

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
«УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ»

2584

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ
«ЕЛЕКТРОЛІТИЧНЕ ОДЕРЖАННЯ МІДНОГО ПОРОШКУ»
З ДИСЦИПЛІНИ «ЗАГАЛЬНА ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ»
ДЛЯ СТУДЕНТІВ ВСІХ СПЕЦІАЛЬНОСТЕЙ
ДЕННОЇ ФОРМИ НАВЧАННЯ

Затверджено на засіданні
кафедри загальної хімічної технології
Протокол № 10 від 22.06.12

Дніпропетровськ УДХТУ 2013

Методичні вказівки до лабораторної роботи «Електролітичне одержання мідного порошку» з дисципліни «Загальна хімічна технологія» призначені для студентів університету всіх спеціальностей денної форми навчання / Укл.: І. В. Скар, В. А. Мізін, А. О. Костинюк – Дніпропетровськ: ДВНЗ УДХТУ, 2013. – 24 с.

Укладачі: І.В. Скар, канд. хім. наук
В.А. Мізін, канд. техн. наук
А.О. Костинюк, канд. техн. наук

Відповідальний за випуск М.В. Ніколенко, д-р хім. наук

Вказівки містять теоретичні основи процесу виробництва мідного порошку електролітичним способом, опис технологічної схеми процесу та експериментальної лабораторної установки, яка моделює розглядане виробництво. Наведено порядок проведення роботи на лабораторній установці, необхідні методики аналізів та обробки експериментальних даних, вимоги щодо звіту з лабораторної роботи, перелік контрольних запитань та навчальних посібників, що рекомендуються для поглибленого вивчення матеріалу.

Навчальне видання
Методичні вказівки
до лабораторної роботи
«Електролітичне одержання мідного порошку»
з дисципліни «Загальна хімічна технологія»
для студентів всіх спеціальностей денної форми навчання

Укладачі: СКНАР Ірина Володимирівна
МІЗІН Віталій Антонович
КОСТИНЮК Андрій Олегович

Авторська редакція

Підписано до друку 15.04.13. Формат 60×84 1/16. Папір ксерокс. Друк різнограф.
Умов.-друк. арк. 1,09. Облік.-вид. арк. 1,15. Тираж 80 прим. Замовлення №255.
Свідоцтво ДК №303 від 27.12.2000.

ДВНЗ УДХТУ, 49005, м. Дніпропетровськ-5, просп. Гагаріна, 8.

Видавничо-поліграфічний комплекс ІнКомЦентру

1. ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ

1.1. Области застосування мідного порошку

Порошки чистої міді та її сплавів широко використовують у промисловості, причому області їх застосування і номенклатура виробів безперервно зростає. Однією із найбільш значущих причин, що зумовлює це зростання, являється можливість економної витрати дорогого матеріалу, оскільки практично повністю виключаються втрати металу у вигляді стружки, які характерні механічній обробці литих виробів. Одночасно суттєво зростає якість і покращуються характеристики одержуваних виробів порівняно з матеріалами, виготовленими традиційними методами. Мідний порошок застосовується в машинобудівній, авіаційній промисловості, у електротехнічних та хімічних галузях. Мідний порошок використовують і для виготовлення спеціальних паст для пайки металевих виробів. Паста, виготовлена із використанням мідного порошку, дозволяє міцно з'єднувати деталі, які виготовлені із сплавів і кольорових металів. Широко застосовується мідний порошок для нанесення покриттів та фарбування. Він використовується разом з порошками інших металів для створення покриттів, що попереджають адгезійне та корозійне зношування. Крім того, на основі мідного порошку виготовляють фрикційні елементи різних систем і агрегатів, хімічні композиції для каталізаторів, піротехнічні вироби та ін. [1, 2].

1.2. Класифікація сучасних методів одержання порошків міді та її сплавів

Метод одержання мідного порошку обирають із урахуванням визначених технологічних характеристик останнього. Доцільно одержувати порошки з заданими властивостями безпосередньо під час основного виробництва, оскільки будь яка наступна обробка порошку збільшує вартість і знижує продуктивність.

Основні методи одержання порошків міді та її сплавів наступні [1]: механічне подрібнювання, відновлення оксидів, цементация, розпилення водою високого тиску, розпилення зжатым повітрям, електрохімічне осадження, автоклавний метод. Для одержання крупних партій порошків міді та її сплавів використовують розпилення, електроліз і автоклавний метод.

Електролітичним способом одержують високочисті порошки міді, які мають унікальні властивості, притаманні тільки цьому методу. Електролізом одержують порошки, частинки яких мають дендритну форму і досить розвинуту поверхню. Такі порошки добре пресуються. Перевагою електролітичного способу являється і можливість порівняно легкого управління процесом формування порошку, ефективного впливу на дисперсність, дендритність, насипну густину та інші його властивості. Електролітичному способу одержання мідного порошку належить провідне місце, особливо в тих випадках, коли потрібно виготовити міцні вироби зі специфічними властивостями. Разом з тим, недоліком метода є

велика енергоємність, а отже і висока вартість порошку. Крім того, порошки дендритної форми характеризуються малою, в ряді випадків нульовою текучістю, що обмежує їх використання.

1.3. Теоретичні основи електролітичного метода одержання мідного порошку

У даному підрозділі наведено деякі відомості з електрохімії [3, 4], необхідні для розуміння сутності процесу електролізу та виконання технічних розрахунків.

Процеси хімічних перетворень, які призводять до появи електричного струму, або відбуваються під його дією відносять до електрохімічних. Електричний струм спричиняє перебіг хімічних реакцій при електролізі розчинів або розплавів.

Електролізом називається сукупність окиснювально-відновних процесів, які відбуваються на поверхні електродів при пропусканні постійного електричного струму через розчини або розплави електролітів.

Електроліт – це розчини кислот, лугів, солей тощо, тобто речовин які надають розчину спроможність проводити електричний струм.

Анод – електрод, який приймає електрони від компоненту розчину електроліту, що розряджається, та передає електрони до зовнішнього ланцюга. На аноді протікають процеси окиснення.

Катод – електрод, який при проходженні електродної реакції, віддає електрони частинкам, що розряджаються, тобто на катоді відбувається процес відновлення компонентів розчинів електролітів.

Кількісне визначення хімічних перетворень, які відбуваються при електролізі встановлюється законами Фарадея.

Перший закон Фарадея встановлює пряму пропорціональність між кількістю пропущеної через систему електрики і кількістю речовини, що перетворилася під час реакції: кількість речовини, перетвореної на границі електрод–електроліт при пропусканні через неї електричного струму, прямо пропорціональна кількості електрики, що пройшла через таку границю.

Відповідно до другого закону Фарадея, рівна кількість електрики виділяє при електролізі еквівалентну кількість різних речовин. Отже, для виділення одного еквівалента будь якої речовини необхідно затратити одну й ту саму кількість електрики, яка дорівнює 96495 Кл/моль або 26,8 А*год/моль. Це число називається числом Фарадея.

Якщо об'єднати обидва закони Фарадея, то можна записати:

$$m = \frac{A * q}{z * F}, \quad (1.1)$$

де m – кількість перетвореної речовини, г;

q – кількість пропущеної через систему електрики, що дорівнює добутку сили струму I та тривалості електролізу t . В якості одиниці кількості електрики можуть бути вибрані різні величини ($\text{Кл} = \text{А} \cdot \text{с}$, $\text{А} \cdot \text{год}$), однак на практиці його частіше всього відносять до $1 \text{ А} \cdot \text{год}$.

A – мольна маса речовини, г/моль;

F – число Фарадея, $\text{А} \cdot \text{год}/\text{моль}$;

z – валентність іона, що розряджається і входить до складу даної речовини.

Одним із головних технологічних показників електролізу є вихід за струмом, який у електрохімічних виробництвах є аналогом виходу продукту [5]. Вихід за струмом (V_C) визначає ту частину кількості електрики, яка приходить на дану електродну реакцію (вихід за струмом зазвичай виражається в процентах):

$$V_C = \frac{q_i}{\sum q_i} * 100\%, \quad (1.2)$$

де q_i – кількість електрики, що витрачається на дану реакцію;

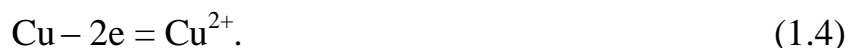
$\sum q_i$ – загальна кількість електрики, що пройшла через електролізер.

Можна також визначати вихід за струмом як відношення кількості речовини $m_{\text{практ}}$, дійсно одержаної при електролізі, до кількості $m_{\text{теор}}$, яка повинна була бути одержана за законами Фарадея при тій самій затраті електрики:

$$V_C = \frac{m_{\text{практ}}}{m_{\text{теор}}} * 100\%. \quad (1.3)$$

Сутність електролітичного одержання мідного порошку полягає в наступному. Через електролізер, який містить електроліт, мідний анод та катод, пропускають електричний струм і на катоді виділяється мідний порошок. В якості основного компонента розчину використовують найбільш поширену і дешеву сіль двовалентного купруму – мідний купорос $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Для підвищення електропровідності розчину додають сульфатну кислоту.

У електрохімічних реакціях можуть брати участь іони Cu^+ та Cu^{2+} . Однак, концентрація Cu^+ -іонів у розчині мізерно мала і їх розряд та окиснення не будуть відбуватися в умовах електролізу [6]. Отже, на аноді реалізується реакція:



На катоді відбувається розряд іонів купруму(II) з утворенням металу:



Електроосадження мідного порошку проводиться за умов, коли на катоді також має місце реакція виділення водню:



2. СТИСЛА ХАРАКТЕРИСТИКА ПРОМИСЛОВОЇ ТЕХНОЛОГІЧНОЇ СХЕМИ

Висока чистота електролітичного мідного порошку насамперед визначається чистотою вихідної сировини. Різного роду домішки, які потрапляють в електроліт, можуть суттєво вплинути на фізичні властивості порошку.

В якості вихідної сировини при електролізі застосовують мідь, мідний купорос, сульфатну кислоту і воду. В деяких випадках, для надання порошку спеціальних властивостей до електроліту вводять поверхнево-активні речовини і добавки сторонніх солей. Порошок одержують в електролізерах з розчинними анодами. Аноди виготовляють з електролітично рафінованої міді. Деяке здешевлення порошку дає використання в якості анодного матеріалу відходів рафінованої міді, бракованого порошку і т.д., які загружають в якості анодів в спеціальні корзини, що виготовлені із нерозчинного матеріалу [1].

2.1. Основні стадії виробництва мідного порошку електролітичним способом

Технологічний процес одержання електролітичного мідного порошку умовно можна поділити на два етапи [1]: одержання осаду міді електролізом та його наступна обробка: промивка, стабілізація, сушка, класифікація (рис. 2.1). Виробництво мідного порошку за такою схемою може здійснюватися як безперервно так і періодично. Апаратурне оформлення окремих технологічних стадій на різних заводах різне. Воно залежить від масштабів виробництва.

Електрохімічна стадія. Катодний осад міді одержують в електрохімічних реакторах – електролізерах. В залежності від способів знімання порошкоподібного осаду з катодів, видалення його із реактора та масштабів виробництва використовують електролізери різної конструкції. Електролізер складається із ванни, заповненою електролітом, в якій знаходяться катоди та аноди, і пристроїв для підводу струму, циркуляції електроліту, вивантаження осаду міді (рис. 2.2). Одноіменні електроди електролізерів підключають до електричного ланцюга паралельно, а електролізери послідовно. При такому з'єднанні забезпечується однаковий режим живлення струмом усіх електролізерів. За характером роботи електролізери можуть бути безперервної або періодичної дії.

Вивантаження порошку можна здійснювати періодично або безперервно через донний отвір, або із допомогою спеціальних пристроїв, елеваторів, вакуумних насосів та ін. Для запобігання агрегації порошку в електролізері, а також витоку струму через масу порошку, який накопичується у нижній частині електролізера, перевагу віддають безперервному вивантаженню порошку.

Оскільки при електролізі використовують високі густини струму і досить агресивні електроліти, то на більшості заводів в якості катодів використовують

мідні катода, які характеризуються високою електропровідністю і значною корозійною стійкістю в кислих сульфатних електролітах. Є підприємства, які в спеціальних умовах використовують катода із інших матеріалів, наприклад, титану або графіту.

Катода можуть бути стаціонарними у вигляді пластин або стержнів, рухомими у вигляді дисків, барабан-катода або стрічки (рух безперервний або періодичний по заданій програмі). При використанні стаціонарних катодів знімання порошку здійснюють періодично за допомогою удару по катодній штанзі (або катоду) або спеціальних щіток з механічним або електромагнітним приводом. У випадку використання рухомих катодів знімання порошку здійснюється механічно.

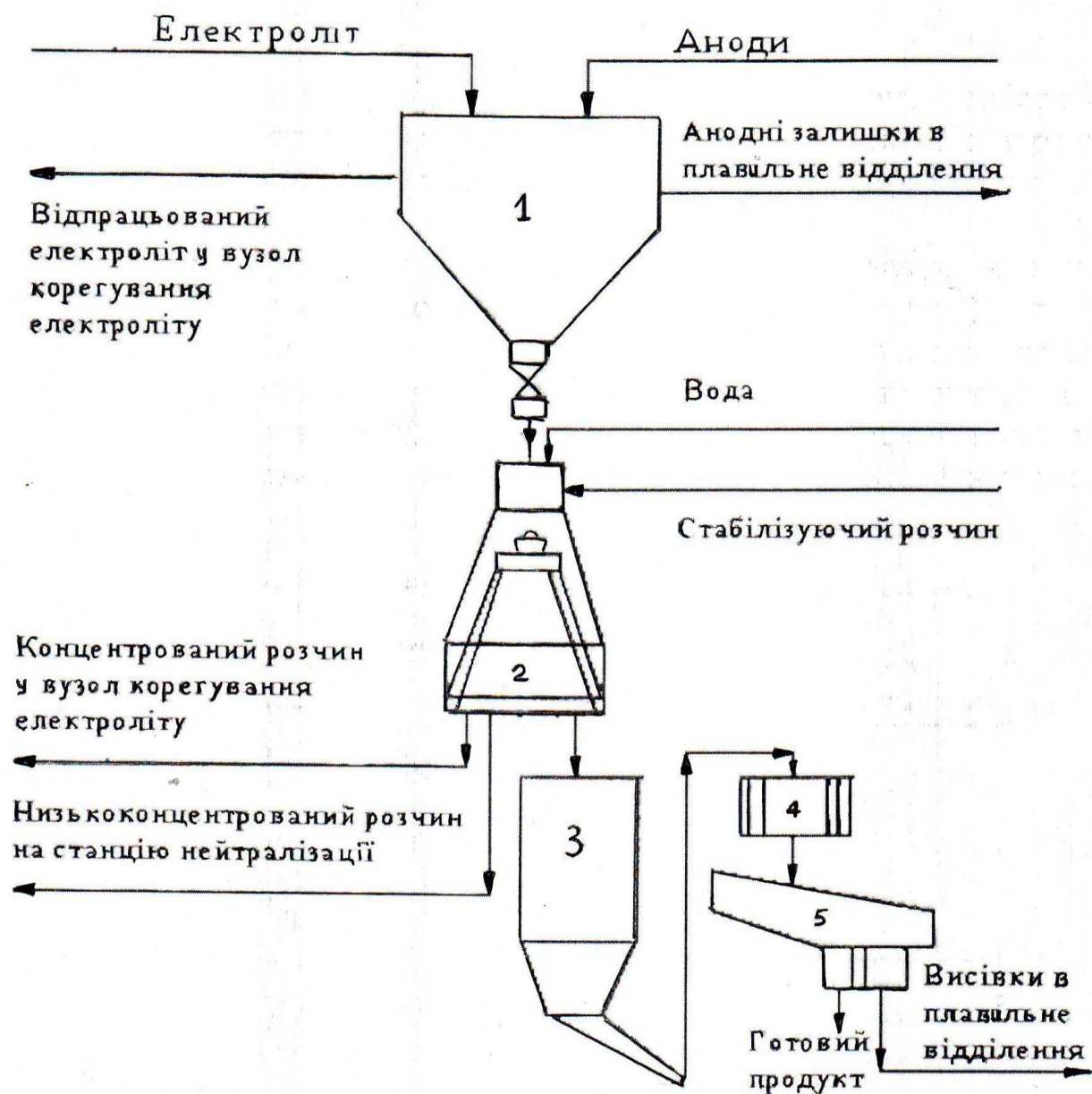


Рис. 2.1. Технологічна схема виробництва електролітичного мідного порошку: 1 – електролізер, 2 – фільтруюча центрифуга; 3 – труба-сушилка; 4 – подрібнювач; 5 – класифікатор

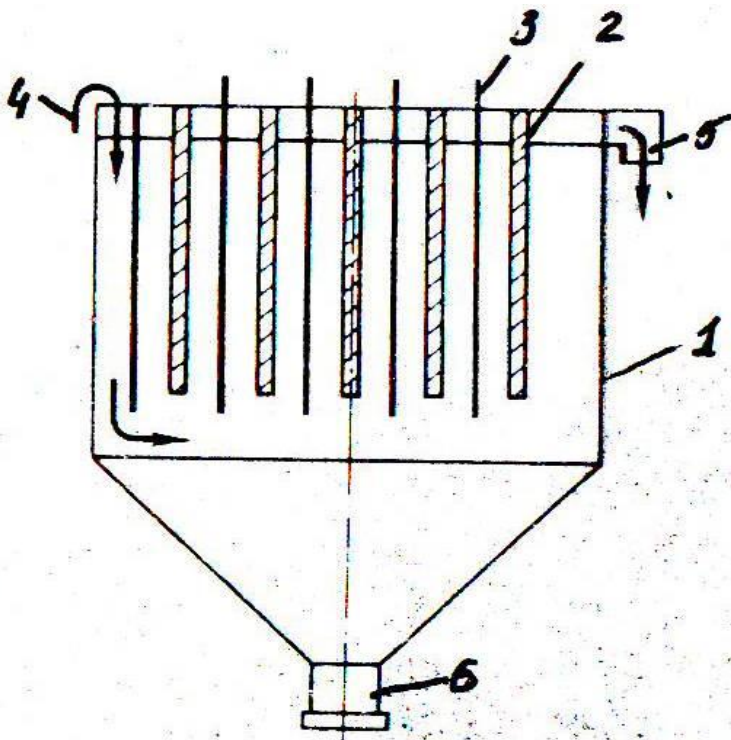


Рис. 2.2. Схема електролізера для одержання мідного порошку:

- 1 – корпус електролізера;
- 2 – аноди; 3 – катоди;
- 4 – кішениця для подачі електроліту;
- 5 – вивід електроліту;
- 6 – пристрій для вивантаження осаду міді

тами спалення природного газу. Температура газу при вході в сушилку 1000–1030 К, на виході 340 К. Кінцевий вміст вологи не більше 0,05%.

Після сушки порошок піддають *подрібненню і класифікації*.

2.2. Підтримання сталого складу електроліту. Стабілізація порошків міді

Підтримання складу електроліту являється неодмінною умовою отримання порошків, стабільних за фізичними властивостями та хімічним складом. В процесі електролізу склад електроліту безперервно змінюється за змістом основних компонентів – купрум(II) сульфату і сульфатної кислоти. Головною причиною цього являється різна величина анодного і катодного виходів за струмом. Величина анодного виходу за струмом дорівнює 100%, а величина катодного виходу за струмом дорівнює 90–91%, що є наслідком втрати електрики на паралельний процес виділення водню.

В ході електролізу збільшується концентрація купрум(II) сульфату і витрачається еквівалентна кількість кислоти.

Після електролізу вивантажений із електролізера порошок *відмивають від електроліту*. Зазвичай промивку здійснюють гарячою водою під тиском і на заключній стадії – холодною водою. Для видалення із порошку води використовується вертикальна фільтруюча центрифуга. Для запобігання надлишкового ущільнення та порушення дендритної структури частинок порошку використовують центрифуги з помірним числом обертів 1000–1200 об/хв. В цих же апаратах здійснюється стабілізація порошку проти окиснення. Після центрифугування в порошок залишається 8–10% вологи.

Наступною операцією обробки порошку являється *сушка*. Сушку порошку здійснюють в киплячому шарі в трубі-сушилці у відновному середовищі, утвореному продук-

Корегування електроліту являється складовою частиною технології виробництва порошку. Найпростіший спосіб корегування полягає в тому, що визначений об'єм електроліту, який містить надлишкову кількість міді, виводять із системи та передають на регенерацію, а саму систему поповнюють відповідною кількістю кислоти і води. Таке корегування електроліту проводять щодоби.

Особливу увагу приділяють стабілізації мідного порошку, тобто запобіганню його корозії та окиснення. Поверхню кожного зерна потрібно оберігати від вологи, в якій розчиняються гази O_2 , CO_2 , SO_2 , які сприяють корозії міді. Для цього рекомендується створювати на зернах плівки високомолекулярних поверхнево-активних речовин [6]. Стабілізація порошоків проводиться в спеціальних апаратах після проведення електролізу.

2.3. Властивості мідного порошку і способи їх регулювання

Основою для одержання електролітичних порошоків є високодисперсні катодні осади, які не потребують додаткової обробки для переведення їх у порошкоподібний стан.

Властивості електролітичних порошоків формуються, насамперед, в процесі електролізу, а також в результаті наступних операцій обробки порошку: промивки, сушки, подрібнення і класифікації.

Вплив умов електролізу на властивості мідного порошку обумовлений складом електроліту, значенням густини струму, температури і т.д. [1, 2]. Наприклад, зі збільшенням концентрації Cu^{2+} -іонів спостерігається значне зниження дисперсності порошку і швидке збільшення насипної густини. Підвищення концентрації сульфатної кислоти сприяє утворенню порошоків з більш високою дисперсністю та дендритністю, з меншою насипною густиною. Зі збільшенням густини струму з'являється можливість одержання порошоків більш стабільних за дисперсністю. Вплив температури на властивості мідного порошку є складним і її варіювання не являється достатньо ефективним засобом регулювання фізичних і технологічних властивостей мідного порошку. Перемішування розчину також впливає на гранулометричний склад і насипну густину мідного порошку.

В технологічній практиці одержання порошку досить важко урахувати всю різноманітність цих факторів, до того ж ефект їх дії вельми неоднаковий. Все це обумовлює специфічність виробництва електролітичного мідного порошку, а також необхідність суворого дотримання технологічного регламенту [1].

3. МЕТА ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

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

4. ОПИС ЛАБОРАТОРНОЇ УСТАНОВКИ

Електрична схема лабораторної установки електролітичного одержання мідного порошку наведена на рис. 4.1. Вона складається з електролізера, джерела струму та амперметра.

Електролізер складається з корпусу та кришки. В кришку вмонтовані електроди (рис. 4.2).

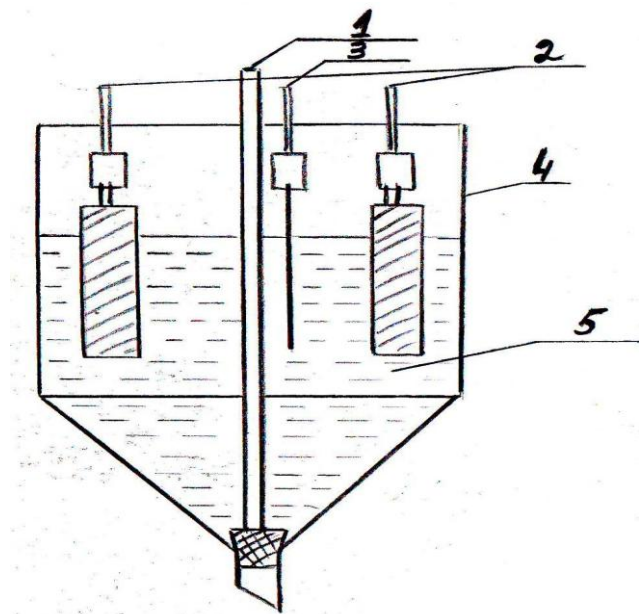
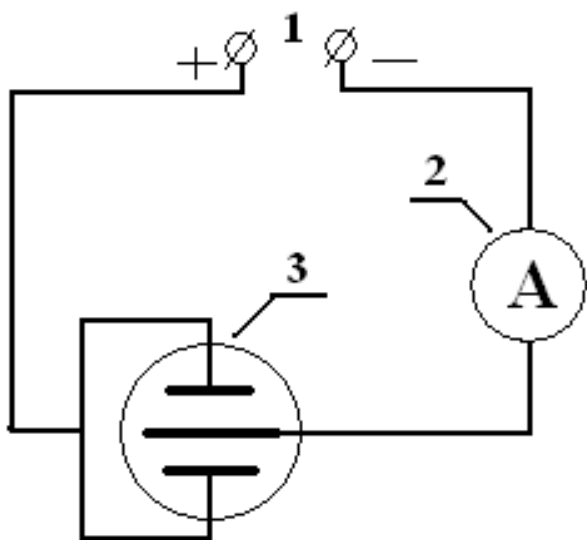


Рис. 4.1. Електрична схема лабораторної установки електролітичного одержання мідного порошку:

- 1 – джерело струму;
- 2 – амперметр;
- 3 – електролізер

Рис. 4.2. Схема лабораторного електролізера електролітичного одержання мідного порошку:

- 1 – ущільнювач зливного отвору;
- 2 – аноди;
- 3 – катод;
- 4 – корпус електролізера;
- 5 – електроліт

5. ПИТАННЯ ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ

При виконанні даної роботи забороняється:

- вмикати установку без дозволу викладача;
- вмикати та вимикати джерело струму вологими руками;
- залишати без нагляду увімкнену установку.

Відбір проб розчину електроліту на аналіз проводити тільки за допомогою піпетки з грушею.

Кожну рідину належить відбирати за допомогою окремого вимірювального посуду, на якому зазначена назва відповідної рідини.

Особливої обережності слід дотримуватися при роботі з електролітом та джерелом струму. При попаданні електроліту на відкриті ділянки шкіри невідкладно промити їх рясним струменем води та обробити содовим розчином. При несправності джерела струму вимкнути струм ти повідомити викладача.

6. ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

6.1. Попередні зауваження

При виконанні роботи необхідно:

- а) уважно ознайомитись із завданням;
 - б) не захаращувати своє робоче місце сторонніми предметами, що не стосуються виконуваної роботи;
 - в) не відволікатися і не заважати товаришам, не брати нічого з іншого столу. Все необхідне для виконання роботи наявне на вашому робочому місці;
 - г) при виникненні будь-яких питань звертатися за роз'ясненням до викладача;
 - д) не здійснювати самостійний запуск установки без перевірки викладачем;
 - е) по закінченні роботи навести порядок на робочому місці.
- Обов'язковим є виконання наведених вище вимог техніки безпеки.

6.2. Експериментальна частина

6.2.1. 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. 6.2.2. Результати аналізів заносять до табл. 6.1 (с. 14).

2. В електролізер заливають 500 мл проаналізованого електроліту. Об'єм електроліту вимірюють за допомогою мірного циліндра. Значення об'єму електроліту заносять до табл. 6.1 (с. 14).

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. 6.2 (с. 14).

Аноди та катод встановлюють в електрохімічній комірці.

4. Підключають комірку до джерела струму згідно схеми 4.1. 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. 6.3 (с. 14).

5. Під час проведення електролізу складають прибуткову частину матеріального балансу згідно п. 6.3.3. та заповнюють відповідну табл. 6.5 (с. 17).

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. 6.2 (с. 14).

8. Зважують фільтрувальний папір, отримане значення маси ($m_{ф.п}$) заносять до табл. 6.4 (с. 14). 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. 6.2 (с. 14).

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 декантації. Отримане значення об'єму електроліту після електролізу заносять до табл. 6.1 (с. 14).

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 ($m_{ф.п+п}$) заносять до табл. 6.4 (с. 14).

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

$$m_{п} = m_{ф.п+п} - m_{ф.п} \quad (6.1)$$

10. Аналізують електроліт на вміст $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ та H_2SO_4 , що містяться в електроліті після електролізу. Методику аналізу та розрахунків дивись в п. 6.2.2. Результати аналізів заносять до табл. 6.1 (с. 14). Густина електроліту в ході роботи приймають незмінною.

6.2.2. 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:

$$C_{H_2SO_4} = \frac{V_{NaOH} * C_{NaOH} * M\left(\frac{1}{2} H_2SO_4\right)}{V_{проби}}, \quad (6.2)$$

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

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

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

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

Визначення концентрації $CuSO_4 * 5H_2O$ в електроліті

За допомогою піпетки з грушею відібрати $V_{проби} = 2,0$ 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 $CuSO_4 * 5H_2O$ в електроліті обчислюють за формулою, г/л:

$$C_{CuSO_4 * 5H_2O} = \frac{C_{тр} * V_{тр} * M\left(\frac{1}{2} CuSO_4 * 5H_2O\right)}{V_{проби}}, \quad (6.3)$$

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

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

$M\left(\frac{1}{2} CuSO_4 * 5H_2O\right)$ – молярна маса еквіваленту $CuSO_4 * 5H_2O$, яка дорівнює 124,8 г/моль-екв.

6.2.3. Табличне оформлення результатів експериментальної частини лабораторної роботи

Таблиця 6.1

Показник	Властивості електроліту	
	до електролізу	після електролізу
Концентрація H_2SO_4 , г/л		
Концентрація $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, г/л		
Густина електроліту, г/см ³		
Об'єм електроліту, мл		

Таблиця 6.2

Електрод	Маса електродів	
	до електролізу	після електролізу
Обидва анода		
Катод		

Таблиця 6.3

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

Таблиця 6.4

Маса фільтрувального паперу, $m_{ф.п}$, Г	Маса фільтрувального паперу з мідним порошком, $m_{ф.п+п}$ Г	Маса мідного порошку, $m_{п}$, Г

6.3. Розрахункова частина лабораторної роботи

6.3.1. Визначення загальної маси одержаного мідного порошку

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

$$m_{загальна} = m_{п} + m_{залишок} \quad (6.4)$$

Значення $m_{п}$ див. табл. 6.4;

Значення маси мідного порошку, який залишився на катоді, $m_{залишок}$ розраховується як різниця маси катода після зчищення з нього мідного порошку та маси катода до електролізу (див. табл. 6.2).

6.3.2. Визначення виходу за струмом процесу одержання мідного порошку

Вихід за струмом розраховують за нижче наведеними формулами.

1-й спосіб:

$$B_C = \frac{m_{\text{загальна}}}{m_{\text{теор}}} * 100\% , \quad (6.5)$$

де $m_{\text{загальна}}$ розрахована в п. 6.3.1.;

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

$$m_{\text{теор}} = \frac{A * I * t}{z * F} = \frac{63,5 * I * t}{2 * 26,8 * 60} . \quad (6.6)$$

Значення I та t беруть із табл. 6.3

2-й спосіб:

$$B_C = \frac{q_i}{\sum q_i} * 100\% , \quad (6.7)$$

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

$$q_i = \frac{m_{\text{загальна}} * F * z}{A} = \frac{m_{\text{загальна}} * 26,8 * 2}{63,5} , \quad (6.8)$$

$m_{\text{загальна}}$ розрахована в п. 6.3.1.

$\sum q_i$ – 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:

$$\sum q_i = \frac{I * t}{60} . \quad (6.9)$$

Значення I та t беруть із табл. 6.3.

6.3.3. 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:

$$\sum m_{\text{приб}} = \sum m_{\text{витр}}, \quad (6.10)$$

де $m_{\text{приб}}$, $m_{\text{витр}}$ – маси прибуткової і витратної частин МБ, відповідно. Для електролітичного одержання мідного порошку РМБ має вигляд:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{приб}} + m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} + m_{\text{анодів}}^{\text{приб}} + m_{\text{катода}}^{\text{приб}} = m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{витр}} + m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр}} + m_{\text{анодів}}^{\text{витр}} + m_{\text{катода}}^{\text{витр}} + m_{\text{п}} + m^{\text{втрати}}, \quad (6.11)$$

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. 1, 2 та 4.

Матеріальний баланс оформлюється в табличній формі (табл. 6.5)

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 :

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{приб}} = \frac{C_{\text{H}_2\text{SO}_4}^0 * V_{\text{ел}}^0}{1000}, \quad (6.12)$$

$$m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} = \frac{C_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^0 * V_{\text{ел}}^0}{1000}, \quad (6.13)$$

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}} = V_{\text{ел}}^0 * \rho_{\text{ел}} - m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{приб}} - m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб}}, \quad (6.14)$$

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. 6.1)

$V_{\text{ел}}^0$ – об'єм електроліту до електролізу, мл (див. табл. 6.1)

$\rho_{\text{ел}}$ – густина електроліту, г/см³ (див. табл. 6.1)

Масу анодів до електролізу див. табл. 6.2.

Масу катода до електролізу див. табл. 6.2.

Складання витратної частини матеріального балансу

Масу H_2SO_4 , $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ та H_2O розраховують за формулами:

$$m_{H_2SO_4}^{випр} = \frac{C_{H_2SO_4}' * V_{ел}'}{1000}, \quad (6.15)$$

$$m_{CuSO_4 \cdot 5H_2O}^{випр} = \frac{C_{CuSO_4 \cdot 5H_2O}' * V_{ел}'}{1000}, \quad (6.16)$$

$$m_{H_2O}^{випр} = V_{ел}' * \rho_{ел} - m_{H_2SO_4}^{випр} - m_{CuSO_4 \cdot 5H_2O}^{випр}, \quad (6.17)$$

де $C_{H_2SO_4}'$, $C_{CuSO_4 \cdot 5H_2O}'$ – концентрації сульфатної кислоти та мідного купоросу в електроліті після електролізу, г/л (див. табл. 6.1)

$V_{ел}'$ – об'єм електроліту після електролізу, мл (див. табл. 6.1)

$\rho_{ел}$ – густина електроліту, г/см³ (див. табл. 6.1)

Масу анодів після електролізу див. табл. 6.2.

Масу катода після електролізу див. табл. 6.2.

Масу мідного порошку див. табл. 6.4.

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 6.5

ПРИБУТОК			ВИТРАТИ		
Статті прибутку	г	%	Статті витрат	г	%
H_2SO_4 ,			H_2SO_4 ,		
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$			$CuSO_4 \cdot 5H_2O$		
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		

6.3.4. 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:

$$\sum q_{\text{приб}} = \sum q_{\text{витр}}, \quad (6.18)$$

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

Для електролітичного одержання мідного порошку РЕБ має вигляд:

$$q_{\text{затрач}} = q_{\text{порошок}} + q_{\text{втрати}}, \quad (6.19)$$

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. 6.6).

Складання прибуткової частини балансу кількості електрики

Кількість затраченої електрики розраховано за формулою (6.9) в п.6.3.2 (дивись значення $\sum q_i$).

Складання витратної частини балансу кількості електрики

Кількість електрики, затраченої на одержання мідного порошку розраховано за формулою (6.8) в п.6.3.2 (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 6.6

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

7. ВИМОГИ ДО УПОРЯДКУВАННЯ ЗВІТУ

Звіт про роботу повинен бути написаний охайно і грамотно, містити дані усіх вимірів, розрахунки, схему лабораторної установки.

Рекомендований план звіту:

- мета роботи;
- стисле викладення теоретичних основ електролітичного одержання мідного порошку;
- стислий опис лабораторної експериментальної установки;
- порядок проведення роботи;
- методики і результати аналізів (визначення концентрації сульфатної кислоти, мідного купоросу, густини електроліту);
- розрахунки по роботі (визначення маси мідного порошку, виходу за струмом, катодної густини тощо);
- матеріальний баланс електролітичного одержання мідного порошку;
- баланс кількості електрики;
- висновки по роботі.

Всі експериментальні дані і результати розрахунків повинні бути оформлені у вигляді відповідних таблиць.

8. ПЕРЕЛІК ПИТАНЬ ДО ЗАХИСТУ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

1. Де застосовується мідний порошок?
2. Назвіть способи промислового одержання мідного порошку.
3. Назвіть переваги одержання мідного порошку електролітичним способом.
4. Назвіть недоліки одержання мідного порошку електролітичним способом.
5. Які процеси називають електрохімічними?
6. Дайте визначення електролізу.
7. Які процеси відбуваються на аноді при електролітичному одержанні мідного порошку?
8. Які процеси відбуваються на катоді при електролітичному одержанні мідного порошку?
9. Навіщо в електроліті для одержання мідного порошку використовують сульфатну кислоту?
10. Сформулюйте перший закон Фарадея.
11. Сформулюйте другий закон Фарадея
12. Назвіть одиниці вимірювання кількості електрики.
13. Дайте визначення виходу за струмом?
14. Що використовують в якості сировини для одержання мідного порошку електролітичним способом?
15. З яких стадій складається електролітичне одержання мідного порошку?
16. Що являється головною причиною зміни складу електроліту при електролітичному одержанні мідного порошку?

17. З якою метою необхідно оберігати поверхню одержаного мідного порошку від вологи?
18. Чому вихід за струмом для катодного процесу менше 100 %?
19. В чому полягає принцип складання матеріального балансу?
20. В чому полягає принцип складання балансу кількості електрики?

9. СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Ничипоренко, О. С. Порошки меди и ее сплавов [Текст] / О. С. Ничипоренко, А. В. Помосов, С. С. Набойниченко. – М. : Metallurgiya, 1988. – 206 с.
2. Кудра, О. Электролитическое получение металлических порошков [Текст] / О. Кудра, Е. Гитман. – К. : Академия наук украинской ССР, 1952. – 142 с.
3. Горбачев, А. К. Технічна електрохімія [Текст] / А. К. Горбачев. – Харків : ВАТ «Видавництво «Прапор»», 2002. – 254 с.
4. Ротинян, А. Л. Теоретическая электрохимия [Текст] / А. Л. Ротинян, К. И. Тихонов, И. А. Шошина. – Ленинград : Химия, 1981. – 424 с.
5. Яворський, В. Т. Загальна хімічна технологія [Текст] : підручник / В. Т. Яворський [та ін.] – Львів : Львівська політехніка, 2009. – 552 с.
6. Стендер, В. В. Прикладная электрохимия [Текст] / В. В. Стендер. – Харьков : Харьковский госуниверситет им. А. М. Горького, 1961. – 545 с.

10. СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ, РЕКОМЕНДОВАНОЇ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ ПІДГОТОВКИ ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

1. Яворський, В. Т. Загальна хімічна технологія [Текст] : підручник / В. Т. Яворський [та ін.] – Львів : Львівська політехніка, 2009. – 552 с.
2. Мухленов, И. П. Общая химическая технология [Текст]. В 2 ч. Ч. 2. учебник для вузов / И. П. Мухленов [и др.] – М. : Высш. школа, 1977. – 288 с.
3. Гончаров, А. І. Хімічна технологія [Текст]. В 2 ч. Ч. 2. підручник для ун-тів / А. І. Гончаров, І. П. Середя – К. : Вища школа, 1980. – 280 с.
4. Ничипоренко, О. С. Порошки меди и ее сплавов [Текст] / О. С. Ничипоренко, А. В. Помосов, С. С. Набойниченко. – М. : Metallurgiya, 1988. – 206 с.

ЗМІСТ

1. ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ.....	3
1.1. Області застосування мідного порошку.....	3
1.2. Класифікація сучасних методів одержання порошків міді та її сплавів...	3
1.3. Теоретичні основи електролітичного метода одержання мідного порошку.....	4
2. СТИСЛА ХАРАКТЕРИСТИКА ПРОМИСЛОВОЇ ТЕХНОЛОГІЧНОЇ СХЕМИ.....	6
2.1. Основні стадії виробництва мідного порошку електролітичним способом.....	6
2.2. Підтримання сталого складу електроліту. Стабілізація порошків міді....	8
2.3. Властивості мідного порошку і способи їх регулювання.....	9
3. МЕТА ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ.....	9
4. ОПИС ЛАБОРАТОРНОЇ УСТАНОВКИ.....	10
5. ПИТАННЯ ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ.....	10
6. ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ.....	11
6.1. Попередні зауваження.....	11
6.2. Експериментальна частина.....	11
6.2.1. Хід роботи.....	11
6.2.2. Методики аналізу електроліту.....	12
6.2.3. Табличне оформлення результатів експериментальної частини лабораторної роботи.....	14
6.3. Розрахункова частина лабораторної роботи.....	14
6.3.1. Визначення загальної маси одержаного мідного порошку.....	14
6.3.2. Визначення виходу за струмом процесу одержання мідного порошку.....	15
6.3.3. Складання матеріального балансу процесу одержання мідного порошку електролітичним способом.....	15
6.3.4. Складання балансу кількості електрики процесу одержання мідного порошку електролітичним способом.....	18
7. ВИМОГИ ДО УПОРЯДКУВАННЯ ЗВІТУ.....	19
8. ПЕРЕЛІК ПИТАНЬ ДО ЗАХИСТУ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ.....	19
9. СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	20
10. СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ, РЕКОМЕНДОВАНОЇ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ ПІДГОТОВКИ ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ.....	20

