

Министерство образования и науки
Российской Федерации

Федеральное агентство по образованию

Курганский государственный университет

Кафедра физической и прикладной химии

Анализ и подготовка технической воды

Методические указания к выполнению лабораторной работы
для студентов специальности 020101 «Химия»

Курган 2010

Кафедра физической и прикладной химии

Дисциплина: Химическая технология

Составила: доцент, канд. хим.наук О.Н.Кирова

Утверждены на заседании кафедры «1» июля 2009 г.

Рекомендованы методическим советом
Курганского государственного университета «16» декабря 2009 г.

Цель работы: ознакомиться с теорией и технологией очистки воды для химических производств.

ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ВВЕДЕНИЕ

Водопотребление отраслей химической промышленности. По потреблению воды на 1 т продукта химические производства принято делить на группы:

- не водоемкие – менее 50 м^3 , в том числе, свежей 4 м^3 (производства основной химии);

- средней водоемкости - $50-500 \text{ м}^3$, из них свежей $4-25 \text{ м}^3$ (производство метанола, азотной, серной, нитрилакриловой кислот);

- большой водоемкости – $500-2000 \text{ м}^3$, из них свежей $30-100 \text{ м}^3$ (производство синтетического аммиака, ацетилен, ацетальдегида, уксусной и синильной кислот);

- с очень большим водопотреблением - $2000-6000 \text{ м}^3$, из них свежей не менее $200-800 \text{ м}^3$ (производство некоторых видов искусственных волокон).

Расход воды в производстве некоторых продуктов большой химии приведен в табл. 1.

Таблица 1

Расход воды и количество сточных вод (м^3 на 1 т продукта)

Продукт	Расход оборотной воды	Расход свежей воды	Всего сточных вод	Из них загрязненной
Двойной суперфосфат	25	3,1	2,1	0,5
Аммиачная селитра	41	2,7	2,1	0,5
Серная кислота	60-75	4-7	2-4	1,0
Фенолформальдегидные смолы	75	6	4-6	1,4
Кальцинированная сода	93	19,5	15,5	10,0
Едкий натр:				
Hg- катод	33	7	4	3,5
Fe- катод	165	13	9	5,0
Мочевина	200	12	6	0,2
Аммиак	550-900	60-84	22-36	0,8-1,0
Капролактam	4000	280	184	21
Капрон	5000	740	475	160

Все природные воды содержат некоторое количество примесей в виде механических и коллоидных взвесей и растворенных веществ, природа и концентрация которых зависят от происхождения воды.

Классификация вод. Природные воды, используемые в химической технологии, принято делить на три вида, сильно отличающихся по наличию примесей:

а) атмосферная вода (дождевая, снеговая) – характеризуется низким содержанием примесей, главным образом, растворенных газов (O_2 , CO_2 , H_2S , N_xO_y , SO_2) и органических веществ, загрязняющих атмосферу в промышленных районах. Она почти не содержит растворенных солей;

б) поверхностные воды (речные, озерные, морские) – содержат кроме примесей атмосферной воды и другие вещества: бикарбонаты кальция, магния, натрия, калия, а также хлориды и сульфаты от ничтожных количеств до полного насыщения.

Поверхностная вода, содержащая менее 1 г солей на 1 кг воды, считается пресной, более 1 г – солоноватой и свыше 10 г – соленой (в морской воде содержится до 34 г/л солей).

в) подземные воды (воды артезианских скважин, колодцев, ключей, гейзеров) – характеризуются разнообразием состава растворенных солей, обусловленного составом и структурой почв и горных пород, через которые происходит инфильтрация атмосферной воды и воды поверхностных водоемов, заканчивающаяся образованием подземных водоемов. Это обуславливает высокую прозрачность подземных вод при отсутствии в них примесей органического происхождения. большей частью подземные воды имеют температуру 8 – 12 °С.

Подземные минеральные воды, насыщенные различными солями, являются уникальным сырьем для химической промышленности. Так, подземные воды, насыщенные хлористым натрием, служат сырьем для производства соды, едкого натра, хлора. Из рассолов получают соединения брома, йода, цезия, лития и др.

Требования, предъявляемые к воде, определяются ее целевым назначением. С этой точки зрения воды классифицируют:

а) хозяйственно-питьевая вода должна быть безвредна для организма и иметь показатели, отвечающие ГОСТ по запаху, вкусу, цвету, прозрачности, жесткости, содержанию соединений свинца, мышьяка и железа;

б) вода для охлаждающего оборудования - в ней ограничивается содержание солей кальция, магния, железа и механических примесей, в том числе органических веществ, не должно содержаться оксида углерода(IV) и сероводорода;

в) вода для паросилового хозяйства должна быть освобождена от солей жесткости, растворенного кислорода и оксида углерода(IV) , в ней должны отсутствовать механические примеси, щелочи и нефтепродукты;

г) вода для технологических целей (используется в качестве реагента или растворителя), к ней предъявляются специальные требования, вытекающие из особенностей данного технологического процесса.

В общем, вода, применяемая в производственных процессах, не должна содержать вредных для реакции веществ, не вызывать коррозии аппаратуры, не образовывать в аппаратах и трубопроводах накипи и шлама. Для определения примесей, содержащихся в воде, и устранения вредных последствий вода подвергается анализу и специальной подготовке, важнейшей операцией которой является умягчение.

В соответствии с этим работа состоит из двух частей: технический анализ водопроводной воды и умягчение водопроводной воды.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

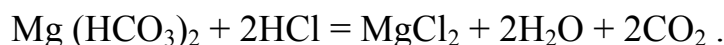
1. Технический анализ водопроводной воды.

Сущность метода. При техническом анализе в воде определяют жесткость, содержание оксида углерода(IV), содержание свободного хлора, сухой остаток и окисляемость.

Жесткость воды обусловлена присутствием в ней солей кальция и магния. Различают временную (бикарбонатную), постоянную (некарбонатную) и общую жесткость воды. Временная жесткость вызвана содержанием в воде растворимых бикарбонатов кальция и магния, которые при кипячении образуют нерастворимые карбонаты, выпадающие в осадок. Постоянная жесткость обусловлена присутствием в воде растворимых хлоридов, нитратов и сульфатов кальция и магния, не выпадающих в осадок при кипячении. Общая жесткость равна сумме временной и постоянной жесткости.

Количественно жесткость воды выражается суммой концентраций ионов кальция и магния (ммоль/л). При этом 1 ммоль/л жесткости соответствует 20,04 мг/л Ca^{2+} или 12,16 мг/л Mg^{2+} . По степени жесткости (ммоль/л) различают воду: очень мягкую 0 – 1,5 ; мягкую 1,5 – 3,0 ; умеренно жесткую 3,0 – 6,0 ; жесткую 6,0 – 10,0 и очень жесткую – более 10,0. Для определения жесткости воды используют весовой, объемный или колориметрический методы.

Карбонатную жесткость J_k определяют титрованием пробы воды раствором соляной кислоты в присутствии метилового оранжевого:



В присутствии слабо диссоциированной угольной кислоты



желтая окраска индикатора не изменяется, но переходит в оранжевую при избытке соляной кислоты.

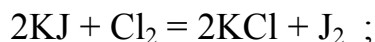
Общую жесткость $J_{\text{общ}}$ определяют комплексометрическим методом путем титрования пробы воды раствором трилона Б в слабощелочной аммиачной среде в присутствии индикаторов хромогенов или кальмагита.

Некарбонатную жесткость рассчитывают как разность между общей и карбонатной жесткостью:

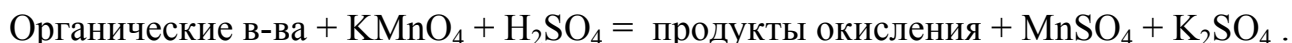
$$J_{\text{н}} = J_{\text{общ}} - J_{\text{к}} .$$

Содержание оксида углерода (IV) определяют титрованием пробы воды раствором гидроксида натрия. Образовавшийся раствор бикарбоната натрия ($\text{pH}=8,3$) в присутствии фенолфталеина окрашивается в бледно-розовый цвет. Окраску раствора сравнивают с окраской эталонного раствора с тем же значением pH .

Свободный или остаточный хлор содержится в водопроводной воде в результате ее хлорирования при водоподготовке. Определение содержания свободного хлора в воде основано на титровании йода, выделившегося в эквивалентном количестве при действии содержащегося в пробе воды хлора на иодид калия, тиосульфатом натрия:



Окисляемость воды вызвана присутствием в ней различных органических веществ и микроорганизмов, которые подвергаются окислению при действии на воду окислителей - перманганатов, хроматов, озона и др. окисляемость воды определяют титрованием ее пробы перманганатом калия в кислой среде:



Так как окисляемые примеси не имеют определенного состава, окисляемость воды выражают в количестве перманганата калия или в эквивалентном ему количестве кислорода, затраченного на окисление органических веществ, содержащихся в пробе воды.

Сухим остатком называется остаток, полученный при испарении досуха и высушивании при 105°C пробы профильтрованной воды. В состав сухого остатка входят минеральные соли и органические вещества.

Методика выполнения работы

а) отбор пробы воды для анализа

На водопроводный кран надевают резиновую трубку, открывают кран и спускают воду в раковину в течение нескольких минут. Затем конец трубки опускают на дно склянки для отбора проб (для полного анализа – 3-4 л, для сокращенного – 1 л) и наполняют склянку водой так, чтобы она некоторое время переливалась через край. При наполнении склянки трубку из нее вынимают и закрывают склянку пришлифованной пробкой.

б) определение карбонатной жесткости воды

В две конические колбы отбирают пипеткой по 25 мл воды из склянки для отбора проб, добавляют по 1-2 капли раствора метилового оранжевого. Содержимое одной из колб титруют соляной кислотой до перехода окраски из желтой в оранжевую. Изменение окраски наблюдают, сравнивая ее с окраской жидкости во второй колбе.

Карбонатную жесткость рассчитывают по формуле:

$$Ж_{\text{к}} = V_{\text{к-ты}} \cdot C_{\text{к-ты}} \cdot 1000 / V_{\text{воды}}$$

в) определение общей жесткости воды

В колбу для титрования отмерить 25 мл водопроводной воды, 1 мл буферного раствора, 1-2 капли индикатора и оттитровать раствором трилона Б до перехода окраски из вишнево-красной в синюю. Опыт повторить не менее трех раз, рассчитать средний объем трилона Б, пошедшего на титрование и жесткость воды

$$Ж_{\text{общ}} = V_{\text{тр}} \cdot C_{\text{тр}} \cdot 1000 / V_{\text{воды}}, \text{ где:}$$

$Ж_{\text{общ}}$ – жесткость воды, ммоль/л ;
 $V_{\text{тр}}$ - средний объем трилона Б, мл ;
 $C_{\text{тр}}$ - нормальность трилона Б ;
 $V_{\text{воды}}$ - объем воды, мл .

г) Расчет постоянной жесткости воды

$$Ж_{\text{н}} = Ж_{\text{общ}} - Ж_{\text{к}} .$$

2. Умягчение водопроводной воды.

Методы умягчения подразделяются на физические (кипячение, дистилляция, электромагнитная обработка), химические (обработка различными реагентами) и физико-химические (ионный обмен)

Опыт 2. Умягчение воды и определение общей жесткости воды после умягчения.

Провести умягчение воды следующими методами:

1) кипячение.

Налить в колбу 250 мл водопроводной воды, закрыть крышкой и нагреть до кипения. Профильтровать горячую воду в чистую колбу через бумажный фильтр.

2) добавление соды.

К 250 мл водопроводной воды добавить 25 мл насыщенного раствора соды. Дать осадку отстояться и профильтровать.

3) добавление фосфата натрия.

К 250 мл водопроводной воды добавить 25 мл насыщенного раствора фосфата натрия. Дать осадку отстояться и профильтровать.

4) добавление силиката натрия.

К 250 мл водопроводной воды добавить 25 мл насыщенного раствора силиката натрия. Дать осадку отстояться и профильтровать.

5) ионообмен.

250 мл водопроводной воды пропустить через бюретку с ионообменной смолой КУ-2 со скоростью 60-80 капель в минуту. Следить, чтобы катионит был всегда покрыт слоем воды.

6) дистилляция.

Для анализа взять воду после дистиллятора.

7) содовонатронный метод. Воду обрабатывают смесью карбоната и гидроксида натрия. В колбу отмеряют 200 мл воды, добавляют пипеткой 2 мл умягчителя. Колбу закрывают пробкой с обратным холодильником и кипятят на сетке 10 мин, не допуская испарения воды через холодильник. По окончании кипячения умягченную воду фильтруют, охлаждают до комнатной температуры.

Провести определение жесткости умягченной воды по методике, описанной в опыте 1. Результаты свести в табл. 2

Таблица 2

Способы умягчения	$V_{тр}$, мл	Остаточная жесткость $J_{ост}$, ммоль/л	Умягчение, % $(J_{общ} - J_{ост})100 / J_{общ}$	Категория воды по жесткости
Кипячение				
Добавление Na_2CO_3				
Добавление Na_3PO_4				
Добавление Na_2SiO_3				
Ионообмен				
Дистилляция				
Содовонатронный метод				

По результатам анализа сделать вывод об эффективности методов умягчения.

Список литературы

1. Кутепов А.М. и др. Общая химическая технология: Учебник для вузов.- 3-е изд., перераб.-М.:ИКЦ «Академкнига», 2007.
2. Бесков В.С. Общая химическая технология: Учебник для вузов.- М.: ИКЦ «Академкнига», 2006.
3. Общая химическая технология и основы промышленной экологии/ Под ред. В.И. Ксензенко.-2-е изд.,стер.- М.: КолосС, 2003.
4. Соколов Р.С. Практические работы по химической технологии: Учебное пособие для студ. высш. учеб. заведений. – М.: Гуманитар.изд. центр ВЛАДОС, 2004.
5. Иванцова Г.В., Федосихина Г.П. Химия воды. Методические указания к самостоятельной подготовке и выполнению лабораторной работы для студентов. – Курган.: Изд-во КГУ, 2000.

Кирова Ольга Николаевна

Анализ и подготовка технической воды

Методические указания к выполнению лабораторной работы
для студентов специальности 020101 «Химия»

Редактор Н.М. Устюгова

Подписано к печати	Формат 60x84/16	Бумага тип. № 1
Печать трафаретная	Усл. печ. л. 0,5	Уч.- изд. л. 0,5
Заказ	Тираж 50	Цена свободная

РИЦ Курганского государственного университета.

640669, г. Курган, ул. Гоголя, 25.

Курганский государственный университет.