Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова»

И.В. Понурко
С.А. Крылова

ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА СТЕКЛОВИДНЫХ ФОСФАТНЫХ КОМПОЗИЦИЙ

*Утверждено Редакционно-издательским советом университета
в качестве практикума*

Магнитогорск
2018

УДК 628.162.7 (075.8)
ББК 38.761.1 я 72

Рецензенты:

кандидат технических наук,
учитель химии
МОУ «Средняя общеобразовательная школа № 8»
г. Магнитогорска
Х.Я. Гиревая

кандидат технических наук,
доцент кафедры стандартизации, сертификации
и технологии продуктов питания,
ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический
университет им. Г.И. Носова»
Л.Г. Коляда

Понурко И.В., Крылова С.А.
Получение и свойства стекловидных фосфатных композиций [Электронный ресурс]: практикум / Ирина Витальевна Понурко, Светлана Александровна Крылова ; ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова». – Электрон. текстовые дан. (1,25 Мб). – Магнитогорск : ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», 2018. – 1 электрон. опт. диск (CD-R). – Систем. требования : IBM PC, любой, более 1 GHz ; 512 Мб RAM ; 10 Мб HDD ; MS Windows XP и выше ; Adobe Reader 8.0 и выше ; CD/DVD-ROM дисковод ; мышь. – Загл. с титул. экрана.

Практикум содержит аналитический обзор стекловидных фосфатных композиций (СФК), научно-исследовательские сведения по получению и свойствам СФК, практикум в виде рабочей тетради, состоящий из шести лабораторных работ, связанных между собой целью получения заданного продукта – СФК и расчетных заданий по составлению шихты.

Практикум составлен в соответствии с рабочими программами по дисциплинам «УИРС», «Проектная деятельность», «Основы технологии химического производства», «Технология химического производства» для направлений подготовки бакалавров 27.03.01, «Общая химическая технология» для направлений подготовки бакалавров 18.03.01.

УДК 628.162.7 (075.8)
ББК 38.761.1 я 72

© Понурко И.В., Крылова С.А., 2018
© ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», 2018

Содержание

ВВЕДЕНИЕ 5
УСЛОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ 6
1. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И СВОЙСТВ СТЕКЛОВИДНОЙ ФОСФАТНОЙ КОМПОЗИЦИИ 7
1.1. Состояние вопроса 7
1.1.1. Структура фосфатного стекла 7
1.1.2. Получение стекловидных фосфатов натрия 10
1.1.3. Способы изготовления фосфатных стекол 11
1.1.4. Обзор научных исследований по СФК 12
1.1.5. Проблема коррозии 18
1.1.6. Проблема солеотложений 21
1.1.7. Методы защиты систем горячего водоснабжения от коррозии и солеотложений 24
1.2 Схемы научных исследований получения и свойств СФК 28
1.2.1. Схемы исследований технологии получения СФК 28
1.2.2. Схемы исследований свойств СФК 29
1.3. Исследование технологии получения СФК 30
1.3.1. Этапы технологии получения СФК 30
1.3.2. Исследование влияния факторов на выход готовой продукции 32
1.3.2.1. Влияние состава СФК на ВП 32
1.3.2.2. Влияние размера частиц и степени однородности шихты на ВП 33
1.3.2.3. Влияние состава на растворимость СФК 33
1.4. Исследование свойств СФК 35
1.4.1. Исследование растворимости опытных образцов СФК при обработке воды из различных источников 35
1.4.2. Исследование степени защиты металлических поверхностей от коррозии 39
1.4.3. Исследование степени защиты любых поверхностей от солеотложений из воды 39
1.4.4. Органолептические свойства воды, обработанной СФК 42
1.4.5. Исследование бактерицидных свойств СФК 42
1.4.6. Исследование скорости процесса развития микрофлоры в водных растворах органических веществ 45
1.4.7. Исследование скорости процесса эвтрофикации в водных растворах органических веществ 47
2. ПРАКТИКУМ ПО ИССЛЕДОВАНИЮ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И СВОЙСТВ СФК 48
2.1. Общие правила безопасной работы в химической лаборатории 48
2.2. Лабораторная работа № 1. Анализ исходных веществ для получения дигидрофосфата кальция 49
2.2.1. Определение содержания оксида кальция в технической извести 50

2.2.2. Определение содержания оксида фосфора (V) в технической фосфорной кислоте 51
2.3. Лабораторная работа № 2. Получение и анализ дигидрофосфата кальция 53
2.3.1. Получение дигидрофосфата кальция 55
2.3.2. Анализ дигидрофосфата кальция на содержание CaO 56
2.4. Лабораторная работа № 3. Изготовление шихты и высокотемпературное получение СФК на основе дигидрофосфата кальция 58
2.4.1. Расчет количества исходных компонентов шихты 59
2.4.2. Приготовление шихты 60
2.4.3. Получение СФК 61
2.5. Лабораторная работа № 4. Уточнение химического состава 62
готовых изделий 62
2.5.1. Определение содержания P_2O_5 в готовом продукте молибденовым методом 62
2.5.2. Определение содержания CaO в готовом продукте 64
2.6. Лабораторная работа № 5. Исследование защитных свойств СФК 66
от коррозии 66
2.6.1. Определение степени защиты от коррозии 67
2.6.2. Визуальная оценка сплошности и коррозионной стойкости фосфатных покрытий на стальных изделиях 72
2.7. Лабораторная работа № 6. Исследование защитных свойств СФК 74
от солеотложений 74
3. РАСЧЕТНЫЕ ЗАДАНИЯ 79
Цель расчетных заданий: научиться рассчитывать состав шихты для получения СФК с различным соотношением компонентов. 79
3.1. Примеры расчетов 80
3.2. Расчетные задания 82
3.2.1. Определение массовых долей оксидов в готовом продукте по известной массе оксида натрия и соотношению оксидов натрия и кальция 82
3.2.2. Определение состава шихты для получения СФК по заданной массе готового продукта и содержанию оксидов натрия, кальция и фосфора (V) в готовом продукте 82
КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ 84
ЗАКЛЮЧЕНИЕ 85
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК 86
ПРИЛОЖЕНИЕ 91
Таблица П1 Факторы пересчета (аналитические множители) 91

ВВЕДЕНИЕ

Стекловидная фосфатная композиция (СФК) различных составов запатентована авторами настоящего практикума и предназначена для комплексной защиты металлических и неметаллических поверхностей от коррозии, солеотложений и развития микрофлоры в водных растворах органических веществ, и может быть использована для обработки воды в системах водоснабжения, подземных скважин и бытовых нагревательных приборов.

Широкое использование воды в промышленности и в быту требует особого подхода к проблемам повышения надежности систем трубопроводов и качества воды. Основными причинами нарушения работоспособности этих систем являются: коррозионное разрушение стенок труб, уменьшение проходных отверстий в них из-за отложения растворенных в воде солей жесткости, биологическое обрастание сетей и сооружений систем водоснабжения, развитие микрофлоры на рабочих поверхностях. В результате происходит быстрый износ труб, ухудшается качество воды, возрастают гидравлические потери, повышается расход воды за счет «утечек».

Для решения данных проблем, существуют различные методы защиты систем водоснабжения. Эффективным способом решения указанных выше проблем является химическая обработка воды ингибиторами. Наиболее удачной в качестве ингибитора коррозии и солеотложений на основе фосфатов является СФК, опытные образцы которой получены в условиях кафедры физической химии и химической технологии ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова» и запатентованы.

Технология получения СФК - сложный процесс, т.к. необходимо получить продукт с тщательно подобранными составами компонентов.

В практикуме приведены результаты исследований факторов, влияющих на технологию получения и свойства СФК, лабораторный практикум, который включает лабораторные работы, посвященные получению, анализу и исследованию свойств СФК, расчетные задания по приготовлению шихты для получения СФК. Лабораторный практикум выполнен в виде рабочей тетради, в которую студент может записывать наблюдения, результаты расчетов, табличные данные, как в лабораторный журнал, и делать выводы по работе.

Целью данного практикума является ознакомление студентов с основами расчета составов, технологии получения СФК, одного из компонентов исходного сырья и исследование свойств СФК, результаты которого можно использовать в учебно-исследовательской и проектной деятельности. При выполнении лабораторных работ решаются следующие практические задачи: анализ исходного сырья; получение одного из исходных компонентов сырья; расчет и получение шихты для получения СФК заданного состава; высокотемпературное получение СФК заданного состава; уточнение химического состава готового продукта; исследование защитных свойств СФК

от коррозии и солеотложений; исследование новых защитных свойств СФК; разработка проектов нормативной и технической документации.

УСЛОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

Ниже приводятся сокращения, аббревиатуры, условные обозначения величин, встречающихся в практикуме и их единицы измерения, выраженные через соответствующие единицы международной системы (СИ). Конкретная принадлежность величин к какому-либо веществу, процессу, системе и т.д. поясняется в тексте.

Условные обозначения величин и единиц

$Ж_{общ}$ – общая жесткость, моль-экв/$м^3$;
T (t) – температура, К (^{0}C)*;*
V – объем, $м^3$;
m – масса, кг;
n - количество вещества, моль;
$C_{экв}$ - молярная концентрация эквивалента вещества, моль-экв/$м^3$;
$M_{экв}$ - молярная масса эквивалента вещества, кг/кмоль-экв;
S – растворимость СФК, мг/$дм^3$ (г/$см^3$) (т/$м^3$);
$F_{A/B}$ - фактор пересчета массы вещества А по веществу В;
T (тр./Fe) – титр трилона Б по железу, г/$см^3$;
pH – водородный показатель;
°T – кислотность молока по шкале Тернера.

Сокращения

СФК – стекловидная фосфатная композиция;
ГВС – горячее водоснабжение;
ВП – выход продукции;
АМБ – аммиачный буферный раствор;
ЭДТА – этилендиаминтетрауксусная кислота;
трилон Б – торговое название ЭДТА;
ЩМ – щелочные металлы;
ЩЗМ – щелочно-земельные металлы;
ТЭН - трубчатые электронагреватели;
ДГФСа – дигидрофосфат кальция;
ДГФNa – дигидрофосфат натрия;

ТПФNa – триполифосфат натрия;

ГМФNa – гексаметафосфат натрия;

ОК – основной компонент;

МД – модифицирующая добавка;

N – модифицирующая добавка «ноу-хау»;

АН СССР – Академия наук Союза Советских Социалистических Республик;

Ме – металл;

МНЛЗ – машина непрерывного литья заготовок;

ООО «КомПас-МГТУ» - малое инновационное предприятие, созданное на базе патента СФК;

Ст3 - марка стали низкоуглеродистой конструкционной обыкновенного качества;

МФК – модернизированная фосфатная композиция;

ТЭЦ – теплоэлектроцентраль;

КПД – коэффициент полезного действия;

СанПиН – санитарные правила и нормы;

ЖКХ – жилищно-коммунальное хозяйство.

1. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И СВОЙСТВ СТЕКЛОВИДНОЙ ФОСФАТНОЙ КОМПОЗИЦИИ

1.1. Состояние вопроса

1.1.1. Структура фосфатного стекла

Стекловидная фосфатная композиция (СФК), запатентованная авторами настоящего учебного пособия [1-3], является разновидностью фосфатного стекла.

Согласно определению Комиссии по терминологии АН СССР (1932 г.): «Стеклом называются все аморфные тела, получаемые путем переохлаждения расплава независимо от их состава и температурной области затвердевания и обладающие в результате постепенного увеличения вязкости механическими свойствами твердых тел, причем процесс перехода из жидкого состояния в стеклообразное должен быть обратимым» [4].

По типу неорганических соединений различают следующие классы стекол: элементарные, галогенидные, халькогенидные, оксидные, металлические, сульфатные, нитратные, карбонатные и др.

Оксидные стекла представляют собой обширный класс соединений. Наиболее легко образуют стекла оксиды SiO_2, GeO_2, B_2O_3, P_2O_5.

Компоненты стекла, способные самостоятельно образовывать структурную непрерывную сетку, такие, как SiO_2, B_2O_3, P_2O_5 и другие, принадлежат к группе ***стеклообразователей.*** Компоненты стекла, не способные самостоятельно образовывать структурную непрерывную сетку, называются ***модификаторами***.

Каждый из стеклообразующих оксидов может образовать стекла в комбинации с промежуточными или модифицирующими оксидами. По виду стеклообразующего оксида стекла подразделяют на силикатные, боратные, фосфатные, германатные и т.д.

Пространственная структура фосфатных стекол может состоять из колец различного размера, образованных чередующимися атомами фосфора и кислорода, лент или цепочек из тетраэдров [PO_4^{3-}] (рис.1.1).

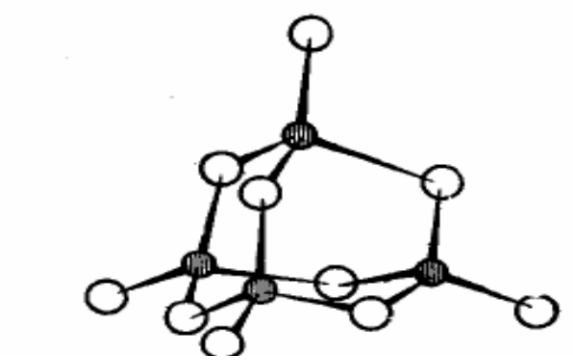

Рис.1.1. Схематическая структура молекулы P_4O_{10}
в парообразном состоянии

Один из атомов кислорода тетраэдра не может участвовать в образовании связи с другими компонентами структуры из-за наличия двойной связи фосфор - кислород. В структуре фосфатных стекол мостиковыми могут быть только три атома кислорода фосфор-кислородного тетраэдра (рис. 1.2).

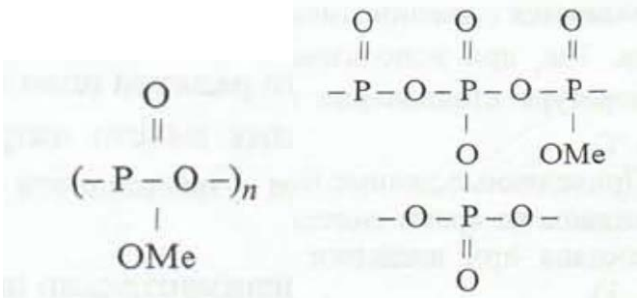

Рис. 1.2. Химическая структура линейных и разветвленных фрагментов каркаса фосфатного стекла: Me - одновалентный щелочной металл (Li, K, Na)

Свойства стекол определяются, в первую очередь, их химическим составом, изменяя который можно регулировать свойства (растворимость,

прозрачность, показатель преломления, диэлектрическую проницаемость и др.) в нужном направлении.

Стекла делят на природные и искусственные.

Природными являются стекла, полученные в процессе деятельности вулканов, например, обсидиановое стекло.

Искусственными являются все стекла, полученные в результате деятельности человека. В свою очередь, искусственные стекла бывают органическими и неорганическими. Органические стекла (пластмассы) изготавливают на основе продуктов органического происхождения, например, смол. Органическое стекло не нашло широкого распространения из-за:

- недостаточно высокой прозрачности;
- малой долговечности;
- низкой химической устойчивости.

Неорганическое стекло изготавливают из неорганических материалов. В зависимости от стеклообразующего материала, на основе которого изготавливают стекло, выделяют следующие виды стекла:

- силикатное, получаемое на основе двуокиси кремния SiO_2;
- боратное — на основе окиси бора B_2O_3;
- боросиликатное — на основе B_2O_3 и SiO_2;
- фосфатное — на основе фосфорного ангидрида P_2O_5.

Все виды стёкол при формировании преобразуются в агрегатном состоянии — от чрезвычайной вязкости жидкого до так называемого стеклообразного — в процессе остывания со скоростью, достаточной для предотвращения кристаллизации расплавов, получаемых плавлением сырья (шихты) [5]. Температура варки стёкол, от 300 °С до 2500 °С, определяется компонентами этих стеклообразующих расплавов (оксидами, фторидами, фосфатами и других).

Одним из типов стекол на которые стоит обратить особое внимание, используемых в различных отраслях промышленности, являются фосфатные стекла. Для получения этого типа стекла используют соединения фосфора (фосфаты) и оксиды.

Фосфатное стекло представляет собой прозрачные, бесцветные или слабоокрашенные твердые грануляты (сферы, полусферы и т.п.), обладающие ограниченной растворимостью в воде [6].

На основе фосфатных стекол созданы лазерные, дозиметрические, цветные, увиолевые и другие типы оптических материалов, а также стеклообразные удобрения пролонгированного действия, обладающей регулируемой скоростью растворения и имеющей в своем составе микроэлементы, необходимые для питания растений.

Свойства фосфатных стекол определяются их химическим составом, который можно изменять и тем самым регулировать различные свойства в

нужном направлении, а именно: растворимость, прозрачность, показатель преломления, диэлектрическую проницаемость и др. [7].

1.1.2. Получение стекловидных фосфатов натрия

Фосфаты натрия - группа неорганических соединений, солей фосфорных кислот. Фосфаты натрия (ортофосфорной, пирофосфорной, полифосфорных, метафосфорной, ультрафосфорных), включающая:

- соли (ортофосфат Na_3PO_4, пирофосфат $Na_4P_2O_7$, дигидрофосфат NaH_2PO_4, гидрофосфат Na_2HPO_4 и др.);

- их кристаллогидраты ($NaH_2PO_4 \cdot H_2O$, $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$, $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ и др.);

- конденсированные фосфаты (содержат группу (PO_3));

- циклические полифосфаты $(NaPO_3)_n$.

Фосфаты натрия представляют собой белый или стекловидный кристаллический порошок, хорошо растворяющийся в воде, гигроскопичный на воздухе. Раствор соли в воде имеет ярко выраженную сильнощелочную реакцию. Соли хорошо выдерживают нагревание до высоких температур: начиная с 250 °С кристаллическое вещество плавится, но не разлагается.

В монографии [8] рассмотрено получение стекловидных фосфатов натрия в области составов, расположенной между метафосфатом ($Na_2O \cdot P_2O_5$) и тетраполифосфатом (1,5 $Na_2O \cdot P_2O_5$). В лаборатории исходные материалы плавят обычно в платиновом тигле при температурах, несколько ниже 1000 ^oC. Затем сплав выливают на охладительную пластину, изготовленную из меди или другого металла с хорошей теплопроводность.

Чтобы получить стекло, отвечающее составу триполифосфата, необходимо быстро поместить расплав между двумя охладительными пластинами и затем немедленно прижать их одна к другой [8]. В этом случае охладительные пластины должны быть изготовлены из толстых листов меди или серебра.

Приготовление стекловидных фосфатов, содержащих больше Na_2O, чем это отвечает составу триполифосфата, следует осуществлять методами, предусматривающими значительно более быстрое охлаждение, чем при обычных способах закалки.

Из-за того, что стекловидные фосфаты натрия состоят из смеси Na_2O и P_2O_5 и содержат только следы других ингредиентов, то для их получения можно использовать любое сырье, нагревание которого приводит к образованию только Na_2O и P_2O_5.

Конечные вещества должны казаться аморфными при рентгеновском исследовании и не должны содержать очень мелких кристаллов [8]. Эти условия достигаются, если свежеприготовленное стекло является совершенно прозрачным и чистым. Помехой к выдерживанию стекол в расплавленном

состоянии является их агрессивность даже по отношению к платине, в течение длительного времени.

1.1.3. Способы изготовления фосфатных стекол

Традиционная технология получения стекол включает переохлаждение расплава до твердого состояния без кристаллизации. На этом способе основана мировая промышленная технология производства стекла.

В химической технологии стекла известны различные способы производства фосфатных стекол.

Согласно патенту [9], в процессе получения фосфатных стекол, которые имеют состав P_2O_5, Na_2O, CaO, Al_2O_3, причем содержание P_2O_5 составляет 45 - 50 %, производят нагрев водной суспензии шихты до температуры плавления для получения чистых расплавленных масс, после чего производят быстрое охлаждение для получения вышеуказанных фосфатных стекол. Водная суспензия шихты готовится усовершенствованным методом, путем добавления оксида кальция в кислый фосфат, обладающий эффективной концентрацией (50 - 75 %) фосфорной кислоты, затем добавляют Na_2O и Al_2O_3, в результате чего получается однородная, текучая, невязкая смесь, являющаяся водной суспензией для данных фосфатных стекол, которая легко перекачивается в печь. Показатели P_2O_5 составляют 46,5 - 48,5 %. В эту смесь добавляется алюминий в виде однородной водной смеси, не содержащей комков и мелких твердых частиц.

Недостатками способа [9] является получение нестабильной, неоднородной, склонной к расслоению шихты, например, допустимые отклонения в содержании P_2O_5 составляют (±10 %). При отсутствии перемешивания твердые частицы оседают на дно сосуда, что влечет за собой неоднородность и значительное изменения состава и свойств стекломассы.

Этот недостаток усугубляется еще и тем, что небольшие изменения в количестве добавок, таких, например, как оксид алюминия, оказывает большое воздействие на физические свойства полученного стекла. Из этого следует, что даже малейшие нарушения однородности шихты ведет к серьезным изменениям свойств конечного продукта.

Другим техническим решением является способ получения фосфатных стекол [10], осуществляемый путем загрузки в печь шихты в виде раствора солей и гидроокисей металлов в ортофосфорной кислоте с последующей термообработкой. Отличие этого метода заключается в том, что для повышения производительности процесса, увеличения срока службы огнеупоров и увеличения выхода продукции, а также улучшения условий труда перед растворением в ортофосфорной кислоте осуществляют приготовление водных растворов каждой соли и гидроокиси металла. Данный способ отличается еще и тем, что с целью повышения стабильности шихты концентрация каждого

компонента в водном растворе в 114,6 раза меньше концентрации соответствующего насыщенного раствора при 20 °С.

Необходимость работы с жидкой шихтой на основе фосфорной кислоты или использование крайне гигроскопичного и летучего пятиоксида фосфора является существенным недостатком при получении фосфатных стекол. Также осуществлялись попытки применения моно-аммоний-фосфата в качестве шихтного материала, которые дали отрицательные результаты из-за возникающих в данном случае восстановительных условий, кристаллизации стекломассы и выделения летучих фосфинов.

Из-за медленного химического взаимодействия тугоплавких компонентов шихты (оксидов кальция, магния, ортофосфатов, оксидов переходных металлов с фосфорной кислотой) в процессе высокотемпературного синтеза, который необходим для достижения метафосфатной структуры расплава, происходит увеличение времени варки и повышения температур до 1350 °С. Это существенно увеличивает летучесть компонентов и делает технологический процесс экологически вредным и опасным для обслуживающего персонала.

Стоит принять во внимание, что для синтеза фосфатных стекол используются водные концентрированные (75 - 86 мас. %) растворы ортофосфорной кислоты H_3PO_4. Потребность в испарении воды, в процессе варки стекла, ведет не только к пенообразованию в расплаве, но и существенно повышает энергозатраты при производстве, которые достигают 40 кДж на 1 кг готового стекла.

Вследствие этих причин производство фосфатных стекол не может осуществляться на серийных стекольных заводах, т.к. требует наличие специализированных шихтовальных участков и дополнительных мер защиты персонала.

1.1.4. Обзор научных исследований по СФК

Использование СФК позволило в несколько раз снизить коррозионную активность воды и уменьшить количество солеотложений из примесей воды на внутренних поверхностях элементов систем водоснабжения [11 - 26].

Применение СФК для защиты водо-несущих поверхностей от коррозии и солеотложений имеет следующие преимущества:

- эффект защиты элементов систем водоснабжения (водоотведения) от коррозии и солеотложений достигается даже при небольших концентрациях ее в воде;

- достижение ограниченной (необходимой) растворимости в воде задается уже на этапе изготовления композиции в зависимости от свойств обрабатываемой воды, ее планируемого расхода и температуры;

- использование СФК не требует дополнительных дозирующих устройств;

- экономическая эффективность значительно выше по сравнению с другими ингибиторами, с учетом того, что она изготавливается из недорогих, недефицитных, доступных компонентов, а главное, при малой ее концентрации в воде (не более 20 г/м^3 для технической воды, не более 5 г/м^3 для пожарно-питьевой воды) и при массовом производстве композиции возможно снижение ее стоимости. В настоящее время при полупромышленном производстве стоимость 1 кг композиции составляет не более $10;

- композиция экологически безопасна, негорюча, невзрывоопасна, удобна в применении, так как готовый продукт представляет из себя прозрачное, бесцветное, твердое вещество без запаха, которому в процессе изготовления может быть придана любая форма (сферы, полусферы, кусочки, дробь и т.п.) по желанию заказчика;

- водные растворы СФК имеют нейтральную реакцию среды;

- улучшает минеральный состав воды за счет вводимых с композицией катионов натрия, кальция, магния и некоторых других;

- сравнительные лабораторные и полупромышленные исследования показали, что агрессивность воды, обработанной СФК, снижается в 3 - 5 раз, а количество солеотложений - в 5 - 7 раз по сравнению с водой без композиции.

Регулируемая растворимость СФК (от 0,03 до 15 масс. % в сутки) позволяет использовать ее для различных целей. Например, малорастворимые образцы пригодны для прямой обработки горячей воды (до 100 - 120 $^{\circ}$C); хорошо растворимые образцы могут быть использованы для кратковременной обработки воды, проходящей по трубопроводам, стенки которых зашлакованы образовавшимся слоем накипи с вкраплениями продуктов коррозии; среднерастворимые образцы могут быть использованы для обработки холодной воды (до 30 $^{\circ}$C), которую при необходимости затем можно подать в систему горячего водоснабжения.

Защитное действие СФК было исследовано в системах охлаждения индукторов кузнечно-прессового цеха ОАО «ММК-МЕТИЗ» и на элементах форсунок охлаждающей системы и стальной части кристаллизатора машин непрерывного литья заготовок (МНЛЗ).

В практике непрерывной разливки стали в зоне вторичного охлаждения МНЛЗ существует проблема забивания форсунок, подающих на поверхность слитка распыленную воду, солями жесткости, что приводит к искажению температурного поля заготовки.

Защитное действие СФК обусловлено образованием на поверхности охлаждающих систем тонкой, эластичной фосфатной пленки с высокой степенью сплошности, обладающей высокими прочностными и адгезионными свойствами. Кроме того, при введении композиции в воду, содержащую ионы кальция, магния и других металлов, длинноцепочечные фосфат-анионы препятствуют слипанию микрочастиц солей жесткости в более крупные кристаллы, что предотвращает осаждение их на поверхности в виде накипи.

Анализ состояния оборудования в кузнечно-прессовом цехе показал, что частота выхода из строя индукторов в значительной степени зависит от состава охлаждающей воды. Исследования проводились на индукторах типа А-316, МВ-53, средняя частота выхода из строя которых составляла три раза в месяц.

Визуальный анализ разрушенных звеньев индуктора показал, что на внутренней поверхности змеевика имеются отложения серо-белого цвета, а на отдельных участках видны блестящие капли расплавленной меди.

Эффективность применения СФК оценивали по частоте выхода из строя индукторов МВ-53 и А-316 до начала эксперимента и после введения препарата по данным из цехового журнала регистрации индукторов, поступающих на ремонт.

Введение СФК в охлаждающую оборотную воду позволило увеличить срок службы исследованных индукторов в 1,8 - 3 раза. Действие СФК направлено не только на защиту поверхностей от новых солеотложений, но и на устранение ранее образовавшихся отложений.

Для исследования антинакипных свойств СФК в условиях ООО «КомПас-МГТУ» были проведены следующие эксперименты. В водонагреватель объемом 100 дм^3 подавали холодную воду, которая предварительно проходила через контейнер с композицией. Концентрация СФК в воде после контейнера составляла около 5 мг/дм^3, что регулировалось массой и растворимостью СФК. Для сравнения проводили испытания с водой без СФК.

Общий расход воды в каждом испытании составил 500 дм^3. Испытанию подвергали воду из источников с разным значением жесткости: 7,00 моль/м^3 и 15,00 моль/м^3. Холодная вода поступала в водонагреватель, нагревалась в автоматическом режиме до 90 $^\circ$С и выдерживалась при этой температуре 2 ч. После чего отбирали пробы воды для определения ее жесткости. После прохождения 500 дм^3 воды через водонагреватель, сливали из него оставшуюся воду, снимали образовавшуюся накипь, сушили, взвешивали ее, проводили химический анализ и определяли остаточную жесткость воды.

По результатам эксперимента сделаны следующие выводы:

- при обработке воды средней жесткости (жесткость общая 7,00 моль/м^3) СФК антинакипная защита по массе суммы оксида кальция и оксида магния повышается в 5,2 раза по сравнению с водой без СФК;

- при обработке жесткой воды (жесткость общая 15,00 моль/м^3) СФК антинакипная защита повышается всего лишь в 2 раза по сравнению с водой без СФК, т.е. антинакипное действие СФК в жесткой воде менее эффективно, чем в воде средней жесткости.

Антикоррозионные свойства СФК определяли по следующей методике. Приготовили пять модельных водных растворов с различным содержанием СФК (в пересчете на оксид фосфора (V)). В водные растворы при комнатной температуре поместили пластины из низкоуглеродистой стали марки Ст3. Стальные пластины подготовили таким образом, чтобы они имели одинаковые площади поверхности и одинаковые массы.

Одну из пластин для сравнения результатов испытания погрузили в воду без СФК. Через семь суток определили коррозионную активность всех растворов по содержанию в них железа. Скорость коррозии определяют, как отношение массы прокорродировавшего железа на 1 $см^2$ площади стальных пластин за время испытаний.

Подобный эксперимент был проведен также с отрезками водопроводных труб. Подготовленные растворы с содержанием СФК от 0,2 до 10,0 $мг/дм^3$ подогревали до температуры 60±1 °С, что соответствует средней температуре горячей воды, подаваемой населению.

В горячие растворы погружали образцы водопроводных труб из малоуглеродистой стали. Для ускорения коррозионного процесса к образцам труб подсоединяли медные пластины. Величину возникающего за счет гальвано-эффекта тока регулировали реостатом.

С помощью магнитной мешалки осуществляли вращение воды, что имитировало прохождение воды через сетевой трубопровод. Продолжительность испытания каждого образца составила 2 ч.

По результатам проведенных испытаний сделаны следующие выводы:

- скорость коррозии уменьшается при увеличении концентрации СФК в обрабатываемой воде;

- скорость коррозии в присутствии СФК (в интервале концентраций фосфатов 2 - 5 $мг/дм^3$) уменьшается в 3 - 4 раза. Увеличение концентрации фосфатов выше 5 $мг/дм^3$ недопустимо для пожарно-питьевой воды по СанПиН 2.1.4.1074-01 [27].

СФК была испытана для защиты систем охлаждения индукторов, что привело к увеличению срока службы индукторов в 2 - 3 раза. Действие СФК испытано в дистилляционной лабораторной установке. Показано, что количество солеотложений в присутствии СФК заметно уменьшается, что позволяет увеличить объем дистиллируемой воды до момента чистки дистиллятора в 2,0 - 2,5 раза.

Предварительные лабораторные и полупромышленные испытания СФК показали, что:

- эффективность СФК заключается в снижении агрессивности горячей воды, уменьшении отложений жесткости (накипи) на внутренних поверхностях систем водоснабжения. Уменьшилось число заявок от населения на ремонт систем водоснабжения почти в 2 раза;

- регулярные испытания, проведенные санитарно-эпидемиологическими службами города, показали, что качество воды, обработанной СФК, не ухудшается;

- скорость коррозии в присутствии СФК (в интервале концентраций фосфатов 2 - 5 $мг/дм^3$) уменьшается в 3 - 4 раза. Увеличение концентрации фосфатов выше 5 $мг/дм^3$ недопустимо для пожарно-питьевой воды по СанПиН 2.1.4.1074-01 [27];

- СФК снижает скорость образования накипи в 6 - 9 раз;

- СФК может быть использована для обработки воды с целью защиты от коррозии и накипи не только металлических поверхностей промышленных агрегатов, но и бытовых и лабораторных приборов и установок.

В результате химического анализа воды, обработанной и необработанной СФК, сделан вывод, что состав воды по всем показателям, включая жесткость, остается практически постоянным, а содержание введенных дополнительно фосфатов не превышает нормы для пожарно-питьевой воды.

В авторской работе [23] исследована СФК с модифицирующей добавкой «N» и сделаны выводы:

- доказана саморегулируемость растворимости СФК-N в воде;

- модифицированная СФК-N обладает бактерицидными свойствами;

- процесс эвтрофикации воды замедляется в присутствии СФК-N по сравнению с необработанной водой.

В авторской работе [24] представлены результаты исследования органолептических свойств воды и водных растворов по стандартизованной методике в соответствии с национальным стандартом. Органолептические показатели воды, обработанной СФК, улучшаются. Из полученных результатов сделали выводы:

- мутность воды, обработанной СФК, меньше чем водопроводной и даже дистиллированной, взятой для сравнения;

- при повышении концентрации СФК в воде от 2,0 мг/дм^3 до 8,0 мг/дм^3 мутности воды уменьшается;

- мутность воды, обработанной СФК, не превышает нормативы по СанПиН 2.1.4.1074-01 [27].

В работе [25] сделан обзор по СФК за последние 10 лет. Показано, что актуальным направлением устранения проблем водопользования в Российской Федерации и удовлетворения потребностей потребителей в водных ресурсах путем рационализации их использования и воспроизводства является внедрение инновационных технологий в систему водоснабжения в агропромышленном и жилищно-коммунальном хозяйстве, промышленности и обеспечение повышения качества водных ресурсов и их экологического состояния.

Для решения задачи улучшения качества пожарно-питьевой воды и защиты элементов систем водоснабжения и водоотведения от коррозии и солеотложений (накипи) на кафедре физической химии и химической технологии разработана и запатентована СФК [1-3] и проводятся исследования по химической обработке воды СФК и ее влияния на показатели качества воды.

СФК предназначена для обработки пожарно-питьевой воды в системах водо-, теплоснабжения и водоотведения ЖКХ города, промышленных предприятий, водонагревательных приборов, индивидуального сектора. СФК экологически безопасна и соответствует СанПиН 2.1.4.1074-01 [38], предъявляемым к пожарно-питьевой воде.

Химический метод обработки воды СФК хорошо зарекомендовал себя в лабораторных и полупромышленных испытаниях. Исследования показали, что агрессивность воды, обработанной СФК, снижается в 3 - 5 раз, а количество солеотложений - в 5 - 7 раз по сравнению с водой без обработки [25-26].

Состав СФК варьируется в широких пределах в зависимости от свойств обрабатываемой воды, ее температуры, расхода и др. и постоянно модернизируется за счет использования новых компонентов шихты и модифицирующих добавок [28 - 29], что приводит к появлению новых свойств и расширения спектра применения СФК.

В результате проведенных исследований влияния СФК на показатели качества воды доказаны саморегулируемость растворимости СФК в воде (не требует дозирующих устройств), улучшение органолептических показателей воды, обработанной СФК, бактерицидных свойств СФК, замедления процесса эвтрофикации («цветения») воды в присутствии СФК.

В авторской работе [26] проведено исследование бактерицидных свойств СФК. Доказано, что обработка водных растворов различных веществ СФК приводит не только к замедлению процессов коррозии и отложения солей (накипи) на элементах систем водоснабжения, но, и к ингибированию активности бактерий, развивающихся на различных поверхностях (труб, плитки и др.), что позволяет расширить спектр применения СФК и использовать ее бактерицидные свойства для самоочищения указанных поверхностей от бактерий, присутствующих в биологических загрязнениях.

В авторской работе [30] исследована возможность улучшения качества «подпиточной» воды путем введения в нее раствора СФК запатентованных составов СФК-1 [2] и СФК-2 [3] для обработки образцов воды, поступающей в ТЭЦ ПАО «ММК»: исходная с 9-й насосной; исходная с 16-й насосной; умягченная с 9-й насосной методом натрий-катионирования (НК) после 1-й ступени очистки; умягченная с 9-й насосной методом НК после 2-й ступени очистки. В ходе исследований выявили, что обработка «подпиточной» воды растворами СФК снижает ее коррозионную активность в 1,5-2 раза, количество солеотложений - в 3 - 4 раза, а на поверхности испытуемых металлических пластин не обнаружены следы коррозии и солеотложений. Доказана целесообразность обработки «подпиточной» воды растворами СФК для увеличения срока службы элементов водоотопительных систем.

Таким образом, обзор статей по СФК за последние 15 - 18 лет показал, что она успешно прошла лабораторные и полупромышленные испытания на объектах в области защиты систем водоснабжения и водоотведения от коррозии и солеотложений. Химическая обработка воды СФК перед подачей ее в системы водоснабжения и водоотведения обеспечивает их комплексную защиту от коррозии, солеотложений (накипи) и образования биопленки, а также позволяет значительно повысить качество обрабатываемой воды, сохраняя при этом ее исходный минеральный состав.

В настоящее время ведется поиск новых сфер применения СФК для непосредственной обработки питьевой воды.

1.1.5. Проблема коррозии

Коррозия (от лат. corrosio — разъедание) — это самопроизвольное разрушение металлов и их сплавов в результате химического или физико-химического взаимодействия с окружающей средой [31].

Коррозия в зависимости от механизма реакций, протекающих на поверхности металла, подразделяется на химическую и электрохимическую.

Химическая коррозия представляет собой процесс разрушения металла при взаимодействии с сухими газами (газовая коррозия) или жидкими не электролитами (коррозия в не электролитах) по законам химических реакций и не сопровождается возникновением электрического тока. Продукты коррозии в этом случае образуются непосредственно на всем участке контакта металла с агрессивной средой. Электрохимическая коррозия (коррозионное разрушение) возникает под действием коррозионно-активной среды, разнообразна по характеру, вызывает большинство коррозионных разрушений трубопроводов и оборудования. Электрохимическая коррозия протекает с наличием двух процессов — катодного и анодного.

При длительной эксплуатации трубопроводов, защищенных только изоляционным покрытием, возникают сквозные коррозионные повреждения уже через 5—8 лет после укладки трубопроводов в грунт вследствие почвенной коррозии, так как изоляция со временем теряет прочностные свойства и в ее трещинах начинаются интенсивные процессы электрохимической коррозии. Суть процессов электрохимической коррозии заключается в следующем.

В работе [32] отмечено, что к горячему водоснабжению (ГВС) относятся установки и системы, в которых вода нагревается и подается к водозаборным кранам потребителей. Нагретая вода (преимущественно до температуры 60 - 75 °С) используется для хозяйственно-бытовых, коммунальных, лечебных и производственных целей в жилых, общественных и производственных зданиях и помещениях.

Обладая некоторыми свойствами, присущими и системам холодного водоснабжения (в частности, применение воды питьевого качества, непосредственный и безвозвратный расход воды), системы ГВС имеют свою специфику. Она заключается в конструктивных особенностях установок для приготовления воды, в температурных режимах работы систем, применяемых материалах при конструировании системы и отдельных элементов, в режимах разбора воды и ее течения в трубах. Наконец, очень большое значение для нормальной работы систем ГВС имеет солевой состав воды, влияющий на ее коррозионные и накипеобразующие свойства.

Для теплоснабжения городов обычно применяются двухтрубные водяные системы, состоящие из подающей и обратной линии. По способу

приготовления воды на ГВС водяные системы теплоснабжения подразделяются на закрытые и открытые. В закрытых и открытых системах теплоснабжения используется вода из хозяйственно-питьевого водопровода, отвечающая требованиям ГОСТ Р 51232-98 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества [33].

В открытой системе для ГВС непосредственно используется сетевая вода, как отмечается в работе [32], являющаяся одновременно теплоносителем для систем отопления и вентиляции. В этой системе теплоснабжения «подпиточная» вода, компенсирующая водозабор у потребителей, подготавливается централизованно на ТЭЦ или котельных, и предварительно проходит водоподготовку.

В закрытой системе теплоснабжения водопроводная вода, поступающая в установки ГВС, нагревается сетевой водой в поверхностных водо-водяных подогревателях, размещаемых на тепловых подстанциях. Сетевая вода используется только в качестве теплоносителя и из сети не отбирается. Трубки водоподогревателей изготавливаются в основном из, содержащих медь, сплавов. Гидравлическая изолированность нагреваемой водопроводной воды от воды, циркулирующей в тепловой сети, является преимуществом закрытой системы, так как обеспечивает стабильное качество горячей воды, поступающей потребителю. Недостатком открытых систем теплоснабжения является в ряде случаев нестабильное качество воды у потребителей по органолептическим показателям (цветность, периодически возникающий запах).

Основной недостаток систем ГВС при закрытой схеме теплоснабжения - низкая долговечность, связанная, как правило, с работой на водах с высокой коррозионной активностью. Важным преимуществом ГВС с непосредственным водозабором из тепловой сети (открытые системы) является централизованная противокоррозионная (деаэрация) и противонакипная (умягченная) обработки водопроводной воды на ТЭЦ или в котельной. При этом, если количество «подпиточной» воды соответствует производительности водоподготовительного и деаэрационного оборудования, стальные трубопроводы открытых систем теплоснабжения подвергаются незначительной коррозии и не нуждаются в специальных способах защиты. Однако, следует учитывать, что при нарушении деаэрационного режима возможна интенсивная коррозия труб.

Наиболее металлоемкой частью системы ГВС, особенно при присоединении к тепловой станции, обслуживающей группы домов, являются внутриквартальные магистрали и внутридомовая разводка, выполняемые часто из стальных труб без защитных покрытий. Срок службы коммуникаций из стальных труб без защитных покрытий в системах ГВС при закрытой схеме теплоснабжения колеблется в зависимости от различных факторов от одного года до 10 лет.

Эти трубопроводы подвержены значительному зарастанию продуктами коррозии, что приводит к снижению пропускной способности коммуникаций, росту гидравлических потерь и нарушениям в подаче горячей воды, особенно на верхние этажи зданий при недостаточных напорах городских водопроводов.

Интенсивная коррозия сетей ГВС вызывает утечку воды из-за возникновения свищей. Следствием этого являются частые замены внутренних (в домах) и внешних коммуникаций, нарушающие благоустройство городских территорий внутри кварталов в жилых домах и общественных зданиях, обуславливающие перерывы в подаче горячей воды большому количеству потребителей при выходе из строя головных участков трубопроводов ГВС.

Кроме того, коррозия трубопроводов ГВС при совместной прокладке их с разводящими сетями отопления может вызывать интенсивную внешнюю коррозию отопительных коммуникаций, обусловленную действием вытекающей из свищей горячей воды. При этом возникают большие трудности в обнаружении аварийных мест, неизбежно приводящие к большому объему земляных работ и ухудшению благоустройства жилых районов.

В результате при низких начальных капитальных затратах на сооружение систем ГВС из стальных труб эксплуатационные расходы, связанные с частой перекладкой и ремонтом коммуникаций ГВС, становятся несоизмеримо более высокими по сравнению с трубопроводами отопления и холодного водоснабжения.

В системах ГВС используются трубы из малоуглеродистой стали. К состоянию поверхности, механическим свойствам этих труб не предъявляют специальных требований. В большинстве случаев поверхность стальных труб покрыта окалиной, образующейся в процессе их производства. Окалина состоит из различных окислов железа и является электронно-проводящей. Она содержит трещины и поры. Было установлено, что окалина имеет контакт не по всей поверхности трубы. Это является следствием ее отслаивания. Отслаивание окалины приводит к образованию щелей. Наличие дефектов в структуре окалины, недостаточное ее сцепление с поверхностью труб приводят к тому, что она практически не защищает сталь от коррозии при контакте с водой. В дефекте окалины происходит интенсивное местное нарушение металла, что может вызвать образование язв и свищей. Наличие дефектов в окалине в пять раз ускоряет язвенную коррозию (глубокое поражение на ограниченной площади) стали в начальный период по сравнению со сталью без окалины. Через несколько лет эффект ускорения будет равен примерно двум.

Коррозию углеродистой стали в горячей воде обусловливают те же факторы, что и в холодной, однако скорость коррозии с повышением температуры значительно возрастает. Известно, что скорость химических реакций с повышением температуры на 10 °С удваивается или утраивается.

Следует сказать и о влиянии pH на коррозионный процесс. В холодной воде в широком диапазоне pH 5 - 9 скорость коррозии мало зависит от его величины. В горячей воде этот диапазон резко уменьшается. При температуре

60 °С и выше наблюдается прямая зависимость между скоростью коррозии и pH, даже небольшие его изменения влияют на скорость коррозии.

В системах ГВС для внутридомовой разводки стали применяться медные трубы, которые подвержены коррозии в значительно меньшей степени, чем оцинкованные. Свищи из-за точечной коррозии на медных трубах встречаются крайне редко. Однако существует немало факторов, вызывающих интенсивную коррозию медных труб. Так, наличие воздушных пузырей и твердых загрязнений способствуют образованию коррозии. Твердые загрязнения (например, продукты коррозии железа, перенесенные с участков системы из стальных труб без защитных покрытий) оседают в нижней части трубы в виде шлама. Под шламом возникают язвы глубиной 0,1 мм (10 % толщины стенки), образовавшиеся менее чем за два года. Для предотвращения загрязнения воды твердыми веществами устанавливают специальные фильтры тонкой очистки. При высоких скоростях течения на медных трубах обнаруживают эрозионную коррозию, приводящую к неравномерному разрушению с образованием углублений. Она наблюдается обычно в местах изменения поперечного сечения труб, на поворотах, приводящих к возникновению завихрений.

При применении в системах ГВС стальных труб без защитных покрытий и деталей из меди и медных сплавов из-за более высокой электропроводности воды возрастает опасность гальванической коррозии. Кроме того, при переходе в раствор ионов меди усиливается опасность язвенной коррозии. Это особенно опасно для новых стальных труб. При наличии продуктов коррозии на поверхности труб осаждение ионов меди не происходит.

Таким образом, обзор проблем коррозии в системах ГВС показал, что применение стальных труб без дополнительных мер в системах ГВС по защите от коррозии (специальные изоляционные покрытия, ингибиторы, катодная защита) не рекомендуется.

1.1.6. Проблема солеотложений

Солеотложения (накипь) - твёрдые отложения, образующиеся на тех поверхностях теплообменных аппаратов, на которых происходит нагревание (кипение, испарение) воды с растворенными солями жесткости [34].

При нагреве воды соли, содержащиеся в ней, разлагаются на углекислый газ и нерастворимый осадок. Эти соли откладываются на трубчатых электронагревателях (ТЭН) и внутренних поверхностях устройств, приводя их в негодность. Причиной образования накипи на нагревательных элементах является чрезмерное количество растворенных в воде солей кальция и магния. Чем больше этих солей, тем более «жёсткой» является вода. По химическому составу преимущественно встречается накипь карбонатная (углекислые соли кальция и магния - $CaCO_3$, $MgCO_3$), сульфатная ($CaSO_4$) и силикатная (кремнекислые соединения кальция, магния, железа, алюминия).

Проблема образования водной накипи является общей для большинства областей техники. Практически нет ни одной отрасли промышленности, теплоэнергетики или объектов жилищно-коммунального хозяйства, которые бы не были с ней связаны. От проблем жесткой воды и от ее последствий в виде накипи больше всего страдает теплоэнергетика. ГВС домов и квартир является неотъемлемой составляющей частью теплоэнергетики. Под ГВС понимают систему из приборов или устройств, призванных обеспечить потребителей горячей водой для самых разнообразных целей. Это могут быть как санитарные, бытовые или гигиенические цели, так и большое количество технологических целей.

Одна из серьезных проблем, с которой приходится сталкиваться при эксплуатации теплотехнического оборудования, тепловых сетей и сетей ГВС - высокая жесткость воды. По этой причине происходит интенсивное образование накипи как на поверхностях теплопередачи, так и на внутренних поверхностях всего оборудования и трубопроводов сетей отопления и ГВС, вплоть до приборов потребителей тепловой энергии и водоразборных кранов горячей воды. Слой накипи содержит включения продуктов коррозии металла. Образование слоя накипи и продуктов коррозии приводит к ряду нежелательных последствий:

- снижению коэффициента теплопередачи и КПД теплоэнергетического оборудования;

- уменьшению площади рабочей поверхности и снижению эффективности работы вакуумного деаэратора;

- повышению затрат энергии на подачу воды насосами и затруднению поступления воды к потребителям.

В ряде случаев происходит полное забивание накипью прямых трубопроводов системы ГВС, и потребители получают по обратным трубопроводам горячую воду с пониженной температурой и недостаточным напором. Увеличение слоя накипи на поверхности нагрева существенно повышает температуру стенки водогрейных труб. В свою очередь, повышение температуры приводит к снижению, как предела прочности металла, так и предела его текучести. При этом образуются свищи, и происходит разрыв труб. Сетевая вода, выходя под давлением из сквозного отверстия, увлажняет и разрушает гидро- и теплоизоляцию. В результате на наружной поверхности трубы создаются благоприятные условия для интенсивного развития наружной коррозии.

Водонагреватель - теплообменный аппарат для нагревания воды паром, горячей водой, горячими газами, электрическим током. Водонагреватель применяют в системах горячего водоснабжения, водяного отопления, нагрева питательной воды для котельных агрегатов, для бытовых и других нужд. Солеотложения в водонагревателе – это одна из самых больших проблем системы ГВС. Дело в том, что водонагреватель непосредственно является составной частью ГВС. Кроме него туда еще входят насос циркуляционный,

трубы горячей воды, а также непосредственно разного рода арматура для подачи горячей воды конечному потребителю. Под арматурой понимают краны, сеточки, сифоны душа и т.п. На поверхности нагревательных элементов образуется слой солей жесткости, особенно из горячей воды, снижая теплоотдачу. Вследствие этого повышается температура металлических частей нагревательного элемента и уменьшается срок службы водонагревательных приборов [35].

Солеотложения на поверхности нагревательного, теплообменного и технологического оборудования, внутри трубопроводов, повышают энергетические затраты, снижают ресурс работы оборудования, требуют значительных эксплуатационных расходов. С другой стороны, повышение энергетических затрат неразрывно связано с неизбежным увеличением вредных выбросов в окружающую среду, как в процессе производства, так и при использовании энергоносителей.

Основными примесями речных вод являются ионы кальция, магния, натрия, бикарбонатов, сульфатов и хлоридов. Маломинерализованные речные воды содержат преимущественно ионы кальция и магния. Солесодержание подземных вод зависит от условий залегания подземного. В пресных водах артезианских скважин преобладают ионы Ca^{2+} и HCO_3^-. В маломинерализованных водах больше всего содержится ионов Ca^{2+}. Суммарная концентрация катионов кальция и магния, выраженная в моль-экв/м^3, определяет жесткость воды. По степени общей жесткости природные воды подразделяют на:

- очень мягкие (от 0 до 1,5 моль-экв/м^3);
- мягкие (от 1,5 до 3 моль-экв/м^3);
- средней жесткости (3 – 8 моль-экв/м^3);
- жесткие (8 – 11 моль-экв/м^3);
- очень жесткие (свыше 11 моль-экв/м^3).

Для хозяйственно-питьевого водоснабжения допустимой считается жесткость не более 7,00 моль-экв/м^3.

Общую жесткость воды определяют также как сумму карбонатной (временной) и некарбонатной (постоянной) жесткости.

Карбонатная жесткость обусловлена присутствием солей гидрокарбонатов кальция и магния. Карбонатную жесткость иногда называют временной, так как устраняется при кипячении воды. При нагревании воды гидрокарбонаты распадаются с образованием нестойкой угольной кислоты и нерастворимых осадков карбоната кальция и гидроксида магния, которые скапливаются на поверхности нагрева (накипь). Например, растворенный в воде бикарбонат кальция при нагревании и кипении воды распадается на карбонат кальция $CaCO_3$ и угольную кислоту H_2CO_3. Карбонат кальция выпадает в осадок.

Некарбонатная жесткость обусловливается другими солями кальция и магния, которые при нагреве воды химически не изменяются и остаются

растворенными. Некарбонатная жесткость при кипячении не устраняется. Эти соли жесткости выпадают лишь в зоне испарения, когда концентрация их превысит предел растворимости. К этой группе относятся соли, образующиеся в результате взаимодействия Ca и Mg с сильными кислотами (хлориды, сульфаты, силикаты, нитраты). Некарбонатную жесткость иногда называют постоянной (остаточной).

При работе систем ГВС в воде протекают различные физико-химические процессы, обусловливающие разрушение одних соединений и образование других. Это приводит к возникновению веществ с различной степенью растворимости. Труднорастворимые вещества выделяются из воды в виде осадка, образующего при определенных условиях накипь или шлам. К шламу относятся выпадающие вещества в виде подвижного осадка, которые могут также образовывать вторичную накипь, прикипая к поверхности труб. Образование осадка в виде накипи или шлама происходит при наличии пересыщенного раствора, т.е. высокой концентрации солей. Одной из причин образования насыщенных растворов и выпадения осадка является понижение растворимости некоторых соединений при повышении температуры воды.

Таким образом, другой проблемой, с которой приходится сталкиваться при эксплуатации теплотехнического оборудования и сетей ГВС, солеотложения на поверхности нагревательного, теплообменного и технологического оборудования, а также внутри трубопроводов.

1.1.7. Методы защиты систем горячего водоснабжения от коррозии и солеотложений

Существуют различные методы защиты систем ГВС от коррозии и солеотложений. Для защиты стальных труб систем ГВС от коррозии применяют пассивные и активные методы. К пассивным методам относятся изоляция наружной и внутренней поверхности труб или покрытие труб специальными оболочками; к активным – электрическая защита. Для защиты от солеотложений применяют методы умягчения воды, магнитной и электромагнитной обработки воды, химической обработки воды ингибиторами и другие.

Рассмотрим основные методы защиты систем ГВС от коррозии и солеотложений.

Удаляют солеотложения механическим и химическим способами. При механической очистке существует опасность повредить защитный слой металла или даже само оборудование, поскольку для очистки котел или теплообменник требуется разобрать полностью или частично. Это достаточно затратный метод, так как часто стоимость простоя оборудования намного выше стоимости самой очистки. В частности, для очистки кожухотрубчатых подогревателей системы ГВС (бойлеров) применяется сверление трубок специальным сверлом длиной 4 м, заполнитель вакуумного деаэратора очищается механическим

встряхиванием. Однако невозможно эффективно очистить наружные и внутридомовые тепловые сети. Поэтому происходит периодическая замена трубопроводов, которая ведет к высоким финансовым затратам.

Образование солеотложений предупреждают химической обработкой воды (умягчение), поступающей в котлы и теплообменники. Недостатком химической обработки воды является необходимость подбора водно-химического режима и постоянного контроля за составом исходной воды. Также при использовании данного метода возможно образование отходов, требующих утилизации.

Для удаления солей жесткости из воды наиболее распространен химический метод ионного обмена ионов кальция и магния на натрий или калий, которые не образуют осадков своих солей при нагревании. Этот метод реализуется в аппаратах-умягчителях с катионообменной смолой, которую периодически нужно регенерировать раствором поваренной соли. Однако традиционная технология имеет существенные недостатки:

- использование поваренной соли для регенерации смолы создает проблемы для окружающей среды, необходима утилизация промывных вод с высоким содержанием солей;

- из-за необходимости регенерации смолы солью расходы воды на последующую промывку могут составить 10 - 20 % от количества полученной умягченной воды;

- ограничен ресурс работы ионообменных смол.

Существуют и другие методы умягчения воды: термические, реагентные, диализные и комбинированные. Выбор метода умягчения воды определяется ее химическим составом, требуемой степенью умягчения и технико-экономическими показателями.

Для борьбы с образованием солеотложений применяют магнитную и электромагнитную обработку воды. Данные методы широко используют в конденсаторах паровых турбин, в парогенераторах низкого давления и малой производительности, в тепловых сетях и системах ГВС, в различных теплообменных аппаратах. В сравнении с распространенными методами умягчения воды магнитную обработку отличают простота, дешевизна, безопасность, экологичность, низкие эксплутационные расходы. Несмотря на все достоинства аппаратов для магнитной и электромагнитной обработки воды, на практике эффект обработки зачастую проявляется только в первый период эксплуатации, затем результат пропадает. Появился даже термин - эффект «привыкания» воды. Свои свойства омагниченная вода сохраняет меньше суток. Это явление потери магнитных свойств называется релаксацией. Поэтому в тепловых сетях кроме омагничивания подпиточной воды необходимо обрабатывать воду, циркулирующую в системе путем создания так называемого антирелаксационного контура, при помощи которого обрабатывается вся вода, циркулирующая в системе [36].

В системах ГВС надежную защиту труб от коррозии обеспечивают неметаллические покрытия. Неметаллические покрытия уменьшают затраты на транспортирование воды, снижают стоимость содержания и технического обслуживания, значительно удлиняют срок службы систем ГВС. В качестве неметаллических покрытий применяются в основном стеклоэмалевые и органические покрытия. В системах ГВС для покрытия труб можно использовать только эмали, не содержащие токсичных компонентов. Кроме того, следует учитывать такой немаловажный фактор, как стоимость покрытия. Поэтому многослойные стеклоэмалевые покрытия, предназначенные для работы в особо агрессивных средах химической промышленности, не получили применения в системах ГВС. Стальные трубы с органическими покрытиями в системах ГВС получили пока ограниченное применение. Для таких покрытий используются составы на основе эпоксидной и фенольной смолы. Высокая противокоррозионная защита синтетических смол может быть обеспечена только при тщательной подготовке поверхности, необходимой для хорошей адгезии покрытия к металлу. По мере накопления положительного опыта эксплуатации труб с органическими и стеклоэмалевыми покрытиями, возможно, применение их расширится, но более целесообразен переход на трубы из полимерных материалов.

Широко применяются в системах ГВС полимерные трубы. Большим преимуществом полимерных труб является их относительно небольшая масса. Гидравлическое сопротивление трубопроводов из таких труб, имеющих гладкую внутреннюю поверхность, мало и практически не изменяется во времени. Хорошие диэлектрические свойства полимерных материалов исключают электро-коррозию неметаллических труб. Достоинством пластмассовых труб являются незначительные гидравлические шумы, возникающие в бытовых системах. Полимерные трубы значительно дешевле металлических. Недостатком их является худшая по сравнению с металлическими трубами стойкость к внутренним и внешним нагрузкам. Необходимо также учитывать способность полимерных материалов к значительным температурным удлинениям.

Для повышения коррозионной стойкости водопроводных труб наиболее часто применяется их горячее цинкование. Однако, термодинамически цинк еще более неустойчив к коррозии, чем железо. Большое влияние на коррозионную стойкость труб оказывает качество цинковых покрытий. Существенное влияние на структуру и качество покрытия оказывают примеси, имеющиеся или специально вводимые в состав. Наиболее опасной коррозией оцинкованных труб является язвенная, которая может привести к образованию свищей. Оцинкованная сталь в меньшей степени склонна к язвенной коррозии, чем сталь без покрытия. Наличие трещин в цинковом покрытии способствует язвенной коррозии. Язвы бывают сосредоточены на различных неоднородностях, например, на сварном шве. Значительное влияние на стойкость труб оказывает температура. Известно, что при температуре выше 60 °С скорость коррозии цинковых покрытий значительно возрастает.

Экспериментально доказано, что при повышении температуры от 60 °С до 80 °С скорость коррозии цинковой стали возрастает в пять раз.

Широкое распространение для защиты от коррозии различных стальных конструкций получили алюминиевые покрытия. По сравнению с традиционными цинковыми покрытиями алюминиевые покрытия обладают важными преимуществами: более высокой коррозионной стойкостью при повышенных температурах, меньшей стоимостью при одинаковой толщине покрытия, меньшей дефицитностью. Высокая коррозионная стойкость алюминия в воде объясняется образованием на его поверхности окисной пленки. Однако содержание хлор-ионов в воде, при котором пассивное состояние алюминиевой пленки нарушается на отдельных участках поверхности труб, может вызвать питтинговую (точечную) коррозию систем ГВС.

К активным методам защиты металлических трубопроводов от коррозии относится катодная защита, основанная на электрохимической теории коррозии. Ввиду значительных затрат электроэнергии этот вид защиты целесообразен как дополнительная мера защиты трубопроводов. К электрохимическому методу относится также способ цинкового покрытия, замедляющий разрушение стальных труб. Защита внутренней поверхности труб может быть обеспеченна и методами стабилизационной обработки воды [37].

Химические методы очистки более универсальны и позволяют обеспечить более эффективную защиту систем ГВС от коррозии и солеотложений путем коррекционной обработки воды ингибиторами коррозии и солеотложений. При этом осуществляется защита всей системы в целом. Механизм защитного действия ингибиторов в основном заключается в образовании на поверхности металлов защитных пленок, с помощью которых осуществляется разделение агрессивной среды и металла.

Среди ряда ингибиторов коррозии, которые можно применять при подготовке воды, наибольшее внимание заслуживают производные фосфорной кислоты — фосфаты. Фосфат-ионы, введенные в воду даже в небольших количествах, способствуют уменьшению скорости коррозии водо-подающих систем и уменьшению солеотложений на их поверхностях.

Антикоррозионные свойства ингибиторов на основе фосфатов в водном растворе проявляются в образовании на металлической поверхности прочной фосфатной пленки с самовосстанавливающейся функцией. Это достигается за счет того, что длинноцепочечные фосфаты обладают высокой адгезией к поверхности металла, то есть прочно закрепляются на ней [15].

Таким образом, среди многочисленных методов защиты систем ГВС от коррозии и солеотложений наиболее эффективной и экономичной является обработка воды ингибитором на основе фосфатов.

1.2. Схемы научных исследований получения и свойств СФК

1.2.1. Схемы исследований технологии получения СФК

Образцы СФК в лабораторных условиях выплавляют в муфельной печи СНОЛ 6/10. Рассчитанное количество шихтовых материалов, прошедших поэтапную подготовку, загружают в тигель, а затем в печь. Устанавливают режим нагрева и выдержки.

После выплавки образцы СФК разливают по металлическим формам, установленным в поддон с охлажденной водой.

Формы закрывают сверху во избежание растрескивания образцов и разбрасывания кусочков стекла.

Для исследования влияния состава СФК на выход продукции (ВП) выплавляют образцы с различным содержанием основных компонентов и модифицирующей добавки. Готовые образцы взвешивают. Производят отбор целых образцов СФК. ВП рассчитывают по формуле

$$\text{ВП} = \frac{m_{\text{цел}}}{m_{\text{общ}}} \cdot 100,\% \qquad (1.1)$$

где ВП – выход продукции, %;

$m_{цел}$ – масса целых образцов СФК, г;

$m_{общ}$– общая масса образцов СФК, г.

Для исследования влияния размера частиц и степени однородности шихты на ВП используют образцы СФК с разными условиями подготовки компонентов шихты. Готовые образцы взвешивают. Производят отбор целых образцов СФК. ВП рассчитывают по формуле (1.1).

Для исследования растворимости СФК образцы предварительно взвешивают, выдерживают в течение определенного времени в воде (в лаборатории кафедры ФХ и ХТ) и в проточной воде (водопроводной системы административного корпуса инновационно-технологического центра МГТУ). Затем образцы взвешивают и определяют растворимость по потере массы образцов. Рассчитывают растворимость образцов СФК S, г/см^3 по формуле

$$s = \frac{m^{нач} - m^{кон}}{V_{воды}}, \qquad (1.2)$$

где $m^{нач}$ – начальная масса образцов композиции, г;

$m^{кон}$ – конечная масса образцов композиции, г;

$V_{воды}$ – общий объем воды, омываемый образцы в течение времени испытания, $см^3$.

Растворимость образцов СФК S, %/сут. Рассчитывают по формуле

$$S = \frac{m^{нач} - m^{кон}}{m^{нач}} \cdot \frac{100}{n}, \quad (1.3)$$

где n – период времени выдержки образцов в воде, сутки.

Тестирование технологии на этапе потребления СФК проводят в фильтрах, вмонтированных в водопроводную систему, перед входом в водонагреватель инновационно-технологического центра МГТУ, по следующей методике. В водонагреватель подается холодная вода, которая предварительно проходит через фильтр с СФК. После чего достают образцы, снимают образовавшиеся солеотложения с поверхности ТЭНа и со стенок водонагревателя. Затем образцы взвешивают и определяют растворимость по потере массы образцов. Рассчитывают растворимость образцов СФК S, $г/см^3$ по формуле (1.2).

1.2.2. Схемы исследований свойств СФК

Органолептический метод анализа воды, обработанной СФК, проводят в соответствии с ГОСТ 3351-74 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, мутности [38].

Органолептический метод определения вкуса определяют характер и интенсивность вкуса или привкуса. Различают 4 вида вкуса: соленый, сладкий, кислый, горький, остальные называют привкусами. Характер вкуса определяется ощущениями воспринимаемого вкуса. Испытуемую воду набирают в рот и задерживают на 3 - 5 с. Интенсивность определяют при комнатной температуре и оценивают по 5-ти балльной шкале.

Запах определяют по следующей методике: в колбу с притертой пробкой вместимостью 250 - 350 $см^3$ вносят 100 $см^3$ испытуемой воды при комнатной температуре. Содержимое колбы несколько раз перемешивают вращательными движениями, после чего колбу открывают и определяют характер и интенсивность запаха.

Полученные показатели сравнивают с нормативными показателями воды в соответствии с СанПин 2.1.4.1074-01 [27].

Эксперимент по определению скорости процесса развития микрофлоры в водных растворах органических веществ проводят в соответствии с

ГОСТ 32901-2014 Молоко и молочная продукция. Методы микробиологического анализа при различных температурах [39].

Антикоррозионные свойства СФК определяют по степени защиты пластин из малоуглеродистой стали от коррозии и степени сплошности фосфатной пленки в зависимости от концентрации водного раствора СФК [7]. Методика основана на визуальной оценке сплошности и коррозионной стойкости фосфатных покрытий на стальных изделиях.

Исследование антинакипных свойств СФК проводят в фильтрах, вмонтированных в водопроводную систему перед входом в водонагреватель двух корпусов инновационно-технологического центра МГТУ, по следующей методике. В водонагреватель (административный корпус) на 100 $дм^3$ подается холодная вода, которая предварительно проходит через фильтр с композицией.

Холодная вода поступает в водонагреватель и нагревается в автоматическом режиме. Опытно-промышленные образцы СФК находятся в фильтре в течение 109 суток. После чего снимают образовавшиеся солеотложения с поверхности ТЭНа и со стенок водонагревателя. Солеотложения высушивают, взвешивают и проводят анализ химическим методом, и, для сравнения, рентгенофлуоресцентным методом на спектрометре «Quant'X» [40].

Исследование изменения кислотности фруктового сока, обработанного СФК, проводят по авторской методике [26] и молока, обработанного СФК, в процессе хранения при комнатной температуре, проводят в соответствии с ГОСТ 3624-92 [41].

1.3. Исследование технологии получения СФК

1.3.1. Этапы технологии получения СФК

Процесс получения СФК состоит из следующих этапов:

- входной контроль сырья;
- расчет соотношения компонентов шихты;
- взвешивание отдельных компонентов шихты
- подготовка шихты;
- выплавка СФК;
- разливка СФК;
- охлаждение СФК;
- отбор целой продукции;
- упаковка и маркировка;
- транспортировка и реализация.

Схема технологии получения СФК представлена на рис. 1.3.

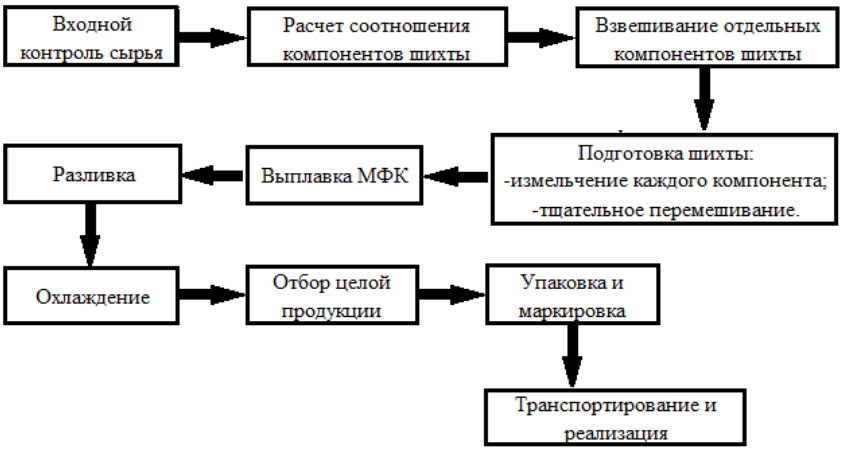

Рис. 1.3. Схема технологии получения СФК

Первый этап – входной контроль сырья - заключается в проверке химического состава отдельных компонентов шихты даже в том случае, если сырье сертифицировано, так как в процессе хранения исходных веществ возможны изменения, образование побочных продуктов за счет контакта с воздухом и т.д.

Второй этап – расчет соотношения компонентов шихты, содержания оксидов в готовой продукции.

Третий этап – взвешивание отдельных компонентов шихты в соответствии с рассчитанным соотношением компонентов шихты.

Четвертый этап - подготовка шихты, заключающееся в измельчении каждого компонента до «пудрообразного» состояния и тщательное перемешивание их в количествах, соответствующих предварительному расчету. Тщательное перемешивание компонентов шихты необходимо для усреднения состава. Составление шихты производится весовым способом в соответствии с утвержденными нормами и расчетом шихты.

Пятый этап – выплавка СФК. Измельченная шихта помещается в плавильные алундовые тигли. Тигли с шихтой ставятся в плавильную печь. В это время идут химические реакции превращения шихты в расплавленное фосфатное стекло однородного состава. Данный этап также включает выдержку расплавленной шихты в муфельной печи при данной температуре для окончательного завершения всех химических реакций. Время плавления зависит от конкретного состава СФК.

Шестой и седьмой этапы – разливка и охлаждение. Горячий расплав разливают в заранее подготовленные формы и охлаждают до образования прозрачных стекловидных гранулятов в форме полусфер.

Заключительными этапами технологии СФК являются отбор целой продукции, упаковка и маркировка, транспортирование и реализация.

1.3.2. Исследование влияния факторов на выход готовой продукции

Исследование влияния факторов на выход готовой продукции (ВП) проводят по следующим показателям:

- влияние состава СФК на ВП;
- влияние размера частиц и степени однородности шихты на ВП;
- влияние состава на растворимость СФК;
- тестирование технологии на этапе потребления и реализации СФК.

1.3.2.1. Влияние состава СФК на ВП

Для исследования влияния состава СФК на выход продукции (ВП) выплавляют образцы с различным содержанием основных компонентов и модифицирующей добавки. Готовые образцы взвешивают. Производят отбор целых образцов СФК.

Результаты исследования влияния состава СФК на ВП представлены в табл. 1.1 и на рис. 1.4.

Таблица 1.1

Исследование влияния состава СФК на ВП

Номер состава СФК	Состав СФК, %		
	ОК 1	ОК 2	МД
1	40	58	2
2	49,5	49,5	1
3	54,5	45	0,5
4	55,5	44,2	0,3
5	39	58,5	2,5

Примечание: ОК1, ОК2 – основные компоненты СФК; МД – модифицирующая добавка.

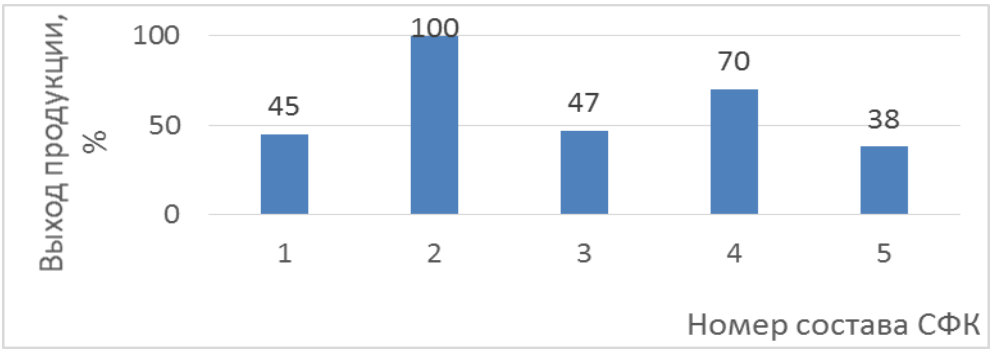

Рис. 1.4. Исследование влияния состава СФК на ВП

Из результатов, представленных в табл. 1.1. и рис. 1.4, можно сделать вывод, что состав СФК № 2 обеспечивает наибольший ВП (целостность образцов продукции).

1.3.2.2. Влияние размера частиц и степени однородности шихты на ВП

Для исследования влияния размера частиц и степени однородности шихты на ВП используют образцы СФК с разными условиями подготовки компонентов шихты. Готовые образцы взвешивают. Производят отбор целых образцов СФК.

Результаты исследования влияния размера частиц и степени однородности шихты на ВП представлены на рис. 1.5.

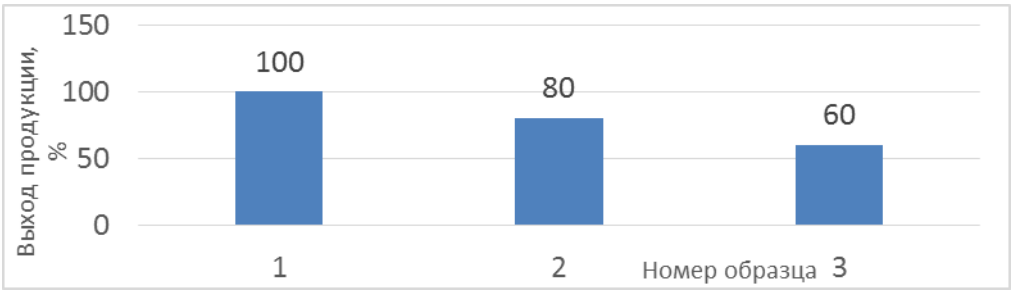

Рис. 1.5. Исследование влияния размера частиц и степени однородности шихты на ВП: 1 – размер частиц шихты (мкм) и тщательное перемешивание отдельных компонентов и шихты в целом; 2 – размер частиц шихты (мм) и перемешивание шихты; 3 – размер частиц шихты (мм) без перемешивания

Из результатов, представленных на рис. 1.5, можно сделать вывод, что размер частиц и однородность перемешивания шихты СФК увеличивают ВП (целостность образцов продукции).

1.3.2.3. Влияние состава на растворимость СФК

Для исследования растворимости СФК образцы различных составов, предварительно взвешивают, выдерживают в течение определенного времени в воде (в лаборатории кафедры ФХ и ХТ) и в проточной воде (водопроводной системы административного корпуса инновационно-технологического центра МГТУ). После окончания эксперимента образцы снова взвешивают и определяют растворимость по потере массы образцов.

Результаты исследования влияния состава СФК на ее растворимость представлены в табл. 1.2 и на рис. 1.6.

Таблица 1.2

Исследование влияния состава на растворимость СФК

Номер образца СФК	Масса образцов СФК, г			Растворимость, S, %/сут
	$m_н$	$m_к$	Δm	
1	3,42880	3,36220	0,06655	0,15
2	4,17330	4,13210	0,04120	0,08
3	3,02400	2,98180	0,04225	0,10
4	2,96150	2,91400	0,04745	0,12
5	3,56340	3,50030	0,06332	0,14

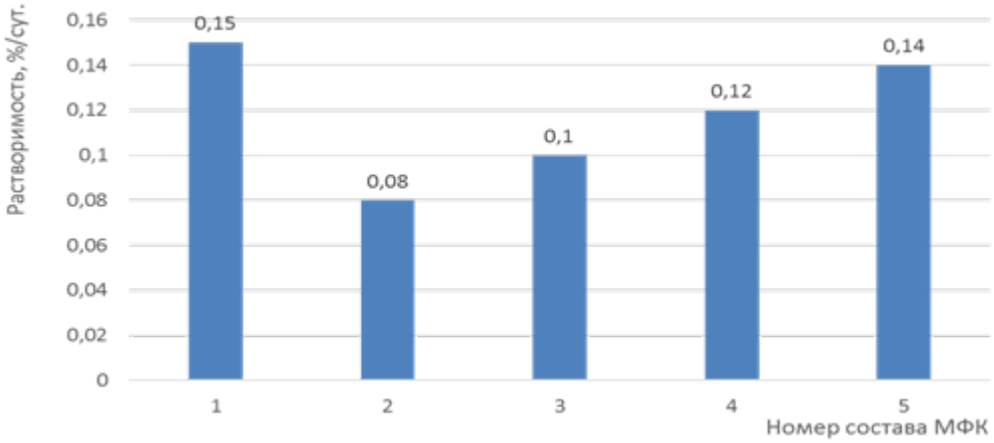

Рис. 1.6. Исследование влияния состава на растворимость СФК

Из результатов, представленных в табл. 1.2 и на рис. 1.6, можно сделать вывод, что образцы СФК состава 2 имеют наименьшую растворимость, следовательно, их можно применять для обработки воды при температурах выше комнатной, например, при использовании в системах водоснабжения при выбросах горячей воды в емкость с образцами СФК (при этом норма концентрации СФК в воде не превышается). Образцы СФК составов 1, 5 допустимо использовать для обработки воды из подземных скважин с температурой не выше 10 °С.

Таким образом, отработка технологии СФК показала, что:

- образцы состава 2 СФК обеспечивают наибольший ВП (целостность образцов продукции);

- размер частиц и однородность перемешивания шихты СФК увеличивают ВП (целостность образцов продукции);

- образцы состава 2 СФК имеют наименьшую растворимость и их можно применять для обработки воды при температурах выше комнатной, например, при использовании в системах водоснабжения при выбросах горячей воды в емкость с образцами СФК (при этом норма концентрации СФК в воде не превышается);

- образцы составов 1, 5 СФК допустимо использовать для обработки воды из подземных скважин с температурой не выше 10 °С;

- на поверхности элементов водонагревателя создается защитная пленка, созданная СФК, препятствующая образованию коррозии и солеотложений.

1.4. Исследование свойств СФК

1.4.1. Исследование растворимости опытных образцов СФК при обработке воды из различных источников

Растворимость СФК является одним из важнейших параметров, от которого зависит образование устойчивой фосфатной пленки на защищаемой поверхности.

Растворимостью называется способность вещества растворяться в том или ином растворителе. Мерой растворимости вещества при данных условиях служит содержание его в насыщенном растворе. Поэтому численно растворимость может быть выражена теми же способами, что и состав, например, процентным отношением массы растворенного вещества к массе насыщенного раствора или количеством растворенного вещества, содержащимся в 1 $дм^3$ насыщенного раствора.

Опытные образцы СФК составов I, II, III на основе различных соотношений легкорастворимых оксидов щелочных металлов и труднорастворимых оксидов щелочноземельных металлов испытывали на растворимость в различных источниках стоячей воды при комнатной температуре (в лаборатории кафедры ФХ и ХТ). Отбирали пробы воды из различных источников для определения общей жесткости и водородного показателя воды pH. Опытно-промышленные образцы, предварительно взвесив на аналитических весах с точностью до 0,00001 г, выдержали в воде в течение семи суток. Затем образцы взвешивали на аналитических весах и определили растворимость опытных образцов по потере массы в сутки. Результаты испытаний приведены в табл. 1.3.

Аналогичный эксперимент проводили с обработкой проточной воды, поступающей в водонагреватель. Опытные образцы СФК, предварительно взвесив на лабораторных электронных весах с точностью до 0,001 г, выдерживали в фильтре, вмонтированном в водопровод на входе в водонагреватель. Через 30 суток отбирали пробы воды для определения ее общей жесткости и pH. Затем образцы взвешивали на лабораторных электронных весах и определяли растворимость опытно-промышленных

образцов по потере массы в сутки. Результаты испытаний приведены в табл. 1.4.

На рис. 1.7 представлена гистограмма распределения опытных образцов СФК по средней растворимости в дистиллированной воде, т. к. в дистиллированной воде исключается возможность влияния общей жесткости на растворимость образцов.

Таблица 1.3

Средняя растворимость опытных образцов СФК в стоячей воде (при комнатной температуре)

Номер состава	Соотношение масс оксидов в ЩМ/ЩЗМ[4)]	Растворимость, % /сут.[1)]								
		Точка отбора воды								Среднее значение[2)]
		Дистиллированная		Водопроводная МГТУ		Водопроводная (пос. Смелов-ский)		Водопроводная (пос. Агаповка)		
		pH[3)]	$Ж_{общ}$, моль/м^3	pH	$Ж_{общ}$, моль/м^3	pH	$Ж_{общ}$, моль/м^3	pH	$Ж_{общ}$, моль/м^3	
		6,9	0,0	8,2	4,3	8,4	6,0	8,9	14,5	
I	1,2	0,226		0,255		0,083		0,189		0,188
II	1,8	1,367		0,488		0,576		0,398		0,707
III	2,8	10,807		11,101		9,153		8,151		9,803

Примечание: [1)] - средние значения растворимости составов получены в результате трех экспериментов методом аппроксимации в одном источнике воды; [2)] - средние значения растворимости составов получены в результате трех экспериментов методом аппроксимации во всех источниках воды; [3)] - значения pH измерены pH-метром «ЭКСПЕРТ-pH» на основе микропроцессора с ЖК экраном; [4)] - ЩМ – щелочные металлы, ЩЗМ – щелочно-земельные металлы.

Таблица 1.4

Растворимость опытных образцов СФК в проточной воде (при комнатной температуре)

Номер состава	$pH_{исх}/pH_{кон}$	Жесткость общая, моль/м^3	Расход воды, м^3	Масса образца СФК, г		Растворимость СФК			Дата отбора пробы
				$m_{нач}$	$m_{кон}$	Δm, г	$S \cdot 10^{-5}$, г/см^3	S, %/сут.	
I	7,769/8,040	4,1	0,479	192,600	182,141	10,459	2	0,194	25.03
II	7,769/8,040	4,1	0,382	190,700	162,700	28,000	7	0,524	25.02
III	7,769/8,040	4,1	0,210	210,000	60,000	150,000	71	6,494	28.01

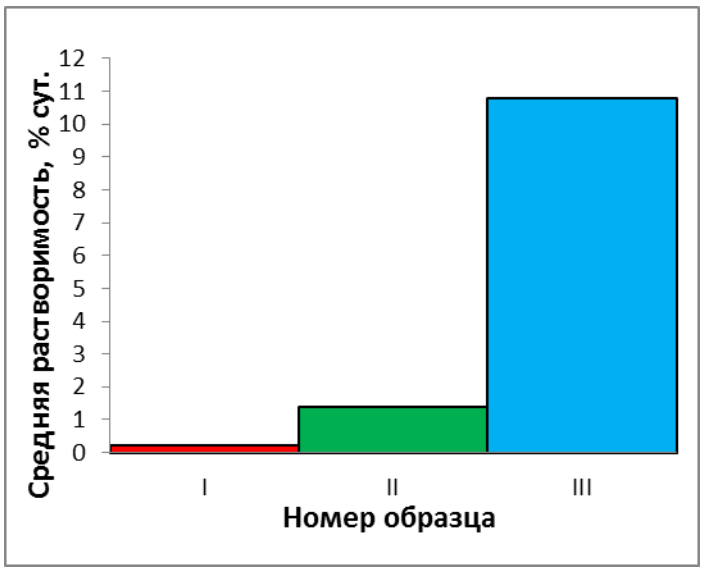

Рис. 1.7. Гистограмма распределения образцов СФК составов I, II, III по средней растворимости в дистиллированной воде

Из рис. 1.7 видно, что наиболее растворимым является образец СФК состава III.

По результатам испытаний, приведенных в табл. 1.3 - 1.4 и на рис.1.7, можно сделать следующие выводы:

- растворимость образцов СФК состава I составляет 0,083-0,566 %/сут. при комнатной температуре и незначительно меняется в зависимости от общей жесткости исследуемой воды;

- растворимость образцов СФК состава II составляет 0,398-1,367 %/сут. при комнатной температуре и незначительно меняется в зависимости от общей жесткости исследуемой воды;

- растворимость образцов СФК состава III составляет 8,151-11,101 %/сут. при комнатной температуре. С увеличением общей жесткости воды растворимость СФК уменьшается, но интенсивность снижения растворимости невысока.

Доказано, что растворимость образцов СФК зависит от содержания оксидов щелочных и щелочноземельных металлов в их составе следующим образом:

- с увеличением содержания оксидов щелочноземельных металлов растворимость опытных образцов СФК снижается;

- с увеличением содержания оксидов щелочных металлов растворимость опытных образцов СФК увеличивается;

- образцы СФК состава III с наибольшим соотношением масс оксидов щелочных металлов на единицу массы оксидов щелочноземельных металлов (1:2,8) являются наиболее растворимыми (до 10 %/сут.);

- образцы СФК состава II с соотношением масс оксидов щелочных металлов на единицу массы оксидов щелочноземельных металлов 1:1,8 имеют растворимость 0,7 %/сут.;

- образцы СФК состава I с наименьшим соотношением масс оксидов щелочных металлов на единицу массы оксидов щелочноземельных металлов (1:1,2) имеют растворимость 0,2 %/сут.

Для расширения температурного интервала применения СФК провели дополнительные испытания растворимости опытных образцов при температурах 4 °С и 60 °С в водопроводной воде МГТУ, жесткость которой наиболее близка к жесткости проточной воды ООО «КомПас-МГТУ». Результаты испытаний приведены в табл. 1.5.

Таблица 1.5

Растворимость опытных образцов СФК при различных температурах в водопроводной воде МГТУ

Номер состава	Температура, °С	Масса образцов СФК, г		Растворимость*	
		начальная	конечная	Δm, г	S, %/сут.
I	25	5,74485	5,642300	0,10255	0,255
	60	5,23435	5,18370	0,05065	0,968
II	25	4,81855	4,65395	0,16460	0,488
	4	5,89315	5,83945	0,05370	0,151
III	25	4,92805	1,09861	3,82944	11,101
	4	2,31945	2,19820	0,12125	0,183

Примечание * - средние значения растворимости составов получены в результате трех экспериментов методом аппроксимации в водопроводной воде МГТУ.

По результатам испытаний, приведенных в табл. 1.5, сделаны выводы:

- образцы СФК состава II имеет наименьшую растворимость в воде при температуре 4 °С по сравнению с образцами состава III;

- растворимость образцов СФК состава I при температуре 60 °С увеличивается в 3,5 раза по сравнению с комнатной температурой;

- образцы СФК состава I имеют наименьшую растворимость при комнатной температуре.

Таким образом, если бы образцы СФК состава I находились постоянно в воде при температуре 60 °С, то они полностью растворились бы за 30 суток (1 месяц). Если же потребитель будет использовать состав I, например, в стиральной машине (т. е. образцы будут находиться в воде с температурой 60 °С ограниченное время), то время использования образцов увеличится, что экономически выгодно для потребителя.

1.4.2. Исследование степени защиты металлических поверхностей от коррозии

Для обоснования высокой антикоррозионной защиты металлических поверхностей трубопроводов систем водоснабжения и водоотведения в патенте [2] описан модельный эксперимент, в котором готовят один водный и два водных раствора СФК с концентрацией 2,5 мг/дм^3. В емкости, с подогретыми до температуры 60 °С, растворами СФК с вышеуказанными концентрациями, погружают одинаковые по площади и массе образцы из низкоуглеродистой стали, применяемой при изготовлении трубопроводов, используемых в системах водоснабжения и водоотведения.

Для усиления скорости протекания коррозионного процесса к стальным образцам подсоединяют медные пластинки для образования гальванопары. С помощью магнитной мешалки осуществляют вращение подогретых растворов, имитируя скорость прохождения их через сетевой трубопровод. Испытание проводят в течение 2 ч, после чего с образцов тщательно удаляют образовавшиеся продукты коррозии раствором хлороводородной кислоты с уротропином, который предотвращает растворение металлического железа в кислоте, и определяют общую массу прокорродировавшего железа комплексонометрическим методом. Скорость коррозии оценивают, как отношение массы прокорродировавшего железа на 1 см^2 площади образцов ($\Delta m/S$).

1.4.3. Исследование степени защиты любых поверхностей от солеотложений из воды

Для обоснования снижения количества солеотложений (накипи) на элементах систем водоснабжения при использовании СФК в патенте [2] описан модельный эксперимент, в котором, в водонагреватель емкостью 100 дм^3 подают холодную воду. Вода предварительно проходит через контейнер с СФК (см. рис. 1.8).

Рис. 1.8. Контейнер (фильтр) с СФК в водонагревательной системе

Концентрация СФК в воде после контейнера (фильтра) составляет 5 мг/дм^3, что регулируется массой и растворимостью каждого состава СФК. Для сравнения проводятся испытания с водой, не обработанной СФК.

Общий расход воды в каждом испытании составляет 1,3 м^3 за 109 суток эксплуатации водонагревателей. Испытанию подвергают воду из источников с одинаковым значением общей жесткости: 4,5 моль/м^3. Холодная вода поступает в водонагреватель и нагревается в автоматическом режиме. Образцы СФК находятся в фильтре в течение 109 суток. После чего отбирают пробы воды для определения ее жесткости. После прохождения 1,3 м^3 воды через водонагреватель, сливают из него оставшуюся воду, снимают образовавшиеся солеотложения (накипь) с электронагревателя и со стенок водонагревателя. Солеотложения высушивают, взвешивают и проводят химический анализ или полуколичественный анализ на рентгенофлуоресцентном спектрометре «Quant'X» [42].

На рис. 1.9 приведены фотографии трубчатых электронагревателей (ТЭН) после 109 суток эксплуатации без обработки (а) и с обработкой СФК (б).

а б

Рис. 1.9. ТЭН водонагревателей: а – без обработки воды, поступающей в водонагреватель; б – с обработкой воды СФК

Из рис. 1.9 видно, что поверхность ТЭН водонагревателя без обработки покрыт продуктами солеотложений и коррозии (а), а ТЭН после обработки воды СФК покрыт бело-серой сплошной фосфатной пленкой (б).

На рис. 1.10 представлены фотографии солеотложений из водонагревателя до обработки воды СФК (а) и после обработки воды СФК (б).

Результаты анализа солеотложений приведены в табл. 1.6.

а б

Рис. 1.10. Вид солеотложений из водонагревателя:
- без обработки СФК; (б) – с обработкой СФК

Таблица 1.6

Состав солеотложений из водонагревателей

Номер образца	Масса солеотложений, г	Состав компонентов в солеотложениях, г (%)		
		CaO	MgO	P_2O_5
1	4,6	2,0	1,6	1,0
		43,0	34,8	22,2
2	71,0	52,0	19,0	-
		73,0	20,8	

Из результатов, представленных в табл. 1.6, можно сделать выводы:

- масса солеотложений из воды, обработанной СФК, меньше в 15,4 раза по сравнению с необработанной водой;

- в составе солеотложений из воды, обработанной СФК, на долю P_2O_5 приходится 22,2 %, а именно, этот компонент способствует антинакипной защите и препятствует слипанию солей жесткости в крупные конгломераты.

Таким образом, предположительно, механизм защиты элементов систем водоснабжения от коррозии и солеотложений, при обработке воды СФК, заключается в том, что образование накипи, иначе, слипание микрочастиц солей жесткости в конгломераты с последующим выпадением в осадок предотвращается тем, что цепочечные фосфаты, образующие коллоидные растворы, адсорбируются на поверхности солей жесткости, усиливая взаимодействие «частица – растворитель». Сольватные слои обеспечивают большое расклинивающее давление при сближении частиц и препятствует их слипанию.

1.4.4. Органолептические свойства воды, обработанной СФК

Органолептические свойства воды, обработанной СФК проводят в соответствии с ГОСТ 3351-74 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, мутности [38].

Результаты эксперимента представлены в табл. 1.7.

Таблица 1.7

Результаты определения вкуса и запаха воды

Номер пробы	Состав пробы	Концентрация СФК в воде, мг/дм^3	Вкус, баллы	Запах, баллы	Норма по СанПиН [27], баллы, не более	
					Вкус	Запах
1	Водопроводная вода МГТУ	-	3,0	3,0	2,0	2,0
2	Вода, обработанная СФК	2,0	2,5	2,5		
3		5,0	2,0	1,5		
4		8,0	1,0	1,0		

Из результатов, представленных в табл. 1.7, можно сделать выводы:

- при обработке водопроводной воды СФК запах уменьшается, вкус улучшается и не превышает нормативы по СанПин 2.1.4.1074-01 [27];

- с повышением концентрации СФК в воде запах и вкус улучшаются.

Таким образом, применение СФК при обработке пожарно-питьевой воды целесообразно.

1.4.5. Исследование бактерицидных свойств СФК

На кафедре ФХ и ХТ продолжаются исследования по расширению сферы применения СФК для обработки воды. В результате проводимых научных исследований открываются новые свойства СФК, например, бактерицидные.

Для исследования бактерицидных свойств СФК изготовили образцы с соотношением компонентов запатентованных составов [2-3].

Образцы СФК испытали на растворимость в воде при комнатной температуре (23 - 25 °С). Общая длительность эксперимента составила 49 суток. Динамика растворения СФК представлена на рис. 1.11.

Из результатов, представленных на рис. 1.11, следует, что максимальная скорость растворения СФК достигается на седьмые сутки, состояние

насыщения - на 28 сутки, далее растворимость СФК практически не изменяется.

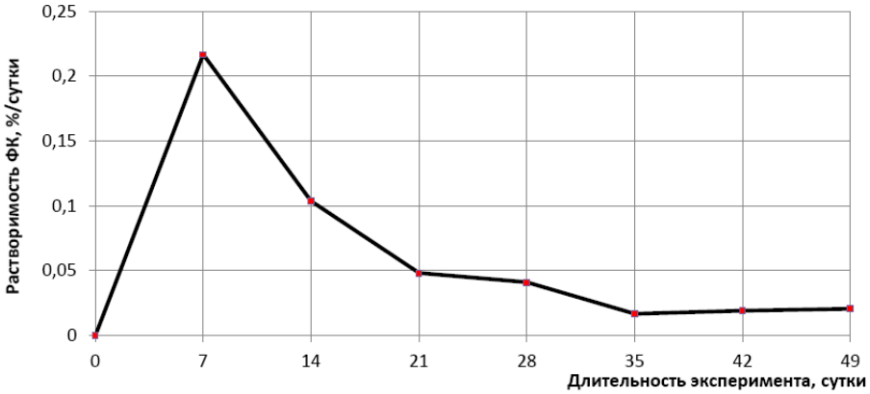

Рис. 1.11. Динамика растворения СФК

В дальнейшем полученный насыщенный раствор СФК использовали для исследования бактерицидных свойств. Приготовили модельные растворы коровьего молока, плодово-ягодного сока и водопроводной воды, в которых концентрация СФК составляет 10 мг/дм^3.

Молоко является хорошей питательной средой для молочнокислых бактерий, в которой накапливаются кисло-реагирующие вещества и повышается титруемая кислотность.

Для сравнения параллельно брали пробы молока, не обработанного СФК. Исследование проводили при комнатной температуре (23 - 25 ºС). Кислотность молока определяли по показателю, выраженного в градусах Тернера, в соответствии с ГОСТ 3624-92 [41]. Длительность эксперимента составила 26 ч, динамика кислотности водных растворов молока, обработанного и не обработанного СФК, представлена на рис. 1.12.

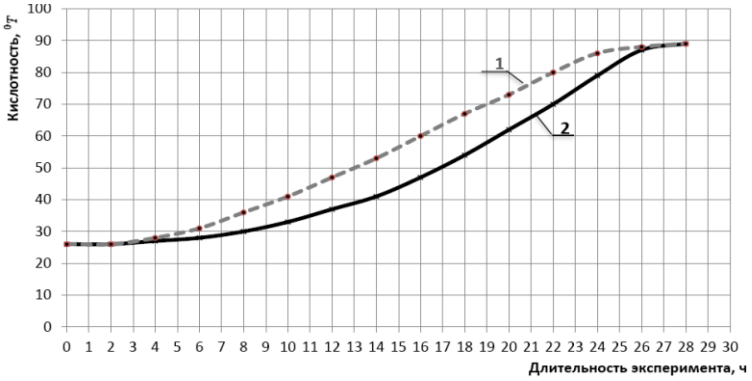

Рис. 1.12. Динамика изменения кислотности молока:
1 - без обработки СФК; 2 – с обработкой СФК

Из результатов, представленных на рис. 1.12, следует, что кислотность молока, обработанного СФК (линия 1), увеличивается медленнее, причем значения показателя кислотности ниже, чем молока без обработки (линия 2). На вторые сутки значения показателей кислотности сближаются и достигают постоянного значения.

В плодово-ягодных соках кислотность при хранении повышается в результате действия как молочнокислых, так и уксуснокислых бактерий.

Для исследования бактерицидных свойств СФК выбрали клубничный сок с меньшим сроком хранения, по сравнению с другими.

Раствор сырого сока (без консервантов и сахара) разделили на две части. В одну часть добавили водный раствор СФК с концентрацией 10 мг/дм^3, вторую - оставили для сравнения. Из каждой части отбирали аликвоты и титровали их 0,1н раствором NaOH до значения pH=7. После этого оттитрованные растворы оставляли для дальнейшего испытания с целью выявления последующего изменения кислотности. Через сутки растворы «дотитровывали» новыми порциями щелочи также до значения pH=7. Исследование проводили при комнатной температуре (23 - 25 ºС) в течение семи суток. Показатель кислотности определяли по количеству кислоты в растворе сока $n_{эк}$ (кислоты), оттитрованного щелочью. Динамика изменения кислотности растворов сока приведена на рис. 1.13.

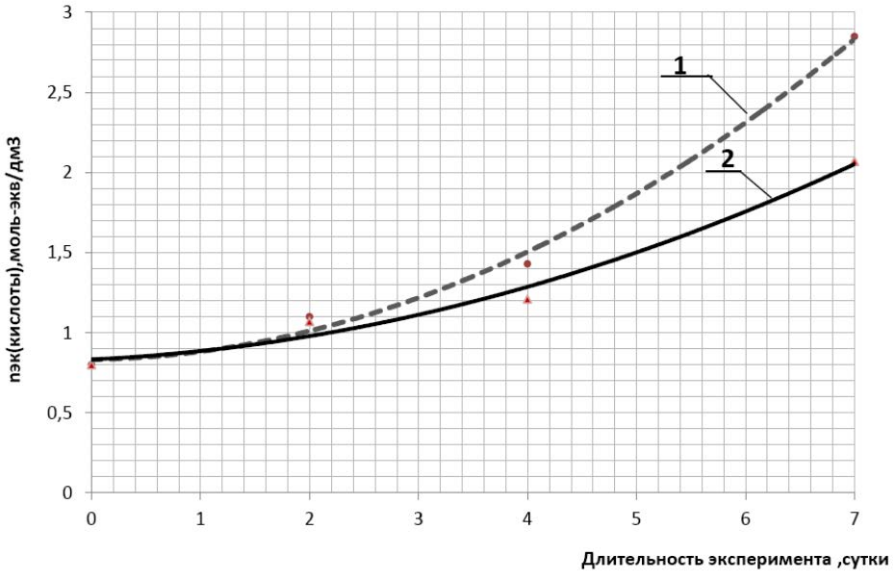

Рис. 1.13. Динамика изменения кислотности сока:
1 - без обработки СФК; 2 - с обработкой СФК

Из результатов, представленных на рис. 1.13, следует, что кислотность раствора сока, обработанного СФК, возрастает медленнее, по сравнению с раствором необработанного сока.

Таким образом, водные растворы, обработанные СФК, обладают бактерицидными свойствами.

1.4.6. Исследование скорости процесса развития микрофлоры в водных растворах органических веществ

Эксперимент по определению скорости процесса развития микрофлоры в водных растворах органических веществ проводили в соответствии с ГОСТ 32901-2014 Молоко и молочная продукция. Методы микробиологического анализа при различных температурах [39].

В пробирку наливают 10 см ^{3} молока, нагревают до температуры 38 - 40 $^\circ$С и 2 см^3 раствора индикатора метиленового синего. Пробирку закрывают стерильной резиновой пробкой, помещают в водяную баню при температуре 38 - 40 $^\circ$С (уровень воды в бане должен быть выше уровня содержимого в пробирке) и наблюдают за временем обесцвечивания метиленового синего через 10, 60, 180 мин.

Для контроля ставят аналогичную пробу молока в пробирке, но без метиленового синего, которую проверяют через 10, 60 мин.

Для анализа приготовили четыре образца, три из которых обработали СФК. Исследования проводились при различных температурах. Результаты эксперимента представлены в табл. 1.8.

Таблица 1.8

Исследование скорости процесса развития микрофлоры в молоке при различных температурах

Номер образца	Температура, $^\circ$С	Наличие СФК	Время появления микрофлоры, ч (время обесцвечивания индикатора)	Среднее время появления микрофлоры, ч	Степень замедления процесса развития микрофлоры
1	25	-	12	11,5	1,52
2		-	11		
3		+	17	17,5	
4		+	18		
1	5	-	90	93	1,52
2		-	96		
3		+	140	142	
4		+	144		

Из результатов, представленных в табл. 1.8, можно сделать выводы, что:

- скорость развития микрофлоры в молоке зависит от температуры хранения молока;

- в присутствии СФК скорость развития микрофлоры уменьшается в среднем в 1,5 раза, независимо от температуры хранения молока;

- при обработке молока СФК и правильном выборе температуры срок сохранности свежести молока можно увеличить до 142 ч (6 суток) в открытой таре;

Исследование изменения кислотности молока в процессе хранения при комнатной температуре проводили в соответствии с ГОСТ 3624-92 [41].

В стакан вместимостью 50 см^2 отмеривают 20 см^2 дистиллированной воды и 10 см^2 анализируемого продукта. Смесь тщательно перемешивают. При анализе сливок и кисломолочных продуктов переносят остатки продукта из пипетки в стакан путем промывания пипетки полученной смесью 3 - 4 раза.

В стакан помещают стержень магнитной мешалки и устанавливают стакан на магнитную мешалку. Включают двигатель мешалки и погружают электроды потенциометрического анализатора и сливную трубку дозатора блока автоматического титрования в стакан с продуктом. Включают кнопку "Пуск" блока автоматического титрования, а спустя 2 - 3 с, кнопку "Выдержка". Раствор гидроокиси натрия при этом начинает поступать из дозатора блока в стакан с продуктом, нейтрализуя последний. По достижении точки эквивалентности (pH=8,9) и истечении времени выдержки (30 с) процесс нейтрализации автоматически прекращается, а на панели блока автоматического титрования зажигается сигнал "Конец". После этого отключают все кнопки. Проводят отсчет количества раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию.

Приготовили два анализируемых раствора 1 и 2. Раствор 2 был обработан СФК. Динамика изменения кислотности молока представлена на рис. 1.14 и табл. 1.9.

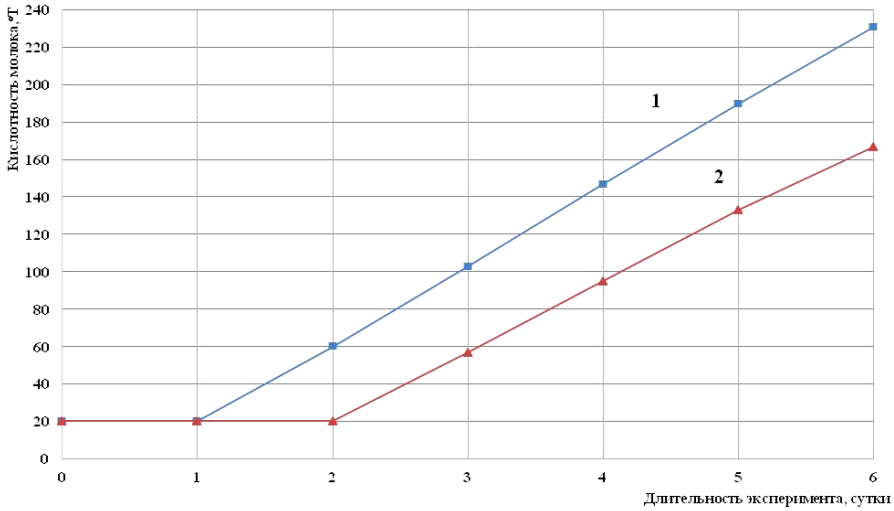

Рис. 1.14. Динамика изменения кислотности молока:
1 – без обработки СФК; 2 – с обработкой СФК

Таблица 1.9

Динамика изменения кислотности молока

Номер образца	Кислотность молока, °Т						
	Длительность эксперимента, сутки						
	0	1	2	3	4	5	6
1	20	20	60	103	147	190	231
2	20	20	20	57	95	133	167

Из результатов, представленных в табл. 1.9 и на рис. 1.14, можно сделать вывод, что в присутствии СФК наблюдается замедление роста кислотности молока даже при комнатной температуре.

Таким образом, исследования показали эффективность применения СФК для замедления скорости процесса развития микрофлоры в водных растворах органических веществ.

1.4.7. Исследование скорости процесса эвтрофикации в водных растворах органических веществ

Для дополнительных доказательств бактерицидных свойств СФК в водопроводной воде (из 10-й насосной г. Магнитогорска), исследовали процессы ее эвтрофикации («цветения»), которые вызывают бактерии, способные обитать в воде с определенным содержанием органических веществ из природных или техногенных источников.

Для оценки влияния СФК на эвтрофикацию исследовали пробы воды без СФК, с СФК и для сравнения - с простыми фосфатами (Na_3PO_4), являющихся хорошей питательной средой для «цветения» водоемов. Эксперимент проводили при комнатной температуре (23 - 25 ºС) в течение 30 суток. Для ускорения процесса эвтрофикации в каждую пробу вносили одинаковое количество измельченного зелёного растения. В эвтрофицированных растворах определили перманганатную окисляемость по стандартизованной методике ГОСТ Р 55684-2013 [43]. Результаты представлены в табл. 1.10.

Таблица 1.10

Перманганатная окисляемость эвтрофицированных водных растворов

Анализируемый раствор	Концентрация растворенного вещества в воде, мг/дм³	Окисляемость, мг O_2/дм³
Вода	-	1,9
Вода+СФК	10,0	1,1
Вода+Na_3PO_4	10,0	2,1

Из результатов, представленных в табл. 1.10, следует, что перманганатная окисляемость эвтрофицированной воды, обработанной СФК, ниже, чем воды без обработки и обработанной простыми фосфатами.

Очевидно, эффект ингибирования роста бактерий, вызывающих эвтрофикацию и повышение кислотности растворов, достигается образованием стабильных коллоидных цинк- и медь-содержащих дисперсий, образованных в результате растворения СФК и насыщения раствора длинноцепочечными фосфат-анионами и катионами цинка (меди), бактерицидное действие которых проявляется при непосредственном контакте с бактериями.

Таким образом, обработка водных растворов различных веществ СФК приводит не только к замедлению процессов коррозии и отложения солей (накипи) на элементах систем водоснабжения, но, и, к ингибированию активности бактерий, развивающихся на различных поверхностях (труб, плитки и др.), что позволяет расширить спектр применения СФК и использовать ее бактерицидные свойства для самоочищения указанных поверхностей от бактерий, присутствующих в биологических загрязнениях.

Следует отметить, что результаты современных научных исследований, описанных в подразделах 1.2 - 1.4, опубликованы авторами в работах [2 - 3, 7; 23; 25 - 26; 30; 40; 43 - 50].

2. ПРАКТИКУМ ПО ИССЛЕДОВАНИЮ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И СВОЙСТВ СФК

Лабораторный практикум по исследованию технологии получения и свойств СФК запатентованных составов [1-3] выполнен по материалам авторской работы [7] и позволяет студентам самостоятельно проводить исследование и осуществлять поиск новых направлений в научно-исследовательской работе.

2.1. Общие правила безопасной работы в химической лаборатории

Во время работы в лаборатории требуется соблюдать чистоту и порядок, строго следовать правилам техники безопасности.

Взяв для проведения опыта раствор из склянки, надо сразу же закрыть ее пробкой и поставить на место.

Нельзя брать реактивы общего пользования своим шпателем или своей пипеткой.

При разбавлении концентрированных кислот водой нельзя приливать воду к кислоте; надо приливать тонкой струей кислоту к воде при помешивании.

Когда требуется определить запах раствора, легким движением руки направляют струю воздуха от сосуда к себе.

Реактивы, воду, газ и электричество расходовать экономно.

Все работы с веществами, образующими дымы, туманы, вредные или неприятно пахнущие пары и газы (аммиак, концентрированные кислоты, органические растворители и т.п.), следует проводить в вытяжном шкафу (кратко «под тягой»).

Отработанные кислоты, сернистые соединения, соединения ртути, серебра, растворы галогенов и т.п. сливают в специально предназначенные для этого склянки, снабженные соответствующими этикетками.

Плавление в муфельной печи ведется при высокой температуре, поэтому следует соблюдать осторожность при разливке расплава в формы с помощью щипцов. ***Все операции варки стекла проводить в рукавицах и защитных очках!***

При охлаждении готового продукта в формах возможно его растрескивание и выброс мелких осколков стекла, поэтому следует накрыть формы сеткой из нержавеющей стали до полного остывания.

При анализе полученных стекол осколки брать только шпателем!

Строго соблюдать правила общей и противопожарной безопасности при работе в химической лаборатории, с которыми студент знакомится перед началом работы и расписывается в журнале по технике безопасности.

При ожоге пламенем, кислотами, щелочами, отравлении реактивами или газами следует немедленно обратиться к преподавателю или дежурному лаборанту для оказания первой помощи. В более тяжелых случаях к пострадавшему должен быть немедленно вызван врач.

По окончании работы студент обязан привести в порядок рабочее место, отключить приборы, проверить водопроводные краны.

2.2. Лабораторная работа № 1. Анализ исходных веществ для получения дигидрофосфата кальция

Цель работы: провести анализ исходных веществ на содержание основных компонентов и определить их расход для получения заданного количества дигидрофосфата кальция.

Выполнение работы

Оборудование:

фарфоровая ступка с пестиком;

часовое стекло;

шпатель;

мерные цилиндры объемом 10, 30 см^3;

бюретки (для раствора *NaOH* и раствор *ЭДТА*);

конические колбы объемом 250 см^3;

мерные колбы объемом 100, 250 см^3;

мерные пипетки объемом 10 см^3;

электронные весы ВК с дискретностью отсчета 0,005 г.

2.2.1. Определение содержания оксида кальция в технической извести

Содержание оксида кальция определяется комплексонометрическим методом [51 - 52].

Реактивы:

- хлороводородная кислота *HCl (1:1)*;

- стандартизованный 0,02н раствор трилона Б (*ЭДТА*);

- аммиачно-буферный раствор (*АМБ*), имеющий pH ~ 9 (100 см^3 концентрированного раствора аммиака 25 %-ного + 25 г NH_4Cl + вода до 1 дм^3);

- металлоиндикаторы: эриохромчерный Т (хромоген черный) или хром темно-синий (тщательно растертые смеси с хлоридом натрия в соотношении от 1:100 до 1:200);

- техническая известь.

Ход анализа

Анализируемую известь предварительно растереть в ступке.

Навеску технической извести массой 0,500 г количественно перенести в мерную колбу емкостью 250 см^3, добавить при помощи мерного цилиндра 30 см^3 *HCl (1:1).* После растворения навески добавить дистиллированную воду до метки, раствор тщательно перемешать.

Бюретку заполнить 0,02н раствором трилона Б.

В колбу для титрования отобрать аликвоту (5 - 10 см^3) при помощи мерной пипетки, добавить 5 см^3 *АМБ* и индикатора - хромоген черного при помощи микрошпателя. Довести объем до 100 - 150 см^3 дистиллированной водой, добавить 5 см^3 *АМБ* и индикатора - хромоген черного при помощи микрошпателя. Раствор перемешать и оттитровать раствором трилона Б *(ЭДТА)* до появления синей окраски. Повторить титрование три раза. Результаты занести в табл. 2.1.

Таблица 2.1

Результаты титрования

Объем трилона Б, см^3	V_1	V_2	V_3	$V_{ср.}$ (тр.)

% CaO в извести рассчитать по формуле

$$\%CaO = \frac{V_{ср}(тр) \cdot C_{эк}(тр) \cdot M_{эк}(CaO) \cdot V_{колбы} \cdot 100}{m_н \cdot V_{ал} \cdot 1000}, \quad (2.1)$$

где $C_{эк}(тр)$ - молярная концентрация эквивалента стандартизованного раствора ЭДТА, *моль – экв/дм*^{3},

$V_{колбы}$ - объем мерной колбы, см^3,

$V_{ал}$ - объем аликвоты, см^3,

$m_н$ - навеска анализируемого вещества, г,

$M_{эк}(CaO)$ - молярная масса эквивалента CaO (28), г/моль.

% CaO = _____%

2.2.2. Определение содержания оксида фосфора (V) в технической фосфорной кислоте

Содержание оксида фосфора определяется методом кислотно-основного титрования [53 - 54].

Реактивы:

- гидроксид калия (натрия) 0,1н раствор;
- индикатор: метиловый оранжевый;
- техническая фосфорная кислота.

Ход анализа

Отобрать аликвоту (10 см^3) исходной кислоты при помощи мерной пипетки и перенести ее в мерную колбу емкостью 100 см^3, добавить дистиллированную воду до метки, раствор тщательно перемешать.

Отобрать 10 см^3 приготовленного раствора и перенести в другую мерную колбу емкостью 100 см^3, добавить дистиллированную воду до метки, раствор тщательно перемешать.

Двойное разбавление соответствует уменьшению концентрации исходной кислоты в 100 раз.

Бюретку заполнить стандартным 0,1н раствором щелочи *KOH (NaOH)*.

Аликвоту (10 см^3) разбавленного раствора отобрать с помощью мерной пипетки, перенести в колбу для титрования и оттитровать 0,1н раствором *KOH* в присутствии метилового оранжевого до перехода окраски из красной в оранжевую. Этот переход соответствует титрованию по первой стадии превращения H_3PO_4. Он более стабилен, чем титрование по второй и третьей стадиям, т.к. кривые титрования по ним не имеют четкой волны.

Повторить титрование три раза. Результаты занести в табл. 2.2.

Таблица 2.2

Результаты титрования

Объем *КОН*, см^3	V_1	V_2	V_3	$V_{ср.}$ (*КОН*)

$V_{ср.}$ *(KOH)* соответствует первой стадии титрования трехосновной H_3PO_4.

Определить количество эквивалентов кислоты в аликвоте по формуле

$$n_{эк}\,(H_3PO_4)_{ал} = n_{эк}\,(KOH) = V_{ср.}\,(KOH) \cdot C_{эк}\,(KOH) \qquad (2.2)$$

$n_{эк}\,(H_3PO_4)_{ал}$ = _____*моль*.

Количество эквивалентов фосфорной кислоты в первоначально взятом объеме (10 см^3) концентрированной кислоты

$$n_{эк}\,(H_3PO_4) = n_{эк}\,(H_3PO_4)_{ал} \cdot 100, \qquad (2.3)$$

где 100 – стократное разбавление.

$n_{эк}\,(H_3PO_4)$ = _____*моль.*

Определить массу H_3PO_4 в *1 см^3* исходной кислоты (*г/см^3*) по формуле

$$m\,(H_3PO_4) = n_{эк}\,(H_3PO_4) \cdot M_{эк}\,(H_3PO_4)/10 \qquad (2.4)$$

$M_{эк}\,(H_3PO_4)$ = _____*г-экв/моль.*

$m\,(H_3PO_4)$ = _____*г.*

Определить массу P_2O_5 в *1 см^3* исходной кислоты по формуле

$$m\,(P_2O_5) = m\,(H_3PO_4) \cdot F(P_2O_5) / 2H_3PO_4), \qquad (2.5)$$

где $m(H_3PO_4)$ – масса H_3PO_4 в *1 см^3* исходной кислоты;

F (P_2O_5 / $2H_3PO_4$) – фактор пересчета, определяется по формуле

$$F(P_2O_5 / 2H_3PO_4) = \frac{M(P_2O_5)}{2M(H_3PO_4)}, \quad (2.6)$$

F (P_2O_5 / $2H_3PO_4$) = _____.

m (P_2O_5) = _____*г.*

Таким образом, в *1 $см^3$* исходной концентрированной кислоты содержится_____ *г P_2O_5,* т.е. титр

T (H_3PO_4/ P_2O_5) = _,_ _ _ _ _ _ *г/$см^3$*.

2.3. Лабораторная работа № 2. Получение и анализ дигидрофосфата кальция

Цель работы: получить заданное количество дигидрофосфата кальция (ДГФСа) (10 г [1] Са $(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$) и проанализировать его на содержание *CaO*.

Расчет

Представим химическую формулу ДГФСа в виде оксидов

$$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O = CaO \cdot P_2O_5 \cdot 3H_2O.$$

M (ДГФСа) = 56+142+3·18 = 252 г/моль.

Рассчитать массу *CaO* в *10 г ДГФСа*

252 г - 56 г
10 г - m (CaO)

m (CaO) = 2,22 г.

Рассчитать массу технической извести из пропорции

[1] Можно провести аналогичный расчет на другую заданную массу ДГФСа.

В 100 г извести - _____ *% CaO* (см. п. 2.2.2)

m извести - *2 ,22 г CaO* (см. выше).

m извести = _____*г.*

Рассчитать массу *m* (P_2O_5) в *10 г* ДГФСа из пропорции

252 г ДГФСа - *142 г* (P_2O_5)
10 г - *m* (P_2O_5).

m (P_2O_5) =_____*г.*

Рассчитать объем *V* технической (H_3PO_4), $см^3$ по формуле

$$V(H_3PO_4) = \frac{m(P_2O_5)}{T(H_3PO_4 / P_2O_5)}, \qquad (2.7)$$

где значение *T* (H_3PO_4 / P_2O_5) (см. в п.2.2.1.4).

V (H_3PO_4) = _____$см^3$.

Вывод: для получения *10 г ДГФСа* необходимо взять:
- извести - _____ г;
- фосфорной кислоты - _____$см^3$.

Выполнение работы

Оборудование:
- фарфоровая чашка;
- фарфоровый шпатель;
- фарфоровая ступка с пестиком;
- часовое стекло;
- мерный цилиндр (25 $см^3$);
- мерные цилиндры (10, 30 $см^3$);
- мерные колбы (100, 250 $см^3$);
- мерные пипетки (10 $см^3$);
- коническая колба (500 $см^3$);

- воронки;
- бюретки;
- конические колбы (250 см^3);
- электроплитка;
- электронные весы ВК с дискретностью отсчета 0,005 г.

2.3.1. Получение дигидрофосфата кальция

Реактивы:
- техническая известь;
- техническая фосфорная кислота.

Ход работы

Получение дигидрофосфата кальция (ДГФСа) осуществляется по реакции

$$CaO + 2H_3PO_4 = Ca\,(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$$

В предварительно взвешенную фарфоровую чашку внести рассчитанную массу извести (см. п. 2.2.2), растертой до «пудрообразного» состояния.

Результаты взвешивания записать:

Масса чашки $m_ч$ = _____ *г.*

Масса извести $m_н$ = _____ *г.*

Масса чашки с известью $m_{ч+из}$ = _____ *г.*

Осторожно! добавить в чашку рассчитанный объем (см. п. 2.2.2) фосфорной кислоты ***небольшими порциями с постоянным перемешиванием***.

Смесь тщательно перемешать фарфоровым шпателем до исчезновения пузырьков газа.

Чашку со смесью взвесить, записать результат взвешивания

$m_{ч+см}$ = _____ *г.*

Затем добавить 5 см^3 дистиллированной воды и снова перемешать.

Переложить массу на пленку и оставить до высыхания. Высохшую массу взвесить, результат записать.

Масса полученного продукта – *ДГФСа*

$m_{пр}$ = _____*г.*

Рассчитать выход *ДГФСа* по формуле

$$\eta = \frac{m_{пр} \cdot 100}{m_{расч}}, \% \qquad (2.8)$$

где $m_{расч}$ = 10 г.

η = _____ %.

2.3.2. Анализ дигидрофосфата кальция на содержание CaO

Реактивы:

- хлороводородная кислота *HCl (1:1)*;
- раствор аммиака концентрированный;
- стандартизованный 0,02н раствор *ЭДТА*;
- аммиачно-буферный раствор (*АМБ*), имеющий pH ~ 9 (100 см^3 концентрированного раствора аммиака 25%-ного + *25 г* NH_4Cl + вода до 1 дм^3);
- металлоиндикаторы: эриохромчерный *Т* (хромоген черный) или хром темно-синий (тщательно растертые смеси с хлоридом натрия в соотношении от 1:100 до 1:200).

Ход анализа

Взять навеску полученного продукта массой 0,500 г, помещая ее на часовое стекло. Навеску перенести в мерную колбу на 250 см^3, высыпая ее через воронку. Добавить в колбу 10 см^3 *HCl (1:1)*, перемешать до растворения навески, добавить дистиллированную воду до метки и тщательно перемешать. Определение CaO провести по следующим методикам.

Методика I. Отобрать аликвоту ($V_{ал}$ = 10 см^3) в колбу для титрования с помощью мерной пипетки. Довести объем до 100 см^3 дистиллированной водой. Внести несколько капель концентрированного раствора аммиака до слабого запаха NH_3 (pH~9, проверить по универсальному индикатору). Добавить 5 см^3 *АМБ* при помощи мерного цилиндра или мерной пробирки и индикатор *ЭХЧ* с помощью микрошпателя[2]. Оттитровать 0,02н раствором трилона Б до перехода окраски из красной в синюю, записать *Vтр (Ca)*

[2] Если после добавления индикатора раствор сразу стал синим, то это не значит, что в пробе нет *CaO*. Очевидно, влияют фосфат-анионы. В этом случае определение *CaO* провести по методике II.

Vтр (Ca) =_____см^3.

Титрование повторить 2 - 3 раза.

Методика II. Отобрать аликвоту раствора ДГФСа ($V_{ал}$= *10 см^3*) в колбу для титрования. Добавить с помощью мерной пипетки 50 см^3 водопроводной воды. Довести объем до 100 см^3 дистиллированной водой. Внести несколько капель концентрированного раствора аммиака до слабого запаха NH_3. Добавить 5 см^3 АМБ и индикатор ЭХЧ с помощью микрошпателя. Оттитровать 0,02н раствором трилона Б до перехода окраски из красной в синюю. **В конце титрования трилон Б добавлять медленно (до устойчивого изменения окраски раствора)!**

Записать общий объем трилона, пошедший на титрование ионов кальция и магния, см^3

$V^{общ}$ *(тр.)* =_____ см^3.

Отдельно по **методике II** определить объем трилона Б, пошедший на титрование **только** водопроводной воды (**аликвоту раствора ДГФСа не добавлять!),** см^3

Vтр (вода) = _____см^3.

Объем трилона Б, пошедший на титрование ионов кальция из ДГФСа определить по разности

Vтр (Ca) = $V^{общ}$ *(тр.)* - *Vтр (вода)* = _____см^3.

% CaO рассчитать по формуле

$$\%^{пр}CaO = \frac{V_{тр}(Ca)\cdot C_{эк}(тр)\cdot M_{эк}(CaO)\cdot V_{колбы}\cdot 100}{m_{н}\cdot V_{ал}\cdot 1000},\%, \qquad (2.9)$$

где $C_{эк}(тр)$- молярная концентрация эквивалента стандартизованного раствора ЭДТА, *моль-экв/дм^3*;

$V_{колбы}$- объем мерной колбы, *см^3* ;

$V_{ал}$- объем аликвоты, *см^3*;

$m_н$ - навеска анализируемого вещества, *г*;

$M_{эк(CaO)}$ - молярная масса эквивалента *CaO (28), г/моль*.

$\%^{пр} CaO =$ _____%.

Найдем теоретическое содержание *CaO* в полученном $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$. Фактор пересчета

$$F(CaO/Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O) = \frac{M(CaO)}{M(Ca(H_2PO_4)_2) \cdot H_2O} = \frac{56}{252} = 0{,}222;$$

$$\%^{теор}(CaO) = 100 \cdot F = 100 \cdot 0{,}222 = 22{,}2\ \%.$$

Сравнить $\%^{теор}$ с $\%^{пр}$ *(CaO).*

Вывод:

2.4. Лабораторная работа № 3. Изготовление шихты и высокотемпературное получение СФК на основе дигидрофосфата кальция

Цель работы: получить образцы СФК с ограниченной растворимостью в воде.

Выполнение работы

Оборудование:

- фарфоровые чашки;
- фарфоровый шпатель;
- муфельная печь;
- теплопроводные формы для расплава;
- фарфоровая ступка с пестиком;
- часовое стекло;
- шпатель;
- мерные цилиндры (25 $см^3$);
- воронки;

- мерные цилиндры (10, 30 см^3);
- бюретки;
- конические колбы (250 см^3);
- мерные колбы (100, 250 см^3);
- мерные пипетки (10 см^3);
- электроплитка;
- электронные весы ВК с дискретностью отсчета 0,005 г;
- аналитические весы;
- фильтры беззольные (красная лента);
- магнитная мешалка;
- стеклянная палочка;
- щипцы с длинными и короткими ручками.

2.4.1. Расчет количества исходных компонентов шихты

Для получения СФК (готовый продукт), полученный в лабораторной работе № 2 дигидрофосфат кальция (ДГФСа), смешивают с дигидрофосфатом натрия (ДГФNa) в таких пропорциях, чтобы соотношение оксида натрия (Na_2O) и оксида кальция (CaO) в готовом продукте соответствовало *2,5:1*.

Молярные массы ДГФСа, ДГФNa, Na_2O, CaO и факторы пересчета F приведены в табл.П1 Приложения.

1) Рассчитать массу ДГФNa *($NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$)*, в которой содержание Na_2O составит 2,5 г, по формуле

$$m\ (ДГФNa\ ) = m(Na_2O)_{расч} \cdot F(ДГФNa/Na_2O). \qquad (2.10)$$

m (ДГФNa)= 2,5 ·_____=_____г.

2) Рассчитать массу ДГФСа ($Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$), в которой содержание CaO составит 1,0 г, по формуле

$$m\ (ДГФСа) = m(\underline{Ca}O)_{расч} \cdot F(Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O/\underline{Ca}O) \qquad (2.11)$$

m (ДГФСа) = 1,0 ·_____=_____ г.

3) Для расчета общей массы готового продукта нужно знать содержание P_2O_5 в навесках обоих исходных веществ

$m_{1теор}$ (P_2O_5) = $F(P_2O_5/ДГФNa)$ ·m $(ДГФNa)$ = _____·_____ =_____г.

$m_{2теор}$ (P_2O_5) = $F(P_2O_5/ДГФCa)$ ·m $(ДГФCa)$ =_____· _____ =_____г.

4) Общее содержание P_2O_5 в готовом продукте после плавления шихты должно составить

$m_{общ}(P_2O_5) = m_{1теор}(P_2O_5) + m_{2теор}(P_2O_5)$ =_____г.

5) Определить теоретическое содержание P_2O_5, CaO, Na_2O в готовом продукте по формулам (2.12) – (2.15)

$$\omega(P_2O_5) = \frac{m(P_2O_5)_{общ}}{m^{расч}(г.п.)} \cdot 100,\% , \qquad (2.12)$$

где $m^{расч}(г.п.)$ - масса готового продукта, рассчитанная по формуле

$$m^{расч}(г.п.) = m(Na_2O) + m(CaO) + m_{общ}(P_2O_5) \qquad (2.13)$$

$m^{расч}(г.п.) = 2,5 + 1 +$_____ =_____г.

$\omega(P_2O_5)$ = _____%.

$$\omega(CaO) = \frac{m(CaO)}{m^{расч}(г.п.)} \cdot 100,\% \qquad (2.14)$$

$\omega(CaO)$ = _____%.

$$\omega(Na_2O) = \frac{m(Na_2O)}{m^{расч}(г.п.)} \cdot 100,\% \qquad (2.15)$$

$\omega(Na_2O)$ = _____%.

2.4.2. Приготовление шихты

Реактивы:

- дигидрофосфат натрия $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$;

- дигидрофосфат кальция $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$.

Полученный в лабораторной работе № 2, *ДГФСа*, поместить в ступку, растереть до тонкого порошка и взвесить на электронных весах (навеску помещаем на часовое стекло). Навеску перенести в новый чистый пакет.

ДГФNa измельчить в другой ступке, взять его навеску и пересыпать в пакет с навеской *ДГФСа*.

2.4.3. Получение СФК

Приготовленную шихту перенести в корундовый или алундовый тигель, поместить в «холодную» муфельную печь, нагреть до температуры 900 °С и выдержать расплав при этой температуре около 2 ч.

Расплав быстро и **осторожно!** разлить в подготовленные формы из теплопроводного металла (Au, Pt, Cu). Для получения цельных изделий, (не растрескавшихся при охлаждении), нужен перепад температур в течение короткого времени.

После охлаждения полученные образцы СФК (см. рис. 2.1) взвесить.

Масса готового продукта

$m^{пр}$ *(г.п.)* = _____ *г.*

Расчет выхода продукта произвести по формуле (2.16)

Рис. 2.1. Внешний вид СФК

$$\eta = \frac{m^{пр}(г.п.)}{m^{расч}(г.п.)} \cdot 100,\% \qquad (2.16)$$

η = _____%.

Вывод:

2.5. Лабораторная работа № 4. Уточнение химического состава готовых изделий

Реактивы:

- азотная кислота HNO_3 концентрированная (или разбавленная 1:1).

Взять навеску образца на аналитических весах с точностью до 4 – 5-го знака, равную 0,2500 г. Навеску перенести в мерную колбу объемом 250 см^3 и растворить в 10 см^3 HNO_3 концентрированной (или разбавленной 1:1).

Общий объем HNO_3 должен быть таким, чтобы вся навеска растворилась. После этого добавить в колбу дистиллированную воду до метки и тщательно перемешать.

2.5.1. Определение содержания P_2O_5 в готовом продукте молибденовым методом

Метод заключается в осаждении фосфора молибденовой жидкостью в присутствии избытка азотной кислоты, растворении выделенного осадка фосфоромолибдата аммония в титрованном растворе едкого натра и обратном титровании избытка едкого натра, не вошедшего в реакцию

$$(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_3 + 23NaOH = NaNH_4HPO_4 + (NH_4)_2MoO_4 + \\ + 11Na_2MoO_4 + 11H_2O$$

Точность метода определяется тем, насколько осадок фосфоромолибдата отвечает своему теоретическому составу, в котором отношение *P:Mo* должно быть равно 1:12. При содержаниях фосфора не ниже 0,1 – 0,2 % метод дает удовлетворительные результаты при массовой работе и является наиболее быстрым методом определения фосфора.

Реактивы:

Азотная кислота, 67 %-ный раствор;

Азотная кислота, 1 %-ный раствор;

Азотная кислота, 0,1н раствор;

Нитрат калия, 1 %-ный раствор;

Молибденовая жидкость (молибдат аммония), приготовленная по стандартной методике [46]: 150 г $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$ растворяют в 1 дм^3 горячей воды; полученный раствор медленно, непрерывно перемешивая, приливают к раствору NH_4NO_3 *(300 г) в 1 дм*^{3} HNO_3 *(8М)*;

Гидроксид натрия, 0,1н раствор;

Индикаторы: метиловый оранжевый, фенолфталеин.

Отобрать из мерной колбы аликвоту при помощи мерной пипетки (V=10 см^3). Аликвоту перенести в коническую колбу на 250 см^3, добавить 40 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и 30 см^3 раствора нитрата аммония. Затем добавить при энергичном перемешивании 40 см^3 раствора молибдата аммония, нагретого до температуры 40 - 50 °С и 2 - 3 капли концентрированного раствора аммиака для образования центров кристаллизации. **Нельзя нагревать раствор после прибавления молибдата!** Перемешивать в течение 30 мин (магнитная мешалка). (В это время провести определение *CaO*).

Дать осадку осесть в течение 15-30 мин. Отфильтровать через фильтр «синяя лента» методом декантации, т.е. следя за тем, чтобы как можно меньше осадка попало на фильтр. Промыть осадок 2-3 раза 1 %-ной HNO_3, и затем 1 %-ным раствором KNO_3. Промывку вести с декантацией, сливая жидкость по стеклянной палочке на фильтр, пока проба промывной воды не покажет отсутствие кислой реакции по метиловому оранжевому (до оранжевого цвета).

Фильтрат удалять по мере накопления. Промытый фильтр вместе с осадком перенести в коническую колбу, где проводилось осаждение, добавить из бюретки **точно отмеренный объем** (20 - 40 см^3) 0,1н раствора *NaOH*. Фильтр в процессе растворения разорвать стеклянной палочкой. Содержимое колбы перемешивают до исчезновения желтого осадка.

Если желтая окраска не исчезла, то добавить из бюретки еще 5,0 - 10,0 см^3 раствора *NaOH* и снова перемешать. После полного растворения осадка добавить 40 - 50 см^3 воды и 3 - 4 капли раствора фенолфталеина до появления устойчивого малинового окрашивания. Оттитровать избыток *NaOH* 0,100н раствором азотной кислоты до обесцвечивания.

Правильность титрования контролируют добавлением 1 - 2 капель титрованного раствора гидроксида натрия. При этом должна появиться розовая окраска.

Результат вычислить по формуле

$$\%^{пр} P_2O_5 = \frac{(V_щ \cdot K - V_к) \cdot 0{,}0003086 \cdot V_{мер.к.}}{V_{ал} \cdot m_н} \cdot 100{,}\% \qquad (2.17)$$

где $V_{щ}$ - объем взятого 0,1н раствора NaOH, см^3;

$V_к$ - объем 0,1н раствора HNO_3, израсходованного на обратное титрование, см^3;

0,0003086 - количество P_2O_5(г), соответствующее 1 см^3 0,100н раствора *NaOH*;

$V_{мер.к.}$- объем мерной колбы, см^3;

$V_{ал}$ - объем аликвоты анализируемого раствора, см^3;

$m_н$ - навеска анализируемого вещества, г;

К - коэффициент пересчета раствора *NaOH* на точно 0,100н раствор, рассчитывается по формуле

$$K = \frac{C_{эк}^{факт}(NaOH)}{0,1}, \qquad (2.18)$$

где $C_{эк}^{факт}(NaOH)$ устанавливают титрованием раствора NaOH 0,100н раствором HNO_3 по фенолфталеину

$$C_{эк}^{факт}(NaOH) = \frac{0,100 \cdot V(HNO_3)}{V_{ал}(NaOH)}, моль-экв/дм^3, \qquad (2.19)$$

$C_{эк}^{факт}(NaOH) =$ _____ *моль-экв/дм^3;*

К = _____ _____.

$\%^{пр} P_2O_5 =$ _____ %.

2.5.2. Определение содержания CaO в готовом продукте

Реактивы:

- хлороводородная кислота *HCl (1:1);*

- аммиак концентрированный;

- стандартизованный 0,02н раствор *ЭДТА*;

- аммиачно-буферный раствор (*АМБ*), имеющий *pH ~ 9 (100 см^3 концентрированного раствора аммиака 25%-ного + 25 г NH_4Cl + вода до 1 дм^3);*

- металлоиндикаторы: эриохромчерный *Т* (хромоген черный) или хром темно-синий (тщательно растертые смеси с хлоридом натрия в соотношении от 1:100 до 1:200).

Отобрать из мерной колбы аликвоту раствора готового образца при помощи мерной пипетки (*V=10 см*^{3}) и перенести в колбу для титрования. Довести объем до 100 см^3 дистиллированной водой. Внести несколько капель концентрированного раствора аммиака до слабого запаха (pH~9, проверить по универсальному индикатору). Добавить 5 см^3 АМБ и индикатор ЭХЧ с помощью микрошпателя. Оттитровать 0,02н раствором трилона Б до перехода окраски из красной в синюю.

Записать объем раствора ЭДТА, пошедший на титрование кальция

Vтр (Ca) = _____*см*^{3}.

Титрование повторить 2 - 3 раза.

В случае, если фосфат-ионы оказывают мешающее влияние, определение провести по **методике II** (см. п. 2.3.2.).

Процентное содержание *CaO* рассчитать по формуле

$$\%^{пр}CaO = \frac{V_{тр}(Ca)\cdot C_{эк}(тр)\cdot M_{эк}(CaO)\cdot V_{колбы}\cdot 100}{m_н \cdot V_{ал}\cdot 1000},\% \qquad (2.20)$$

где $C_{эк}(тр)$ - молярная концентрация эквивалента стандартизованного раствора ЭДТА, $моль-экв/дм^3$;

$V_{колбы}$ - объем мерной колбы, см^3;

$V_{ал}$ - объем аликвоты, см^3;

$m_н$ - навеска анализируемого вещества, г;

$M_{эк}(CaO)$ - молярная масса эквивалента *CaO (28), г/моль.*

%^{пр} *(CaO) =* _____*%.*

Содержание Na_2O в готовом продукте определим по разности

$$\%\ Na_2O = 100 - \%^{пр}(P_2O_5) - \%^{пр}(CaO) \qquad (23)$$

*% Na_2O =*_____*%.*

Результаты работы оформить в виде табл. 2.3.

Таблица 2.3

Результаты определения содержания оксидов в готовом продукте

Содержание основных компонентов (в пересчете на оксиды), %	P_2O_5	CaO	Na_2O
Практически полученное			
Расчетное значение (п.2.5.1.1)			

Вывод:

2.6. Лабораторная работа № 5. Исследование защитных свойств СФК от коррозии

Цель работы: исследовать возможность защиты от коррозии изделий из малоуглеродистой стали, используемой при изготовлении трубопроводов для подачи пожарно-питьевой воды населению, при помощи СФК**.**

Общие сведения

Снабжение населения России питьевой водой производится, главным образом, по трубопроводам, изготовленным из малоуглеродистой стали.

Без специальной защиты эти трубопроводы довольно быстро зарастают продуктами коррозии, что снижает пропускную способность коммуникаций, увеличивает гидравлические потери и приводит к нарушениям в подаче воды. Эти негативные явления особенно проявляются при подаче по системе горячей воды. Интенсивная коррозия сетей горячего водоснабжения вызывает, кроме того, утечку воды из-за возникновения свищей. В результате, при низких начальных капитальных затратах на сооружение систем горячего водоснабжения из стальных труб эксплуатационные расходы, связанные с частой заменой и ремонтом частей коммуникаций, более высоки по сравнению с трубопроводами отопления и холодного водоснабжения.

При невозможности замены трубопроводов из малоуглеродистой стали на трубопроводы из более коррозионностойких материалов по экономическим соображениям, целесообразна обработка воды ингибиторами.

Среди ряда ингибиторов коррозии, которые можно применять при подготовке питьевой воды, наибольшее внимание заслуживают производные фосфорной кислоты – фосфаты.

Для обработки воды фосфаты используют с начала XIX века и с тех пор они привлекают пристальное внимание многих исследователей, т.к. фосфат-ионы, введенные в воду даже в небольших количествах, способствуют уменьшению скорости коррозии водо-подающих систем и уменьшению отложений солей жесткости (накипи) на их поверхностях.

Известно применение для этих целей различных фосфатов: фосфата аммония, гексаметафосфата натрия, буферной системы: гексаметафосфат натрия-фосфорная кислота и др.

К недостаткам применяемых для обработки воды фосфатов можно отнести их высокую растворимость, а, следовательно, уменьшение времени воздействия на обрабатываемую поверхность металла водо-подающих систем. В результате образуемая на поверхности металла фосфатная пленка смывается под напором воды. Поэтому для обеспечения заданных защитных свойств требуется постоянное поддержание высокой концентрации фосфатов (до 30 мг/дм^3) в воде, что достигается путем постоянного принудительного ввода ингибиторов в гидросистему. Однако, высокая концентрация фосфатов в воде снижает безопасность их применения по санитарно-гигиеническим нормам в системах бытового водоснабжения. При снижении концентрации известных фосфатов снижается эффективность их воздействия на скорость коррозии и солеотложений.

СФК, полученные в лабораторной работе № 3, способны устранить эти недостатки [1 – 3; 7; 23; 25 – 26; 28 – 30; 40; 43 – 50]. Для исследования защитных свойств СФК от коррозии используются стальные пластинки из низкоуглеродистой стали.

2.6.1. Определение степени защиты от коррозии

Оборудование:

- аналитические или технохимические весы;
- электронные весы ВК с дискретностью отсчета 0,005 г;
- стаканы 200-250 см^3;
- колбы 200-250 см^3;
- мерный цилиндр 100 см^3;
- часовые стекла;
- бюретки;
- электроплитка.

Расходные материалы:

- образцы СФК, полученных в лабораторной работе № 3;
- образцы низкоуглеродистой стали (пластинки или гвозди);
- дистиллированная вода;
- раствор хлороводородной кислоты (1:1);
- раствор азотной кислоты (1:1);
- раствор аммиака (конц);
- 5%-ный раствор сульфосалициловой кислоты (индикатор);
- 0,02н раствор трилона Б;
- раствор **реагента III**: 20 $см^3$ 2н раствора HCl с уротропином (1/2 шпателя);
- этанол;
- мелкая наждачная бумага;
- фильтровальная бумага.

Ход работы

Стальные пластины зачистить наждачной бумагой и поместить в раствор **реагента III** (см. выше расходные материалы). Слить раствор, пластины промыть несколько раз проточной водой, не вынимая их из стакана, и сполоснуть 1 - 2 раза дистиллированной водой. Пластины перенести на чистый лист бумаги, промокнуть каждую пластину сухой фильтровальной бумагой, затем новым кусочком фильтровальной бумаги, смоченной в этаноле, и подсушить пластины на воздухе.

В два стакана налить по 100 $см^3$ дистиллированной воды.

Взвесить отдельно два стальных изделия одинаковой формы (гвозди, пластинки и т.п.) и поместить в стаканы с водой (см. рис. 2.2).

Рис. 2.2. Эксперимент на определение степени защиты от коррозии

Снабдить стаканы этикетками с номером варианта и номером колбы.

Взвесить образец СФК и поместить его в стакан № 2. Записать значение начальной массы в лабораторный журнал (табл. 2.4).

Таблица 2.4

Результаты эксперимента

Масса СФК, m, г:		Δ m, г	S, мг/дм^3	Vтр, см^3	m_{Fe} (р-р), г
$m^{нач}$	$m^{кон}$				
1					
2					
Внешний вид стальных образцов					
1					
2					

Стаканы №№1 и 2 оставить до следующего занятия (на 7 - 14 суток), прикрыв их сверху часовым стеклом.

Через 7 – 14 суток растворы слить в чистые конические колбы, (снабдив их этикетками с такими же номерами, что и стаканы) и отметить внешний вид стальных образцов. Наблюдения записать в лабораторный журнал (см. табл. 2.4).

Из стакана с образцом СФК вынуть его остатки, поместить на кусочек фильтровальной бумаги и после полного высыхания взвесить остатки СФК.

Записать значение конечной массы в лабораторный журнал (см. табл. 2.4).

Небольшими кусочками фильтровальной бумаги, смоченной дистиллированной водой, тщательно и аккуратно протереть стальные изделия и кусочки фильтровальной бумаги поместить в соответствующую колбу.

Затем тщательно протереть стальные изделия небольшими кусочками фильтровальной бумаги, смоченными в растворе этанола, и поместить кусочки бумаги в соответствующую колбу[3].

К обоим растворам добавить по 10 см^3 раствора хлороводородной кислоты (1:1), перемешать стеклянной палочкой и нагревать растворы, периодически перемешивая их палочкой до полного растворения крупинок оксидов железа.

К обоим растворам добавить по 5 см^3 раствора азотной кислоты (1:1).

Растворы нагреть почти до кипения до полного растворения осадка гидроксида железа.

Проверить степень окисления железа (II) до железа (III), для чего на полоску фильтровальной бумаги нанести каплю раствора гексацианоферрата (III) (три)калия. При отсутствии синей окраски пятна окисление железа можно считать полным. При положительной реакции на железо (II) нагрев растворов продолжить до полного окисления железа при добавлении кристаллического KNO_2.

Для выполнения анализа растворы должен иметь pH=2. Если раствор имеет pH<2 (проверить по универсальной индикаторной бумаге), то нужно добавить в него по каплям концентрированный раствор аммиака до слабого запаха (до изменения цвета раствора, но не доводить до выпадения кирпичного осадка). Затем сразу осторожно, по каплям, добавлять раствор *HCl* (1:1) с постоянным перемешиванием до первоначального цвета.

К растворам добавить по 2 см^3 индикатора - сульфосалициловой кислоты и оттитровать раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в соломенно-желтую.

Записать объем трилона Б, пошедший на реакцию, в табл. 2.4. Все полученные данные эксперимента после обработки результатов работы внести в сводную табл. 2.4.

Обработка результатов

Определить растворимость СФК в растворе по формуле

$$S = \frac{1000 \cdot \Delta m}{V_{воды}}, мг/дм^3, \qquad (2.21)$$

S_1 = _____ *мг/дм^3*.

S_2 =_____ *мг/дм^3*.

[3] если на стенках стаканов остались следы бурого цвета (оксиды железа), то добавить в них несколько капель 2н раствора азотной кислоты до растворения бурых пятен оксида железа. Перенести растворы в соответствующие колбы, ополоснуть стаканы дистиллированной водой и подсоединить к основным растворам в колбах.

Результаты по растворимости занести в табл. 2.4.

Определить массу железа в обоих растворах по формуле

$$m_{Fe} = V_{тр.} \cdot T(тр./Fe), г \qquad (2.22)$$

где $V_{тр.}$ - объем трилона, пошедший на титрование, см^3;

T(тр./Fe) - титр трилона по железу, г/см^3, рассчитывается по формуле

$$T(тр./Fe) = \frac{C_{эк}(тр.) \cdot M_{эк}(Fe)}{1000}, г/см^3 \qquad (2.23)$$

T (тр./Fe) = _____ *г/см*^{3}.

$m_{Fe}(раствор№1) =$ _____ *г.*

$m_{Fe}(раствор№2) =$ _____ *г.*

Определить степень защиты от коррозии стальных изделий в присутствии фосфатного стекла по формуле

$$n = \frac{m_{Fe}(раствор№1)}{m_{Fe}(раствор№2)} \qquad (2.24)$$

n ≈_____ *раз(а).*

Сделать вывод о влиянии СФК на степень защиты металлических изделий от коррозии.

Вывод:

2.6.2. Визуальная оценка сплошности и коррозионной стойкости фосфатных покрытий на стальных изделиях

Оборудование:

- стальные пластины с отверстием размером 30×20×2 мм (10 шт.);
- стеклянные стаканы (100 см^3);
- мерный цилиндр (50 см^3);
- стаканы для реагентов I - III (50 - 100 см^3) (3 шт);
- мерные пипетки (5 см^3);
- пипетки;
- секундомер;
- лупа;
- электронные весы ВК с дискретностью отсчета 0,005 г;
- стеклянные палочки и нитки для подвешивания пластин;

Реактивы:

- растворы СФК с разными концентрациями;
- раствор **реагента I** (на основе $K_3Fe(CN)_6$) (50 см^3);
- раствор **реагента II** следующего состава: 20 см^3 раствора $CuSO_4 \times 5H_2O$ концентрации 0,4 моль/ дм^3.
- раствор **реагента III**: 20 см^3 2н раствора *HCl* с уротропином (1/2 шпателя).

Подготовка образцов для испытаний

Стальные пластины зачистить наждачной бумагой и поместить в раствор **реагента III** (см. **реактивы**) на 20 с. Слить раствор, пластины промыть несколько раз проточной водой, не вынимая их из стакана и сполоснуть 1 - 2 раза дистиллированной водой. Пластины перенести на чистый лист бумаги, промокнуть каждую пластину сухой фильтровальной бумагой, затем новым кусочком фильтровальной бумаги, смоченной в этаноле и подсушить пластины на воздухе.

В стеклянный стакан емкостью 100 - 150 см^3 внести 50 см^3 исследуемого раствора (ИР) с концентрациями фосфатного стекла, указанными в табл. 2.8 и погрузить в него две стальные пластины в подвешенном состоянии.

Довести ИР до кипения, отключить нагревательный прибор и охладить ИР, (не снимая стакан с поверхности нагревательного прибора), до комнатной температуры.

ИР оставить для дальнейших исследований, а пластины на фильтровальную бумагу и высушить на воздухе.

Оценить сплошность фосфатного покрытия на одной пластине и коррозионную стойкость (на другой пластине).

Оценка сплошности покрытия

Вырезать образцы фильтровальной бумаги по контуру второй пластины.

Образцы фильтровальной бумаги смочить в растворе **реагента I** (см. **реактивы**), стряхнуть лишнюю жидкость и плотно прижать к стальной пластине. Через 30 с фильтровальную бумагу осторожно снять с пластины, положить на чистый лист и визуально оценить степень коррозии пластин по площади синих пятен турнбулевой сини (%). Результаты занести в табл. 2.5.

Таблица 2.5

Результаты эксперимента

Номер раствора (стакана)	Концентрация СФК, мг/дм^3	Степень коррозии, %	Коррозионная стойкость фосфатной пленки, с
1	5		
2	20		
3	50		
4	-		

Ускоренное определение коррозионной стойкости покрытия

На поверхность второй пластины нанести на некотором расстоянии две большие капли раствора **реагента II** (см. **реактивы**) и включить секундомер. С помощью лупы наблюдать за моментом появления меди под каплями раствора реагента. Время в секундах от момента нанесения капли до момента появления меди занести в табл. 2.8. Эта величина служит характеристикой коррозионной стойкости фосфатного слоя.

Сделать вывод:

а) о достигнутой степени сплошности фосфатной пленки в зависимости от концентрации СФК в растворе.

б) о коррозионной стойкости пластин с фосфатной пленкой и без нее.

Вывод:

2.7. Лабораторная работа № 6. Исследование защитных свойств СФК от солеотложений

Цель работы: исследовать защитные свойства СФК от солеотложений.

Общие сведения

В водонагревательных системах заполняющая пожарно-питьевая вода циркулирует постоянно, поэтому нет возможности удалять накапливающийся шлам, что приводит к "засорению" элементов системы продуктами коррозии, солеотложениями из воды, снижению теплоотдачи, увеличению расхода электроэнергии, повышению температуры металлических частей нагревательного элемента и уменьшению срока службы систем.

При замене металлических поверхностей на пластиковые эти проблемы не исчезают, так как солеотложения образуются на любых поверхностях, а запорные узлы выполняются из металлов, которые необходимо защищать от коррозии.

Продукты коррозии, поступающие в воду, ухудшают ее потребительские свойства. В связи с этим к качеству пожарно-питьевой воды, (как заполняющей, так и «подпиточной»), предъявляются особые требования. Например, жесткая вода должна подвергаться умягчению (удаление из воды солей жесткости). Но умягченная вода более агрессивна по отношению к металлам, чем жесткая, особенно, если в ней содержатся агрессивные газы, в первую очередь, кислород. Поэтому умягченную воду подвергают дегазации.

На практике для связывания кислорода применяют гидразин, который опасен для человеческого организма, особенно, если по конструкционным схемам отопительная вода может попасть в питьевую воду. Менее опасно применение сульфита натрия, но при связывании кислорода он превращается в сульфат. Сульфат-анион с ионами кальция образует труднорастворимый шлам. Кроме того, расход сульфита увеличивается при увеличении температуры.

В последнее время умягченную воду обрабатывают ингибиторами с целью защиты водонагревательных систем от коррозии. В качестве ингибиторов, как правило, используют индивидуальные вещества типа нитрита, фосфата, бората, силиката, натрия и т.д. или их смеси. Подобные вещества имеют высокую нерегулируемую растворимость, поэтому для поддержания их концентрации в воде в заданных пределах требуется применение специальных дозаторов.

Химическая обработка воды ингибиторами коррозии и солеотложений является эффективным способом защиты поверхностей водонагревательных систем. Многолетний опыт применения подобных ингибиторов показал, что для элементов водонагревательных систем без защитных покрытий противокоррозионная обработка воды с низкими концентрациями ингибиторов (менее 10 г/м^3) малоэффективна, а более высокие концентрации недопустимы по санитарно-гигиеническим нормам, т.к. избыток этих реагентов, попадающих

с водой в водоемы, приводит к эвтрофикации, ухудшению качества воды, что оказывает отрицательное влияние на здоровье человека, на флору и фауну.

Другим недостатком известных ингибиторов является высокая растворимость, что требует поддержания расчетного количества в обрабатываемой воде с помощью дозирующих устройств и привлечения дополнительного обслуживающего персонала.

Для решения указанных проблем авторы настоящего пособия предлагают использовать для обработки воды СФК запатентованных составов [1 - 3].

К достоинствам СФК авторы относят экологическую безопасность, нейтральность (не влияет на значение pH обрабатываемой воды), удобство в обращении, неограниченный срок хранения при соблюдении технических требований.

Особым достоинством СФК является ее ограниченно-постоянная самопроизвольная растворимость в воде, определяемая составом, который подбирается в зависимости от свойств обрабатываемой воды, планируемого расхода и температуры, что способствует поддержанию концентрации в необходимых пределах без использования дозирующих устройств.

Результаты исследований антикоррозионных, антинакипных, бактерицидных свойств СФК опубликованы в ряде авторских работ [1 – 3; 7; 23; 25 – 26; 28 – 30; 40; 43 – 50].

Выполнение работы

Используемое оборудование:

- аналитические весы с дискретностью отсчета 0,00005 г;
- электронные весы ВК с дискретностью отсчета 0,005 г;
- мерные стаканы (100 $см^3$);
- колбы (200 - 250 $см^3$);
- воронки;
- мерный цилиндр (100 $см^3$);
- мерные пипетки (10 – 25 $см^3$);
- стеклянные палочки;
- часовые стекла;
- электроплитка с регулятором температуры;
- термометр;
- сушильный шкаф.

Расходные материалы:

- образцы СФК, полученных в лабораторной работе № 3;
- дистиллированная вода;
- фильтровальная бумага «красная лента».

Взвесить часовое стекло на аналитических весах и записать значение массы часового стекла в лабораторный журнал

m (ч.ст.) =_____ *г.*

Поместить образец СФК на часовое стекло, взвесить на аналитических весах и записать начальную массу образца (за вычетом *m (ч.ст.)*) в лабораторный журнал

m (нач.) = _____ *г.*

Для исследования количества солеотложений (накипи) из воды необходимо подготовить два стакана, снабдив их этикетками с №№ 1 и 2.

В стаканы поместить по 100 $см^3$ исследуемой воды, измерив ее объем, при помощи мерного цилиндра.

В стакан № 2 поместить аккуратно (по стенке) взвешенный образец СФК.

Стаканы накрыть часовыми стеклами, поставить в лабораторный шкаф и оставить на 7 - 14 суток (по заданию преподавателя).

Через 7 - 14 суток раствор воды из стакана № 2 освободить от образца СФК путем фильтрования в колбу. Проследить, чтобы весь образец (целая часть и кусочки) остался на фильтре «красная лента».

Фильтр с образцом СФК высушить (допустимо для ускорения эксперимента) поместить фильтр с образцом СФК в сушильный шкаф с температурой не более 100 °С на 15 - 20 мин.

Высушенный образец СФК аккуратно (кусочки - пинцетом) отделить от фильтра, поместить на (предварительно взвешенное) часовое стекло и взвесить на аналитических весах. Значение конечной массы образца СФК записать в лабораторный журнал

m (кон.) =_____ *г.*

По разности начальной и конечной масс СФК рассчитать массу растворившегося образца *(Δm)* и записать в лабораторный журнал

Δm = m (нач.) - m (кон.) = _____ *г.*

Рассчитать растворимость СФК по формуле

$$S = 10 \cdot \Delta m, \ мг/см^3. \qquad (2.25)$$

Результат значения растворимости СФК записать в лабораторный журнал

S =_____ *мг/см*^{3}.

Из исходного раствора № 2 приготовить рабочий раствор, в 100 см^3 которого содержится 1 мг /100 см^3 СФК (или 10 мг/дм^3). Объем раствора № 2 рассчитать из пропорции, по формуле (2.26)

В *1 см*^{3} *(раствора № 2)* – значение *S* (см. выше)_____ *мг* СФК;
V (раствора № 2) – 1 мг СФК, отсюда

$$V\ (раствора\ №\ 2) = 1 \cdot 1/S,\ см^3 \qquad (2.26)$$

Результат значения объема V (раствора № 2) записать в лабораторный журнал

V (раствора № 2) = _____*см*^{3}.

Рассчитанный объем исследуемого раствора № 2 отобрать мерной пипеткой, перенести в мерный стакан, довести до метки 100 см^3 исследуемой водой и тщательно перемешать при помощи стеклянной палочки.

Стаканы №№1 и 2 с исследуемыми растворами воды поместить на электроплитку, обеспечивающей нагрев растворов до температуры не более 60 – 70 °С.

Нагрев вести до достижения объема раствора, равного 50 см^3.

Снять стаканы с электроплитки, накрыть часовыми стеклами и поместить в лабораторный шкаф на одни - семь суток (для формирования кристаллов солеотложений).

Взвесить фильтры «красная лента» на аналитических весах. Записать значения массы фильтров в лабораторный журнал

m (ф.1) =_____ *г.*

m (ф.2) = _____ *г.*

Провести фильтрование растворов №№ 1 и 2 через соответствующие их номерам фильтры.

Фильтры с солетложениями (накипью) высушить в сушильном шкафу при температуре не более 100 °С в течение 15 - 20 мин; охладить и взвесить на

аналитических весах. Значение масс фильтров с солеотложениями (см. рис. 2.3) записать в лабораторный журнал

*m (ф.1 + солеотл.1) =*_____ *г;*

m (ф.2 + солеотл.2) = _____ *г;*

m (солеотл.1) = _____*г;*

m (солеотл.2) = _____ *г.*

Рис. 2.3. Высушенные и охлажденные фильтры с солеотложениями

Результаты исследования антинакипных свойств СФК занести в сводную табл. 2.6.

Таблица 2.6

Результаты эксперимента

Номер раствора	Наличие СФК	Масса солеотложений, г
1	-	
2	+	

Сделать вывод о защитных свойствах СФК от солеотложений.

Вывод:

3. РАСЧЕТНЫЕ ЗАДАНИЯ

Цель расчетных заданий: научиться рассчитывать состав шихты для получения СФК с различным соотношением компонентов.

Общие сведения

Шихта - смесь исходных материалов в определённой пропорции, подлежащая переработке в металлургических, химических и других агрегатах.

Для составления шихты необходимо, как минимум, знать химический состав продукта, который надо получить в процессе переработки шихты и состав исходных материалов, из которых будет составляться шихта. Технологические расчеты, связанные с шихто-подготовкой, являются важной практической составляющей профессиональной деятельности химика-технолога различных производств.

При производстве, например, стекла, шихта составляется из сырьевых материалов, содержащих стеклообразующие оксиды. Наибольшее значение в технике и в строительстве имеют оксидные стекла, которые различают по виду стеклообразующего оксида (SiO_2, B_2O_3, P_2O_5, GeO_2): силикатные, боратные, фосфатные, германатные.

Главной стадией производства стекла является высокотемпературная обработка шихты, при которой происходит синтез минералов и образование стекловидной фазы. Охлаждение расплава в определенных условиях дает не кристаллическое, а аморфное вещество – стекло.

Один из способов получения СФК, предназначенных для защиты элементов водонагревательных систем от коррозии и солеотложений, описан в [28 - 29].

Для расчетов шихты по заданному химическому составу готового продукта удобно пользоваться факторами пересчета (аналитическими множителями).

Фактором пересчета называют отношение эквивалента определяемой составной части к эквиваленту ее весовой формы. В общем случае фактор пересчета $F_{A/B}$ вычисляют по формуле

$$F_{A/B} = \frac{x \cdot M(A)}{y \cdot M(B)}, \qquad (3.1)$$

где *M(A) и M(B)* – молярные массы определяемого вещества А и его гравиметрической формы В;

x, y – стехиометрические коэффициенты в химических формулах определяемого вещества и гравиметрической формы, на которые умножают

молярные массы, чтобы число моль определяемого компонента в числителе и знаменателе было одинаковым.

На практике обычно пользуются готовыми значениями *F*, которые для многих веществ сведены в специальные таблицы [55 - 56].

3.1. Примеры расчетов

Приведем примеры расчета состава шихты для получения СФК.

Пример 1. Массу триполифосфата натрия $Na_5P_3O_{10}$ (ТПФNa), эквивалентную известной массе оксида Na_2O, определяют по формуле

$$m(ТПФNa) = F_{ТПФNa/Na_2O} \cdot m(Na_2O), \qquad (3.2)$$

предварительно рассчитав фактор пересчета ТПФNa по Na_2O. Для этого представим химическую формулу $Na_5P_3O_{10}$ в виде оксидов, чтобы определить стехиометрические коэффициенты

$$Na_5P_3O_{10} = 2{,}5Na_2O \cdot 1{,}5P_2O_5$$

Молярные массы, *г/моль*: $Na_5P_3O_{10} = 368$; $Na_2O = 62$; $P_2O_5 = 142$.

$$F_{ТПФNa/Na_2O} = \frac{M(Na_5P_3O_{10})}{2{,}5M(Na_2O)} = \frac{368}{2{,}5 \cdot 62} = 2{,}374$$

При расчете состава шихты для получения СФК различного состава рекомендуется использовать значения факторов пересчета, указанные в табл. П1 Приложения.

Пример 2. Рассчитать состав шихты для получения СФК по исходным компонентам: дигидрофосфат кальция $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$ (ДГФСа), триполифосфат натрия $Na_5P_3O_{10}$ (ТПФNa), если массовое отношение оксидов $Na_2O:CaO$ равно 2,0, а масса Na_2O - 250 г. Определить массовые доли оксидов Na_2O, CaO, P_2O_5 в готовом продукте.

Решение.

1) Определим массу ТПФNa по известной массе Na_2O, воспользовавшись фактором пересчета $F(ТПФNa/Na_2O)$ (см. табл. П1 Приложения)

$$m(ТПФNa) = F_{ТПФNa/Na_2O} \cdot m(Na_2O) = 2{,}374 \cdot 250 = 593{,}5\ г.$$

2) Определим массу ДГФСа по массе CaO.

Масса CaO по условию задачи должна быть в 2 раза меньше массы Na_2O.

$$m(CaO) = 250 : 2 = 125{,}0\ г.$$

Масса ДГФСа

$$m(\,ДГФСа\,) = F_{ДГФСа\,/\,CaO} \cdot m(\,CaO\,) = 4{,}500 \cdot 125 = 562{,}5\ г.$$

3) Определим содержание P_2O_5: в ТПФNa и в ДГФСа

$$m(\,P_2O_5\,) = F_{P_2O_5\,/\,ТПФNa} \cdot m(\,ТПФNa\,) = 0{,}579 \cdot 593{,}5 = 343{,}6\ г;$$

$$m(\,P_2O_5\,) = F_{P_2O_5\,/\,ДГФСа} \cdot m(\,ДГФСа\,) = 0{,}560 \cdot 562{,}5 = 315{,}0\ г.$$

Суммарное содержание P_2O_5

$$\sum m(\,P_2O_5\,) = 343{,}6 + 315 = 658{,}6\ г.$$

4) Масса готового продукта (сумма оксидов)

$$m_{прод} = 658{,}6 + 250 + 125 = 1033{,}6\ г.$$

5) Массовые доли оксидов в готовом продукте

$$\%(\,P_2O_5\,) = \frac{m(\,P_2O_5\,)100}{m_{прод}} = \frac{658{,}6 \cdot 100}{1033{,}6} = 63{,}7\%$$

$$\%(\,CaO\,) = \frac{m(\,CaO\,)100}{m_{прод}} = \frac{125 \cdot 100}{1033{,}6} = 12{,}1\%$$

$$\%(\,Na_2O\,) = \frac{m(\,Na_2O\,)100}{m_{прод}} = \frac{250 \cdot 100}{1033{,}6} = 24{,}2\%$$

Ответ: *24,2 % (Na_2O); 12,1 % (CaO); 63,7 % (P_2O_5).*

3.2. Расчетные задания

3.2.1. Определение массовых долей оксидов в готовом продукте по известной массе оксида натрия и соотношению оксидов натрия и кальция

Известно, что масса Na_2O должна быть … г, а отношение $Na_2O:CaO$ в готовом продукте - … (по массе). Определить массовые доли оксидов Na_2O, CaO, P_2O_5 в готовом продукте. При расчете воспользуйтесь значениями факторов пересчета, указанными в табл. П1 Приложения. Данные для расчета шихты приведены в табл. 3.1.

Таблица 3.1

Данные для расчета шихты

Исходные данные	Состав шихты									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Компоненты шихты:										
Дигидрофосфат кальция $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√
Дигидрофосфат натрия $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$	√			√			√			√
Триполифосфат натрия $Na_5P_3O_{10}$		√			√			√		
Гексаметафосфат натрия $NaPO_3$			√			√			√	
Масса Na_2O, кг	0,5	0,2	0,1	0,4	1,0	0,7	0,25	0,15	0,3	0,1
Соотношение оксидов $Na_2O:CaO$	1,5	1,5	1,5	2,5	2,5	2,5	2,0	1,7	2,0	2,0

3.2.2. Определение состава шихты для получения СФК по заданной массе готового продукта и содержанию оксидов натрия, кальция и фосфора (V) в готовом продукте

Рассчитать состав шихты для получения СФК по указанным исходным компонентам (см. табл. 3.1, соответствующий вариант), если известно содержание оксидов в готовом продукте и масса продукта. Данные для расчета шихты приведены в табл. 3.2.

Таблица 3.2

Данные для расчета шихты

Исходные данные	Состав шихты									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Содержание оксидов в готовом продукте, %:										
CaO	7,0	9,0	-	10,0	-	12,0	-	17,0	-	20,0
P_2O_5	65,0	62,0	64,0	60,0	63,0	61,0	62,5	62,0	63,5	60,0
Na_2O	-	-	15,0	-	20,0	-	24,0	-	22,0	-
Масса готового продукта, кг	0,10	0,20	0,25	0,50	1,00	0,60	0,80	1,20	1,50	2,00

Привести данные расчета шихты конкретного состава СФК (по заданию преподавателя) в виде табл. 3.3.

Таблица 3.3

Масса компонентов шихты

Наименование компонента	Масса компонента, г

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Что такое стекло?
2. Классификация стекол.
3. Фосфатное стекло, его состав и структура.
4. Что такое стекловидная фосфатная композиция (СФК)?
5. Какие материалы используются для получения шихты СФК?
6. Как проводится анализ исходных материалов на содержание основных компонентов в шихте СФК?
7. Как производится расчет состава шихты для получения СФК заданного состава?
8. Из каких условных стадий состоит процесс высокотемпературного получения СФК? Поясните, что происходит на каждой стадии?
9. Этапы технологии СФК.
10. Как проводится уточнение химического состава готового продукта?
11. Области применения фосфатных стекол и СФК.
12. Преимущества СФК.
13. Факторы, влияющие на технологию получения СФК.
14. Свойства СФК.
15. Техника безопасности при выполнении лабораторного получения СФК.
16. Что такое коррозия металлов в водных растворах?
17. Виды коррозии.
18. Факторы, влияющие на коррозию в водных растворах?
19. Чем обусловлены защитные свойства СФК от коррозии?
20. Зависимость степени сплошности фосфатной пленки и ее защитных свойств от коррозии от концентрации СФК в растворе?
21. Какими способами можно оценить защитные свойства СФК от коррозии?
22. Что такое солеотложения (накипь)?
23. Факторы, влияющие на образование солеотложений?
24. Чем обусловлены защитные свойства СФК от солеотложений?
25. Каким способом можно оценить защитные свойства СФК от солеотложений?
26. Методика лабораторного эксперимента.
27. Использование результатов исследований при разработке нормативной и технической документации на химическую продукцию.
28. Проектная деятельность при внедрении инноваций.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изучение состояния вопроса и выполнение практикума по получению и исследованию свойств стекловидных фосфатных композиций направлено на формирование у обучающихся системы профессиональных практических умений и исследовательских навыков, обеспечивающих возможность качественно выполнять свою профессиональную деятельность: проведение химического анализа, выполнение химико-технологических расчетов, получение заданного продукта и оценка эффективности осуществленного процесса, исследование свойств полученного продукта, обработка результатов исследовательской работы.

Результаты исследований получения и свойств СФК, полученных ранее авторами (см. раздел 1) и самими студентами в результате выполнения практикума, учебно-исследовательской и проектной деятельности, можно использовать при разработке проектов нормативных и технических документов на химическую продукцию:

- предварительный национальный стандарт;
- технические условия;
- технологическая инструкция получения СФК;
- паспорт качества;
- паспорт безопасности и др., что позволит ускорить внедрение инновационной химической продукции в производство.

Проектная деятельность и стандартизация СФК способствует успешному переходу от идеи к ее воплощению и внедрению нового продукта, сокращает путь инновации и ускоряет продвижение инноваций и модернизаций, обеспечивая совместимость, взаимозаменяемость и безопасность продукции, сосредоточение инвестиций и ресурсов на важных инновационных направлениях, а также позволяет задавать общее направление инноваций и модернизаций.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1 Композиция для защиты от коррозии и солеотложений систем водоснабжения и водоотведения /Костина З.И., Никифоров Б.А., Костин В.Ф., Крылова С.А., Понурко И.В., Слобожанкин Г.С.//патент на изобретение RUS 2303084 03.07.2006

2 Композиция для защиты систем водоснабжения и водоотведения / Костина З.И., Крылова С.А., Понурко И.В., Костин В.Ф. //патент на изобретение RUS 2535891 16.10.2013

3 Защитная композиция / Понурко И. В., Крылова С. А., Костина З. И. //патент на изобретение RUS 2634109 20.12.2016

4 Несветаева, Г.В. Строительные материалы [Текст]: учебно-справочное пособие / Г.В. Несветаева. – Изд. 3-е, перераб. и доп. – Ростов н/Д: Феликс, 2007. – 620 с.

5 Шульц, М. М. Современные представления о строении стекол и их свойствах [Текст] / М. М. Шульц, О. В. Мазурин; АН СССР. - Л. : Наука : Ленингр. отд-ние, 1988. - 197 с

6 Разработка составов и схем применения фосфатных композиций для различных объектов [Текст] / З.И. Костина, В.Ф. Костин, С.А. Крылова, И.В. Понурко / Материалы 65-й научно-технической конференции: Сб. докл. - Магнитогорск: ГОУ ВПО «МГТУ», 2007.- Т.1.- С.116-119.

7 Понурко, И.В. Синтез стекловидных фосфатных композиций: учеб. пособие / И.В. Понурко, С.А. Крылова. – Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та, 2017. - 46 с.

8 Везер, Ван. Фосфор и его соединения [Текст]: монография / Ван Везер - М.: Изд-во иностр. лит., 1962 - 687 с.

9 Пат. 3360332 США МПК С 03 С 3/17. Смешанно-катионные фосфатные стекла [Текст] / Заявитель Fuchs Robert J, Lutz Charles W ; Патентообладатель FMC corp. - № 19650432890; опубл 26.12. 1967. – 3 с.

10 Пат. 2191755 Российская Федерация, МПК С 03 С3/ 16. Способ производства фосфатных стекол [Текст]/ Заявитель Лимбах И. Ю. ; Патентообладатель Лимбах И. Ю. - № 2001135953/03; заявл 21.12.2001 ; опубл 27.10.2002. – 4 с.

11 Опыт применения ингибитора «Композиция фосфатная» (КОМФОС) для защиты систем горячего водоснабжения от коррозии и накипеобразования [Текст] / В.Н. Лаптев, Г.С. Слобожанкин, З.И. Костина и др. / Энергосбережение и водоподготовка. - 1999. - № 3.- С. 43-46.

12 О применении ингибитора «КОМФОС» в системе горячего водоснабжения г. Магнитогорска [Текст] / Б.А. Никифоров, З.И. Костина, Г.С. Слобожанкин и др. / Практика противокоррозионной защиты.- 2000.- №3. – С.28-31.

13 Костина, З.И. Влияние природы катиона на растворимость ингибитора «КОМФОС» [Текст] / З.И. Костина, С.А. Крылова, В.Ф. Костин / Теория и технология металлургического производства: межвуз. сб. науч. тр. - Магнитогорск: МГТУ, 2003.- Вып. 3.- С.229-232.

14 Костина, З.И. Влияние анионов-заместителей на свойства фосфатных стекол [Текст] / З.И. Костина, С.А.Крылова, И.В. Понурко / Теория и технология металлургического производства: межвуз. сб. науч. тр. - Магнитогорск: МГТУ, 2004.- Вып. 4.- С.116-120.

15 Увеличение срока службы элементов систем горячего водоснабжения [Текст] / З.И. Костина, С.А.Крылова, И.В. Понурко и др. / Теория и технология металлургического производства: межвуз. сб. науч. тр. - Магнитогорск: МГТУ, 2005.- Вып. 4.- С.226-231.

16 Прикладные аспекты использования фосфатных стекол [Текст] / З.И. Костина, С.А.Крылова, И.В. Понурко и др. / Материалы 64-й научно-технической конференции по итогам научно-исследовательских работ за 2004-2005 годы: Сб. докл. - Магнитогорск: ГОУ ВПО «МГТУ», 2006.- Т.1.- С.104-107.

17 Разработка и использование композиций для улучшения качества пожарно-питьевой воды [Текст] / З.И. Костина, В.Ф. Костин, С.А.Крылова, И.В. Понурко / Наука и устойчивое развитие общества. Наследие В.И.Вернадского: Сб. материалов 2-й международной научно-практической конференции. - Тамбов: Издательство: Тамбовпринт, 2007- С.120-121.

18 Анализ состояния стойкости элементов индукционного нагрева с водяным охлаждением [Текст] / З.И. Костина, В.Ф. Костин, С.А.Крылова, И.В. Понурко / Химия. Технология. Качество. Состояние, проблемы и перспективы развития: Межвуз. сб. науч. тр. Магнитогорск: ГОУ ВПО «МГТУ», 2009. Вып.2. - С.85-89.

19 Пассивация внутренних поверхностей металлических водоводов [Текст] / З.И. Костина, В.Ф. Костин, С.А.Крылова, И.В. Понурко / Процессы и оборудование металлургического производства: Межрегиональный сб. науч. тр. Вып.8.- Магнитогорск: ГОУ ВПО «МГТУ», 2009 - С.200-205.

20 Химическая защита элементов водоснабжения от агрессивного воздействия воды [Текст] / З.И. Костина, В.Ф. Костин, С.А.Крылова, И.В. Понурко / Чистая вода- 2009: труды Международной научно-практической конференции.- Кемеровский технологический институт пищевой промышленности.- Кемерово, 2009- С. 396-398.

21 Исследование возможности применения ингибитора «Ф» для защиты от коррозии и солеотложений оборудования нефтепродуктообеспечения [Текст] /З.И. Костина, С.А. Крылова, И.В.Понурко и др. / Актуальные проблемы современной науки, техники и образования. Материалы 69-й межрегиональной науч.-техн.конф.:Сб. докл. - Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос.техн.ун-та им.Г.И. Носова, 2011.Т.1. С.112-114.

22 Костина, З.И. О состоянии внедрения проекта ООО «КомПас-МГТУ» [Текст] / З.И. Костина, С.А.Крылова, И.В. Понурко / Актуальные проблемы современной науки, техники и образования. Материалы 70-й межрегиональной науч.-техн.конф. - Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос.техн.ун-та им.Г.И. Носова, 2012.-Т.1. - С.147-148.

23 Влияние модифицированной фосфатной композиции на качество воды /И.В. Понурко, З.И. Костина, С.А. Крылова, А.И. Хилалов, А.М. Рахмангулова //Актуальные проблемы современной науки, техники и образования: материалы 74-й междунар. нач.-техн. Конф.: Магнитогорск, 2016. Т. 1. С. 261-264.

24 Контроль качества воды, обработанной фосфатной композиции, по стандартизованным методикам [Текст] / Хилалов А.И., Звездин В.И., Пимонов А.А. / Молодежь, Наука. Будущее. Вып. 16 – 2016. – С. 183-186.

25 К вопросу о химической обработке воды фосфатной композицией /И.В. Понурко, С.А. Крылова, З.И. Костина, В.И. Звездин //Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. 2016. № 8-3. С. 475.

26 Исследование бактерицидных свойств цинкосодержащей фосфатной композиции / И.В. Понурко, С.А. Крылова, В.И. Звездин, А.И. Хилалов //Качество в обработке материалов. 2016. № 2 (6). С. 55-57.

27 СанПиН 2.1.4.1074-01. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества [Текст]. - Взамен СанПиН 2.1.4.559-96 ; введ. 2001. 26 .09 .– М.:Минздрав России, 2002. - 62 с.

28 Получение и свойства стекловидной метафосфатной композиции для защиты элементов водонагревательных систем от коррозии / З.И. Костина, С.А. Крылова, И.В. Понурко// Стекло и керамика. – № 2. - 2016. – С. 39-42.

29 Production and Properties of Glassy Metaphosphate Composition for Protecting the Elements of Water-Heating Systems from Corrosion/ Z. I. Kostina, S. A. Krylova, I. V. Ponurko//Glass and Ceramics, Issue 1, May 2016, Volume 73, pp 71-74.

30 О возможности использования фосфатной композиции с целью увеличения срока службы водоотопительных систем / И.В. Понурко, А.А. Пимонов, А.А. Горелова, Р.А. Давлеткулова, А.К. Ахметова //Актуальные проблемы современной науки, техники и образования: тезисы докладов 76-й междунар. нач.-техн. конф. Магнитогорск, 2018. Т. 2. С. 24

31 Жук Н.П. Курс коррозии и защиты металлов Учеб. Пособие [Текст]/ – М.: Металлургия, 1976. – 472 с.

32 Рейзин, Б.Л., Защита систем горячего водоснабжения [Текст]: учеб. пособие / Б.Л. Рейзин, И.В. Стрижевский, Р.П. Сазонов. – М.: Стройиздат, 1986. – 112 с.

33 ГОСТ Р 51232-98 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества [Текст]. – Введ. 1999-07-01. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. - 19 с.

34 Сомов М.А. Водопроводные системы и сооружения [Текст]/ Учеб. для вузов. – М.: Стройиздат, 1988. - 399 с.

35 Коломиец Н.П. Устройство, ремонт и обслуживание электрооборудования в сельскохозяйственном производстве Учеб. Пособие [Текст]/ – М.: Академия, 2003. – 368 с.

36 Кузнецов М.В., Новоселов В.Ф., Тугунов П.И., Котов В.Ф. Противокоррозионная защита трубопроводов и резервуаров [Текст]/ Учебник для вузов. – М.: Недра, 1992 – 238 с.

37 Борисов Б.И. Защитная способность изоляционных покрытий подземных трубопроводов [Текст]/ – М.: Недра, 1987. – 288 с.

38 ГОСТ 3351-74 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности [Текст]. – Взамен ГОСТ 3351-46 ; введ. 1974.05.24. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. - 7 с.

39 ГОСТ 32901-2014 Молоко и молочная продукция. Методы микробиологического анализа при различных температурах [Текст]. - Введ. 2016-01-01. – М.: Стандартинформ, 2015. – 24 с.

40 Антинакипные свойства композиции «Астра» /И.В. Понурко, З.И. Костина, С.А. Крылова, Е.И. Шабалин //Теория и технология металлургического производства. 2014. № 2 (15). С. 112-116.

41 ГОСТ 3624-92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности [Текст]. - Взамен ГОСТ 3624-67 ; введ. 1994. 01. 01. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. - 8 с..

42 Рентгенофлуоресцентный спектрометр Quant’X. Руководство пользователя [Текст]: № АА 83741-00. – М.: Термо Техно, 2011. – 34 с.

43 ГОСТ Р 55684-2013 Вода питьевая. Метод определения перманганатной окисляемости

43 Защита металлических поверхностей водоохлаждающих систем от коррозии и солеотложений /З.И. Костина, С.А. Крылова, И.В. Понурко //Теория и технология металлургического производства.- №1 (14) 2014.- С. 90-92.

44 Защита водонагревательных элементов бытовых приборов от коррозии и солеотложений /З.И. Костина, С.А. Крылова, И.В. Понурко//Энергосбережение и водоподготовка. - № 4 (90). – 2014.-С. 28-32.

45 Прикладная химия: [Электронный ресурс]: учебное пособие /И. В. Понурко, С. А. Крылова, З. И. Костина; ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова». – Электрон. текстовые дан. (5 Мб). – Магнитогорск : ФГБОУ ВО «МГТУ», 2016. – 1 электрон. опт. диск (CD-R). – Систем. требования : IBM PC, любой, более l GHz ; 512 Мб RAM ; 10 Мб HDD ; MS Windows XP и выше ; Adobe Reader 8.0 и выше ; CD/DVD-ROM дисковод ; мышь. – Загл. с титул. экрана.

46 Лабораторный практикум по общей химической технологии: [Электронный ресурс]: учебное пособие /З. И. Костина, С.А. Крылова, И.В. Понурко Магнитогорск: ФГБОУ ВПО «МГТУ», 2014. 50 с.

47 Разработка составов и схем применения фосфатных композиций для различных объектов /З.И. Костина, В.Ф. Костин, С.А.Крылова, И.В. Понурко //Материалы 65-й научно-технической конференции: Сб. докл. -Магнитогорск: ГОУ ВПО «МГТУ», 2007.- Т.1.- С.116-119.

48 Анализ состояния стойкости элементов индукционного нагрева с водяным охлаждением / З.И. Костина, В.Ф. Костин, С.А. Крылова, И.В. Понурко //Химия. Технология. Качество. Состояние, проблемы и перспективы развития: Межвуз. сб. науч. тр. Магнитогорск: ГОУ ВПО «МГТУ», 2009. Вып.2. - С.85-89.

49 Стандартизация инновационной химической продукции / И.В. Понурко, А.И. Хилалов, В.И. Звездин //Актуальные проблемы современной науки, техники и образования: материалы 75-й междунар. нач.-техн. Конф.: Магнитогорск,. 2017. Т. 2. С. 63-66.

50 Понурко, И.В. Стандартизация технологии инновационной химической продукции / И.В. Понурко, С.А. Крылова // Качество в обработке материалов. 2017. № 2 (8). С. 18-21.

51 Титриметрические методы анализа: окислительно-восстановительное и комплексонометрическое титрование: учеб. пособие/З.И. Костина, Крылова С.А., И.В. Понурко. Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г.И. Носова, 2016. - 63 с.

52 Титриметрические методы анализа: окислительно-восстановительное и комплексонометрическое титрование [Электронный ресурс]:учеб. пособие – /З.И. Костина, Крылова С.А., И.В. Понурко. Электрон.текстовые дан.- Магнитогорск: ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», 2017. - 1 электрон. опт. диск (CD-R). – Загл. с титул.экрана.]

53 Кислотно - основное титрование в водных растворах: учеб.пособие/С.А. Крылова, З.И. Костина, И.В. Понурко -Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос.техн.ун-та им.Г.И. Носова, 2015.-65 с. -ISBN 978-5-9967-0666-2.

54 Кислотно - основное титрование в водных растворах [Электронный ресурс]:учеб. пособие/С.А. Крылова, З.И. Костина, И.В. Понурко – Электрон.текстовые дан.(1,30 Мб). -Магнитогорск: ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», 2017. - 1 электрон. опт. диск (CD-R). – Загл. с титул.экрана.

55 Общая химическая технология : учеб. пособие/С.А. Крылова, Р.Н. Абдрахманов, И.В. Понурко.-Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г.И. Носова, 2016.-87 с.

56 Общая химическая технология [Электронный ресурс]:учеб. пособие/ Крылова С.А., Понурко И.В., Абдрахманов Р.Н. - ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова». – Электрон.текстовые дан.(1,45 Мб). -Магнитогорск: ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», 2017. - 1 электрон. опт. диск (CD-R). – Загл. с титул.экрана.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица П1

Факторы пересчета (аналитические множители)

Наименование вещества	Химическая формула	Молярная масса, г/моль	Фактор пересчета, F
Триполифосфат натрия (ТПФNa)	$Na_5P_3O_{10}=2{,}5Na_2O\times 1{,}5P_2O_5$	$M(Na_5P_3O_{10})=2{,}5\cdot62+1{,}5\cdot142=368$ $M(Na_2O)=23\cdot2+16=62$ $M(P_2O_5)=31\cdot2+16\cdot5=142$	$F(ТПФ\,Na/Na_2O)=F\frac{Na_5P_3O_{10}}{2{,}5Na_2O}=\frac{368}{155}=2{,}374$ $F(P_2O_5/ТПФ\,Na)=F\frac{1{,}5P_2O_5}{Na_5P_3O_{10}}=\frac{213}{368}=0{,}579$ $F(Na_2O/ТПФ\,Na)=F\frac{2{,}5Na_2O}{Na_5P_3O_{10}}=\frac{155}{368}=0{,}421$
Гексаметафосфат натрия (ГМФNa)	$2NaPO_3=Na_2O\cdot P_2O_5$	$2M(NaPO_3)=142+62=204$ $M(Na_2O)=23\cdot2+16=62$ $M(P_2O_5)=31\cdot2+16\cdot5=142$	$F(ГМФ\,Na/Na_2O)=F\frac{2NaPO_3}{Na_2O}=\frac{204}{62}=3{,}290$ $F(P_2O_5/ГМФ\,Na)=F\frac{P_2O_5}{2NaPO_3}=\frac{142}{204}=0{,}696$
Дигидрофосфат натрия (ДГФNa)	$2NaH_2PO_4\cdot2H_2O=Na_2O\cdot P_2O_5\cdot6H_2O$	$2M(NaH_2PO_4\times2H_2O)=62+142+6\cdot18=312$ $M(Na_2O)=23\cdot2+16=62$ $M(P_2O_5)=1\cdot2+16\cdot5=142$ $M(H_2O)=1\cdot2+16=18$	$F(ДГФ\,Na/Na_2O)=F\frac{2NaH_2PO_4\cdot2H_2O}{Na_2O}=\frac{312}{62}=5{,}032$ $F(P_2O_5/ДГФ\,Na)=F\frac{P_2O_5}{2NaH_2PO_4\cdot2H_2O}=\frac{142}{312}=0{,}455$
Фосфорная кислота	$2H_3PO_4=P_2O_5\times3H_2O$	$M(H_3PO_4)=142+3\cdot18=196$ $M(P_2O_5)=31\cdot2+16\cdot5=142$ $M(H_2O)=1\cdot2+16=18$	$F(P_2O_5/H_3PO_4)=\frac{142}{2\cdot196}=0{,}362$
Карбонат натрия	$Na_2CO_3=Na_2O\times CO_2$	$M=62+44=106$ $M(Na_2O)=3\cdot2+16=62$ $M(CO_2)=12+16\cdot2=44$	$F(Na_2CO_3/Na_2O)=\frac{106}{44}=2{,}409$

Наименование вещества	Химическая формула	Молярная масса, г/моль	Фактор пересчета, F
Дигидрофосфат кальция (ДГФСа)	$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O = CaO \cdot P_2O_5 \cdot 3H_2O$	$M(Ca(H_2PO_4)_2 \times H_2O = 56+142+3 \cdot 18 = 252$ $M(CaO) = 40+16 = 56$ $M(P_2O_5) = 31 \cdot 2+16 \cdot 5 = 142$ $M(H_2O) = 1 \cdot 2+16 = 18$	$F(P_2O_5 / ДГФCa) = F\frac{P_2O_5}{Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O} = \frac{142}{252} = 0{,}56$ $F(ДГФCa / CaO) = F\frac{Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O}{CaO} = \frac{252}{56} = 4{,}5$ $F(P_2O_5 / CaO) = \frac{142}{56} = 2{,}536$
Метафосфат кальция	$Ca(PO_3)_2 = CaO \cdot P_2O_5$	$M = 56+142 = 198$ $M(CaO) = 40+16 = 56$ $M(P_2O_5) = 31 \cdot 2+16 \cdot 5 = 142$	$F(P_2O_5 / Ca(PO_3)_2) = \frac{142}{198} = 0{,}717$
Нитрат цинка	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O = ZnO \cdot N_2O_5 \cdot 6H_2O$	$M = 81+108+6 \cdot 18 = 297$ $M(ZnO) = 65{,}4+16 = 81$ $M(N_2O_5) = 14 \cdot 2+16 \cdot 5 = 108$	$F\frac{Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{ZnO} = \frac{297}{81} = 3{,}666$

Учебное текстовое электронное издание

Понурко Ирина Витальевна
Крылова Светлана Александровна

ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА СТЕКЛОВИДНЫХ ФОСФАТНЫХ КОМПОЗИЦИЙ

Практикум

1,25 Мб
1 электрон. опт. диск

г. Магнитогорск, 2018 год
ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова»
Адрес: 455000, Россия, Челябинская область, г. Магнитогорск,
пр. Ленина 38

ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный
технический университет им. Г.И. Носова»
Кафедра физической химии и химической технологии
Центр электронных образовательных ресурсов и
дистанционных образовательных технологий
e-mail: ceor_dot@mail.ru