



Безопасное определение концентрации серной кислоты и олеума с DSA 5000 M

Применение:

Химическая промышленность / Производство серной кислоты



1 Серная кислота и олеум

Серная кислота - H_2SO_4 - это маслянистая, крайне гигроскопичная жидкость без цвета и запаха. Растворение триоксида серы SO_3 в концентрированной серной кислоте даёт дымящий раствор, называемый **олеумом** (или "дымящая серная кислота").

Серная кислота широко используется в химической промышленности, в частности, в индустрии пластмасс и в нефтехимии, при производстве фосфорной кислоты и удобрений, а также в других отраслях связанных с травлением металлов и аккумуляторах.

2 Контроль качества при производстве серной кислоты

Производство серной кислоты осуществляется из диоксида серы SO_2 в несколько этапов. Определение концентрации для контроля качества и, соответственно, настройки параметров процесса, является важной составляющей процесса производства, когда концентрированная серная кислота, содержащая растворенный серный ангидрид, разбавляется водой для достижения нужной концентрации.

3 Титрование - утомительный метод

Стандартный метод определения концентрации заключается в титровании серного ангидрида или олеума щелочью, обычно гидроксидом натрия $NaOH$. Перед титрованием кислоту необходимо разбавить водой - довольно опасная и длительная операция. Точность результатов зависит от ряда факторов, таких, как: навыки оператора, качество стандартов раствора щелочи, разрешение бюреток, качество индикаторов и т.д. В таких рутинных анализах достигается точность от 0,1 до 0,5% об.

4 Безопасно, быстро и надежно - комбинированное измерение плотности и скорости звука

DSA 5000 от Anton Paar использует эффективный метод определения концентрации серной кислоты и олеума путем одновременного измерения двух физических параметров - плотности и скорости звука.

Значения плотности и скорости звука для серной кислоты/олеума в диапазоне концентраций от 0 до 114% мас. H_2SO_4 и от 0 до 65% мас. свободного SO_3 (олеум) указывает на то, что в некоторых диапазонах концентрация может быть определена, исходя из плотности, а в других диапазонах - по значению скорости звука (см. Рис. 1).

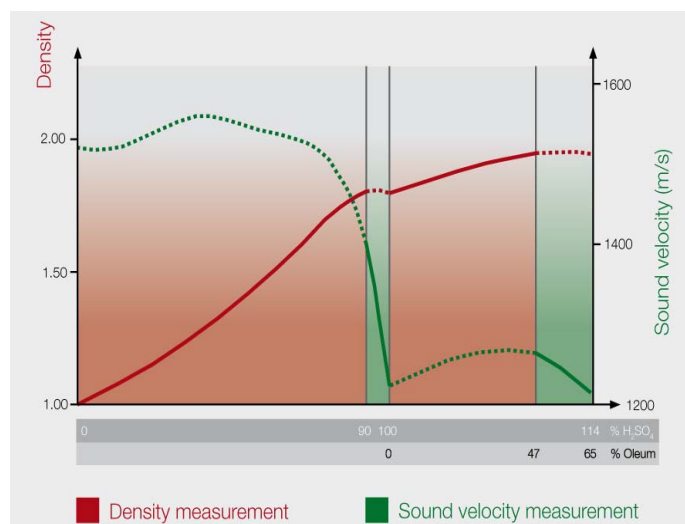


Рис.1 Плотность и скорость звука для серной кислоты и олеума.

Основываясь на этих исследованиях, был разработан метод измерения концентрации Серной кислоты и Олеума, позволяющий быстро и точно определить любую концентрацию образцов серной кислоты и олеума.

5 Введение серной кислоты и олеума

Для измерения необходимо все около 3 мл образца без какой-либо пробоподготовки. Образец вводится в DSA 5000 M с помощью стеклянного шприца или внешнего перистальтического насоса (например, Masterflex).

COBET Ввод стеклянного кончика шприца непосредственно в адаптер DSA 5000 M может привести к его отламыванию в результате чрезмерного усилия. Не вставляйте шприц непосредственно в тефлоновый адаптер ввода. Вместо этого используйте небольшой отрезок шланга из витона, для соединения шприца и DSA 5000 M (см. Рис. 2.).



Рис.2 Заполнение DSA 5000 M с помощью стеклянного шприца.

6 Результаты, полученные методом титрования и с помощью DSA 5000 M

Следующие измерения были проведены для сравнения результатов, полученных с помощью DSA 5000 M и титрования (сравните данные из Таблиц 1-4). Для этого были измерены образцы серной кислоты и олеума различной концентрации.

Серная Кислота 50 мас.%

Таблица 1: Сравнение результатов, полученных с помощью титрования и DSA 5000 M, включая средние значения и стандартные отклонения (s.d.); образец: серная кислота 50 мас.%.

Номер измерения	Титрование		DSA 5000 M	
	Серная Кислота [% мас.]	Серная Кислота [% мас.]	Серная Кислота [% мас.]	Серная Кислота [% мас.]
1	47,92	47,88	47,88	47,88
2	47,95	47,88	47,88	47,88
3	47,81	47,88	47,88	47,88
среднее значение	47,89	47,88	47,88	47,88
s.d.	0,07	0,00	0,00	0,00

Серная Кислота 96 мас.%

Таблица 2: Сравнение результатов, полученных с помощью титрования и DSA 5000 M, включая средние значения и стандартные отклонения (s.d.); образец: серная кислота 96 мас.%.

Номер измерения	Титрование		DSA 5000 M	
	Серная Кислота [% мас.]	Серная Кислота [% мас.]	Серная Кислота [% мас.]	Серная Кислота [% мас.]
1	96,15	96,00	96,00	96,00
2	96,15	96,00	96,00	96,00
3	96,07	96,00	96,00	96,00
4	96,23	96,00	96,00	96,00
среднее значение	96,15	96,00	96,00	96,00
s.d.	0,07	0,00	0,00	0,00

Олеум 20 мас.%

Таблица 3: Сравнение результатов, полученных с помощью титрования и DSA 5000 M, включая средние значения и стандартные отклонения (s.d.); образец: олеум 20 мас.%.

Номер измерения	Титрование		DSA 5000 M	
	Серная кислота [% мас.]	Олеум [% мас.]	Серная кислота [% мас.]	Олеум [% мас.]
1	104,67	20,75	104,54	20,18
2	104,65	20,68	104,54	20,19
3	104,61	20,48	104,54	20,19
4	104,64	20,61	104,54	20,19
среднее значение	104,64	20,62	104,54	20,19
s.d.	0,03	0,10	0,00	0,01

Олеум 50 мас.%

Таблица 4: Сравнение результатов полученных с помощью титрования и DSA 5000 M, включая средние значения и стандартные отклонения (s.d.); образец: олеум 50мас.%

Номер измерения	Титрование		DSA 5000 M	
	Серная Кислота [% мас.]	Олеум [% мас.]	Серная Кислота [% мас.]	Олеум [% мас.]
1	111,31	50,24	111,23	49,9
2	111,28	50,12	111,23	49,9
3	111,34	50,40		
среднее значение	111,31	50,26	111,23	49,90
s.d.	0,03	0,14	0,00	0,00

Результаты, полученные методом титрования и с помощью DSA 5000 M, демонстрируют прекрасную сходимость. Более того, важно отметить, что стандартное отклонение результатов титрования было всегда выше, чем при измерении на DSA 5000 M.

7 Проблемы безопасности

Серная кислота и олеум чрезвычайно реакционно-способны: они разрушают все виды тканей и волокон. При работе с этими веществами необходимо тщательно соблюдать технику безопасности, касающуюся выполнения эксперимента, очистки, промывки и сброса отходов. Избегайте контактов с веществом: предохраняйте кожу и глаза с помощью резиновых перчаток, одежды, обуви, фартуков и защитных очков.

Разбавление серной кислоты

В связи с сильным экзотермическим эффектом реакции и выделением большого количества тепла, разбавление водой должно проводиться с особой осторожностью. Концентрированная кислота всегда добавляется в воду, а не наоборот.

Хранение

Серная кислота должна храниться в стеклянных сосудах или бутылках.

Очистка

Никогда не вымывайте олеум или концентрированную серную кислоту водой. Всегда начинайте промывку более разбавленной кислотой. Перед тем, как промыть емкость водой, следуйте последовательности, приведенной на Рис. 3

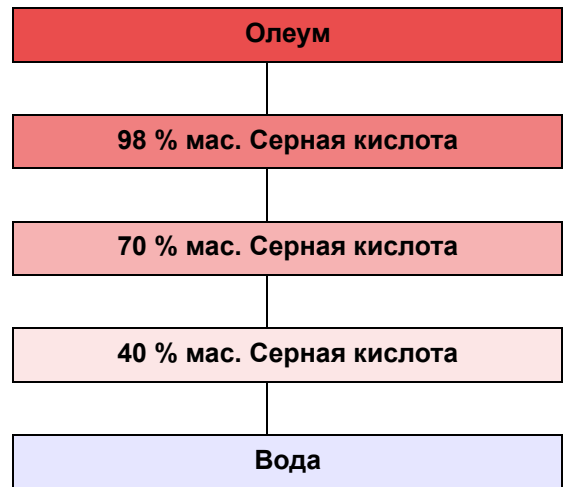


Рис.3 Последовательность очистки от олеума и серной кислоты.

8 Поточное оборудование Anton Paar

Anton Paar также производит измерительные системы для определения концентрации серной кислоты и олеума в потоке. Такие датчики плотности и скорости звука работают по такому же принципу, что и лабораторный DSA 5000 M.

СОВЕТ Дополнительная информация приведена в приложении "Безопасное и Точное Инлайн Измерение Серной Кислоты улучшает Качество и Производительность".

9 Преимущества DSA 5000 M

- Анализатор серной кислоты DSA 5000 M обеспечивает непревзойденную точность результатов измерений, отсутствие человеческого фактора и возможность незамедлительно оптимизировать качество продукта.
- Автоматическая процедура измерения очень надежна и позволяет избегать ошибок оператора, возможные, к примеру, при титровании.
- Измерение занимает всего 3 минуты. Перевод в единицы концентрации осуществляется автоматически благодаря встроенным таблицам.
- Прибор можно подключить к Вашей лабораторной системе сбора данных, используя программное обеспечения Anton Paar LIMS Bridge.
- Температура точно контролируется с помощью встроенного термостата на элементах Пельтье.
- DSA 5000 M имеет прочную конструкцию, занимает минимум места в лаборатории, он также может работать даже на полу на производстве.