

Лабораторная работа «Определение влажности в сыпучем минеральном сырье»

Цель работы: Изучить методы определения влаги в твердом сыпучем материале. Ознакомиться с работой приборов для прямого и косвенного определения влаги. Освоить математические методы обработки результатов анализов.

Теоретические сведения

Влажность сырья, полупродуктов и некоторых видов готовой продукции, является одним из главных свойств материалов, определяющих их качество и оказывающих влияние на технологические процессы.

Влажностью называют содержание воды в материале, выраженное в процентах от его массы. По разности между массой материала и массой воды находят содержание сухих веществ в материале.

Вода, содержащаяся в материале, является балластом, который приходится оплачивать, хранить, транспортировать и т. д.; кроме того, она обуславливает режим многих технологических процессов. Таким образом, степень влажности материалов на разных стадиях производства является одним из основных показателей, по которому ведется контроль и учет во всех отраслях химической промышленности.

Чтобы избежать непроизводительных расходов при приеме и отпуске материалов, определяют их влажность, и все расчеты, связанные с определением их количества и качества, а также выхода продукта из сырья, ведут на сухое вещество.

Классификация методов определения влаги

Для определения влажности материалов разработаны различные методы, которые подразделяются на две группы – прямые и косвенные.

К *прямым* относятся методы, в которых происходит разделение материала на сухое вещество и воду. Для выделения воды используются тепло, безводные растворители и химические реактивы.

К *косвенным* относятся методы, в которых измеряются изменения физических величин или свойств, функционально связанных с влажностью материалов.

Прямые методы определения влажности по принципу действия можно разбить на ряд групп.

Теплофизические методы основаны на испарении воды из навески анализируемого материала. По разности между массой материала до высушивания и оставшейся массой сухого вещества вычисляют массу испарившейся воды.

Дистилляционные методы основаны на совместной отгонке из анализируемого вещества воды и органического растворителя, не смешивающегося с водой.

Химические методы основаны на химическом взаимодействии воды с некоторыми реактивами (металлическим натрием, реактивом Фишера). Содержание воды в анализируемой пробе определяют по эквивалентному количеству вещества, образовавшегося в результате реакции.

Из косвенных методов практическое применение получили электрометрические методы, в которых измеряются электропроводность и диэлектрическая проницаемость.

Метод электропроводности, или кондуктометрический метод, основан на зависимости электрического сопротивления материала от степени его влажности: чем выше влажность, тем меньше удельное сопротивление материала и тем выше его электропроводность.

Метод диэлектрической проницаемости, или емкостный метод, основан на значительном различии величин диэлектрической проницаемости (ДП) воды ($\epsilon = 81$) и сухих веществ. Следовательно, с увеличением влажности материала увеличивается его ДП.

Аппаратура

Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий создание и поддержание температуры в рабочей зоне высушивания от 100°C до 150°C, с отклонением от заданного значения не более $\pm 2^\circ\text{C}$.

Термометр для измерения температуры до 300 °С с ценой деления 1 °С.

Тигли или бюксы

Весы неавтоматического действия, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,1$ г; ± 1 г.

Эксикатор по ГОСТ 25336 исполнения 2 со вставкой фарфоровой, заполненный эффективным осушителем

Часы

Методика определения

(метод высушивания до постоянной массы):

Существует ряд стандартных методов определения содержания влаги в твердом сыпучем сырье. В данной работе определение аналитической влаги осуществляется косвенным методом сушки в соответствии с ГОСТ 27314 – 91 (ИСО 589 – 81).

Сущность метода заключается в высушивании навески аналитической пробы твердого сыпучего сырья в сушильном шкафу при температуре 105 – 110 °С, и вычислении массовой доли потери влаги.

Анализ проводят параллельно на нескольких навесках (не менее 5) и выполняют следующим образом:

1 Взвешивают тару – тигли с крышками или стеклянные бюксы с притертыми крышками.

2 Пробу в открытой таре перемешивают и помещают в тигли навески $10 \pm 0,1$ г.

3 Тигли с полуприкрытыми крышками помещают в предварительно нагретый до 105-110°C сушильный шкаф и сушат при температуре 30 мин. Время высушивания считают с того момента, когда температура в шкафу, понизившаяся при установке тиглей, снова достигает 105-110 °С.

4 После высушивания тигли с навесками топлива закрывают крышками, вынимают из шкафа, охлаждают сначала на воздухе 2- 3 мин. на металлической подставке, затем в эксикаторе до комнатной температуры, после чего взвешивают. Проводят контрольные сушки в течении 30 мин. Каждая до тех пор, пока расхождение между двумя взвешиваниями будет не более 0.01 г. За результат принимают самую низкую массу.

5 Результаты испытаний заносят в таблицу наблюдения.

6 Производят расчет абсолютных величин и отклонений

Схема установки

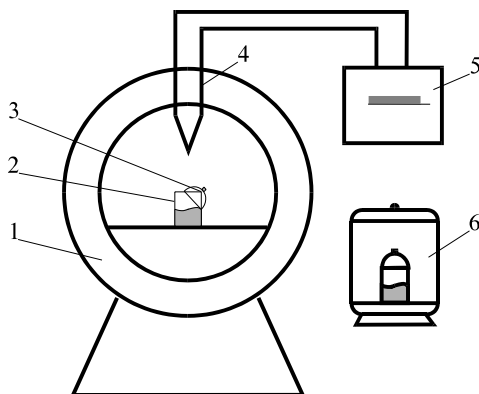


Рис. Установка сушильного шкафа

Установка состоит из электрического сушильного шкафа 1 с терморегулятором, тиглей 2 с навесками и с крышкой 3, термоэлектрического преобразователя 4 и термометра 5 для контроля температуры внутри сушильного шкафа, эксикатора 6 с химическим реактивом, поглощающим влагу, и аналитических весов с разновесами (на рисунке не показаны).

Регистрация результатов опыта

№ пробы	Масса пустого тигля, г m_1	Масса тигля с крышкой и навеской, г m_2	Масса навески пробы, г $m = m_2 - m_1$	Масса тигля с навеской после высушивания, г m_3	Масса навески после высушивания, г $m_4 = m_3 - m_1$	Потеря массы при сушке навески, г $\Delta m = m - m_4$

Математическая обработка полученных результатов

Расхождение результатов анализа между параллельными пробами не должно превышать 0,2 %. За влажность анализируемой пробы принимают среднеарифметическую величину всех определений.

При тщательном соблюдении всех условий, проведения анализа методом высушивания до постоянной массы дает хорошую воспроизводимость результатов анализа (до введения эталонного метода он считался наиболее точным из всех применяемых методов). Главный недостаток метода – его длительность, непригодность для оперативного контроля, а также трудоемкость. Поэтому его применяют в тех случаях, когда нужно пересчитать результаты определения какого-нибудь показателя качества материала на сухое вещество.

Определение влажности пробы:

Определяется как соотношение массы навески к массе удаленной воды:

$$W_n = (\Delta m_n / m_n) * 100; \%$$

$$W_1, W_2, W_3, \dots, W_n$$

Расчет значения влажности продукта, как среднеарифметическая величина всех определений:

$$W_{cp} = (W_1 + W_2 + W_3 + \dots + W_n) / n; \%$$

$$W_{cp} = (W_1 + W_2 + W_3 + W_4 + W_5) / 5; \%$$
 (для результатов 5 измерений)

Определение отклонения результатов:

Отклонением называют разность между каким-либо результатом определения (вариантой) и средним арифметическим, сумма всех положительных и отрицательных отклонений от среднего арифметического равна нулю ($\sum d = 0$).

$$d = W_n - W_{cp};$$

$$d_1, d_2, d_3, \dots, d_n$$

Определение стандартного отклонения S:

Количественной характеристикой воспроизводимости является стандартное отклонение S, которое находят методами математической статистики. Для небольшого числа измерений (малой выборки) при $n=1-10$, S равно корню квадратному из суммы квадратов всех отклонений ряда, деленной на число членов ряда, минус единица:

Величину S называют также средней квадратичной погрешностью.

$$S = \sqrt{\sum d^2 / (n - 1)}$$
$$S = \sqrt{(d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + \dots + d_n^2) / (n - 1)}$$

Воспроизводимость измерений (воспроизводимость результатов анализов) - это качество измерений (результатов анализов), отражающее близость друг к другу результатов измерений, выполняемых в различных условиях (в различное время, в различных местах) по данной методике.

В процентах воспроизводимость оценивают по величине относительного стандартного отклонения.

Определение стандартного отклонения S:

$$\Delta S = S / W_{cp} * 100; \%$$

Обычно считают при $\Delta S = 1...5\%$ воспроизводимость результатов измерения хорошей, при $\Delta S = 5...10\%$ - удовлетворительной, при $\Delta S = 10...15\%$ - плохой, хотя эта шкала воспроизводимости условна и зависит от метода анализа.