

УДК 543.544-414

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ АДСОРБЦИОННОЙ АКТИВНОСТИ СОРБЕНТОВ
ПО МЕТИЛЕНОВОМУ ГОЛУБОМУ И ЙОДУ**

Мешков Г.А., Петраков В.Д., Тыра А.В., студент гр. ТЭб-191, III курс
Научный руководитель: УШАКОВ К.Ю., старший преподаватель, научный
сотрудник

Кузбасский государственный технический университет имени
Т.Ф. Горбачева
г. Кемерово

На сегодняшний день к областям применения сорбентов относят: очистка воздуха и газов в промышленности; очистка растворов в промышленности; очистка воздуха в помещениях, противогазовая защита людей от вредных веществ; производство защитных тканей; очистка питьевой воды; глубокая очистка сточных вод в химической, нефтехимической промышленности и т.д. [1]. При этом расширение списка способов применения сорбентов приводит к увеличению рынка и поиску сырья, из которого можно получать сорбенты. Исследовательским коллективом кафедры теплоэнергетики КузГТУ проводятся исследования последовательных процессов пиролиза и газификации РТО, в результате которых имеется твёрдый остаток, который предположительно может быть использован в качестве сорбентов для очистки технологической воды на предприятиях угольной отрасли [2]. Целью исследования авторов является апробация методики определения адсорбционных свойств. В рамках данной работы представлены результаты математической обработки методики определения сорбционных свойств получаемых материалов. К традиционным методам определения сорбционной активности относятся методы по метиленовому голубому и йоду [3,4].

Методика определения адсорбционной емкости сорбента по йоду состоит в следующем. Для определения адсорбционной емкости были приготовлены растворы йода в йодистом калии, раствор крахмала, тиосульфат натрия. Для определения начального содержания йода в растворе его 10 см^3 титровались тиосульфатом натрия до изменения начального цвета, после добавлялось 1 см^3 раствора крахмала. Для определения адсорбционной ёмкости образца он предварительно подвергается сушке при температуре $110\text{--}115^\circ\text{C}$ в сушильном шкафу до постоянной массы. Согласно методике 1 г образца помещается в коническую колбу (250 см^3), куда так же добавляется 100 см^3 раствора йода в йодистом калии. Далее механически взбалтываются колбы в течении 30 минут. После этого из колбы отбирается 10 см^3 раствора в коническую колбу вместимостью 50 см^3 для титрования раствором тиосульфата натрия до изменения начального цвета. В конце процесса титрования добавляется 1 см^3 раствора крахмала для придания синей окраски и продолжается

процесс титрования до обесцвечивания исходной смеси. Результаты проверочных экспериментов сведены в таблице 1.

Таблица 1. Определение концентраций.

№ эксперимента	Значения			
	Концентрация 1 образца (V_1), мл	Концентрация 2 образца (V_2), мл	Концентрация 3 образца (V_3), мл	Концентрация исходного р-ра (V_0), мл
1	9,2	9,7	9,4	10,2
2	9,4	9,3	9,3	10,1
3	9,5	9,6	9,4	9,6
Среднее	9,37	9,53	9,37	9,97

Для определения адсорбционной активности образцов в процентах, использовалась формула (1):

$$X = \frac{(V_0 - V_i) \cdot 0,0127 \cdot 100 \cdot 100}{10 \cdot m}, \quad (1)$$

где 0,0127 – масса йода, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1н.), г; m – масса навески образца, г; 100 – объём раствора йода в йодистом калии, взятый для осветления резиной, см³.

Результаты проверочных экспериментов представлены в таблице 2.

Таблица 2. Сорбционная активность проверочных образцов.

№ Образца БАУ-А	Адсорбционная активность, %
1	7,77
2	7,69
3	7,85

Определение адсорбционной активности по метиленовому голубому производилось при помощи фотоэлектроколориметра КФК-3 “ЗОМЗ” (рис. 1). Определение адсорбции проводилось согласно методике, представленной в ГОСТ 4453-74 [4].



Рисунок 1. Фотоэлектроколориметр КФК-3 “ЗОМЗ”

На первом этапе был построен градировочный график. Для его построения были подготовлены растворы метиленового голубого с дистиллированной водой с концентрациями 1,5; 3,0; 4,5; 6,0; 7,5; 9,0; 10,5; 12,0; 13,5; 15,0 мг/дм³. Оптическую плотность D приготовленных растворов определяли на фотоэлектроколориметре с длиной волны $\lambda = 400$ нм в кюветах. В качестве контрольного раствора использовали дистиллированную воду. Оптические плотности калибровочных растворов сведены в таблице 3. По полученным данным был построен градировочный график оптической плотности от концентрации растворов сравнения (рис.2).

Таблица 3. Оптическая плотность исходных растворов

Концентрация раствора, мг/дм ³	Оптическая плотность, D
1,5	0,006
3,0	0,023
4,5	0,029
6,0	0,042
7,5	0,055
9,0	0,069
10,5	0,082
12,0	0,093
13,5	0,104
15,0	0,116

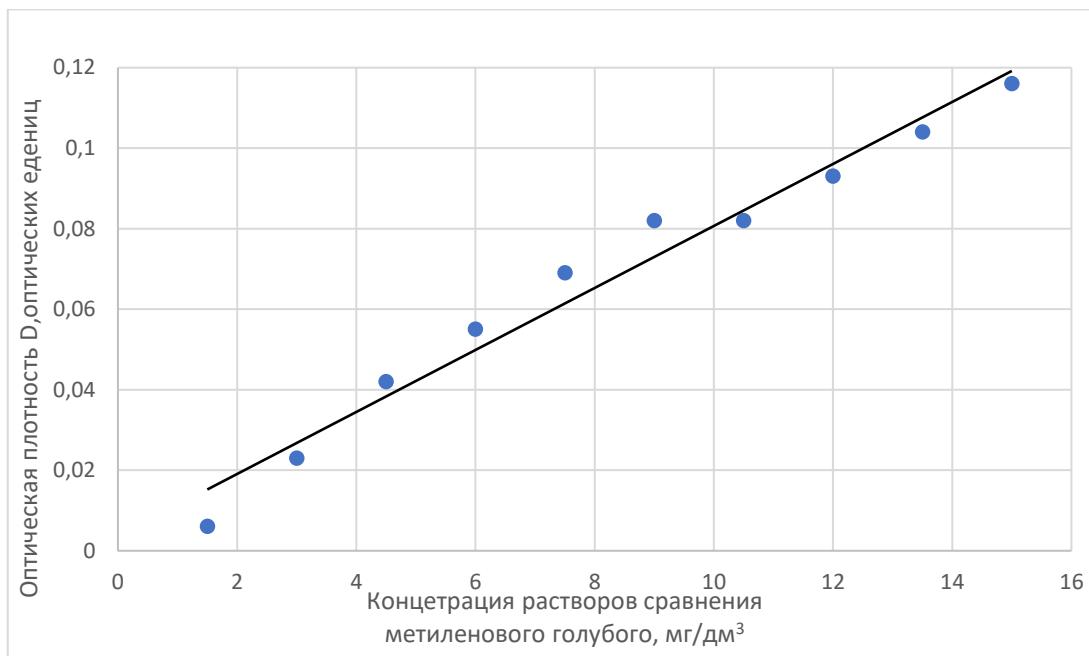


Рисунок 2. Зависимость оптической плотности от концентрации растворов сравнения метиленового голубого

Высушили уголь марки ОУ-А массой 0,09-0,1 грамма, в течении 2 ч при температуре 100 °C . Навеску угля поместили в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавили 25 см³ раствора метиленового голубого и взболтали в течении 20 мин. После чего осветлённый раствор проверили на оптическую плотность на том же фотоэлектроколориметре. Результаты превышали 0,8 оптических единиц, что является превышением для расчёта адсорбционной ёмкости, для получения необходимых результатов этот же раствор был разбавлен дистиллированной водой (коэффициент разбавления равным 10). Оптическая плотность раствора после разбавления составила: 0,063; 0,054; 0,062 оптических единиц.

Адсорбционную активность угля по метиленовому голубому, в миллиграммах метиленового голубого на 1 г угля марки ОУ-А, вычислили по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2 \cdot K) \cdot 0,025}{m} \quad (2)$$

где C_1 – концентрация исходного раствора красителя, мг/дм³; C_2 – концентрация раствора после контактирования с ОУ-А, мг/дм³; K – коэффициент разбавления раствора, взятого для анализа, после контактирования с углеродным материалом; m – масса навески угля, г; 0,025 – объём раствора метиленового голубого, взятого для осветления, дм³.

Полученные результаты сопоставимы с адсорбционной активности по паспорту активного осветляющего угля марки ОУ-А, что составляет не менее 225 мг/г.

Математическая обработка данных, полученных в экспериментах, проводилась стандартными методами математической статистики [5]. В табл. 4,5 приведены результаты статистической обработки данных измерений адсорбционной активности углей БАУ-А и ОУ-А.

Таблица 4. Результаты статистической обработки данных измерений адсорбционной активности углей БАУ-А и ОУ-А по метиленовому голубому

№ п/п	β_i	$\bar{\beta} - \beta_i$	$(\bar{\beta} - \beta_i)^2$	γ_i	$(\bar{\gamma} - \gamma_i)$	$(\bar{\gamma} - \gamma_i)^2$
1.	352,737	0,522	0,272	377,84	-0,55	0,303
2.	355,479	-2,22	4,928	378,14	-0,85	0,723
3.	351,925	1,334	1,779	375,89	1,4	1,96

Таблица 5. Результаты статистической обработки данных измерений адсорбционной активности углей БАУ-А по йоду

№ п/п	α_i	$\bar{\alpha} - \alpha_i$	$(\bar{\alpha} - \alpha_i)^2$
1.	7,77	0	0
2.	7,69	0,08	0,064
3.	7,85	-0,08	0,064

$$\bar{\beta} = 353,259$$

$$\bar{\gamma} = 377,29$$

$$\bar{\alpha} = 7,77$$

Здесь β_i , γ_i , $\bar{\beta}$ и $\bar{\gamma}$, α_i , $\bar{\alpha}$ – соответственно значения адсорбционной активности угля БАУ-А в i -том эксперименте (адсорб. %), адсорбционная активность ОУ-А в i -том эксперименте (адсорб. %), и средние значения адсорбционной активности БАУ-А для четырёх измерений (адсорб. %), и адсорбционной активности ОУ-А для трёх измерений (адсорб. %).

Среднее квадратичное отклонение $S(\bar{\beta})$ при определении адсорбционной активности угля БАУ табл. 4. составляет:

$$S(\bar{\beta}) = \sqrt{\frac{\sum(\bar{\beta} - \beta_i)^2}{n \cdot (n-1)}} = \sqrt{\frac{0,272 + 4,928 + 1,779}{6}} \approx 1,079,$$

тогда как при определении адсорбционной активности ОУ-А среднее квадратичное отклонение $S(\bar{\gamma})$ равно:

$$S(\bar{\gamma}) = \sqrt{\frac{\sum(\bar{\gamma} - \gamma_i)^2}{n \cdot (n-1)}} = \sqrt{\frac{0,303 + 0,723 + 1,96}{6}} \approx 0,705,$$

Среднее квадратичное отклонение $S(\bar{\alpha})$ при определении адсорбционной активности угля БАУ табл. 4.2. составляет:

$$S(\bar{\alpha}) = \sqrt{\frac{\sum(\bar{\alpha} - \alpha_i)^2}{n \cdot (n-1)}} = \sqrt{\frac{0,0064+0+0,0064}{6}} \approx 0,0462,$$

где n – количество измерений (в данном случае $n = 3$).

По таблице Стьюдента-Фишера находим критерий Стьюдента t для числа степеней свободы ($n - 1$) с доверительной вероятностью $P = 0,9$ который равен $t_{0,9} = 2,92$. Отсюда абсолютная ошибка в определении адсорбционной активности угля БАУ-А:

$$\Delta\beta = \pm t_{0,9} \cdot S(\bar{\beta}) = \pm 2,92 \cdot 1,079 = \pm 3,15\%$$

Таким образом, $\beta = (353,259 \pm 3,15) \%$. Относительная ошибка при этом составляет:

$$\delta\beta = \pm \frac{\Delta\beta}{\beta} \cdot 100\% = \pm \frac{3,15}{353,259} \cdot 100\% = \pm 0,892\%$$

Абсолютная ошибка в определении адсорбционной активности ОУ-А составляет:

$$\Delta\gamma = \pm t_{0,9} \cdot S(\bar{\gamma}) = \pm 2,92 \cdot 0,705 = \pm 2,059\%$$

Следовательно, $\gamma = (377,29 \pm 2,059) \%$. Относительная ошибка в этом случае равна:

$$\delta\gamma = \pm \frac{\Delta\gamma}{\gamma} \cdot 100\% = \pm \frac{2,059}{377,29} \cdot 100\% = \pm 0,546\%$$

Абсолютная ошибка в определении адсорбционной активности угля БАУ-А по йоду:

$$\Delta\alpha = \pm t_{0,9} \cdot S(\bar{\beta}) = \pm 2,92 \cdot 0,0462 = \pm 0,135\%$$

Таким образом, $\beta = (7,77 \pm 0,135) \%$. Относительная ошибка при этом составляет:

$$\delta\alpha = \pm \frac{\Delta\alpha}{\alpha} \cdot 100\% = \pm \frac{0,135}{7,77} \cdot 100\% = \pm 1,737\%$$

Относительная ошибка при определении адсорбционной активности по метиленовому голубому при помощи фотоэлектроколориметра КФК-3 “ЗОМЗ” составила для ОУ-А $\pm 0,054\%$; БАУ-А $\pm 0,034\%$, по йоду для БАУ-А $\pm 1,737\%$

Список литературы:

1. Интересные факты об активированном угле [сайт]. Режим доступа: [<https://kidschemistry.ru/gde-primenyaetsya-aktivirovannyj-ugol.html>]
2. Продукты переработки отходов резинотехнических изделий / А. С. Зябрев, И. Я. Петров, К. Ю. Ушаков, А. Р. Богомолов // Россия молодая: СБОРНИК МАТЕРИАЛОВ XII ВСЕРОССИЙСКОЙ, НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ, Кемерово, 21–24 апреля 2020 года. – Кемерово: Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева, 2020. – С. 95102.1-95102.8.
3. ГОСТ 6217 – 74. Уголь активный древесный дробленый.
4. ГОСТ 4453 – 74. Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. – М.: Государственный комитет СССР по стандартам, 1988.
5. Чарыков А. К. Математическая обработка результатов химического анализа: Учеб. пособие для вузов. – Л.: Химия, 1984. – 168 с.