

Darja Pečar



Kemijska reakcijska tehnika



II





Univerza v Mariboru

Fakulteta za kemijo
in kemijsko tehnologijo

Kemijska reakcijska tehnika II

Navodila za opravljanje laboratorijskih vaj

Avtorica

Darja Pečar

Julij 2025

Naslov <i>Title</i>	Kemijska reakcijska tehnika II <i>Chemical Reaction Engineering II</i>
Podnaslov <i>Subtitle</i>	Navodila za opravljanje laboratorijskih vaj <i>Manual for Performing Laboratory Exercises</i>
Avtorica <i>Author</i>	Darja Pečar (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo)
Recenzija <i>Review</i>	Andreja Goršek (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo) Vladan Mičić (Univerza v Vzhodnem Sarajevu, Tehnološka fakulteta Zvornik)
Lektoriranje <i>Language editing</i>	Regina Fuchs Godec (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo)
Tehnična urednika <i>Technical editors</i>	Jan Perša (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba) Marina Bajić (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba)
Oblikovanje ovitka <i>Cover designer</i>	Jan Perša (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba)
Grafike na ovitku <i>Cover graphics</i>	Blue and white bubbles in water, foto: wuz, unsplash.com, 2020
Grafične priloge <i>Graphic material</i>	Vsi viri so lastni, če ni navedeno drugače. Pečar (avtorica), 2025

Založnik <i>Published by</i>	Univerza v Mariboru Univerzitetna založba Slomškov trg 15, 2000 Maribor, Slovenija https://press.um.si , zalozba@um.si
Izdajatelj <i>Issued by</i>	Univerza v Mariboru Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo Smetanova ulica 17, 2000 Maribor, Slovenija https://fkkt.um.si , fkkt@um.si
Izdaja <i>Edition</i>	Prva izdaja
Vrsta publikacije <i>Publication type</i>	E-knjiga
Izdano <i>Published at</i>	Maribor, Slovenija, julij 2025
Dostopno na <i>Available at</i>	https://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/990



© Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba
/ University of Maribor, University of Maribor Press

Besedilo / Text © Pečar, (avtorica), 2025

To delo je objavljeno pod licenco Creative Commons Priznanje avtorstva-Nekomercialno-Brez predelav 4.0 Mednarodna. / *This work is licensed under the Creative Commons Attribution-NonCommercialNoDerivs 4.0 International License.*

Uporabnikom je dovoljeno reproduciranje brez predelave avtorskega dela, distribuiranje, dajanje v najem in priobčitev javnosti samega izvirnega avtorskega dela, in sicer pod pogojem, da navedejo avtorja in da ne gre za komercialno uporabo.

Vsa gradiva tretjih oseb v tej knjigi so objavljena pod licenco Creative Commons, razen če to ni navedeno drugače. Če želite ponovno uporabiti gradivo tretjih oseb, ki ni zajeto v licenci Creative Commons, boste morali pridobiti dovoljenje neposredno od imetnika avtorskih pravic.

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

CIP - Kataložni zapis o publikaciji
Univerzitetna knjižnica Maribor

66.01(083.13) (0.034.2)

PEČAR, Darja

Kemijska reakcijska tehnika II [Elektronski vir] : navodila za opravljanje laboratorijskih vaj / avtorica Darja Pečar. - 1. izd. - E-knjiga. - Maribor : Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba, 2025

Način dostopa (URL):

<https://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/990>

ISBN 978-961-299-020-6 (PDF)

doi: 10.18690/um.fkkt.3.2025

COBISS.SI-ID 243054083

ISBN 978-961-299-020-6 (pdf)

DOI <https://doi.org/10.18690/um.fkkt.3.2025>

Cena Brezplačni izvod

Odgovorna oseba založnika Prof. dr. Zdravko Kačič
For publisher rektor Univerze v Mariboru

Citiranje Pečar, D. (2025). *Kemijska reakcijska tehnika II: navodila za opravljanje laboratorijskih vaj*. Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba. doi: 10.18690/um.fkkt.3.2025
Attribution

Kazalo

1. vaja: Določanje presnove saharaže v kontinuirnem reaktorju z nasutim slojem	1
Namen vaje	3
Teoretične osnove	3
Pribor in kemikalije	4
Izvedba vaje	5
Izračun in rezultati	7
 2. vaja: Korozijska odpornost gradiv	9
Namen vaje	11
Teoretične osnove	11
a) Klasična metoda	14
Pribor in kemikalije	14
Izvedba vaje	14
Izračun in rezultati	14
b) Elektrokemijska metoda	15
Pribor in kemikalije	15
Izvedba vaje	15
Izračun in rezultati	15
c) Kontaktna korozija	16
Pribor in kemikalije	16
Izvedba vaje	16
Izračun in rezultati	16
d) Evtetična zmes	17
Pribor in kemikalije	17
Izvedba vaje	17
Izračun in rezultati	17
 3. vaja: Inhibicijski učinek na korozijsko odpornost gradiv	19
Namen vaje	21
Teoretične osnove	21
Pribor in kemikalije	22
Izvedba vaje	22
Izračun in rezultati	22
 4. vaja: Fluidizacija	23
Namen vaje	25
Teoretične osnove	25
Pribor in kemikalije	26
Izvedba vaje	26



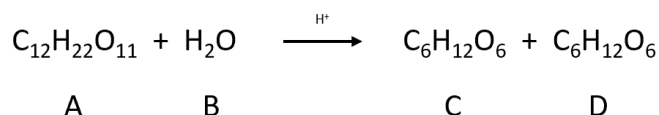
1. VAJA

Določanje presnove saharoze v kontinuirnem reaktorju z nasutim slojem



Namen vaje

Reakcija hidrolize saharoze ali inverzija saharoze je kislinsko katalizirana reakcija prvega reda, pri čemer nastajata glukoza in fruktoza v ekvimolarnem razmerju:



Namen te vaje je študija inverzije saharoze v katalitskem reaktorju z nasutim slojem. V takšnem reaktorju je katalizator imobiliziran na porozne okrogle delce nosilca (support matrix), ki so ujeti v reaktorju. Raztopina saharoze, ki jo črpamo v reaktor, se pomeša s katalizatorjem, kar vodi do nastanka produkta. Prednost uporabe heterogenega katalizatorja je v tem, da ločevanje katalizatorja od produkta ni potrebno, kar je ugodneje iz ekonomskega vidika, in predvsem zaradi praktičnosti izvedbe eksperimentov. Reakcijo inverzije saharoze bomo izvedli v kemijskem reaktorju ob prisotnosti kemijskega katalizatorja tipa Amberlite IR-120.

Teoretične osnove

Presnova

Presnovo saharoze, X_A , v reaktorju s konstantno prostornino izračunamo:

$$X_A = 1 - \frac{c_A}{c_{A0}} \quad (1.1)$$

kjer so: X_A presnova glede na saharozo, c_{A0} začetna koncentracija saharoze in c_A koncentracija saharoze.

Kinetični model

Znano je, da je omenjena reakcija ireverzibilna reakcija prvega reda, zato zapišemo:

$$-r_A = -\frac{dc_A}{dt} = k c_A \quad (1.2)$$

kjer so: r_A hitrost reakcije, c_A koncentracija saharoze, t čas in k konstanta reakcijske hitrosti. Enačba velja za diskontinuirno obratovanje. Če v enačbi za izračun hitrosti reakcije (enačba (1.2)), čas reakcije zamenjamo z zadrževalnim časom dobimo enačbo, ki velja za pretočne reaktorje s konstantno prostornino:

$$-r_A = -\frac{dc_A}{d\tau} = k c_A \quad (1.3)$$

kjer je: τ zadrževalni čas.

Po t.i. integralni metodi določanja hitrosti reakcije konstanto reakcijske hitrosti določimo iz naklona premice, ki jo narišemo na diagramu $\ln \frac{c_{A0}}{c_A}$ v odvisnosti od bivalnega časa, τ :

$$\ln \frac{c_{A0}}{c_A} = k \tau \quad (1.4)$$

kjer sta: c_{A0} začetna koncentracija saharoze, c_A koncentracija saharoze v stacionarnem stanju in τ zadrževalni čas, izračunan glede na maso katalizatorja, m :

$$\tau = \frac{m}{q_V} \quad (1.5)$$

kjer sta: q_V volumski pretok reakcijske raztopine skozi reaktor in m masa suhega katalizatorja.

Aktivacijska energija

Za določanje aktivacijske energije izbrane reakcije je potrebno reakcijo izvesti najmanj pri treh različnih temperaturah. Velja, da temperatura vpliva na konstanto reakcijske hitrosti. Aktivacijsko energijo in pred-eksponentni faktor dobimo iz Arrhenius-ove enačbe:

$$k = k_0 e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad (1.6)$$

kjer so: E_a aktivacijska energija, k_0 pred-eksponentni faktor in T temperatura.

Po logaritmiranju enačbe (1.8) dobimo enačbo premice, iz katere po grafičnem postopku določimo oba parametra. Rišemo odvisnost $\ln k$ od $1/T$.

Pribor in kemikalije

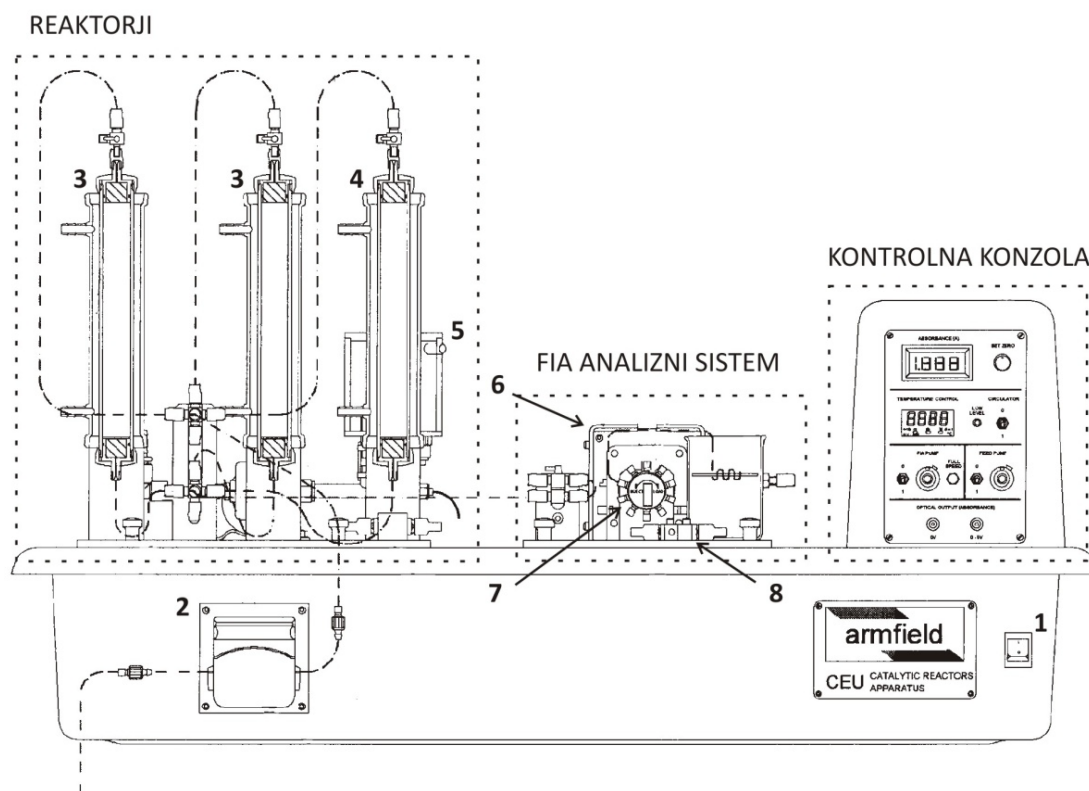
- bučke,
- kationski izmenjevalec,
- saharoza,
- glukoza,

- glukozni reagent,
- eppendorf epruvete,
- magnetni mešalnik.

Izvedba vaje

Presnovo saharaže določimo z merjenjem koncentracije nastale glukoze. V ta namen pripravimo standardne raztopine glukoze ($\gamma = (1, 2, 3, 4) \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$), ter raztopino saharaže s koncentracijo $\gamma = 7,6 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$.

Shema Armfield CEU laboratorijskega reaktorskega sistema, na katerem izvajamo reakcijo inverzije saharaže, je prikazana na sliki 1.1.



Slika 1.1: Armfield CEU laboratorijski reaktorski sistem (1 – stikalo za vklop/izklop, 2 – peristaltična črpalka, 3 – kemijska reaktorja, 4 – biološki reaktor, 5 – termostar, 6 – FIA črpalka, 7 – FIA ventil, 8 – pretočna optična celica).

Vir: [slika iz navodil za uporabo Armfield CEU laboratorijskega reaktorskega sistema]

Celotni reaktorski sistem je sestavljen iz treh delov: osrednjega dela, ki ga predstavljajo trije reaktorji z nasutim slojem (dva kemijska in eden biološki), FIA analiznega sistema in kontrolne konzole.

Raztopino saharoze s pomočjo peristaltične črpalke (2) vodimo skozi želeni reaktor. Saharoza v reaktorju zreagira in produkt - glukozo analiziramo s spektrofotometrom.

Kemijski reaktor

Za pripravo kemijskih reaktorjev uporabimo kationski izmenjevalec Amberlit IR-120, ki ga predhodno presejemo. Za nasuti sloj uporabimo dve različni velikosti delcev. Frakcijo s povprečno velikostjo delcev, $d = 0,86$ mm, dobimo tako, da uporabimo siti z velikostjo por 1 mm in 0,71 mm, drugo frakcijo s povprečno velikostjo delcev, $d = 0,31$ mm, dobimo s siti z velikostjo por 0,355 mm in 0,25 mm. Oba reaktorja napolnimo z omočenimi delci.

Pred izvedbo eksperimentov katalizator aktiviramo tako, da skozi reaktor prečrpamo 500 mL klorovodikove kisline s koncentracijo, $c = 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ in volumskim pretokom, $q_V = 10 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. Med spiranjem katalizatorja s 500 mL razplinjene destilirane vode, reaktor segrejemo na želeno temperaturo ($T = (45, 50, 55, 60, 65 \text{ in } 70) \text{ } ^\circ\text{C}$). Z razplinjenjem destilirane vode in vhodne raztopine saharoze preprečimo tvorbo zračnih mehurčkov v nasutem sloju katalizatorja. Raztopino saharoze črpamo skozi reaktor z volumskim pretokom, $q_V = (6, 8 \text{ in } 10) \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$.

Analiza s statično optično celico

Koncentracijo nastale glukoze določimo s statično optično celico posredno z uporabo glukoznega reagenta in merjenjem absorbance barvila, ki nastane, ko glukozni reagent reagira z glukozo. Absorbanco merimo pri 510 nm. Koncentracijo glukoze določimo na osnovi umeritvene krivulje, ki jo predhodno pripravimo z merjenjem absorbanc glukoznih raztopin znanih koncentracij.

Pripravimo 1 mL plastične kivete. Izmerimo absorbanco praznih kivet in izberemo takšne, ki imajo podobno vrednost absorbance. V vsako epruveto damo 990 μL glukoznega reagenta. Nato s 30 s razmikom dodamo 10 μL vzorca ali standardne raztopine glukoze v posamezno epruveto. Epruvete zamašimo in dobro premešamo. Pred merjenjem prelijemo v kivete in točno čez 10 min po dodatku vzorca oziroma standardne raztopine izmerimo absorbanco pri 510 nm.

Potek dela

Nasuti sloj v kemijskem reaktorju predstavlja kislinsko aktiviran Amberlit IR-120. Med spiranjem katalizatorja s 500 mL razplinjene destilirane vode reaktor segrejemo na želeno temperaturo ($T = (45, 50, 55, 60, 65 \text{ in } 70) ^\circ\text{C}$). Raztopino saharoze črpamo skozi reaktor z volumskim pretokom $q_V = (6, 8 \text{ in } 10) \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$.

S stikalom 1 (slika 4.1) vklopimo reaktorski sistem. Pred začetkom reakcije je potrebno z destilirano vodo umeriti peristaltično črpalko (2), s katero kasneje skozi reaktor črpamo raztopino saharoze. Ko je črpalka umerjena, stikalo nastavimo na želeni pretok in med črpanjem destilirane vode pričnemo s segrevanje oplaščenega reaktorja na želeno temperaturo.

Pripravimo 1 L raztopine saharoze s koncentracijo $\gamma = 7,6 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. Raztopino iz bučke prelijemo v steklenico. V steklenico vstavimo magnetni mešalček in aktiviramo mešanje. Reakcijsko raztopino vzorčimo na iztoku iz reaktorja, ko se pri določenih eksperimentalnih pogojih vzpostavi stacionarno stanje. V eppendorf epruvete zajamemo nekaj kapljic vzorca.

Za določitev koncentracije nastalega produkta si moramo pripraviti po 100 mL vsake standardne raztopine glukoze s koncentracijami, $\gamma = (1, 2, 3, 4) \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$, izmeriti absorbanco in narisati umeritveno krivuljo.

Izračun in rezultati

Kemijski reaktor

- narišite umeritveno krivuljo,
- v tabeli podajte zadrževalni čas ($\text{g}\cdot\text{min}\cdot\text{mL}^{-1}$), koncentracijo glukoze in saharoze v stacionarnem stanju ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) in presnovo pri različnih temperaturah,
- narišite graf $\ln(c_{A0}/c_A)$ v odvisnosti od τ pri vseh temperaturah in iz naklona premic določite konstante proizvodnosti, ki jih v odvisnosti od temperature podajte v tabelarični obliki,
- narišite Arrheniusov graf,
- izračunajte pred-eksponentni faktor, k_0 , in aktivacijsko energijo, E_a .



2.^{VAJA}

Korozijska odpornost gradiv



Namen vaje

Nerjavna jekla so pomembna gradiva v kemični, naftni in procesni industriji. V kemični procesni industriji povzroči 50 % škode korozija nerjavnih jekel in drugo polovico mehanske poškodbe. S pravilno izbiro gradiva lahko zmanjšamo korozijo, vendar moramo poznati njegovo korozijsko odpornost pri danih pogojih. Odgovoriti moramo na vprašanje, kakšna bo hitrost korozije in ali bo gradivo korodiralo v aktivnem ali v pasivnem stanju. V večini primerov nam da odgovor na ta vprašanja klasična metoda, kjer potopimo vzorec v izbrani medij, vendar je ta metoda dolgotrajna. Hitrejša je elektrokemijska (potenciodinamična) metoda. Pri tej metodi dobimo polarizacijske krivulje, ki podajajo korozijske značilnosti kovine ali zlitine v danem mediju ter pogoje za anodno zaščito.

Pri vaji spoznamo tudi kontaktno korozijo z njenimi značilnostmi in primer evtektične zmesi pri sobni temperaturi.

Teoretične osnove

Klasična metoda

Hitrost korozije, r , po klasični metodi izračunamo kot izgubo mase materiala na določeni površini:

$$r = \frac{\Delta m}{A t} \quad (2.1)$$

kjer so: t čas izpostavljenosti, A površina vzorca in Δm izguba mase, ki jo izračunamo kot:

$$\Delta m = m_0 - m \quad (2.2)$$

kjer sta: m_0 začetna masa vzorca in m masa vzorca po izpostavljenosti v korozivnem mediju.

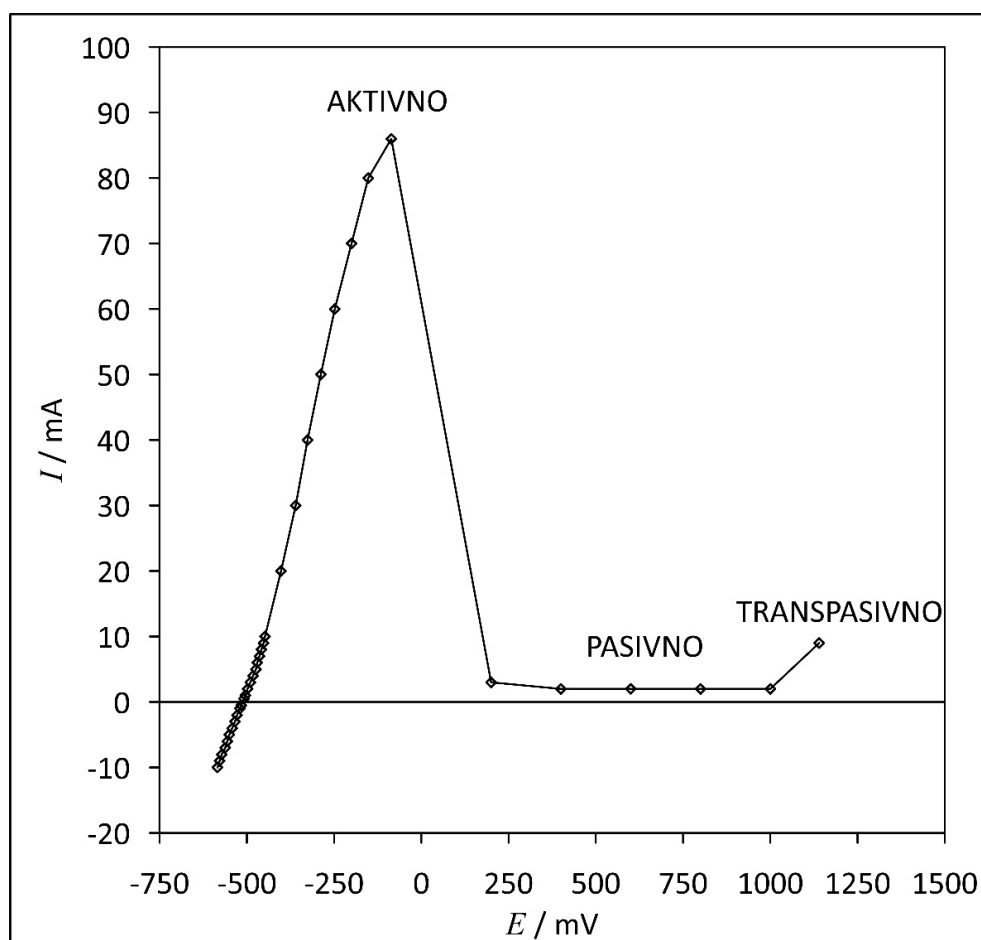
Površino kovinskega vzorca (obroča) izračunamo:

$$A = \frac{\pi}{2} (D^2 - d^2) + b \pi D + b \pi d \quad (2.3)$$

kjer so: D premer vzorca, d premer odprtine za držalo, b debelina vzorca.

Elektrokemijska metoda

Elektrokemijsko metodo uporabljamo za določanje hitrosti in načina korozije (totalna ali lokalna) ter pogojev za anodno zaščito. Osnova tej metodi je teorija mešanih potencialov, ki sta jo v sodobni obliki podala Wagner in Traud. Po tej teoriji je skupna hitrost vseh reakcij oksidacije enaka skupni hitrosti reakcij redukcije na korodirajoči površini. Oksidacija poteka na anodnih mestih kovine in elektroni, ki se pri tem sproščajo, se porabljajo pri redukciji na katodnih delih kovine.

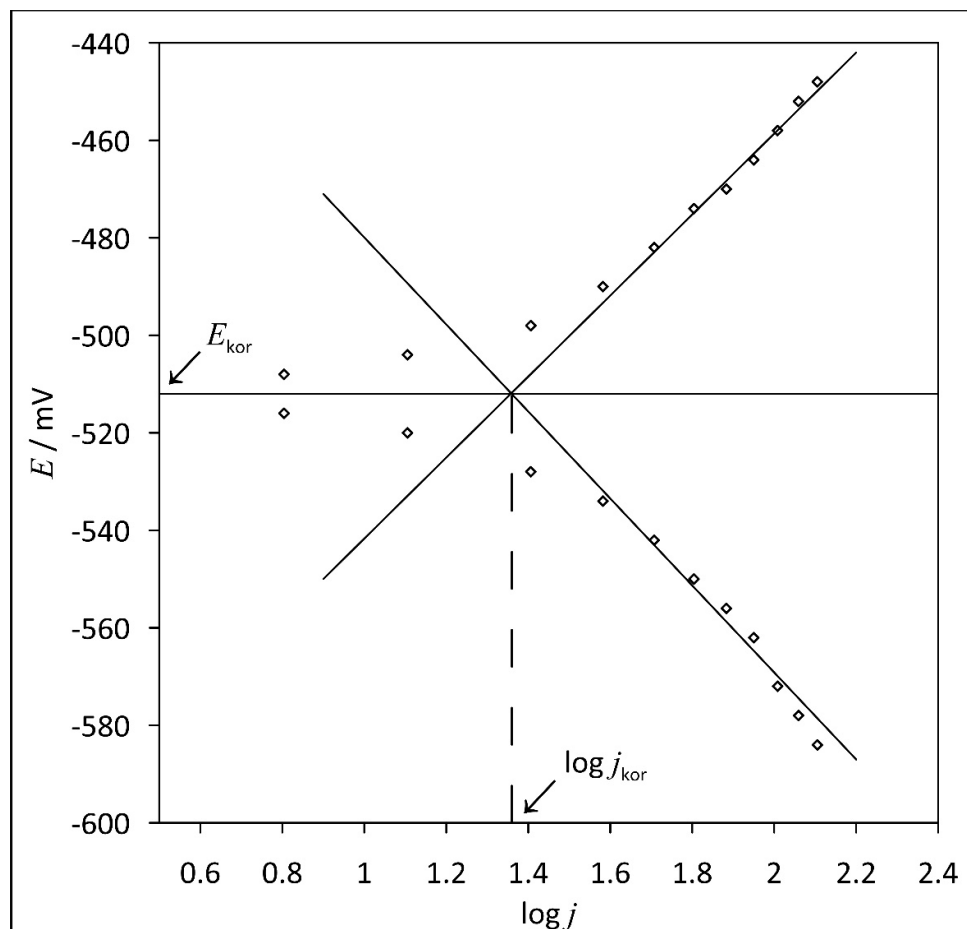


Slika 2.1: Tokovno napetostni graf.

Pri koroziji poteka hkrati več katodnih in anodnih reakcij. Mešani potencial navadno imenujemo korozijski potencial (E_{kor}). To je potencial, pri katerem je celotna hitrost vseh anodnih reakcij enaka skupni hitrosti katodnih reakcij. Gostoto toka pri korozijskem potencialu imenujemo korozijska gostota toka j_{kor} in je merilo za hitrost korozije.

Gostote korozijskega toka ne merimo direktno, ker tok, ki ga merimo, teče med številnimi mikroskopsko majhnimi katodnimi in anodnimi mesti na površini. Za merjenje uporabimo "potenciostat" v povezavi z referenčno nasičeno kalomelovo elektrodo. S potenciostatom

povzročimo, da teče med delovno in protielektrodo tok, s čimer dosežemo spremembo potenciala delovne elektrode proti nasičeni kalomelovi elektrodi. Polarizacijske krivulje prikazujemo s tokovno napetostnim grafom, pri čemer rišemo tok v logaritemskem merilu - slika 2.2.



Slika 2.2: Polarizacijska krivulja.

Pri poskusu je vzorec najprej katoda in sicer do E_{kor} , kjer je gostota toka nič. Nato postopoma spreminjamo potencial na vzorcu še v anodno območje. Po teoriji bi dobili linearno odvisnost v katodnem in anodnem območju. Testne krivulje nekoliko odstopajo od linearnosti, vendar imajo linearna območja, imenovana Tafel-ova območja. Z ekstrapolacijo teh območij na E_{kor} dobimo j_{kor} in to vrednost pretvorimo v korozijsko hitrost po Faraday-evem zakonu:

$$r = \frac{M}{z} \frac{j_{kor}}{F} \quad (2.4)$$

kjer so: M molska masa, z število elektronov, j gostota toka in F Faradayev naboj ($\frac{M}{z} = 31,2 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$).

Gostoto toka izračunamo kot:

$$j = \frac{I}{A} \quad (2.5)$$

kjer sta: I tok in A površina vzorca, ki je izpostavljena korodirajočemu mediju.

a) Klasična metoda

Pribor in kemikalije

- 1 L erlenmajerica,
- povratni hladilnik,
- 1 mol·L⁻¹ H₂SO₄,
- razredčena HNO₃ (1:10),
- aceton,
- stekleno držalo za vzorce.

Izvedba vaje

Erlenmajerico v kateri imamo 900 mL 1 mol·L⁻¹ H₂SO₄ potopimo v termostat. Kovinski vzorec premerimo, da določimo njegovo površino. Očiščen vzorec stehtamo obesimo na stekleno držalo, ki je pritrjeno na povratni hladilnik in potopimo za 40 minut v H₂SO₄. Po 40 minutah vzorec kemijsko očistimo tako, da ga za par sekund potopimo v razredčeno HNO₃, in nato za par sekund v aceton. Vzorec posušimo in stehtamo. Postopek ponovimo trikrat.

Izračun in rezultati

- v tabeli podajte čas, maso vzorca pred in po eksperimentu ter izgubo mase,
- narišite diagram odvisnost izgube mase od časa,
- izračunajte hitrost korozije v g·m⁻²·d⁻¹.

b) Elektrokemijska metoda

Pribor in kemikalije

- vodobrusni papir,
- $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$,
- polarizacijska celica,
- referenčna kalomelova elektroda,
- nasičena raztopina KCl,
- potenciometer,
- ampermeter,
- pinceta,
- aceton.

Izvedba vaje

Polarizacijska celica je standardne oblike. Celica ima prostornino 1 L in je opremljena s petimi koničnimi obrusi in enim krogelnim brusom za namestitev elektrolitskega ključa. Dva obrusa sta namenjena za protielektrodi. En brus omogoča prepihanje s plini, srednji, večji brus je namenjen za držalo vzorca (delovna elektroda). En nastavek je namenjen za termometer. Držalo za delovno elektrodo je iz PTFE (teflona). Referenčna elektroda je nasičena kalomelova elektroda. Nameščena je zunaj polarizacijske celice v čaši z nasičeno raztopino KCl. V isto čašo sega stekleni elektrolitski ključ napolnjen z $1 \text{ mol L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$.

S potenciostatom spreminjamo potencial delovne elektrode proti nasičeni kalomelovi elektrodi. Pri vsaki spremembi odčitamo ustrezn tok.

Izračun in rezultati

- v tabeli podajte tok, potencial in gostoto toka,
- narišite graf tok v odvisnosti od potenciala,
- narišite polarizacijski diagram, ki prikazuje odvisnost gostote toka od potenciala,
- iz polarizacijskega diagrama odčitajte korozijsko gostoto toka, j_{kor}
- izračunajte hitrost korozije v $\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{d}^{-1}$.

c) Kontaktna korozija

Pribor in kemikalije

- žičke iz Zn, Al, Fe, Cu in Pt,
- petrijevka,
- $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$,
- mikroskop.

Izvedba vaje

Stik dveh različnih kovin - žlahtne in nežlahtne - v $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$ povzroča kontaktno korozijo in s tem katodno razvijanje plinskih mehurčkov.

Izbrane pare kovin najprej potopimo v raztopino in opazujemo cca. 1 minuto. Nato žičke staknemo in ponovno opazujemo. Uporabimo naslednje kombinacije kovin:

Zn - Pt

Al - Pt

Zn - Cu

Al - Cu

Zn - Fe

Al - Fe

Izračun in rezultati

- v tabeli opišite spremembe na kovinah in naravo reakcije (kvalitativno),
- zapišite reakcije, ki potekajo na katodi in anodi za vsak par kovin,
- izračunajte standardni potencial člena, E^0 :

$$E^0 = E_K^0 - E_A^0 \quad (2.6)$$

kjer sta: E_K^0 standardni potencial katode in E_A^0 standardni potencial anode,

- izračunajte spremembo standardne Gibbsove energije, ΔG^0 , za vsak člen,

$$\Delta G^0 = -z F E^0 \quad (2.7)$$

kjer sta: z število elektronov, ki se med reakcijo izmenja in F Faradejev naboj.

d) Evtektična zmes

Pribor in kemikalije

- kristali mentola (tališče pri 44 °C),
- kristali fenola (tališče pri 41 °C),
- urno steklo,
- mikroskop.

Izvedba vaje

Dvokomponentni sistemi zlitin so lahko enofazni (trdne raztopine) ali dvofazni (če presežemo mejo topnosti). Za študij dvokomponentnih sistemov so najprimernejši fazni diagrami, ki prikazujejo razmerje med sestavo gradiva, sestavo faze in temperaturo pri ravnotežnih pogojih in konstantnem tlaku.

S pojmom evtektika se srečamo pri diagramu dveh kovin, ki sta med seboj popolnoma netopni. Primeri evtektika so večinoma izvedeni pri visokih temperaturah. Uporaba sistema NaCl - led je primerna za preizkus pri sobni temperaturi. Zaradi preprostega prikaza bomo za naš namen uporabili sistem mentol-fenol.

Kristale fenola in mentola združimo na urnem steklu. Postopek opazujemo pod mikroskopom. V trenutku kontakta se kristali utekočinijo. Opazujemo prehod iz trdnega v tekoče stanje. Z eksperimentalno določenimi ohlajevalnimi krivuljami različnih zmesi obravnavanega sistema so določili evtektično sestavo pri 50 mol % mentola in evtektično temperaturo pri 30 °C.

Izračun in rezultati

- na osnovi podanih podatkov skiciramo približni fazni diagram in razložimo pojav.



3. VAJA

Inhibicijski učinek na korozijsko odpornost gradiv



Namen vaje

Nerjavna jekla se uporabljajo na različnih področjih tako pri eksperimentalnem delu, kot v industriji, pri čemer so izpostavljena korozivnim medijem. Do korozije ne prihaja samo v proizvodnem procesu temveč tudi med čiščenjem, odstranjevanjem vodnega kamna ter jedkanjem procesne opreme. Najbolj primerna, učinkovita in ekonomsko sprejemljiva metoda zaviranja oziroma preprečevanja korozijskih procesov je dodajanje inhibitorjev h korozijskim medijem. Inhibitorji so kemijske substance, ki se s fizično ali kemijsko adsorbirajo na površino kovinskega vzorca in preprečujejo reakcije pri korozijskem procesu (anodne, katodne ali oboje hkrati). Poznamo anorganske in organske inhibitorje. Izbira inhibitorja je povezana z namenom uporabe. Nekateri inhibitorji so namreč toksični (kromati in dikromati) zato se vse več uporabljajo alternativni inhibitorji (nitriti, nitrati, fosfati, silikati ali molibdati).

Teoretične osnove

Hitrost korozije, r , po klasični metodi izračunamo kot izgubo mase materiala na določeni površini:

$$r = \frac{\Delta m}{A t} \quad (3.1)$$

kjer so: t čas izpostavljenosti, A površina vzorca in Δm izguba mase, ki jo izračunamo kot:

$$\Delta m = m_0 - m \quad (3.2)$$

kjer sta: m_0 začetna masa vzorca in m masa vzorca po izpostavljenosti v korozivnem mediju.

Učinkovitost izbranega inhibitorja, IE , izračunamo:

$$IE = \frac{r - r_{\text{inh}}}{r} 100 \quad (3.3)$$

kjer sta: r hitrost korozije brez dodanega inhibitorja in r_{inh} hitrost korozije z dodanim inhibitorjem.

Pribor in kemikalije

- koviski vzorci,
- brusni papir (220, 400, 600, 1000 in 2000),
- čaše,
- eksikator,
- $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$,
- aceton,
- NaNO_2 ,
- Na_3PO_4 ,
- boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$),
- Triton X-100.

Izvedba vaje

Kovinske vzorce zbrusimo pod tekočo vodo tako, da začnemo z najbolj grobim vodobrusnim papirjem, končamo pa s finim brušenjem (220, 400, 600, 1000 in 2000). Po brušenju vzorce premerimo, da lahko izračunamo njihovo površino. Nato jih speremo z destilirano vodo, za par sekund potopimo v aceton, posušimo in damo za 5 minut v eksikator. Vzorce stehtamo. Pripravimo $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$. Čaše napolnimo s 500 mL pripravljene kisline. V eno izmed čaš ne dodamo inhibitorja, v ostale dodamo različne količine določenega inhibitorja. Inhibicijski učinek bomo preizkušali s štirimi različnimi inhibitorji: boraks - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ((1, 2,5, 5, 8) g), Na_3PO_4 ((0,25, 1, 2,5, 5) g), NaNO_2 ((0,25, 0,5, 1, 2) g) in Triton X-100 ((0,5, 1, 1,5 in 2) mL 1000 x razredčene raztopine Tritona X-100)). V vsako čašo potopimo en pripravljen vzorec. Vključimo prepihovanje z zrakom. Po 2 urah vzorce pod tekočo vodo skrtamo, speremo z destilirano vodo, za par sekund potopimo v aceton, posušimo in damo za 5 minut v eksikator. Vzorce stehtamo.

Izračun in rezultati

- v tabeli podajte maso vzorca pred in po eksperimentu, izgubo mase, hitrost korozije brez in z dodanim inhibitorjem ter učinkovitost inhibitorjev,
- narišite graf hitrosti korozije v odvisnosti od mase/volumna inhibitorja,
- narišite graf učinkovitost inhibitorja v odvisnosti od mase/volumna inhibitorja.



4. VAJA

Fluidizacija



Namen vaje

Fluidizacija je proces pri katerem se trdne snovi obnašajo kot fluidi. Kadar tekočina ali plin potuje skozi sloj trdih delcev:

- pri zelo majhnem pretoku fluida se trdi delci ne premikajo,
- ko se pretok povečuje, se povečuje tudi vlečna sila navzgor na posamezen delec,
- če se pretok še povečuje, se pri določenem pretoku delci pričnejo premikati in postanejo suspendirani v fluidu.

Suspenzija trdih delcev v fluidu se imenuje fluidizirana plast in proces se imenuje fluidizacija. Fluidizacija se aplicira pri kataliziranih in nekataliziranih reakcijah, v procesu sušenja trdih delcev, separaciji delcev različnih velikosti, toplotni obdelavi in transportu trdnih delcev.

Teoretične osnove

Na delce v nasutem sloju delujeta dve sili. Silo, ki deluje navzgor izrazimo kot:

$$F_{\uparrow} = \Delta p A \quad (4.1)$$

kjer sta: Δp sprememba tlaka in A površina – presek nasutega sloja. Silo, ki deluje navzdol izrazimo kot:

$$F_{\downarrow} = l A (1 - \varepsilon) (\rho_s - \rho_f) g \quad (4.2)$$

kjer so: l višina nasutega sloja, ε koeficient praznin (običajno 0,4), ρ_s gostota delcev v nasutem sloju ($2500 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$), ρ_f gostota fluida in g gravitacijski pospešek. Znižanje tlaka oziroma sprememba tlaka, ki je potrebna za fluidizacijo nastopi takrat, ko je sila navzgor enaka sili navzdol. Če združimo enačbi 4.1 in 4.2 lahko izračunamo spremembo tlaka, ki je potrebna, da nastopi fluidizacija:

$$\Delta p_f = l (1 - \varepsilon) (\rho_s - \rho_f) g \quad (4.3)$$

Povprečna površinska hitrost skozi nasuti sloj v reaktorju se izračuna:

$$v = \frac{q_f}{A} \quad (4.4)$$

kjer je: q_f pretok fluida.

Carman-Kozeny enačba za izračun spremembe tlaka se izrazi kot:

$$\Delta p = \frac{180 l \mu (1 - \epsilon)^2 v}{\phi^2 d_s^2 \epsilon^3} \quad (4.5)$$

kjer so: μ dinamična viskoznost fluida, ϕ sferičnost (za okrogle delce 1) in d_s premer delcev v nasutem sloju.

Pribor in kemikalije

- stekleni granulat s premerom (0,625 in 0,25) mm,
- deionizirana voda,
- komprimiran zrak.

Izvedba vaje

Pred eksperimentom preverite ali je aparatura povezana z dovodom komprimiranega zraka (tlak naj bo nastavljen med 2 – 8 bar) in ali je podstavek aparature napolnjen z deionizirano vodo (gladina vode naj bo približno 5 cm pod ploščo na kateri so reaktorji). Če vrednosti za pretok vode in zraka ter sprememba tlaka na zaslonu niso 0, potem pritisnite gumb Tare. Pred posameznim reaktorjem se nahaja regulator – ventil za uravnavanje pretoka fluida skozi reaktor. Regulator – ventil odpiramo v smeri urinega kazalca in zapiramo v obratni smeri urinega kazalca. Vgrajeno ima zaporo tako, da ga je potrebno privzdignit, da ga lahko obračamo.

Aparatura je sestavljena iz treh reaktorjev - stolpičev. Eden je namenjen obratovanju z vodo in je napolnjen s steklenim granulatom Ballotini z velikostjo delcev 0,625 mm. Dva sta namenjena obratovanju z zrakom in sta napolnjena s steklenim granulatom Ballotini z velikostjo delcev 0,625 mm (Air 1) in 0,25 mm (Air 2). Eksperimente bomo izvedli v vseh treh reaktorjih.

Vklopimo črpalčko za črpanje deionizirane vode. Pretok vode povečujemo po $0,05 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ tako, da počasi vrtimo regulator (H_2O) v smeri urinega kazalca. Ko se pri posameznem pretoku vzpostavi ravnotežno stanje, si zapišemo vrednost pretoka, spremembo tlaka in višino nasutega sloja. Opazujemo kako se obnaša stekleni granulat v reaktorju.

Odpremo ventil za dovod komprimiranega zraka. Pretok zraka povečujemo po $0,5 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ tako, da počasi vrtimo regulator (Air 1) v smeri urinega kazalca. Ko se pri posameznem pretoku vzpostavi ravnotežno stanje, zapišemo vrednost pretoka, spremembo tlaka in višino nasutega sloja. Opazujemo kako se obnaša stekleni granulat v reaktorju. Postopek ponovimo še za drugi reaktor v katerem imamo drugačno velikost steklenega granulata (Air 2).

Izračun in rezultati

- v tabeli podajte temperaturo pri kateri ste izvajali eksperiment, gostoto vode, gostoto zraka, dinamično viskoznost vode in dinamično viskoznost zraka,
- za vsak posamezen reaktor izračunajte spremembo tlaka, ko nastopi fluidizacija,
- v tabelah podajte pretok vode ali zraka, spremembo tlaka, višino nasutega sloja, izračunane vrednosti povprečne površinske hitrosti in izračunane vrednosti spremembe tlaka,
- narišite graf sprememba tlaka v odvisnosti od pretoka fluida (voda/zrak),
- narišite graf višina nasutega sloja v odvisnosti od pretoka fluida (voda/zrak).

Predlagana dodatna študijska literatura

1. Levenspiel Octave, Chemical Reaction Engineering, Third Edition, Wiley, 1998.
2. Navodila za uporabo laboratorijskega katalitskega reaktorskega sistema (CEU Catalytic Reactors), Armfield.
3. Navodila za uporabo aparature za fluidizacijo (CEL-MKII Fixed and Fluidised Bed Apparatus), Armfield.

KEMIJSKA REAKCIJSKA TEHNIKA II: NAVODILA ZA OPRAVLJANJE LABORATORIJSKIH VAJ

DARJA PEČAR

Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, Maribor, Slovenija
darja.pecar@um.si

Navodila za opravljanje laboratorijskih vaj pri predmetu Kemijska reakcijska tehnika II so učni pripomoček za študente, da lahko pristopijo k opravljanju eksperimentalnega dela v laboratoriju.

CHEMICAL REACTION ENGINEERING II: MANUAL FOR PERFORMING LABORATORY EXERCISES

DARJA PEČAR

University of Maribor, Faculty of Chemistry and Chemical Engineering, Maribor, Slovenia
darja.pecar@um.si

Manual for performing laboratory exercises in the course Chemical Reaction Engineering II represents a teaching aid for students to be able to approach experimental work in the laboratory.

DOI

[https://doi.org/
10.18690/um.fkkt.3.2025](https://doi.org/10.18690/um.fkkt.3.2025)

ISBN

978-961-299-020-6

Ključne besede:

kemijska reakcijska tehnika,
korozija,
inhibitor,
kontinuirni reaktor,
kinetični parametri



Keywords:

chemical reaction
engineering,
corrosion,
inhibitor,
continuous reactor,
kinetic parameters





Univerza v Mariboru

Fakulteta za kemijo
in kemijsko tehnologijo