

Работа 1-1. ГАЗОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКТИВНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на реакции растворения металла в избытке раствора кислоты или щелочи и измерении объема выделившегося водорода.

По объему водорода вычисляют активность металла.

АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Принципиальная схема одной из разновидностей прибора для определения активности металлического порошка изображена на рис. 1.

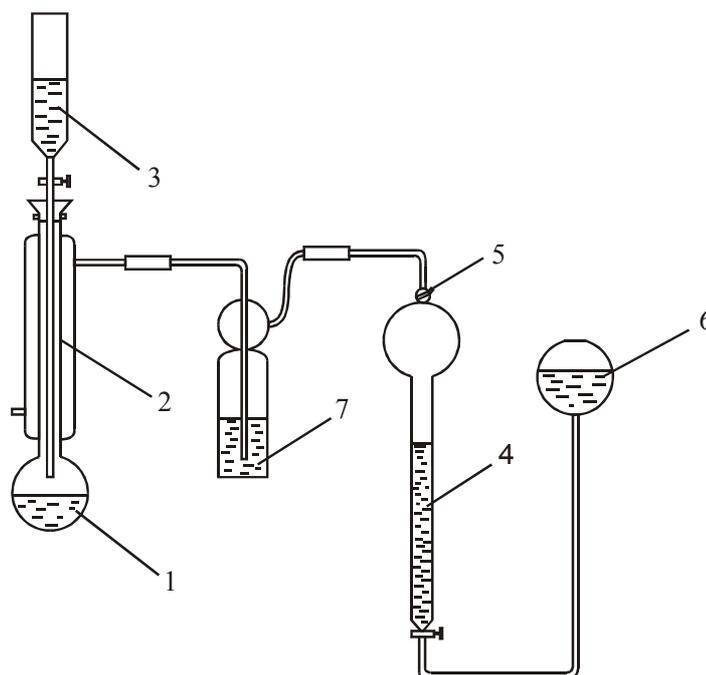


Рис 1. Прибор для определения активности металлических порошков: 1— реакционный сосуд; 2— холодильник; 3— бюретка для реактива; 4— газовая бюретка (газометр); 5— трехходовой кран; 6— стеклянная груша с запорной жидкостью; 7— склянка Дрекслея с H_2SO_4 или $CaCl_2$

Для поддержания постоянной температуры газа газовая бюретка часто помещается в сосуд с водой. В качестве запорной жидкости применяются растворы КОН или NaCl. Для освобождения водорода от водяных паров газ пропускают через крепкую (но не концентрированную) серную кислоту или слой сухого $CaCl_2$. Количество анализируемого порошка берется из расчета выделения в результате реакции 150-180 мл водорода.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Перед проведением анализа прибор проверяется на герметичность.

Газометр с помощью крана 5 сообщается с атмосферой. Поднятием стеклянной груши 6 с запорной жидкостью из газометра вытесняется воздух.

Уровень запорной жидкости доводится до уровня крана 5. Кран 5 закрывается.

При опускании груши уровень жидкости в газометре должен в первый момент уменьшаться, а затем стабилизироваться на определенной высоте.

Если уровень жидкости в газометре постоянно опускается, то необходимо уточнить возможные причины негерметичности прибора и после консультации с преподавателем устранить их.

ХОД АНАЛИЗА

Навеска металлического порошка, взятая с точностью до 0.001 г помещается в маленькую пробирку, а пробирку — в реакционный сосуд, куда предварительно наливается раствор выбранного реактива.

Реакционный сосуд плотно закрывается пробкой с газоотводной трубкой.

Из газометра поднятием груши вытесняется воздух. Газометр, полностью заполненный запорной жидкостью, переключением крана 5 изолируется от атмосферы и проверяется на герметичность.

Если прибор герметичен, с помощью крана 5 прибор сообщается с атмосферой. Груша закрепляется на такой высоте, чтобы уровень запорной жидкости в газометре совпадал с нулевой отметкой. Переключением крана 6 газометр соединяется с реакционным сосудом.

Реакционный сосуд встряхивается, чтобы пробирка с исследуемым порошком упала и наполнилась раствором реактива. Выделяющийся при реакции водород заполняет газометр и вытесняет запорную жидкость.

Давление в газометре в ходе реакции регулируется перемещением груши вниз. При этом необходимо добиваться, чтобы высота столба жидкости в газометре и груше была все время одинаковой.

Когда выделение пузырьков газа в реакционном сосуде полностью прекратится, уровень жидкости в газометре и груше уравнивается и производится отсчет объема выделившегося водорода.

ФОРМА ЗАПИСИ НАБЛЮДЕНИЙ

- | | |
|-----------------------------------|----------|
| 1. Навеска металлического порошка | — m, г |
| 2. Объем вытесненного водорода | — V, мл |
| 3. Температура | — T, К |
| 4. Барометрическое давление | — P, кПа |
| 5. Упругость водяных паров | — W, кПа |

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

Объем вытесненного водорода приводится к нормальным условиям ($T_0=273$ К, $P_0=101,3$ кПа). Расчет ведется по формуле:

$$V_0 = \frac{V P_H T_0}{T P_0} = \frac{V P_H}{T} 2,695;$$

где V_0 — объем водорода при нормальных условиях, мл;

$P_H=P - W$ — парциальное давление водорода в газометре, кПа;

P — барометрическое давление, кПа;

W — упругость паров воды над запорной жидкостью, кПа (прил. 1 мет. указаний к данной работе).

Активность порошка определяется по формуле:

$$a = \frac{V_0 f 100}{m};$$

где a — активность, %

f — фактор пересчета - количество металла в г, эквивалентное выделению 1 мл водорода.

m — навеска металлического порошка, г.

Эксперимент проводится дважды. Абсолютные допускаемые расхождения параллельных испытаний не должны превышать 0,5%.

Контрольные вопросы

1. Понятие "активности".
2. Газометрический метод определения активности.
3. Порядок расчета активности и навески порошка.
4. Способы очистки получаемого водорода от примесей других газов.
5. Коэффициент Пиллинга-Бэдворса.
6. Окисление порошкообразных металлов.

Литература

1. И. Кубашевский, В. Гопкинс. Окисление металлов.— М.:Изд-во иностранной лит-ры, 1955 г.

2. Н. А. Силин, В. А. Ващенко, Л. Я. Кашпоров и др. Металлические горючие гетерогенных конденсированных систем.— М.:Машиностроение, 1976 г., 320 с.

3. К. А. Суворов, Ю. П. Карпов, Л. Н. Свиридов и др. Газометрическое определение активности металлических порошков.— Л.: ЛТИ им. Ленсовета, 1986, 20 с.