

Учреждение образования
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ И ГИДРОЭЛЕКТРОМЕТАЛЛУРГИЯ

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

Учебно-методическое пособие
для студентов специальности 1-48 01 04
«Технология электрохимических производств»

Минск 2016

УДК 544.653[1+669.053.4](076.5)

ББК 35.35я73

Э45

Рассмотрено и рекомендовано к изданию редакционно-издательским советом Белорусского государственного технологического университета

С о с т а в и т е л и :

П. Б. Кубрак, И. А. Великанова,

Н. П. Иванова, И. М. Жарский

Р е ц е н з е н т ы :

кандидат химических наук, доцент кафедры химии учреждения образования «Белорусский государственный аграрный технический университет»

И. Б. Бутылина;

доктор химических наук, профессор кафедры физической и коллоидной химии учреждения образования «Белорусский государственный технологический университет»

Л. А. Башкиров

Электрохимический синтез и гидроэлектрометаллургия.

Э45 Лабораторный практикум : учеб.-метод. пособие для студентов специальности 1-48 01 04 «Технология электрохимических производств» / сост. : П. Б. Кубрак [и др.]. – Минск : БГТУ, 2016. – 43 с.

В учебно-методическом пособии содержится описание лабораторных работ, выполнение которых позволит улучшить подготовку студентов в области электролитического получения металлов, металлических порошков, электрохимического синтеза органических и неорганических продуктов.

Пособие предназначено для студентов специальности 1-48 01 04 «Технология электрохимических производств».

УДК 544.653[1+669.053.4](076.5)

ББК 35.35я73

© УО «Белорусский государственный технологический университет», 2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

Учебная дисциплина «Электрохимический синтез и гидроэлектрометаллургия» включает несколько разделов, в которых рассматриваются основные составляющие электрохимических систем, процессы электролиза водных растворов без выделения и с выделением металлов, электрохимический синтез неорганических и органических веществ.

Электрохимические методы широко используются в синтезе химических продуктов, таких как водород, хлор, кислородсодержащие соединения хлора, пероксид водорода и пероксодисерная кислота, диоксид марганца, перманганат калия, некоторые органические вещества. Для производства указанных химических продуктов часто целесообразно применять именно электрохимические способы, поскольку по технико-экономическим показателям они превосходят традиционные химические методы.

Электролитическое извлечение металлов из водных растворов их соединений во многих случаях является завершающей стадией ряда металлургических процессов. Электролиз играет большую роль в производстве таких металлов, как медь, цинк, никель, марганец, кадмий, свинец, хром, олово и др.

В практикуме приведены лабораторные работы, выполнение которых способствует лучшему пониманию основных закономерностей протекания электрохимических процессов, применяемых в гидроэлектрометаллургии и электрохимическом синтезе химических продуктов.

Практикум предназначен для студентов специальности «Технология электрохимических производств» и может использоваться в современных образовательных технологиях при подготовке специалистов инженерно-технического профиля, связанных с получением неорганических и органических веществ электрохимическими методами.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ ЦИНКА

Цель работы: изучение влияния состава электролита, условий электролиза на выход по току и удельный расход электроэнергии при электроэкстракции цинка.

Оборудование и реактивы: электролизер, источник питания постоянного тока, вольтметр, амперметр, свинцовые аноды, алюминиевые либо титановые катоды, аналитические весы.

Ход работы

Опыты проводят в растворах, содержащих сульфат цинка (10–100 г/дм³) и серную кислоту (10–120 г/дм³), в соответствии с вариантом задания (табл. 1) при комнатной температуре.

Электролиз проводят в двух последовательно соединенных ячейках (рис. П2.1, б). В каждую ячейку поместите алюминиевый (титановый) катод и свинцовый анод. Катоды перед электролизом должны пройти стадии обезжиривания, промывки (табл. П1.2), сушки и взвешивания. Предварительная подготовка свинцовых анодов не требуется.

Таблица 1

Варианты заданий (условий электролиза)

№ варианта	Концентрация ZnSO ₄ · 7H ₂ O, г/л		Плотность тока катодная, А/м ²	Время электролиза, мин
	ячейка 1	ячейка 2		
1	10	50	400	50
2	50	100	400	50
3	10	100	400	50
4	10	50	200	60
5	50	100	200	60
6	10	100	200	60
7	10	50	500	40
8	50	100	500	40
9	10	100	500	40
10	10	50	600	30
11	50	100	600	30
12	10	100	600	30

Электроды необходимо погружать в электролит после того, как собрана электрическая схема. Сразу же после погружения электродов включите источник питания для предотвращения растворения алюминиевых катодов.

В процессе электролиза проведите 5 измерений напряжения ($U_{\text{яч}}$) в обеих ячейках, а также зафиксируйте точно время электролиза. После окончания электролиза катоды промойте в проточной и дистиллированной воде, высушите и взвесьте на аналитических весах.

По результатам эксперимента определите выход по току цинка

$$V_{\Gamma} = \frac{\Delta m}{qI\tau}, \quad (1)$$

рассчитайте удельный расход электроэнергии:

$$W_m = \frac{UI\tau}{m} = \frac{UI\tau}{qI\tau V_{\Gamma}} = \frac{U}{qV_{\Gamma}}, \quad (2)$$

где U – напряжение (или падение напряжения) на электролизере, В; I – сила тока на электролизере, А; τ – время электролиза, ч; m – масса получаемого продукта, кг или г; q – электрохимический эквивалент, кг/(А·ч); V_{Γ} – выход по току получаемого продукта, доли единицы.

Сделайте выводы о влиянии концентрации сульфата цинка и серной кислоты в электролите на выход по току цинка, удельный расход электроэнергии. Экспериментальные результаты и расчетные данные занесите в табл. 2.

Таблица 2

Экспериментальные результаты

№ ячейки	$C, \text{ г/дм}^3$	$I, \text{ А}$	$S, \text{ м}^2$	$i, \text{ А/м}^2$	$U_{\text{яч}}, \text{ В}$	Масса катода, г			$\tau, \text{ ч}$	$V_{\Gamma}, \%$	$W_m, \text{ кВт}\cdot\text{ч/г}$
						$m_{\text{до}}, \text{ г}$	$m_{\text{после}}, \text{ г}$	$\Delta m, \text{ г}$			
1											
2											

Примечание. C – концентрация $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, г/дм³; I – сила тока, А; S – площадь катода, м²; i – катодная плотность тока, А/м²; $m_{\text{до}}$ – масса катода до опыта, г; $m_{\text{после}}$ – масса катода после опыта, г; Δm – привес массы катода (масса осажденного цинка), г; τ – время электролиза, ч; V_{Γ} – выход по току, %; W_m – удельный расход электроэнергии, кВт·ч/г; $U_{\text{яч}}$ – падение напряжения на ячейке, В.



Контрольные вопросы

1. Основные стадии гидроэлектрореметаллургического способа производства цинка.
2. Составы электролитов, назначение компонентов растворов для получения цинка. Параметры электролиза при электроэкстракции цинка.
3. Зависимость выхода по току цинка и удельного расхода электроэнергии от состава электролита и условий электролиза.
4. Основные и побочные процессы, протекающие при электроэкстракции цинка.
5. Влияние примесей в электролите на процесс электроэкстракции цинка. Очистка электролита.
6. Пути совершенствования технологии электрохимического получения цинка.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ РАФИНИРОВАНИЕ МЕДИ

Цель работы: изучение влияния катодной плотности тока, концентрации сульфата меди или концентрации серной кислоты на выход по току, напряжение на электролизере и удельный расход электроэнергии при электрохимическом рафинировании меди.

Оборудование и реактивы: электролизер, источник питания постоянного тока, вольтметр, амперметр, аналитические весы, хлор-серебряный электрод сравнения, медные катоды, медные аноды.

Ход работы

Электролиз проводят в двух последовательно соединенных ячейках (рис. П2.1, б) при комнатной температуре. Температура опыта может быть увеличена по заданию преподавателя. Предварительная подготовка электродов включает химическое обезжиривание, травление, сушку (табл. П1.1). После сушки катоды необходимо взвесить на аналитических весах.

Опыты проводят в растворах, указанных в табл. 3, в соответствии с вариантом задания. В процессе электролиза осуществите не менее пяти измерений потенциалов катода и анода (E_k и E_a) и напряжения ($U_{яч}$) в обеих ячейках, а также зафиксируйте точно время электролиза. После окончания электролиза катоды тщательно промойте в проточной и дистиллированной воде, высушите и взвесьте.

По результатам работы определите выход по току меди (формула 1), удельный расход электроэнергии (формула 2), омические потери напряжения ($\Delta U_{Ом} = U_{яч} - E_a - E_k$). Экспериментальные результаты и расчетные данные сведите в табл. 4, 5.

По данным табл. 4 и 5 сделайте выводы о влиянии состава электролита (концентрации сульфата меди или концентрации серной кислоты), плотности тока на выход по току меди, удельный расход электроэнергии и омические потери напряжения. Сравните полученные результаты с литературными сведениями.

Таблица 3

Варианты заданий (условия электролиза)

№ варианта	Концентрация $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, г/дм ³		Концентрация H_2SO_4 , г/дм ³		Плотность тока катодная, А/м ²	Время электролиза, мин
	ячейка 1	ячейка 2	ячейка 1	ячейка 2		
1	150	175	100	100	200	50
2	50	150	100	100	100	60
3	150	150	50	100	200	50
4	175	175	100	150	200	50
5	175	175	150	200	250	40
6	175	175	100	200	200	50
7	175	175	100	100	200	50
8	150	150	100	100	200	50
9	150	150	50	50	100	60
10	50	50	100	100	100	60
11	175	175	150	150	200	50
12	175	175	200	200	300	40

Таблица 4

Результаты измерения анодных и катодных потенциалов, напряжения на ячейке и омических потерь при получении меди

№ замера	$E_{\text{к}}$, В		$E_{\text{а}}$, В		$U_{\text{яч}}$, В		$\Delta U_{\text{Ом}}$, В	
	ячейка 1	ячейка 2	ячейка 1	ячейка 2	ячейка 1	ячейка 2	ячейка 1	ячейка 2
1								
2								
3								
4								
5								
Среднее								

Таблица 5

Экспериментальные результаты

№	C_1 , г/дм ³	C_2 , г/дм ³	I , А	S , м ²	i , А/м ²	Масса катода, г			τ , ч	Вт, %	W_m , кВт·ч/т	$\Delta U_{\text{Ом}}$, В
						$m_{\text{до}}$, г	$m_{\text{после}}$, г	Δm , г				
1												
2												

Примечание. C_1 – концентрация $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, г/дм³; C_2 – концентрация H_2SO_4 , г/дм³; I – сила тока, А; S – площадь катода, м²; i – катодная плотность тока, А/м²; $m_{\text{до}}$ – масса катода до опыта, г; $m_{\text{после}}$ – масса катода после опыта, г; Δm – привес массы катода (масса осажденного цинка), г; τ – время электролиза, ч; Вт – выход по току, %; W_m – удельный расход электроэнергии, кВт·ч/т; $\Delta U_{\text{Ом}}$ – омические потери напряжения, В.



Контрольные вопросы

1. Области применения и способы производства меди.
2. Электрохимические свойства меди. Катодные и анодные процессы, протекающие при электрорафинировании меди в сульфатных растворах.
3. Составы электролитов для электрорафинирования меди, назначение компонентов. Корректировка рабочих растворов.
4. Сравнительная характеристика сульфатных и хлоридных электролитов.
5. Составы анодов. Влияние анодных примесей при электрорафинировании меди.
6. Электроэкстракция меди.
7. Новые направления в электрохимическом получении меди.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ РАФИНИРОВАНИЕ НИКЕЛЯ

Цель работы: изучение влияния состава электролита на выход по току, напряжение на электролизере, удельный расход электроэнергии, качество катодного осадка при электрохимическом рафинировании никеля.

Оборудование и реактивы: электролизер, источник питания постоянного тока, вольтметр, амперметр, аналитические весы, термостабируемая электроплитка, хлорсеребряный электрод сравнения, катоды-пластинки из титана или нержавеющей стали, никелевые аноды.

Ход работы

Вариант 1. Изучение влияния температуры на выход по току, напряжение на электролизере, удельный расход электроэнергии, качество катодного осадка при электрохимическом рафинировании никеля.

Для выполнения работы собирается монополярная электролитическая ячейка (рис. П2.1, а). Опыты проведите с одним из следующих электролитов (г/дм³):

Электролит № 1 (pH 2,3–2,5): NiSO₄ · 7H₂O – 280 ± 20 г/дм³; Na₂SO₄ – 40 ± 5 г/дм³; H₃BO₃ – 18 ± 5 г/дм³; NaCl – 58 ± 5 г/дм³.

Электролит № 2 (pH 2,3–2,5): NiCl₂ · 6H₂O – 420 г/дм³.

Электролиз проведите при температурах от 20 до 60°C с шагом 10–15°C при плотностях тока 100–300 А/м² (по заданию преподавателя) в течение 20 мин. Катодом служит титановая пластина размером 1×7 см. Аноды – никелевые. Предварительная подготовка катода заключается в проведении операций обезжиривания и промывки (табл. П1.2).

В процессе электролиза осуществите не менее пяти измерений потенциалов катода и анода и напряжения на электролизере с последующим расчетом среднего значения. После электролиза катодные пластины тщательно промойте в дистиллированной воде, высушите и взвесьте. Далее с катодов удалите никелевый осадок и взвесьте, определите потерю массы никеля при его снятии с катодной матрицы. По результатам работы определите выход по току никеля (формула 1),

рассчитайте удельный расход электроэнергии (формула 2) и сделайте вывод о влиянии температуры на выход по току никеля, удельный расход электроэнергии и качество никелевого осадка. Экспериментальные данные занесите в табл. 6.

Таблица 6

Экспериментальные данные

№	$t, ^\circ\text{C}$	I, A	S, M^2	$i, \text{A/M}^2$	Масса катода, г			$\tau, \text{ч}$	Вт, %	$W_m, \text{кВт}\cdot\text{ч/т}$	$\Delta U_{\text{Ом}}, \text{В}$
					$m_{\text{до}}, \text{г}$	$m_{\text{после}}, \text{г}$	$\Delta m, \text{г}$				
1											
2											
3											

Примечание. t – температура электролиза, $^\circ\text{C}$; I – сила тока, А; S – площадь катода, M^2 ; i – катодная плотность тока, A/M^2 ; $m_{\text{до}}$ – масса катода до опыта, г; $m_{\text{после}}$ – масса катода после опыта, г; Δm – привес массы катода (масса осажденного цинка), г; τ – время электролиза, ч; Вт – выход по току, %; W_m – удельный расход электроэнергии, $\text{кВт}\cdot\text{ч/т}$; $\Delta U_{\text{Ом}}$ – омические потери напряжения, В.

Вариант 2. Изучение влияния состава электролита на выход по току, удельный расход электроэнергии, качество катодного осадка при электрохимическом рафинировании никеля.

Электролиз проводят в двух последовательно соединенных ячейках (рис. П2.1, б), первую ячейку заполняют электролитом № 1, вторую – электролитом № 2. Температура электролитов должна составлять $55 \pm 5^\circ\text{C}$. Катодная плотность тока в обеих ячейках должна быть одинакова и находиться в интервале $100\text{--}500 \text{ A/M}^2$ (по заданию преподавателя). Размер титановых катодов 1×7 см. Аноды – никелевые. Длительность электролиза рассчитайте исходя из принятой плотности тока и привеса никеля 0,1 г (выход по току примите 100%).

В процессе проведения опыта выполните пять измерений напряжения ($U_{\text{яч}}$) в обеих ячейках, а также зафиксируйте точное время электролиза. После окончания электролиза катодные пластины тщательно промойте в дистиллированной воде, высушите и взвесьте. Далее с катодов удалите никелевый осадок и взвесьте, определите потерю массы никеля при снятии с катодной матрицы.

По результатам опыта определите выход по току никеля, рассчитайте удельный расход электроэнергии. Полученные данные сведите в табл. 7 и сделайте вывод о влиянии состава электролита при заданной плотности тока на выход по току никеля, удельный расход электроэнергии и качество осажденного металла.

Результаты опытов

№	Э	I, А	S, м ²	i, А/м ²	Масса катода, г			τ, ч	Вт, %	W _m , кВт·ч/т	U _{яч} , В
					m _{до}	m _{после}	Δm				
1											
2											

Примечание. Э – электролит; I – сила тока, А; S – площадь катода, м²; i – катодная плотность тока, А/м²; m_{до} – масса катода до опыта, г; m_{после} – масса катода после опыта, г; Δm – привес массы катода (масса осажденного цинка), г; τ – время электролиза, ч; Вт – выход по току, %; W_m – удельный расход электроэнергии, кВт·ч/т; U_{яч} – падение напряжения на ячейке, В.

Вариант 3. Исследование влияния катодной плотности тока на выход по току, удельный расход электроэнергии, качество катодного осадка при электрохимическом рафинировании никеля.

Опыт проведите в ячейке, заполненной электролитом № 1, при плотностях тока 100, 300 и 500 А/м² и температуре 55°С. Катодом служит титановая пластина размером 1×7 см. Аноды – никелевые. Длительность электролиза для каждой плотности тока рассчитайте из привеса 0,1 г никеля (выход по току примите 100%).

? Контрольные вопросы

1. Области применения и способы производства никеля.
2. Технологическая схема электрорафинирования никеля.
3. Электрохимические свойства железа, никеля и кобальта.
4. Составы электролитов для электрорафинирования никеля, назначение компонентов.
5. Составы анодов. Влияние анодных примесей при электрорафинировании никеля. Очистка электролита от примесей.
6. Сравнительная характеристика сульфатных и хлоридных электролитов.
7. Особенности осуществления процесса электролиза при электрорафинировании никеля. Основные технологические параметры процесса.
8. Электрорафинирование кобальта и железа.
9. Получение металлов высокой чистоты.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ ПОРОШКА МЕДИ

Цель работы: ознакомление с электролитическим процессом получения порошка меди и определение влияния состава электролита, температуры, плотности тока на выход по току, удельные затраты электроэнергии при получении порошка меди, изменение катодного потенциала в процессе электролиза.

Оборудование и реактивы: электролизер, источник питания постоянного тока, вольтметр, амперметр, аналитические весы, хлорсеребряный электрод сравнения, медные катоды, медные и свинцовые аноды.

Ход работы

Работа состоит из двух частей: 1) построение катодной поляризационной кривой в электролите заданного состава на плоском медном катоде и определение предельной диффузионной плотности тока; 2) получение порошка меди на шарообразном (цилиндрическом) медном катоде на предельном диффузионном токе. Составы электролитов указаны в табл. 8.

Таблица 8

Составы электролитов для получения медного порошка

№	Концентрация $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, г/дм ³	Концентрация H_2SO_4 , г/дм ³	Время электролиза, мин
1	25	98	20
2	50	98	20
3	75	98	20

Для получения катодной поляризационной кривой соберите трехэлектродную электрохимическую ячейку (рис. П2.2). Катодом служит плоский медный электрод, аноды – медные. Подготовку электродов осуществляют по стандартной методике (обезжиривание, травление) (табл. П1.1). Взвешивание плоского катода не производят. После каждого опыта удалите металлическую губку с поверхности электрода и вновь проведите подготовительные операции катодов.

Катодную поляризационную кривую снимите в гальваностатическом режиме в интервале плотностей тока (i) от 10 до 500–700 А/м². Значения потенциалов пересчитайте относительно стандартного водородного электрода и занесите в табл. 9

Таблица 9

**Экспериментальные результаты
для построения катодной поляризационной кривой**

$i, \text{A/m}^2$	I, A	$E_{\text{к}}, \text{В}$	$i, \text{A/m}^2$	I, A	$E_{\text{к}}, \text{В}$	$i, \text{A/m}^2$	I, A	$E_{\text{к}}, \text{В}$
10			250			500		
50			300			550		
100			350			600		
150			400			650		
200			450			700		

По данным табл. 9 постройте поляризационную кривую и определите предельную плотность тока ($i_{\text{пр}}$).

Получение порошка меди проведите с использованием медного сферического электрода. Предварительная подготовка катода заключается в обезжиривании, травлении, сушке, взвешивании (табл. П1.1). По найденному в первой части работы значению предельной плотности тока ($i_{\text{пр}}$) определяют силу тока (I), при которой нужно проводить электролиз:

$$I = K_{\text{и}} i_{\text{пр}} S_{\text{ш}}, \quad (3)$$

где $K_{\text{и}}$ – коэффициент истощения электролита, принимается равным 1,2–1,3; $S_{\text{ш}}$ – площадь сферического электрода, $S_{\text{ш}} = 4\pi R^2$ (R – радиус сферического электрода).

В ходе опыта проведите пять измерений катодного потенциала ($E_{\text{к}}$) и напряжения в ячейке ($U_{\text{яч}}$), а также точно зафиксируйте время электролиза. Определите среднее напряжение на ячейке.

После окончания электролиза осторожно промойте, тщательно высушите и взвесьте катод. Порошкообразный осадок механически удалите с катода, поместите в стакан и промойте 0,02–0,05%-ным раствором мыла при 60–70°C. Остатки стабилизирующего мыльного раствора удалите промывкой горячей водой до прекращения ее помутнения. После промывки порошок металла высушите на фильтровальной бумаге и взвесьте.

Экспериментальные результаты и расчетные данные сведите в табл. 10, 11.

Таблица 10

**Измеренные значения потенциала катода
и напряжения на ячейке в процессе электролиза**

№ замера	Время электролиза, мин	E_k , В	$U_{яч}$, В
1	0		
2	5		
3	10		
4	15		
5	20		
Среднее			

Таблица 11

Результаты опытов

№	C , г/дм ³	t , °С	I , А	S , м ²	i , А/м ²	Масса катода, г			τ , ч	Вт, %	W_m , кВт·ч/т	$U_{яч}$, В
						$m_{до}$, г	$m_{после}$, г	Δm , г				
1												
2												

Примечание. C – концентрация $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, г/дм³; t – температура электролита, °С; I – сила тока, А; S – площадь катода, м²; i – катодная плотность тока, А/м²; $m_{до}$ – масса катода до опыта, г; $m_{после}$ – масса катода после опыта, г; Δm – привес массы катода (масса осажденного цинка), г; τ – время электролиза, ч; Вт – выход по току, %; W_m – удельный расход электроэнергии, кВт·ч/т; $U_{яч}$ – падение напряжения в ячейке, В.

Вариант 1. Исследование влияния концентрации сульфата меди на выход по току, удельные затраты электроэнергии, изменение катодного потенциала в процессе электролиза. Опыты выполните с электролитами, состав которых приведен в табл. 8, при комнатной температуре. По результатам работы определите выход по току порошка меди (формула 1), рассчитайте удельный расход электроэнергии (формула 2), сделайте вывод об изменении истинной поверхности электрода при сопоставлении поляризационных кривых и зависимостей потенциала катода от времени электролиза.

Вариант 2. Изучение влияния температуры на выход по току, удельные затраты электроэнергии, изменение катодного потенциала в процессе получения порошка меди. Электролитом служит один из растворов, приведенных в табл. 8. Опыты выполните при температурах от 20 до 60°С с шагом в 20°С.

Вариант 3. Определение зависимости выхода по току, удельных затрат электроэнергии, площади катода в процессе электролиза от коэффициента истощения электролита. Опыты проведите с одним из электролитов, представленных в табл. 8 при коэффициентах истощения 1,1; 1,3 и 1,5. Температура электролита – комнатная.

? Контрольные вопросы

1. Методы получения металлических порошков.
2. Свойства металлических порошков. Методы их определения.
3. Условия электролитического получения металлических порошков. Коэффициент истощения электролита.
4. Электродные материалы для получения металлических порошков. Использование комбинированных анодов.
5. Электрохимическое получение губчатых осадков меди и цинка. Поляризационные кривые получения порошков меди и цинка.

БАЛАНС НАПРЯЖЕНИЯ МОНОПОЛЯРНОЙ ВАННЫ ЭЛЕКТРОЛИЗА ВОДЫ

Цель работы: изучение влияния плотности тока и материала электродов на баланс напряжения ванны электролиза воды, а также на коэффициент газонаполнения электролита.

Оборудование и реактивы: электролизер, источник питания постоянного тока, вольтметр, амперметр, электроды сравнения, гладкие никелевые и стальные электроды, перфорированные электроды, диафрагмы.

Ход работы

В работе используют монополярный электролизер (рис. П2.3, П2.4). Он представляет собой прямоугольный сосуд, в котором пористая диафрагма разделяет электролизер на две части, образуя катодное и анодное пространства. Сверху электролизера размещается крышка из органического стекла, в которой имеются отверстия для электролитического ключа. Электролитом служит 16–20%-ный раствор NaOH или 25–29%-ный раствор KOH (первый предпочтительнее).

Работая со щелочью, необходимо соблюдать осторожность. При случайном попадании электролита на кожу или в глаза следует немедленно промыть пораженное место водой, затем протереть ватным тампоном, смоченным 2%-ным раствором борной кислоты и снова промыть водой. Удалять электролит из электролизера разрешается только с помощью специального сифона с резиновой грушей.

При измерении электродного потенциала капилляр электролитического ключа должен быть плотно прижат к центру погруженной части электрода; для достижения стационарного значения потенциала требуется выдержка в течение 1 мин. Для изменения падения напряжения в диафрагме к середине диафрагмы с разных сторон строго один против другого подведите вплотную два электролитических ключа (рис. П2.4). Другие концы ключей соедините с двумя электродами сравнения, которые с учетом полярности подсоедините к элек-

тронному вольтметру. Если в электролизере две диафрагмы (катодная и анодная), измерять падение напряжения в каждой из них нет необходимости, достаточно полученный результат удвоить.

Аналогичным образом найдите падение напряжения в электролите: капилляры ключей прижмите к симметричным центральным точкам электродов (рис. П2.3); далее из показаний вольтметра вычтите измеренное ранее падение напряжения в диафрагме (диафрагмах).

Данные, полученные в результате замеров, занесите в табл. 12.

Таблица 12

Результаты измерения составляющих баланса напряжения

Материал электрода	$i, \text{A}/\text{m}^2$	I, A	U, B	$E_{\text{к}}^*, \text{B}$	$E_{\text{а}}^*, \text{B}$	$\Delta U_{\text{диафр}}, \text{B}$	$\Delta U_{\text{эл-та}}, \text{B}$	$K_{\text{г}}$

Примечание. I – сила тока, А; i – плотность тока, A/m^2 ; U – напряжение на электролизере, В; $E_{\text{а}}$ – потенциал анода, В; $E_{\text{к}}$ – потенциал катода, В; $\Delta U_{\text{диафр}}$ – падение напряжения в диафрагме, В; $\Delta U_{\text{эл-та}}$ – падение напряжения в электролите, В; $K_{\text{г}}$ – коэффициент газонаполнения.

* Потенциалы электродов должны быть переведены в шкалу стандартного водородного электрода.

На основании данных табл. 12 составьте балансы напряжения при значениях плотности тока, указанных в задании, и результаты запишите в табл. 13.

Таблица 13

Баланс напряжения монополярной ванны для различной плотности тока

Составляющая баланса	Численное значение составляющей при $i_1 = \dots$		Численное значение составляющей при $i_2 = \dots$	
	В	доля от общего падения напряжения, %	В	доля от общего падения напряжения, %

На основании полученных данных сделайте вывод о влиянии плотности тока и материала электродов на составляющие баланса напряжения и рассчитайте коэффициент газонаполнения электролита:

$$K_{\text{г}} = \frac{\Delta U_{\text{эл-та}}}{IR_{\text{эл-та}}} \quad (4)$$

Вариант 1. Изучение влияния плотности тока на баланс напряжения электролизера и коэффициент газонаполнения электролита.

Опыт проводят при значениях габаритной плотности тока 100, 300, 500 и 700 А/м². Температура комнатная. Электроды – гладкие никелевые или стальные (по указанию преподавателя), а также перфорированные. Проанализируйте влияние формы электродов на баланс напряжения электролизера и на коэффициент газонаполнения.

Вариант 2. Изучение влияния материала электродов на баланс напряжения электролизера.

Используйте следующие комбинации гладких электродов: никелевый анод – стальной катод; стальной анод – никелевый катод.

В каждом случае измерьте потенциалы электродов при плотностях тока 50, 100, 150 и т. д. до 500 А/м². Баланс напряжения, включая коэффициент газонаполнения K_r , определите при всех значениях плотности тока. По данным опытов постройте поляризационные кривые «потенциал катода (анода) – плотность тока» и график «коэффициент газонаполнения – плотность тока».

? Контрольные вопросы

1. Цели, задачи и пути развития водородной энергетики.
2. Химические и электрохимические методы получения водорода. Их достоинства и недостатки.
3. Из каких составляющих складывается баланс напряжений на электролизере? Как рассчитывается падение напряжения в электролите? Как его уменьшить?
4. Механизмы выделения водорода и кислорода при электролизе воды.
5. Металлы с высоким, средним и низким перенапряжением выделения водорода.
6. Электролиз воды под давлением. Высокотемпературный электролиз воды.
7. Новые направления в электрохимическом получении водорода. Электролиз воды в электролизерах с твердым полимерным электролитом.
8. Процессы, происходящие на поверхности металлов при катодной поляризации.
9. Газодиффузионные электроды.

УТЕЧКА ТОКА В БИПОЛЯРНОЙ ВАННЕ ЭЛЕКТРОЛИЗА ВОДЫ

Цель работы: изучение условий появления утечки тока в биполярном электролизере; нахождение зависимости между значением утечки тока и плотностью тока, а также размером зазора между краем электрода и дном ванны.

Оборудование и реактивы: биполярный электролизер, источник питания постоянного тока, вольтметр, амперметр, хлорсеребряный электрод сравнения, никелевые и стальные электроды, сдвоенные стальные электроды.

Ход работы

Лабораторный электролизер с биполярными электродами (рис. П2.5) имеет прямоугольный корпус из органического стекла. В продольных стенках корпуса расположены узкие пазы глубиной порядка 10 мм, в которые плотно вдвигаются четыре металлических электрода и три гладкие мипластовые диафрагмы. Два крайних электрода, к которым подведен ток, работают монополярно, а два средних – биполярно. Сверху электролизер снабжен крышкой с отверстиями для капилляров электролитических ключей, связанных с электродом сравнения.

Измерение электродных потенциалов, а также падения напряжения в электролите и диафрагме производят так же, как и в лабораторной работе № 5.

Вариант 1. Определение утечки тока графическим методом.

В интервале плотностей тока $50\text{--}500\text{ А/м}^2$ (через каждые 50 А/м^2) снимите анодные зависимости «потенциал – ток» на никелевых электродах и аналогичные катодные кривые на стальных электродах. Электроды должны быть плотно вдвинуты в пазы электролизера. Кривые «потенциал – ток» на каждой паре электродов должны быть достаточно близки, что будет свидетельствовать об отсутствии неплотностей между электродами и корпусом электролизера, вызывающих утечку тока. После проведения измерений создайте зазор между биполярными электродами и дном электролизера, равный 10 мм (за-

зор зафиксируйте резьбовым зажимом) и повторно снимите поляризационные кривые. Повторите измерения при зазоре 20 мм. Данные измерений сведите в табл. 14.

Таблица 14

Опытные данные поляризационных измерений

Материал электрода и размер зазора	i^* , A/m^2	I , A	U , В	Потенциалы электродов в ячейках **, В										
				ячейка 1			ячейка 2			ячейка 3				
				$E_{к1}$	$E_{а1}$	$U_{яч1}$	$E_{к2}$	$E_{а2}$	$U_{яч2}$	$E_{к3}$	$E_{а3}$	$U_{яч3}$		

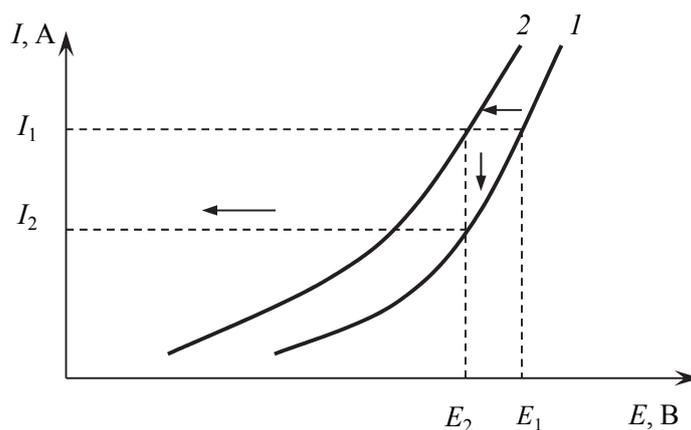
Примечание. I – сила тока, A; i – плотность тока, A/m^2 ; U – напряжение на электролизере, В; E_k – потенциал катода, В; E_a – потенциал анода, В; $U_{яч}$ – напряжение на ячейке, В.

*Проводя измерения, необходимо учитывать изменение площади электродов при создании зазора между краем электрода и дном электролизера.

**Потенциалы электродов должны быть переведены в шкалу стандартного водородного электрода.

Из полученных данных определите значение утечки тока при различных величинах плотностей тока и зазоров между дном электролизера и нижним краем биполярных электродов.

Значение утечки тока находят следующим образом. Предположим, что катодные кривые биполярного электрода с утечкой и без утечки тока разместились так, как показано на рисунке. Тогда потенциал E_2 фактически должен отвечать току не I_1 , а I_2 , поскольку смещение кривой 1 в положение 2 вызвано только изменением токовой нагрузки. Поэтому ток утечки должен быть равен разности $I_y = I_1 - I_2$.



Поляризационные кривые биполярного электрода, позволяющие рассчитать утечку тока:
 I – без утечки тока; 2 – с утечкой тока

Вариант 2. Определение утечки тока методом сдвоенного электрода (рис. П2.6).

Работу выполните с никелевым или стальным сдвоенным электродом при фиксируемых зазорах 0, 5, 10 и 25 мм. Ток измерьте при последовательном увеличении плотности тока от 50 до 500 А/м² через каждые 50 А/м². Полученные данные запишите в табл. 15.

Таблица 15

Опытные данные, полученные методом сдвоенного электрода

i^* , А/м ²	I , А	Ток (А) сдвоенного электрода при размере зазора, мм				Утечка тока (А) при размере зазора, мм			
		0	5	10	25	0	5	10	25

Примечание. i – плотность тока, А/м²; I – сила тока, А.

*Проводя измерения, необходимо учитывать изменение площади электродов при создании зазора между краем электрода и дном электролизера.

По данным табл. 15 постройте графики зависимости «утечка тока – размер зазора» для ряда значений плотности тока и «утечка тока – ток» при различных зазорах. Сделайте вывод о влиянии величины зазора и плотности тока на утечку тока в биполярном электролизере. Определите долю утечек тока при различных условиях электролиза.

? Контрольные вопросы

1. Классификация электролизеров по устройству корпуса, их достоинства и недостатки.
2. Утечка тока: причины возникновения, способы уменьшения потерь тока.
3. Назначение диафрагм, требования, предъявляемые к ним, виды диафрагм и их особенности.
4. Методы определения утечки тока. Охарактеризуйте графический метод, его преимущества и недостатки.
5. Мембраны, требования, предъявляемые к ним, цели их применения, виды, свойства, основные характеристики.
6. Монополярное и биполярное включения электродов. Сравните монополярные и биполярные электролизеры по токовым нагрузкам и напряжениям. Объясните биполярный эффект.
7. Охарактеризуйте метод сдвоенного электрода для определения утечки тока, его преимущества и недостатки.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ ДИОКСИДА МАРГАНЦА

Цель работы: изучение влияния состава электролита и условий электролиза на выход по току диоксида марганца.

Оборудование и реактивы: электролизер, источник питания постоянного тока, вольтметр, амперметр, аналитические весы, катоды из нержавеющей стали, свинцовые аноды, электроплитка.

Ход работы

Вариант 1. Исследование влияния концентрации серной кислоты на выход по току и удельные затраты электроэнергии при получении электрохимического диоксида марганца γ -модификации (ЭДМ-2).

Для проведения электролиза соберите схему из двух последовательно соединенных ячеек (рис. П2.1, б, центральные электроды – аноды), содержащих растворы с концентрацией сульфата марганца 100 г/дм^3 и серной кислоты 10 и 20 г/дм^3 . Температура электролита $90\text{--}94^\circ\text{C}$. Плотность тока задается преподавателем и находится в пределах $80\text{--}150 \text{ А/м}^2$. Время электролиза $1\text{--}2$ ч. Перед проведением эксперимента свинцовые аноды должны пройти операции обезжиривания, промывки, сушки, взвешивания. При выполнении опыта сделайте не менее пяти измерений напряжения на каждой ячейке и рассчитайте среднее значение. Результаты опыта сведите в табл. 16.

Таблица 16

Результаты эксперимента по получению ЭДМ-2

Параметр	Значения параметров	
	ячейка 1	ячейка 2
Сила тока I , А		
Время электролиза τ , ч		
Количество электричества Q , Кл		
Температура электролита, $^\circ\text{C}$		
Концентрация H_2SO_4 , г/дм^3		
Площадь анода S_a , м^2		
Анодная плотность тока i_a , А/м^2		
Масса анода до опыта $m_{\text{исх}}$, г		

Параметр	Значения параметров	
	ячейка 1	ячейка 2
Масса анода после опыта $m_{\text{кон}}$, г		
Масса диоксида марганца m , г		
Среднее напряжение на ячейке $U_{\text{яч}}$, В		
Выход по току MnO_2 Вт, %		
Удельный расход электроэнергии W_m , кВт·ч/т		

Из полученных результатов сделайте вывод о влиянии концентрации серной кислоты на выход по току и удельные затраты электроэнергии на получение ЭДМ-2. Оцените влияние концентрации серной кислоты на структуру диоксида марганца.

Вариант 2. Изучение влияния анодной плотности тока на выход по току ЭДМ-2 и удельный расход электроэнергии.

Опыт проведите в электролизере, заполненном электролитом для получения ЭДМ-2, при плотностях тока 100, 200 и 300 А/м². Продолжительность электролиза определите из необходимого количества электричества 70 А·ч/м², которое нужно пропустить через ячейку. В начале и конце каждого опыта измерьте напряжение на электролизере. Перед взвешиванием образцы анодов сначала поместите в стакан с горячей водой и дайте им там остыть приблизительно до 30°C, а затем промойте дистиллированной водой и просушите. По увеличению массы анодов и известному количеству пропущенного электричества рассчитайте выход по току диоксида марганца (формула 1), а также удельный расход электроэнергии (формула 2). Полученные результаты сведите в табл. 17.

Таблица 17

**Результаты эксперимента по получению MnO_2
при различных плотностях тока**

Параметр	Значения параметров при анодной плотности тока, А/м ²		
	100	200	300
Сила тока I , А			
Время электролиза τ , ч			
Количество электричества Q , Кл			
Температура электролита, °С			
Площадь анода S_a , м ²			
Масса анода до опыта $m_{\text{исх}}$, г			

Параметр	Значения параметров при анодной плотности тока, А/м ²		
	100	200	300
Масса анода после опыта $m_{\text{кон}}$, г			
Масса диоксида марганца m , г			
Среднее напряжение на ячейке $U_{\text{яч}}$, В			
Выход по току MnO_2 Вт, %			
Удельный расход электроэнергии W_m , кВт·ч/г			

На основании данных табл. 17 сделайте вывод о влиянии анодной плотности тока на выход по току диоксида марганца и удельные затраты электроэнергии.

? Контрольные вопросы

1. Области применения и способы получения диоксида марганца.
2. Влияние плотности тока, температуры, концентрации исходных веществ на выход по току и вид получаемого диоксида марганца.
3. ЭДМ-2: свойства, области применения, способ и механизм получения.
4. ЭДМ-1: свойства, области применения, способ и механизм получения.
5. Катодные и анодные материалы, используемые в синтезе диоксида марганца.
6. Как изменяются условия получения диоксида марганца при использовании хлоридного электролита?
7. Электролит, используемый в синтезе диоксида марганца. Его подготовка к электролизу.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ ЙОДОФОРМА

Цель работы: изучение влияния условий электролиза на выход по току и удельный расход электроэнергии при получении йодоформа из водно-спиртового или водно-ацетонового раствора.

Оборудование и реактивы: электролизер, термостат, источник питания постоянного тока, магнитная мешалка, вольтметр, амперметр, аналитические весы, свинцовые катоды, аноды из графита, никеля, электроосажденного диоксида свинца, нержавеющей стали, оксидно-рутениевые титановые аноды (ОРТА), вакуумный насос, воронка Бюхнера, фильтровальная бумага.

Ход работы

Электролизер для получения йодоформа представляет собой цилиндрический сосуд с шлифованной крышкой, в которой крепятся два свинцовых катода, анод из указанного в задании материала и термометр. Для предотвращения катодного восстановления йода и йодноватистой кислоты катоды обернуты стеклотканью, выполняющей роль диафрагмы. Электролизер имеет водяную рубашку для термостатирования. Перемешивание электролита в процессе опыта осуществляется магнитной мешалкой.

При проведении электролиза сделайте 5–6 замеров температуры электролита и напряжения. При необходимости отрегулируйте температуру в ячейке с помощью термостата. Опытные данные занесите в табл. 18.

Таблица 18

Опытные данные процесса получения йодоформа

Состав и объем (см ³) электролита	Время от начала электролиза, мин	Сила тока, А	Анодная плотность тока, А/м ²	Напряжение, В	Температура электролита, °С

После окончания опыта выпавшие в осадок кристаллы йодоформа отфильтруйте на воронке Бюхнера под вакуумом и отмойте дистилли-

рованной водой от остатков электролита на фильтре. Кристаллический йодоформ высушите на фильтровальной бумаге (сушить в горячем термостате нельзя, так как йодоформ легко возгоняется) и взвесьте. По результатам опытов рассчитайте удельный расход электроэнергии W_m (формула 2), выход йодоформа по току V_t (формула 1) и по веществу (V_v):

$$V_v = \frac{m_{\text{CHI}_3} q_{\text{и.в.}}}{m_{\text{и.в.}} q_{\text{CHI}_3}}, \quad (5)$$

где m_{CHI_3} , $m_{\text{и.в.}}$ – масса йодоформа и исходного вещества (этанол или ацетон) соответственно, г; q_{CHI_3} , $q_{\text{и.в.}}$ – электрохимические эквиваленты йодоформа и исходного вещества соответственно, г/(А·ч).

Расчетные данные занесите в табл. 19.

Таблица 19

Расчетные данные процесса получения йодоформа

Исходные данные	Количество электричества, А·ч	Масса йодоформа, г		Выход йодоформа, %		W_m , кВт·ч/т
		теоретическая	фактическая	по току	по веществу	

При расчете удельного расхода электроэнергии используйте среднеарифметическое значение напряжения на электролизере. После получения экспериментальных результатов сделайте вывод о влиянии различных факторов на параметры процесса получения йодоформа.

Вариант 1. Изучение влияния анодной плотности тока на параметры процесса получения йодоформа (выход по току и по веществу, удельный расход электроэнергии).

Проведите электролиз при плотностях тока 1000, 2000 и 3000 А/м². Объем электролита в каждом опыте одинаков и составляет 0,15–0,20 дм³. Продолжительность электролиза рассчитайте исходя из необходимого (около 3 А·ч) количества электричества. Анод – графитовый или ОРГА (по указанию преподавателя).

Температура электролита 60°С. Состав электролита (г/дм³): KI – 200; C₂H₅OH (96%) – 100; Na₂CO₃ – 80.

Полученные данные оформите в виде графических зависимостей выхода по току, выхода по веществу, удельного расхода электроэнергии от плотности тока на аноде.

Вариант 2. Изучение влияния температуры на параметры процесса получения йодоформа.

Опыт проведите при температуре электролита 25, 40 и 60°C и плотности тока 1500 А/м². Состав электролита такой же, как в варианте 1. По результатам опытов постройте графические зависимости параметров процесса получения йодоформа от температуры.

Вариант 3. Изучение влияния природы исходного вещества на параметры процесса получения йодоформа.

Особенность этого опыта заключается в использовании электролитов различного состава. В первом случае проведите электролиз водно-спиртового электролита (см. вариант 1), во втором – водно-ацетонового электролита состава KI – 130 г/дм³, ацетон – 15 см³/дм³.

Условия электросинтеза в обоих случаях одинаковы: анодная плотность тока 1500 А/м², температура – 30–35°C (не допускать нагрева выше 45°C). Материалом анода служат графит, диоксид свинца или ОРТА. При работе с водно-ацетоновым электролитом следует иметь в виду, что температура кипения ацетона 56°C, поэтому температурный режим электролиза должен поддерживаться особенно тщательно. Рассчитайте выход по току и удельный расход электроэнергии при получении йодоформа.

Вариант 4. Изучение влияния материала анода на параметры процесса получения йодоформа.

Процесс электросинтеза йодоформа проведите на анодах из графита, никеля, нержавеющей стали, электроосажденного диоксида свинца и ОРТА. Задание предусматривает проведение опытов с тремя из перечисленных материалов. Аноды должны иметь примерно одинаковую площадь поверхности. Электролитом служит водно-спиртовой раствор иодида калия (см. вариант 1). Условия электролиза во всех трех случаях должны быть одинаковыми: плотность тока 1500 А/м², температура – 60°C. По результатам опытов сделайте вывод о влиянии материала анода на выход по току йодоформа и удельный расход электроэнергии.

?

Контрольные вопросы

1. Сформулируйте требования к анодным и катодным материалам в электросинтезе органических веществ.
2. Требования к электролитам, используемым в электросинтезе органических веществ.

3. Механизм гидрирования органической молекулы на металлах с низким перенапряжением выделения водорода.
4. Механизм восстановления органических веществ на металлах с высоким перенапряжением выделения водорода.
5. Получение йодоформа электролизом водно-этанольного и водно-ацетонового раствора KI, механизмы, электродные материалы.
6. Выбор электродных материалов в синтезе йодоформа.
7. Влияние pH и анодной плотности тока на выход по току йодоформа.
8. Реакции анодного окисления органических веществ.
9. Особенности электросинтеза в органических растворителях.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ ГИПОХЛОРИТА НАТРИЯ

Цель работы: изучение влияния состава электролита на выход по току гипохлорита натрия.

Оборудование и реактивы: электролизер, источник питания постоянного тока, магнитная мешалка, вольтметр, амперметр, набор оборудования и реактивов для проведения титрования, катоды из нержавеющей стали, аноды из графита или ОРТА.

Ход работы

Электролиз проводится в двух последовательно соединенных ячейках (рис. П2.1, б, центральные электроды – аноды), содержащих растворы с разной исходной концентрацией хлорида натрия, в соответствии с вариантом, указанным в табл. 20. Электролиты могут содержать дополнительно 2 г/дм³ бихромата натрия. Катодами служат пластинки из нержавеющей стали, анодами – графит или ОРТА. Время электролиза – 1,5 ч, температура опыта – комнатная.

Таблица 20

Варианты условий получения гипохлорита натрия

Вариант	Анодная плотность тока, А/м ²	Исходная концентрация NaCl, г/дм ³	
		ячейка 1	ячейка 2
1	1000	150	250
2	1500	150	250
3	2000	150	250
4	2500	150	250
5	3000	150	250
6	3500	150	250
7	4000	150	250
8	4500	150	250

При проведении электролиза не менее пяти раз определите напряжение и содержание гипохлорита натрия в каждой ячейке. Содержание гипохлорита натрия в растворе электролиза найдите йодометрическим титрованием. Результаты измерений сведите в табл. 21.

Опытные данные процесса получения гипохлорита натрия*

Время электролиза, мин	Q , А·ч	Ячейка 1				Ячейка 2			
		$U_{\text{яч}}$, В	C_{NaClO} , г/дм ³	Вт, %	W_m , кВт·ч/т	$U_{\text{яч}}$, В	C_{NaClO} , г/дм ³	Вт, %	W_m , кВт·ч/т

Примечание. $U_{\text{яч}}$ – напряжение на ячейке, В; C_{NaClO} – концентрация гипохлорита натрия в электролите, г/дм³; Вт – выход по току, %; W_m – удельный расход электроэнергии, кВт·ч/т.

*Количество электричества, выход по току и удельные затраты электроэнергии определяются по времени между двумя соседними замерами концентрации.

По данным табл. 21 постройте графические зависимости напряжения, концентрации гипохлорита натрия в растворе, выхода по току и удельного расхода электроэнергии от времени электролиза. Определите средние значения параметров электролиза и объемную плотность тока (А/дм³). Сделайте вывод о влиянии концентрации NaCl на выход по току и удельный расход электроэнергии при получении гипохлорита натрия.

Определение содержания гипохлорита натрия: в коническую колбу емкостью 250 см³ поместите 1 см³ пробы, 30–40 см³ дистиллированной воды, 0,5 г йодида калия, 1 см³ раствора серной кислоты (4 моль экв/л). Титруйте раствором тиосульфата натрия (0,1 моль экв/л) до тех пор, пока окраска раствора не станет слабо-желтой. Затем прибавьте несколько капель 5%-ного раствора крахмала и титруйте до обесцвечивания раствора. Концентрацию гипохлорита натрия (C_{NaClO} , г/дм³) определите по формуле

$$C_{\text{NaClO}} = C_{\text{T}} V_{\text{T}} g_x / V, \quad (6)$$

где C_{T} – концентрация тиосульфата натрия, моль экв/дм³; V_{T} – объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, см³; g_x – молярная масса эквивалента гипохлорита натрия, равная 37 г/моль экв; V – объем пробы, взятой на титрование, см³.

? Контрольные вопросы

1. Области применения гипохлорита и хлората натрия.
2. Приведите реакции, протекающие на катоде и аноде при синтезе гипохлорита натрия. Какие реакции протекают в объеме раствора?

3. Влияние температуры и pH на выход по току гипохлорита натрия.
4. Состав электролита для получения гипохлорита натрия, назначение компонентов.
5. Катоды, ингибирующие электровосстановление анодных продуктов.
6. Выбор анодных материалов и их влияние на технологические параметры получения гипохлорита натрия.
7. Побочные процессы на катоде и аноде при синтезе гипохлорита натрия. Способы подавления этих процессов.
8. Используется ли при синтезе гипохлорита натрия диафрагма? Почему?

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ПОДГОТОВКА ПОВЕРХНОСТИ ОБРАЗЦОВ

В зависимости от материала катодов подготовку их поверхности производят по одной из схем, приведенных в табл. П1.1–П1.3.

Таблица П1.1

Последовательность операций при подготовке поверхности медных и латунных образцов

Операция	Состав раствора		Режим работы	
	компонент	концентрация, г/дм ³	темпера- тура, °С	время, мин
1. Обезжиривание химическое	Na ₂ CO ₃ Na ₃ PO ₄ · 12H ₂ O Синтанол ДС-10	20–30	60–80	5–10
2. Промывка водой		25–30	60	1–2
3. Активирование	H ₂ SO ₄	3–5	18–25	1
4. Промывка водой		30	18–25	1–2

Таблица П1.2

Последовательность операций при подготовке поверхности образцов из алюминия

Операция	Состав раствора		Режим работы	
	компонент	концентрация, г/дм ³	темпера- тура, °С	время, мин
1. Обезжиривание химическое	Na ₃ PO ₄ · 12H ₂ O Na ₂ CO ₃ Жидкое стекло	30	60–70	5–20
2. Промывка водой		30	60	1–2
3. Промывка водой		30	18–25	1–2
4. Травление	NaOH		50–60	0,5–1,0
5. Промывка водой			60	1–2
6. Промывка водой		100	18–25	1–2

Для выполнения операций предварительной подготовки поверхности необходимо выставить ряд стаканов, в каждый из которых в нужной последовательности залить соответствующий раствор или воду. Объем растворов подбирают так, чтобы образцы были полностью по-

гружены в него, промывная вода берется в избытке. При необходимости растворы и воду подогревают до нужной температуры на электроплитке. Образцы при помощи пинцета переносят из одного раствора в другой. Во время обработки их следует покачивать в растворе.

Таблица П1.3

**Последовательность операций
при подготовке поверхности стальных и никелевых образцов**

Операция	Состав раствора		Режим работы	
	компоненты	концентрация, г/дм ³	температура, °С	время, мин
1. Обезжиривание химическое	NaOH Na ₃ PO ₄ · 12H ₂ O Na ₂ CO ₃ Синтанол ДС-10	5–15 15–35 15–35 3–5	60–80	5–20
2. Промывка водой			60	1–2
3. Активирование	H ₂ SO ₄	5–100	18–25	0,5–1,0
4. Промывка водой			18–25	1–2

Финишная промывка может быть проточной, с последующим ополаскиванием горячей дистиллированной водой перед сушкой и взвешиванием.

После получения осадка образец немедленно переносят в стакан с промывной водой, который необходимо иметь на рабочем месте рядом с электролизером, затем промывают проточной водой и ополаскивают дистиллированной, **тщательно удаляют влагу при помощи фильтровальной бумаги**, высушивают в сушильном шкафу или горячим воздухом при температуре 70–80°С.

ПРИНЦИПИАЛЬНЫЕ СХЕМЫ УСТАНОВОК

1. Электролиз

Для получения металлов предназначена схема, приведенная на рис. П2.1, *а*, которая включает в себя источник питания стабилизированного тока с регулированием тока *1*, амперметр *2*, электролизер *3*. В центре электролизера закрепляют электрод, реакция на котором является целевой, по обе стороны от него находятся вспомогательные электроды, обеспечивающие равномерное распределение токовой нагрузки по поверхности образца.

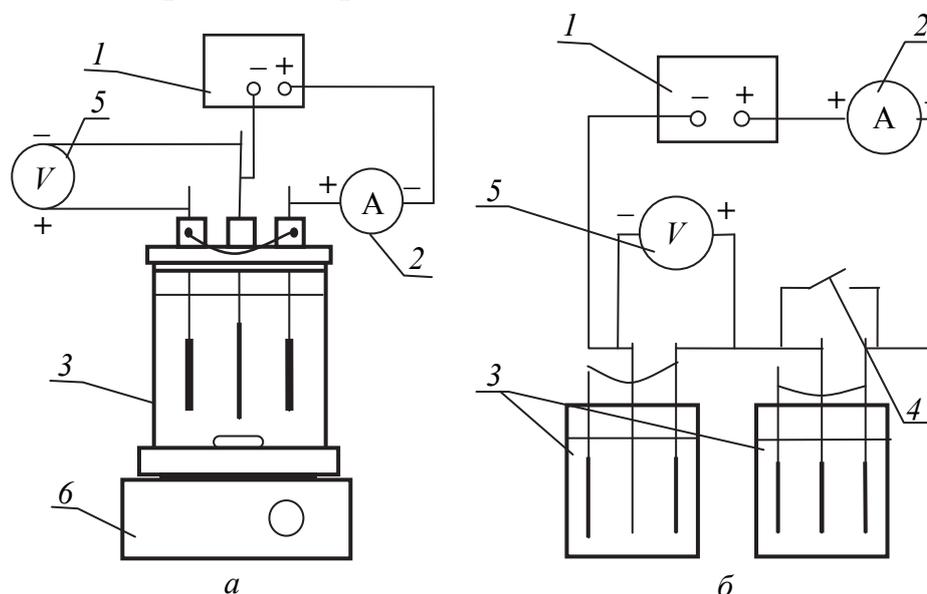


Рис. П2.1. Принципиальная схема установки для электролиза:

а – с одним электролизером;

б – с последовательным подключением нескольких электролизеров:

1 – источник питания; *2* – амперметр; *3* – электролизер;

4 – замыкающий контакт; *5* – вольтметр; *6* – магнитная мешалка

Полярность подключения приборов на схеме соответствует целевому катодному процессу. Для сокращения времени выполнения работы несколько опытов можно выполнять одновременно, соединяя несколько электролизеров последовательно. Пример такой схемы с двумя электролизерами приведен на рис. П2.1, *б*. Замыкающий кон-

такт 4 предназначен для отключения одного из электролизеров без прерывания процессов в остальных. При необходимости замера падения напряжения на электролизере в процессе электролиза между выводами катода и анода подключают вольтметр 5. Электролизер может быть установлен на магнитную мешалку 6 (тип ММ-5) с возможностью подогрева электролита.

2. Измерение потенциала электрода и гальваностатические поляризационные кривые

Для измерения потенциала электрода и получения гальваностатических поляризационных кривых необходимо собрать схему, приведенную на рис. П2.2.

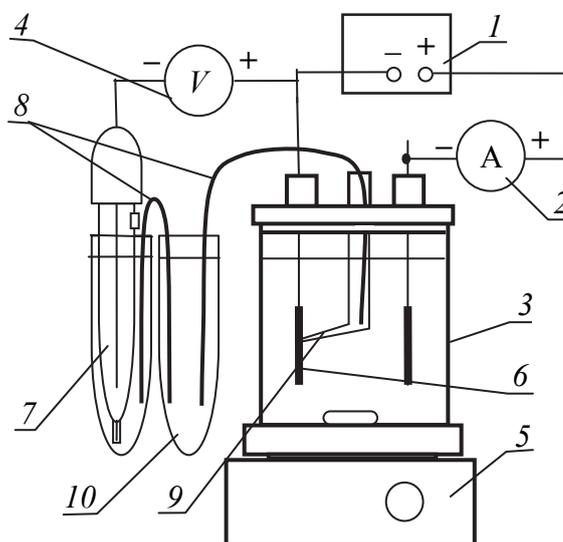


Рис. П2.2. Принципиальная схема установки для снятия гальваностатических поляризационных кривых:

- 1 – источник питания; 2 – амперметр; 3 – электролизер;
- 4 – вольтметр; 5 – магнитная мешалка;
- 6 – исследуемый электрод; 7 – электрод сравнения;
- 8 – солевые мостики; 9 – капилляр Луггина – Габера;
- 10 – промежуточный сосуд

Измерение потенциала электрода заключается в измерении электродвижущей силы гальванического элемента, составленного из исследуемого электрода и электрода сравнения. Внутренняя цепь гальванического элемента замыкается при помощи системы солевых мостиков и капилляра Луггина – Габера, соединяющих электролиты электрода сравнения и рабочего электрода. При необходимости взаимной

изоляции электролитов применяют промежуточный сосуд, заполненный рабочим электролитом.

Для измерения ЭДС (потенциала исследуемого электрода в шкале выбранного электрода сравнения E_x (Э.С)) необходимо использовать высокоомные вольтметры (входное сопротивление не ниже 10^9 Ом), причем вывод электрода сравнения подключается к «-» вольтметра, а исследуемый электрод – к «+».

Чаще всего в лабораторных условиях в качестве электрода сравнения используют насыщенный хлорсеребряный электрод типа ЭВЛ-1М1. При обработке результатов необходимо потенциал исследуемого электрода перевести в шкалу стандартного водородного электрода $E_{x(С.В.Э)}$, В:

$$E_{x(С.В.Э)} = E_x(Э.С) + E_{Э.С(С.В.Э)}.$$

Для получения гальваностатических поляризационных кривых вначале следует рассчитать ряд токовых нагрузок на электрод, соответствующий исследуемому интервалу плотностей тока и площади рабочего электрода. Расчетные значения последовательно устанавливаются на панели источника питания, и производится измерение соответствующего значения электродного потенциала.

3. Определение падения напряжения в электролите, диафрагме

Схемы установок для определения падения напряжения в электролите и диафрагме представлены на рис. П2.3, П2.4.

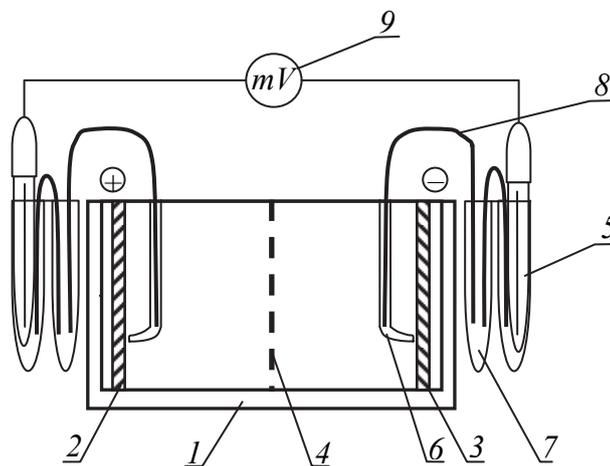


Рис. П2.3. Схема для определения падения напряжения в электролите:

- 1 – электролизер; 2 – анод; 3 – катод; 4 – диафрагма;
 5 – электрод сравнения; 6 – капилляр Лuggина – Габера;
 7 – промежуточный сосуд; 8 – солевой мостик; 9 – милливольтметр

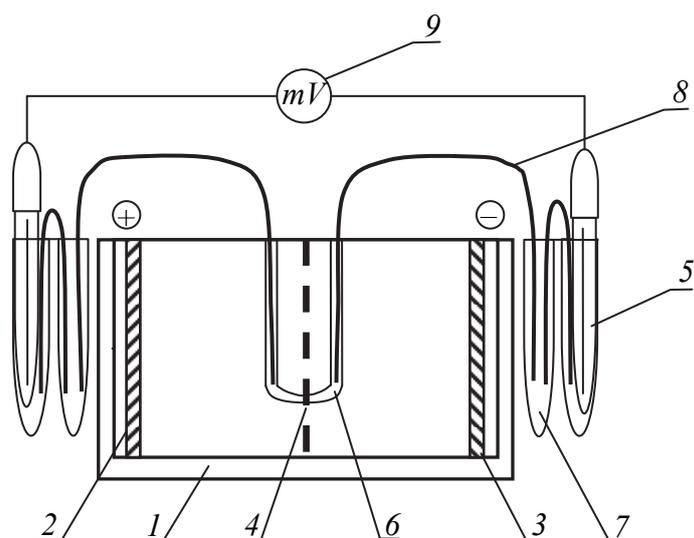


Рис. П2.4. Схема для определения падения напряжения в диафрагме:
 1 – электролизер; 2 – анод; 3 – катод;
 4 – диафрагма; 5 – электрод сравнения;
 6 – капилляр Лuggина – Габера; 7 – промежуточный сосуд;
 8 – солевой мостик; 9 – милливольтметр

4. Определение тока утечки

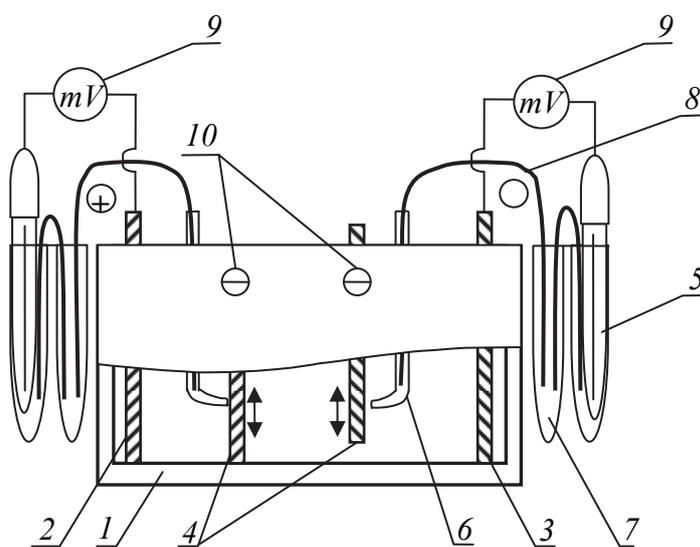


Рис. П2.5. Схема биполярного электролизера для определения утечки тока графическим методом:
 1 – электролизер; 2 – монополярный анод;
 3 – монополярный катод; 4 – биполярные электроды;
 5 – электрод сравнения; 6 – капилляр Лuggина – Габера;
 7 – промежуточный сосуд; 8 – солевой мостик;
 9 – милливольтметр; 10 – резьбовой зажим

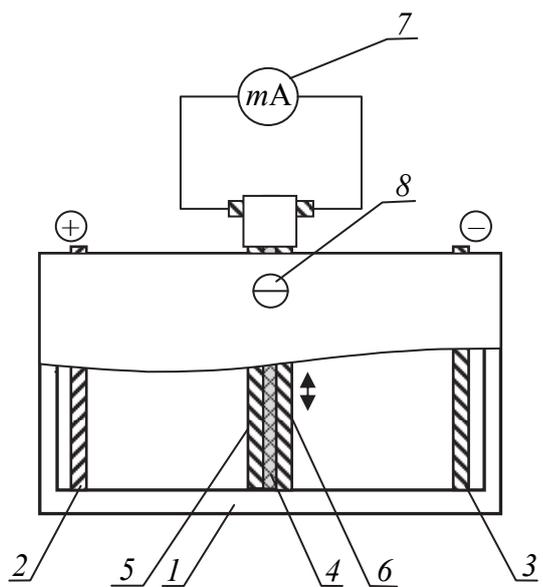


Рис. П2.6. Схема биполярного электролизера для определения утечки тока методом сдвоенного электрода:

- 1 – электролизер; 2 – монополярный анод;
- 3 – монополярный катод;
- 4 – изоляционная прокладка сдвоенного электрода;
- 5, 6 – металлические пластины сдвоенного электрода;
- 7 – миллиамперметр; 8 – резьбовой зажим

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СОСТАВЛЕНИЮ ОТЧЕТА О ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТАХ

Отчет оформляется студентом индивидуально. Он должен быть составлен аккуратно, грамотно, с последовательным изложением материала. Основные разделы отчета:

Название работы.

Цель работы.

Задание (из методического пособия).

Ход работы. Из приведенной в пособии последовательности выполнения задания следует выбрать краткую информацию, отражающую:

– методику и условия проведения эксперимента;

– схему (схемы) лабораторных установок;

– основные этапы проведения опыта.

Экспериментальные данные и наблюдения. Исходные и опытные данные оформляются произвольно, в ряде работ рекомендовано занесение результатов эксперимента в таблицы. Образцы полученных металлов аккуратно прикрепляются к отчетному бланку и снабжаются необходимыми комментариями.

Расчет требуемых показателей, анализ полученных данных и наблюдений. Приводятся расчетные формулы и уравнения, их названия, необходимые преобразования. При выполнении однотипных расчетов записывается один пример численных подстановок.

Графики выполняются на миллиметровой бумаге либо в виде вставок с нанесенной координатной сеткой, нумеруются и подписываются. Таблицы также подписываются и нумеруются. Математические формулы, уравнения реакций записываются посередине строки с интервалом от текстовой части.

При анализе результатов следует установить причину и характер наблюдаемых зависимостей, используя теоретический материал.

Выводы. Вывод делается по каждому опыту как обобщенное сообщение исходя из анализа полученных результатов (например, установлено..., показано... и т. д.).

К защите допускаются студенты, выполнившие лабораторную работу и оформившие отчет в соответствии с требованиями.

ЛИТЕРАТУРА

1. Электрохимический синтез и гидроэлектрометаллургия: пособие / И. А. Великанова [и др.]. – Минск: БГТУ, 2014. – 183 с.
2. Великанова, И. А. Электрохимический синтез и гидроэлектрометаллургия. Сборник задач: учеб.-метод. пособие / И. А. Великанова, Н. П. Иванова, И. М. Жарский. – Минск: БГТУ, 2013. – 103 с.
3. Иванова, Н. П. Гидроэлектрометаллургия: электронный конспект лекций / Н. П. Иванова, И. А. Великанова. – Минск: БГТУ, 2010. – 109 с.
4. Иванова, Н. П. Электрохимический синтез: электронный конспект лекций / Н. П. Иванова, И. А. Великанова, П. Б. Кубрак. – Минск: БГТУ, 2011. – 112 с.
5. Прикладная электрохимия: учебник / под ред. А. П. Томилова. – М.: Химия, 1984. – 520 с.
6. Прикладная электрохимия: учебник / под ред. А. Л. Ротиняна. – Л.: Химия, 1974. – 536 с.
7. Прикладная электрохимия: учебник / под ред. Н. П. Кудрявцева. – М.: Химия, 1974. – 550 с.
8. Практикум по прикладной электрохимии: учеб. пособие для вузов / под ред. В. Н. Варыпаева, Н. П. Кудрявцева. – Л.: Химия, 1990. – 304 с.
9. Фиошин, М. Я. Электрохимические системы в синтезе химических продуктов / М. Я. Фиошин, М. Г. Смиронова. – М.: Химия, 1985. – 256 с.
10. Лукомский, Ю. Я. Физико-химические основы электрохимии: учебник / Ю. Я. Лукомский, Ю. Д. Гамбург. – Долгопрудный: Интеллект, 2008. – 423 с.
11. Дамаскин, Б. Б. Электрохимия / Б. Б. Дамаскин, О. А. Петрий, Г. А. Цирлина. – 2-е изд., испр. и перераб. – М.: Химия: КолосС, 2006. – 672 с.
12. Вольдман, Г. М. Теория гидрометаллургических процессов / Г. М. Вольдман, А. Н. Зеликман. – М.: Интернет: Инжиниринг, 2003. – 464 с.
13. Фиошин, М. Я. Электросинтез окислителей и восстановителей / М. Я. Фиошин, М. Г. Смирнова. – Л.: Химия, 1981. – 212 с.

14. Якименко, Л. М. Электрохимические процессы в химической промышленности: производство водорода, кислорода, хлора и щелочей / Л. М. Якименко. – М.: Химия, 1981. – 280 с.

15. Томилов, А. П. Электрохимический синтез органических веществ / А. П. Томилов, М. Я. Фиошин, В. А. Смирнов. – Л.: Химия, 1976. – 424 с.

16. Волков, А. И. Большой химический справочник / А. И. Волков, И. М. Жарский. – Минск: Совр. шк., 2005. – 608 с.

17. Краткий справочник физико-химических величин / под. ред. А. А. Равделя и А. М. Пономаревой. – СПб.: Специальная литература, 1998. – 232 с.

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие.....	3
<i>Лабораторная работа № 1. Электрохимическое получение цинка</i>	<i>4</i>
<i>Лабораторная работа № 2. Электрохимическое рафинирование меди</i>	<i>7</i>
<i>Лабораторная работа № 3. Электрохимическое рафинирование никеля</i>	<i>10</i>
<i>Лабораторная работа № 4. Электрохимическое получение порошка меди</i>	<i>13</i>
<i>Лабораторная работа № 5. Баланс напряжения монополярной ванны электролиза воды</i>	<i>17</i>
<i>Лабораторная работа № 6. Утечка тока в биполярной ванне электролиза воды.....</i>	<i>20</i>
<i>Лабораторная работа № 7. Электрохимическое получение диоксида марганца</i>	<i>23</i>
<i>Лабораторная работа № 8. Электрохимическое получение йодоформа.....</i>	<i>26</i>
<i>Лабораторная работа № 9. Электрохимическое получение гипохлорита натрия.....</i>	<i>30</i>
Приложение 1. Предварительная подготовка поверхности образцов ..	33
Приложение 2. Принципиальные схемы установок	35
Приложение 3. Общие требования к составлению отчета о лабораторных работах	40
Литература	41

Учебное издание

Кубрак Павел Борисович
Великанова Ирина Алексеевна
Иванова Наталья Петровна
Жарский Иван Михайлович

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ
И ГИДРОЭЛЕКТРОМЕТАЛЛУРГИЯ
ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**

Учебно-методическое пособие

Редактор *Е. И. Гоман*
Компьютерная верстка *О. Ю. Шантарович*
Корректор *Е. И. Гоман*

Издатель:

УО «Белорусский государственный технологический университет».
Свидетельство о государственной регистрации издателя,
изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/227 от 20.03.2014.
Ул. Свердлова, 13а, 220006, г. Минск.