільно складати при аналізі роботи будь-якої установки для електролізу. Рівняння балансу кількості електрики (РЕБ) в загальному випадку має такий вигляд:

$$\sum Q_{\text{приб}} = \sum Q_{\text{витр}}$$

де $Q_{\text{приб}}$, $Q_{\text{витр}}$ – кількість електрики прибуткової і витратної частин ЕБ, відповідно.

Для електролітичного одержання мідного порошку РЕБ має вигляд:

$$Q_{\text{затрач}} = Q_{\text{порошок}} + Q_{\text{втрати}}$$

де $Q_{\text{затрач}}$ – затрачена кількість електрики, $Q_{\text{порошок}}$ – кількість електрики, яка пішла на одержання мідного порошку, $Q_{\text{втрати}}$ – кількість електрики, що втрачена.

Баланс кількості електрики оформляється в табличній формі (табл. 3.6).

Складання прибуткової частини балансу кількості електрики

Кількість затраченої електрики розраховано за формулою (2) в п.3.2.2 (дивись значення $\sum q_i$).

Складання витратної частини балансу кількості електрики

Кількість електрики, затраченої на одержання мідного порошку розраховано за формулою (1) в п. 3.2.2 (дивись значення q_i).

Втрати електрики на виділення водню та порошку, який втрачено, розраховують як різницю між кількістю затраченої електрики і кількістю електрики, яка пішла на одержання мідного порошку.

Таблиця 3.6

ПРИБУТОК			ВИТРАТИ		
Статті прибутку	А*год	%	Статті витрат	А*год	%
			Одержання мідного порошку		
			Втрати електрики на виділення водню та порошку, який втрачено		
Всього			Всього		

ЗВІТ ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ «ЕЛЕКТРОЛІТИЧНЕ ОДЕРЖАННЯ МІДНОГО ПОРОШКУ» З ДИСЦИПЛІНИ «ЗАГАЛЬНА ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ»

Студент _____

Група _____

Дата виконання _____

1. Ціль роботи

Метою лабораторної роботи є моделювання процесу одержання мідного порошку на гальванічних підприємствах методом електролізу, якісна та кількісна характеристика процесу і одержаного продукту.

2. Опис лабораторної установки

Електрична схема лабораторної установки електролітичного одержання мідного порошку наведена на рис. 2.1. Вона складається з електролізера, джерела струму та амперметра.

Електролізер складається з корпусу та кришки. В кришку вмонтовані електроди (рис. 2.2).

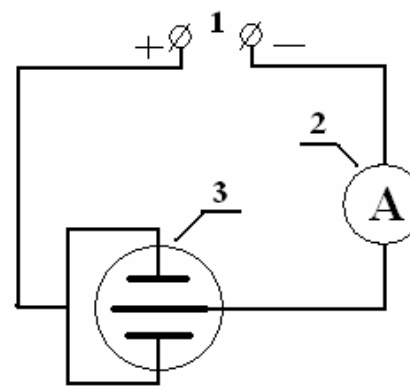


Рис. 2.1. Електрична схема лабораторної установки електролітичного одержання мідного порошку:
1 – джерело струму;
2 – амперметр;
3 – електролізер

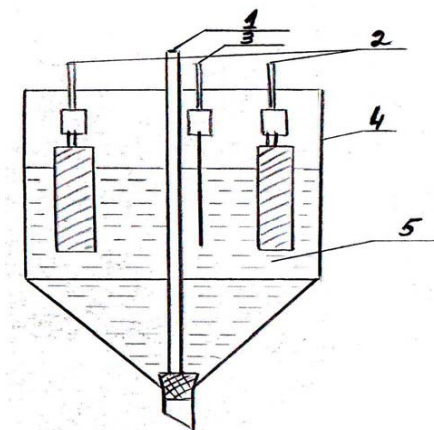


Рис. 2.2. Схема лабораторного електролізера електролітичного одержання мідного порошку:
1 – ущільнювач зливного отвору;
2 – аноди;
3 – катод;
4 – корпус електролізера;
5 – електроліт

3. Порядок виконання лабораторної роботи

3.1. Експериментальна частина

3.1.1. Хід роботи

1. Проведення роботи розпочинається з встановлення густини електроліту і визначення концентрації $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ та H_2SO_4 . Методику визначення густини електроліту та його кількісного складу описано п. 3.1.2. Результати аналізів заносять до табл. 3.1 (с. 4).

2. В електролізер заливають 500 мл проаналізованого електроліту. Об'єм електроліту вимірюють за допомогою мірного циліндра. Значення об'єму електроліту заносять до табл. 3.1 (с. 4).

3. Проводять підготовку анодів та катода, яка полягає в знежирюванні поверхні лужним розчином соди за допомогою щітки, промивці водою та сушці електродів із використанням калорифера. Зважують аноди і катод та заносять дані до табл. 3.2 (с. 4).

Аноди та катод встановлюють в електрохімічній комірці.

4. Підключають комірку до джерела струму згідно схеми 2.1. Вмикають джерело струму, виставляють задане викладачем значення сили струму та засікають час. Тривалість електролізу задається викладачем. Кожні п'ять хвилин за допомогою амперметра фіксують значення сили струму. Середнє значення сили струму та значення тривалості електролізу заносять до табл. 3.3 (с. 4).

5. Під час проведення електролізу складають прибуткову частину матеріального балансу згідно п. 3.2.3. та заповнюють відповідну табл. 3.5 (с. 7).

6. Завершуючи електроліз вимикають струм, відокремлюють дроти електролізера від джерела струму, піднімають кришку з електродами та закріплюють її на штативі.

7. Аноди знімають з електролізера і промивають дистильованою водою, сушать їх за допомогою калорифера та зважують. Результати заносять до табл. 3.2 (с. 4).

8. Зважують фільтрувальний папір, отримане значення маси ($m_{ф.п}$) заносять до табл. 3.4 (с. 4). Фільтрувальний папір розміщують на воронці Бюхнера. Знімають катод та за допомогою спеціального ножа зчищають мідний порошок на фільтрувальний папір. Мідний порошок і катод декілька разів промивають дистильованою водою над воронкою Бюхнера.

Катод висушують за допомогою калорифера та зважують. Результат заносять до табл. 3.2 (с. 4).

Порошок тимчасово лишають на фільтрувальному папері, розташованому на воронці Бюхнера, і продовжують виконання роботи.

9. Під електролізер встановлюють фарфоровий стакан. Відкривають ущільнювач зливного отвору, що затуляє зливний отвір електролізера та зливають електроліт разом з мідним порошком в стакан. Електроліт переносять до мірного циліндру методом декантції. Отримане значення об'єму електроліту після електролізу заносять до табл. 3.1 (с. 4).

$V_{ел}^0$ – об'єм електроліту до електролізу, мл (див. табл. 3.1)

$\rho_{ел}$ – густина електроліту, г/см^3 (див. табл. 3.1)

Масу анодів до електролізу див. табл. 3.2.

Масу катода до електролізу див. табл. 3.2.

Складання витратної частини матеріального балансу

Масу H_2SO_4 , $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ та H_2O розраховують за формулами:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{витр}} = \frac{C'_{\text{H}_2\text{SO}_4} * V'_{ел}}{1000} =$$

$$m_{\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}} = \frac{C'_{\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}} * V'_{ел}}{1000} =$$

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}} = V'_{ел} * \rho_{ел} - m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{витр}} - m_{\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}} =$$

де $C'_{\text{H}_2\text{SO}_4}$, $C'_{\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}}$ – концентрації сульфатної кислоти та мідного купоросу в електроліті після електролізу, г/л (див. табл. 3.1)

$V'_{ел}$ – об'єм електроліту після електролізу, мл (див. табл. 3.1)

$\rho_{ел}$ – густина електроліту, г/см^3 (див. табл. 3.1)

Масу анодів після електролізу див. табл. 3.2.

Масу катода після електролізу див. табл. 3.2.

Масу мідного порошку див. табл. 3.4.

Втрати на виділення водню, втрати мідного порошку та електроліту розраховують як різницю між загальною масою прибуткової частини балансу і сумою мас всіх вище розрахованих статей витратної його частини.

Таблиця 3.5

ПРИБУТОК			ВИТРАТИ		
Статті прибутку	г	%	Статті витрат	г	%
H_2SO_4 ,			H_2SO_4 ,		
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$			$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$		
H_2O			H_2O		
Обидва анода до електролізу			Обидва анода після електролізу		
Катод до електролізу			Катод після електролізу		
			Мідний порошок		
			Втрати на виділення водню, втрати мідного порошку та електроліту		
Всього			Всього		

3.2.3. Складання матеріального балансу процесу одержання мідного порошку електролітичним способом

Матеріальний баланс (МБ) складається на основі матеріального розрахунку, як при проектуванні, так і при аналізі роботи підприємства або якоїсь його частини, цеху, установки.

Завершенням розрахункової частини роботи є складання МБ електролізера.

Рівняння матеріального балансу (РМБ) в загальному випадку має такий вигляд:

$$\sum m_{\text{приб}} = \sum m_{\text{витр}}$$

де $m_{\text{приб}}$, $m_{\text{витр}}$ – маси прибуткової і витратної частин МБ, відповідно.

Для електролітичного одержання мідного порошку РМБ має вигляд:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{приб}} + m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} + m_{\text{анодів}}^{\text{приб}} + m_{\text{катода}}^{\text{приб}} = m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{витр}} + m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}} + m_{\text{анодів}}^{\text{витр}} + m_{\text{катода}}^{\text{витр}} + m_{\text{п}} + m^{\text{втрати}}$$

де $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{приб}}$, $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{витр}}$, $m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}}$, $m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}}$, $m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}}$, $m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}}$ – маси сульфатної кислоти, мідного купоросу та води в прибутковій та витратній частині МБ, відповідно; $m_{\text{анодів}}^{\text{приб}}$, $m_{\text{анодів}}^{\text{витр}}$, $m_{\text{катода}}^{\text{приб}}$, $m_{\text{катода}}^{\text{витр}}$ – маса анодів та катода в прибутковій та витратній частині МБ, відповідно; $m_{\text{п}}$ – маса мідного порошку, одержаного в результаті електролізу; $m^{\text{втрати}}$ – втрати на виділення водню, втрати мідного порошку та електроліту.

Критерієм правильності складання матеріального балансу є однаковість мас його прибуткової і витратної частин.

При складанні матеріального балансу електролітичного одержання мідного порошку використовують дані з табл. 3.1, 3.2 та 3.4.

Матеріальний баланс оформлюється в табличній формі (табл. 3.5)

Складання прибуткової частини матеріального балансу

Масу (г) H_2SO_4 , $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ та H_2O розраховують за формулами :

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{приб}} = \frac{C_{\text{H}_2\text{SO}_4}^0 \cdot V_{\text{ел}}^0}{1000} =$$

$$m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} = \frac{C_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^0 \cdot V_{\text{ел}}^0}{1000} =$$

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} = V_{\text{ел}}^0 \cdot \rho_{\text{ел}} - m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{приб}} - m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} =$$

де $C_{\text{H}_2\text{SO}_4}^0$, $C_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^0$ – концентрації сульфатної кислоти та мідного купоросу в електроліті до електролізу, г/л (див. табл. 3.1)

Мідний порошок, що залишився на дні фарфорового стакану переносять на залишений раніше фільтрувальний папір з мідним порошком, який було зчищено з катода. Одержаний осад мідного порошку, знову декілька разів промивають дистильованою водою над воронкою Бюхнера. Порошок вважається чистим вразі нейтральної реакції промивної води, яку визначають за допомогою універсального індикаторного паперу. Якісно вимитий мідний порошок разом із фільтрувальним папером висушують у сушильній шафі та зважують. Одержане значення маси ($m_{\text{ф.п+п}}$) заносять до табл. 3.4 (с. 4).

Масу мідного порошку ($m_{\text{п}}$), який одержано в результаті електролізу, розраховують за формулою:

$$m_{\text{п}} = m_{\text{ф.п+п}} - m_{\text{ф.п}} =$$

10. Аналізують електроліт на вміст $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ та H_2SO_4 , що містяться в електроліті після електролізу. Методику аналізу та розрахунків дивись в п. 3.1.2. Результати аналізів заносять до табл. 3.1 (с. 4). Густина електроліту в ході роботи приймають незмінною.

3.1.2. Методики аналізу електроліту

Визначення густини електроліту

Вимірювання густини електроліту проводять за допомогою ареометра у мірному циліндрі, в який наливають необхідну кількість електроліту. Після вимірювання густини електроліт повертають назад до склянки.

Визначення концентрації сульфатної кислоти в електроліті

За допомогою піпетки з грушею відібрати 2,0 мл електроліту та перенести до конічної колби ємністю 250 мл. Додати ≈ 50 мл дистильованої води, 2–3 краплі розчину метилоранжу. Розчин, який знаходиться в колбі, титрувати 0,5 н розчином NaOH до зміни кольору від рожевого до жовтого.

Вміст сульфатної кислоти в електроліті обчислюють за формулою, г/л:

$$C_{\text{H}_2\text{SO}_4} (\text{до електролізу}) = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot C_{\text{NaOH}} \cdot M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)}{V_{\text{проби}}} =$$

$$C_{\text{H}_2\text{SO}_4} (\text{після електролізу}) = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot C_{\text{NaOH}} \cdot M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)}{V_{\text{проби}}} =$$

де V_{NaOH} – об'єм розчину NaOH , який витрачено на титрування проби розчину електроліту, мл;

C_{NaOH} – концентрація розчину NaOH , моль-екв/л;

$V_{\text{проби}}$ – об'єм проби електроліту, взятої для аналізу, мл;

$M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ – молярна маса еквіваленту H_2SO_4 , яка дорівнює 49,0 г/моль-екв.

Визначення концентрації $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в електроліті

За допомогою піпетки з грушею відібрати $V_{\text{проби}} = 2,0$ мл електроліту та перенести до конічної колби ємністю 250 мл. Додати 100 мл дистильованої води, 2 мл буферного розчину, 0,1 г індикаторної суміші мурексиду до переходу забарвлення від синього до коричнево-зеленого. Отриманий розчин при перемішуванні титрувати 0,05 н розчином трилону Б до зміни кольору на бузковий.

Вміст $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в електроліті обчислюють за формулою, г/л:

$$C_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}(\text{до_електролізу}) = \frac{C_{\text{Тр}} \cdot V_{\text{Тр}} \cdot M\left(\frac{1}{2}\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}\right)}{V_{\text{проби}}} =$$

$$C_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}(\text{після_електролізу}) = \frac{C_{\text{Тр}} \cdot V_{\text{Тр}} \cdot M\left(\frac{1}{2}\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}\right)}{V_{\text{проби}}} =$$

де $V_{\text{тр}}$ – об'єм розчину трилону Б, який витрачено на титрування проби розчину електроліту, мл;

$C_{\text{тр}}$ – концентрація розчину трилону Б, моль-екв/л;

$M\left(\frac{1}{2}\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}\right)$ – молярна маса еквіваленту $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, яка дорівнює

124,8 г/моль-екв.

$V_{\text{проби}}$ – об'єм проби електроліту, взятої для аналізу, мл.

3.1.3. Табличне оформлення результатів експериментальної частини лабораторної роботи

Таблиця 3.1

Показник	Властивості електроліту	
	до електролізу	після електролізу
Концентрація H_2SO_4 , г/л		
Концентрація $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, г/л		
Густина електроліту, г/см ³		
Об'єм електроліту, мл		

Таблиця 3.2

Електрод	Маса електродів	
	до електролізу	після електролізу
Обидва анода		
Катод		

Таблиця 3.3

Середнє значення сили струму I, А	
Тривалість електролізу t, хв.	

Таблиця 3.4

Маса фільтрувального паперу, $m_{\text{фл}}$, г	Маса фільтрувального паперу з мідним порошком, $m_{\text{фл+п}}$, г	Маса мідного порошку, $m_{\text{п}}$, г

3.2. Розрахункова частина лабораторної роботи

3.2.1. Визначення загальної маси одержаного мідного порошку

Загальна маса одержаного мідного порошку $m_{\text{загальна}}$ складається з:

$$m_{\text{загальна}} = m_{\text{п}} + m_{\text{залишок}} =$$

Значення $m_{\text{п}}$ див. табл. 3.4;

Значення маси мідного порошку, який залишився на катоді, $m_{\text{залишок}}$ розраховується як різниця маси катода після зчищення з нього мідного порошку та маси катода до електролізу (див. табл. 3.2):

$$m_{\text{залишок}} = m_{\text{катода}}(\text{після електролізу}) - m_{\text{катода}}(\text{до електролізу}) =$$

3.2.2. Визначення виходу за струмом процесу одержання мідного порошку

Вихід за струмом розраховують за нижче наведеними формулами.

1-й спосіб:

$$V_{\text{с}} = \frac{m_{\text{загальна}}}{m_{\text{теор}}} \cdot 100\% =$$

де $m_{\text{загальна}}$ розрахована в п. 3.2.1.;

$m_{\text{теор}}$ розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{теор}} = \frac{A \cdot I \cdot t}{z \cdot F} = \frac{63,5 \cdot I \cdot t}{2 \cdot 26,8 \cdot 60} =$$

Значення I та t беруть із табл. 3.3

2-й спосіб:

$$V_{\text{с}} = \frac{q_i}{\sum q_i} \cdot 100\% =$$

де q_i – кількість електрики, затраченої на електродну реакцію $\text{Cu}^{2+} + 2e = \text{Cu}$, розраховується за формулою, А*год:

$$q_i = \frac{m_{\text{загальна}} \cdot F \cdot z}{A} = \frac{m_{\text{загальна}} \cdot 26,8 \cdot 2}{63,5} = \quad (1)$$

$m_{\text{загальна}}$ розрахована в п. 3.2.1.

$\sum q_i$ – загальна кількість електрики, що пройшла через електролізер, А*год. Загальна кількість електрики розраховується за значенням сили струму, одержаним із показників амперметра, і часу проведення електролізу:

$$\sum q_i = \frac{I \cdot t}{60} = \quad (2)$$

Значення I та t беруть із табл. 3.3.