

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Кузбасский государственный технический университет имени Т. Ф. Горбачева»

Кафедра химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов

Составитель
А. В. Тихомирова

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

**Методические указания к лабораторным работам
для студентов всех форм обучения**

Рекомендованы учебно-методической комиссией направления
18.03.01 Химическая технология в качестве
электронного издания для использования в учебном процессе

Кемерово 2025

Рецензенты

Ченская Валентина Васильевна – кандидат химических наук, доцент кафедры химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов

Пучков Сергей Вениаминович – кандидат химических наук, доцент, заведующий кафедрой технологии органических веществ и нефтехимии, председатель методической комиссии подготовки бакалавров 18.03.01 «Химическая технология»

Тихомирова Анастасия Владимировна

Химическая технология неорганических веществ : методические указания к лабораторным работам для студентов направления подготовки 18.03.01 Химическая технология, образовательная программа Химическая технология неорганических веществ, всех форм обучения / Кузбасский государственный технический университет им. Т. Ф. Горбачева ; кафедра кафедры химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов ; составитель А. В. Тихомирова. – Кемерово : КузГТУ, 2025. – 1 файл (1153 КБ). – Текст : электронный.

Материал, содержащийся в электронном издании, представляет методические указания к выполнению лабораторных работ.

© Кузбасский государственный
технический университет
им. Т. Ф. Горбачева, 2025
© Тихомирова А. В., составление,
2025

Содержание

<u>Лабораторная работа №1</u> Техника безопасности. Техника выполнения лабораторных работ.....	3
<u>Лабораторная работа №2</u> Расчёт состава газовых смесей.....	15
<u>Лабораторная работа №3</u> Воздух в химических производствах.....	26
<u>Лабораторная работа №4</u> Определение массовой доли моногидрата в технической серной кислоте.....	28
<u>Лабораторная работа №5</u> Определение содержания диоксида серы в газовой смеси.....	31
<u>Лабораторная работа №6</u> Раздельное определение содержания оксида и диоксида азота в газовой смеси.....	37
<u>Лабораторная работа №7</u> Определение концентрации аммиака в аммиачно-воздушной смеси.....	42
<u>Лабораторная работа №8</u> Химия и технология хлорида цинка.....	47
<u>Лабораторная работа №9</u> Нитрат аммония: получение и анализ готового продукта.....	50
<u>Лабораторная работа №10</u> Получение гидроксида натрия известковым способом. Анализ щелоков.....	54
<u>Лабораторная работа №11</u> Производство кальцинированной соды. Приготовление и очистка рассола.....	60
<u>Лабораторная работа №12</u> Подготовка и анализ воздушной извести.....	67
<u>Лабораторная работа №13</u> Производство кальцинированной соды. Карбонизация солевого рассола. Аналитический контроль.....	71
Список рекомендуемой литературы.....	76

Лабораторная работа №1

Техника безопасности. Техника выполнения лабораторных работ

Цель работы: Изучить технику безопасности и правила работы в химической лаборатории. Научиться пользоваться химической посудой и оборудованием.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

1. Изучите правила поведения в химической лаборатории:

- Нельзя работать в лаборатории без халата. Он должен быть сшит только из хлопчатобумажной ткани.
- На лабораторном столе нельзя держать посторонние вещи (портфель, сумку, головной убор, одежду и т. д.).
- В лаборатории категорически запрещается пить воду, принимать пищу.
- Работая в лаборатории, следует соблюдать тишину, чистоту и порядок на рабочем месте.
- Выполняйте лишь те опыты, которые описаны в методических указаниях. Запрещается проводить посторонние опыты.
- Все опыты с ядовитыми и неприятно пахнущими веществами, а также с концентрированными кислотами и щелочами проводите в вытяжном шкафу (под тягой).
- Химические вещества для опытов берите в количествах, указанных в инструкции. Твердые вещества отбирайте с помощью ложечки или стеклянной лопатки, а жидкость – пипетками.
- Не берите вещества руками.
- Не меняйте пипетки с пробками от различных склянок. Не набирайте одной пипеткой растворы различных веществ.
- Не выливайте излишек реактива из пробирки в склянку, из которой он взят.
- Не пробуйте химические вещества на вкус. Помните: многие вещества ядовиты. При исследовании запаха жидкости нужно осторожно направлять к себе ее пары легким движением ладони.
- При разбавлении кислоты (особенно серной) необходимо осторожно, небольшими порциями, при постоянном перемешивании прибавлять ее к воде (а не наоборот). При этом глаза должны быть защищены очками.

- Осторожно обращайтесь с растворами кислот и щелочей: они могут вызвать ожоги, порчу одежды. В случае попадания капель этих растворов на стол, одежду или руки немедленно смойте их водой и сообщите преподавателю.
- Работу с органическими растворителями (эфир, спирт, ацетон и др.) следует проводить вдали от источника открытого огня (горелки, электрические плитки, муфельные печи).
- Нельзя держать при нагревании пробирку или колбу отверстием к себе или в сторону стоящего рядом человека.
- Нагревание пробирки, в которой содержится жидкость, или твердое вещество, или то и другое вместе, начинайте со слабого прогревания всей пробирки, а затем пламя переместите в то место, где находится вещество. Такой прием уменьшает возможность растрескивания пробирки или выброса жидкости.
- Не заглядывайте в нагреваемый сосуд, пробирку, так как возможен выброс горячей массы.
- При возникновении очага возгорания необходимо обесточить рабочее место и гасить огонь средствами пожаротушения в зависимости от природы очага:
 - воспламеняющиеся горючие жидкости **нельзя** гасить водой, для тушения применяйте песок или лист асбеста;
 - горящие щелочные металлы **нельзя** гасить углекислотой или водой, для ликвидации возгорания применяйте сухой песок.
- При невозможности ликвидации очага возгорания собственными силами следует без промедления вызвать пожарную команду.
- Бережно и аккуратно обращайтесь с лабораторной посудой, приборами и предметами оборудования. Старайтесь разумно экономить реактивы, воду и электроэнергию.

2. Изучите меры оказания первой помощи при несчастных случаях:

В любой химической лаборатории по правилам техники безопасности должна находиться медицинская аптечка с набором лекарств, необходимых для оказания первой медицинской помощи.

Если повреждение легкое (порезы стеклом, химические или термические ожоги), пострадавшему оказывается помощь сотрудниками лаборатории. В серьезных случаях травмирования необходимо после оказания первой помощи срочно вызвать врача.

При порезах стеклом из раны удаляют осколки, промывают ее растворами перманганата калия, пероксида водорода или спиртом, края обрабатывают спиртовым раствором йода. Затем накладывают повязку из бинта.

При ожогах кожи концентрированными растворами кислот место ожога промывают большим количеством **холодной** воды или 2 %-м раствором гидрокарбоната натрия (сода). Затем накладывают повязку из ваты, смоченной 3 %-м раствором перманганата калия.

Если на кожу попала концентрированная щелочь, место ожога промывают большим количеством холодной воды или 2 %-м раствором уксусной кислоты, после чего накладывают такую же повязку как при ожоге концентрированными растворами кислот.

При попадании каплей кислоты или щелочи на слизистую оболочку глаза необходимо сразу же промыть поврежденный глаз большим количеством воды комнатной температуры, после чего закапать 1–2 капли касторового масла и обратиться к окулисту.

При термическом ожоге пострадавший участок кожи смачивают 3 %-м раствором перманганата калия, а затем накладывают повязку с мазью от ожогов.

3. Изучите оборудование и химическую посуду, представленную в лаборатории, а также научитесь ими пользоваться:

Химическая посуда и лабораторные приборы делятся на предметы общего и специального назначения.

К группе общего назначения относятся те предметы, без которых нельзя провести большинство работ. Такими являются: спиртовки, штативы, пробирки и др.

К группе специального назначения относятся те предметы, которые употребляются для одной какой-либо цели, например:

аппарат Киппа (прибор для получения газа), приборы для определения температуры кипения и плавления и др.

Аппарат Киппа – прибор для получения газов (HCl , CO_2 , H_2 и др.). Разборку, промывку и зарядку аппарата Киппа производят под тягой.

Ареометры – приборы для определения плотности жидкости. Различают ареометры для жидкостей легче и тяжелее воды. У ареометров первого типа отсчет шкалы производится от 0,700 до 1,000, у ареометров второго типа – от 1,000 до 1,840 г/см³. Измерения плотности ареометрами проводят при 20 °С.

Баня водяная применяется для нагревания растворов до 100 °С. Бани бывают различных конструкций (круглая или четырехугольная) со съемными кольцами для размещения колб, фарфоровых чашек, стаканов, пробирок.

Бюретки служат для измерения объема выливаемой жидкости. Бюретки могут быть со стеклянным краном и без крана (с зажимом или специальным шариковым запором). Наиболее часто применяются бюретки на 25 и 50 см³. Деления бюретки соответствуют миллилитрам и их десятым долям. В лабораторной практике бюретки в основном используются для титрования.

Бюксы стеклянные с притертыми крышками служат для взвешивания твердых и жидких веществ, а также для их хранения.

Воронки делительные – это удлиненный цилиндрический или грушевидный сосуд, применяемый чаще всего для разделения несмешивающихся жидкостей. Трубка у делительных воронок может быть короткой и несколько удлиненной в зависимости от условий использования, но диаметр трубки должен быть таким, чтобы жидкость в ней не задерживалась. Кран, как правило, не смазывают из-за опасений попадания смазки в жидкость. Поэтому предпочитают использовать делительные воронки с фторопластовыми кранами или кранами типа КРУ, ГТС или КН с прозрачными оплавленными шлифами.

Воронки стеклянные простые с длинной ножкой служат для переливания жидкостей и фильтрования, а воронки с корот-

кой широкой ножкой – для пересыпания порошкообразных веществ.

Колбы конические Эрленмейера часто применяют при титровании. Конические колбы бывают различной вместимости. Нагревают содержимое в них только через асбестированную сетку или на водяной бане.

Колбы мерные используют для приготовления растворов точной концентрации. Они имеют удлиненную узкую шейку, на которой нанесена кольцевая черта, показывающая уровень наполнения. В отличие от бюреток и пипеток мерные колбы рассчитаны обычно не на выливание, а на вливание определенного объема жидкости. Для количественного анализа наиболее часто используют мерные колбы вместимостью 50; 100; 200; 250; 500 и 1000 см³.

Колбы Бунзена и воронки Бюхнера для фильтрации
Колба Бунзена – толстостенная колба конической формы с отростком в верхней части (для соединения с вакуумным насосом), служит для фильтрации при пониженном давлении. Фарфоровые воронки Бюхнера имеют дырчатое дно, на которое укладывают влажный фильтр, закрывающий все отверстия на дне воронки.

Колбы химические бывают круглодонные и плоскодонные. Последние служат для хранения жидких реактивов и растворов. Круглодонные колбы применяют для нагревания жидкостей.

Мешалки магнитные служат для перемешивания небольших объемов подвижных жидкостей, помещенных в плоскодонные сосуды (колбы, стаканы). На дно сосуда опускается «мешальник» – небольшой стальной стержень в стеклянной или полиэтиленовой «рубашке», который приводится в движение при помощи вращающегося магнита. Этот магнит размещен в корпусе, выполненном в виде столика для установки сосуда с жидкостью. Некоторые магнитные мешалки оборудованы электрообогревом для перемешиваемой жидкости.

Муфельная (или тигельная) электрическая печь используется для прокаливания осадков. Обычно применяют печь, которой можно прокалывать одновременно от 12 до 25 тиглей с осадками. Температура печи может достигать 800–1200 °С (и выше).

Муфельные печи включают в электрическую сеть напряжением 220 или 380 В.

Пипетки простые представляют собой стеклянные трубки диаметром 4–5 мм и длиной 25–40 мм. На один конец трубки надевают резиновый баллончик, а другой конец оттягивают до образования капилляра и слегка оплавливают его. Такие капиллярные пипетки применяют для отбора проб анализируемых растворов, внесения реактивов и т. д.

Посуда фарфоровая используется для выпаривания жидкостей (стаканы, чашки), для фильтрования растворов (воронки), для измельчения образцов (ступка с пестиком), для прокаливания веществ (тигли).

Пипетки мерные (градуированные и пипетки Мора) – длинные узкие трубки с расширением в середине. На узкой верхней части имеется специальная метка. Мерные пипетки служат для отбора точно отмеренного объема раствора. Для этого оттянутый (нижний) конец пипетки погружают в жидкость, а через верхний конец с помощью груши осторожно засасывают раствор. При этом нужно добиться, чтобы раствор заполнил пипетку выше метки приблизительно на 3–5 мм. Затем быстро закрывают верхнее отверстие пипетки указательным пальцем и вынимают ее из жидкости. Осторожно манипулируя пальцем, выпускают лишнюю жидкость до тех пор, пока нижний край мениска не достигнет метки. Потом палец снова прижимают к отверстию. Наполненную таким образом пипетку переносят в другой сосуд, открывают верхнее отверстие и дают жидкости стечь. В лабораторной практике чаще всего используют пипетки Мора вместимостью 10, 20, 25 и 50 см³. Особая точность достигается с помощью микропипеток.

Плитки электрические с закрытой спиралью используют для нагревания сосудов с жидкостью, размещения водяных бань. Иногда их используют в качестве песочных бань.

Склянки промывные (поглотительные) применяют для осушки, очистки или улавливания некоторых газов. Наиболее часто используют склянки Тищенко и Дрекслея. Заполняют их серной кислотой или концентрированным раствором щелочи.

Стаканы химические изготавливаются из термостойкого стекла. Они отличаются различной вместимостью (от 50 до 1000 см³).

Термометры. Без них не обходится ни одна химическая лаборатория. Чаще всего используют ртутные термометры, представляющие собой стеклянные капилляры, имеющие на конце резервуар для ртути. Капилляр находится в центре полый стеклянной трубки и лежит на фарфоровой или фторопластовой пластинке, на которую нанесена шкала в градусах Цельсия. Обычные химические термометры позволяют измерять температуру от –30 до 360 °С. Наиболее распространены термометры со шкалой в 100, 150, 200, 250, 300 и 360 °С. Для очень точных измерений (определение температуры плавления и кипения). Применяют специальные термометры («нормальные»), имеющие цену деления 0,1 °С. Термометры – очень хрупкие приборы, поэтому с ними нужно обращаться очень осторожно и бережно.

Холодильник – это прибор для конденсации пара при помощи охлаждающей среды, чаще всего воды. Холодильники устанавливают либо наклонно, когда нужно собрать конденсат в приемнике, либо вертикально для возврата конденсата в колбу с кипящей жидкостью. В этом случае холодильник называют обратным. Если температура затвердевания конденсата выше температуры охлаждающей воды, то в холодильник подают нагретую в термостате воду, предотвращающую замерзание конденсата во внутренней трубке холодильника.

Цилиндры мерные используют для измерения объема жидких реактивов, для приготовления растворов приблизительной концентрации (но не для точного измерения объемов).

Шкафы сушильные электрические незаменимы для высушивания осадков. Шкафы снабжены терморегулятором, который автоматически поддерживает необходимую температуру внутри шкафа. Температура контролируется термометром и регулируется переключателем. Внутри шкафа имеются полки с отверстиями, в которые помещают воронки с осадками.

Штатив металлический с набором муфт, лапок, колец. При помощи муфт, лапок и колец закрепляют различные приборы, холодильники, колбы, делительные воронки и др.

Щипцы тигельные применяют для вынимания горячих тиглей из муфельной печи, при снятии раскаленных тиглей с фарфоровых треугольников.

Эксикаторы – ёмкости из толстостенного стекла, предназначенные для высушивания твердых веществ. Различают обычные и вакуум-эксикаторы. В последних на крышке имеется тубус, в который вставляют трубку с краном. Эту трубку через манометр и предохранительную склянку соединяют с водоструйным насосом и создают в эксикаторе вакуум. Вещество, которое подвергают сушке, на часовом стекле или чашке Петри ставят на фарфоровую подставку, лежащую на выступающих бортах средней части эксикатора. В качестве осушителей применяют безводные хлорид кальция, сульфат магния, оксид фосфора(V) и др.

4. Рассмотрите весы, представленные в лаборатории, и научитесь взвешивать.

В лабораторной практике используют **технохимические весы**, которые позволяют взвешивать с точностью до 0,010 г. Для аналитических целей используют специальные более точные **аналитические весы** (точность взвешивания $2 \cdot 10^{-4}$ – $2 \cdot 10^{-6}$ г).

Технохимические весы обычно помещают непосредственно в лаборатории, аналитические – в специальной весовой комнате. Весы смонтированы на подставке, имеющей установочные винты, с помощью которых весы устанавливают горизонтально, по отвесу. Главной частью весов является колонка с коромыслом и чашками для взвешивания. На коромысле имеются три трехгранные призмы и два регулировочных винта. Одна из призм находится посередине коромысла, ребро ее опирается на колонку.

Две другие призмы находятся на концах коромысла, на них подвешиваются чашки весов. Чтобы центральная призма не скашивалась, в нерабочем состоянии коромысло с чашками поднимают с нее специальным приспособлением – арретиром. Устанавливают и уравнивают весы лаборанты. Около весов находится коробочка с разновесом и пинцетом.

Правила взвешивания на технохимических весах

1. Весы нельзя переносить с места на место.

2. Обращаться с весами следует очень аккуратно.
3. В начале работы следует проверить:
 - а) по отвесу – горизонтально ли стоят весы; неправильность положения устраняется с помощью установочных винтов;
 - б) по отклонению стрелки от середины шкалы;
 - в) в обе стороны во время качания при открытом арретире – находятся ли весы в равновесии.

Поворачивать арретир следует медленными плавными движениями без рывков. При открытом арретире стрелка исправных весов будет все время колебаться. Недопустимо успокаивать ее рукой и подводить к нулевому делению. Для нахождения нулевой точки весов разность отклонений стрелки в ту и другую сторону от середины шкалы делят пополам. Если нулевая точка отстоит более чем на 1,5 деления от середины шкалы, весы следует отрегулировать осторожным вращением регулировочных винтов.

4. На чашки весов нельзя ставить горячие или грязные предметы. Никакие вещества нельзя взвешивать непосредственно на чашке весов. Сначала взвешивают пустой сосуд, потом взвешивают его с веществом и по разности находят массу вещества. Небольшие количества негигроскопичных веществ можно взвешивать на часовом стекле или листе гладкой бумаги.

5. Класть разновесы и взвешиваемые предметы, а также снимать их с чашек можно только при арретированных весах.

6. Взвешиваемый предмет кладут на левую чашку весов, а разновесы – на правую. Нельзя класть разновесы на чашку весов рядом со взвешиваемым предметом.

7. Разновесы следует брать только пинцетом; они должны находиться или на чашке весов, или на своих местах в коробке.

8. Для одной работы все взвешивания должны производиться на одних и тех же весах и одними и теми же разновесами. Пользуясь набором разновесов (гирьками от 100 до 1 г и разновесами – пластинками от 500 до 10 мг), можно составить любую массу от 0,010 до 211,010 г.

9. При взвешивании следует брать разновесы, начиная с большего и постепенно переходя к меньшему. На правую чашку весов ставят гирьку большей массы, чем предполагаемая масса предмета. Слегка приоткрывая арретир, смотрят, действительно

ли масса гири превышает массу предмета. Если это так, то, закрыв арретир, снимают гирьку, переносят ее в коробку, а на весы ставят следующую гирьку – меньшей массы. Вновь приоткрывают арретир, если масса гирьки опять велика, ее заменяют меньшей, если мала – добавляют следующую за ней разновеску. Эту операцию повторяют, не пропуская ни одной гирьки, до тех пор, пока предмет не будет уравновешен. Когда масса гирь начинает приближаться к массе предмета, арретир открывают полностью, и наблюдают за качаниями стрелки.

10. Когда равновесие достигнуто, нужно закрыть арретир и записать массу предмета. Здесь следует быть особо внимательным, чтобы не допустить ошибок.

11. Порядок записи результатов взвешивания следующий:

записывают цену всех положенных на весы разновесов по пустым гнездам в коробке, а затем запись проверяют по разновесам на чашке весов. После этого суммируют массы, разновесы убирают в коробку.

12. После окончания взвешивания весы должны оставаться чистыми и в полном порядке.

Правила взвешивания на аналитических весах

1. Обязательной операцией, предшествующей каждому взвешиванию, должно являться определение минимальной точности, необходимой для успешного осуществления данной работы. Проведение взвешивания (как, впрочем, и любых других измерений) с неоправданно высокой точностью является такой же грубой ошибкой, как и недостаточная точность работы. Так, например, поскольку для большинства аналитических работ погрешность определения не должна превышать десятых долей процента измеряемой величины, при взятии навески в 100 г можно допустить погрешность в 0,1 г, то есть взвешивание необходимо производить на технических весах. При уменьшении пробы до 1 г допустимая погрешность составит 1 мг; в этом случае следует воспользоваться обычными аналитическими весами. При проведении работ, не связанных с количественным анализом, за редким исключением вполне достаточна точность до 1 % измеряемой величины. Недопустимо использование аналитических ве-

сов для грубых взвешиваний. Категорически запрещается также превышение максимальной грузоподъемности данных весов.

2. Перед каждым взвешиванием или серией взвешиваний необходимо проверить состояние весов. Правильность установки весов определяется по отвесу или жидкостному уровню.

Стрелка ненагруженных весов должна указывать на нулевое деление шкалы или колебаться около него на равные расстояния и ту и другую сторону. Если это условие не соблюдается, весы следует отрегулировать с помощью поворотных грузиков на коромысле. (На некоторых марках весов предусмотрен специальный механизм регулировки нулевой точки). Чувствительность и правильность весов должна регулярно проверяться работниками службы контрольно-измерительных приборов. Не следует самостоятельно производить ремонт весов кроме устранения незначительных неисправностей. При обнаружении любых дефектов необходимо вызвать мастера-юстировщика.

3. Взвешиваемый предмет всегда помещается на левую чашку весов, а разновес – на правую. Исключение составляют весы с полным механическим гиреналожением, имеющие лишь одну чашку. Не допускается взвешивание каких-либо веществ непосредственно в чашке весов. Гигроскопичные и летучие твердые, а также жидкие вещества обязательно помещают в плотно закрывающиеся сосуды. Инертные вещества разрешается взвешивать в открытых сосудах или на листах гладкой бумаги, однако, чтобы предотвратить возможность случайного просыпания вещества и загрязнения весов, рекомендуется загнуть края листа так, чтобы он приобрел форму кюветы. На постоянно используемые в качестве тары сосуды полезно титановым карандашом нанести их точную массу, неизменность которой следует каждый раз проверять. Иногда тару не взвешивают, а уравнивают с помощью мелких гвоздей или кусочков алюминиевой проволоки. Некоторые марки весов снабжены специальным механизмом для компенсации тары.

4. Все марки аналитических весов снабжены арретиром – специальным приспособлением для приведения коромысла весов в рабочее состояние. Открывать арретир можно только на момент взвешивания. При открытом арретире категорически запрещают-

ся всякие манипуляции с весами — добавление или убавление взвешиваемого вещества или разновеса, а также любые прикосновения к коромыслу или чашкам весов. Поворачивать диск арретира следует осторожным, плавным движением. При подборе разновесок, пока чашки весов не уравновешены, арретир открывают не до отказа, а лишь настолько, чтобы стало ясно, куда отклоняется стрелка.

5. При взвешивании какого-либо предмета разновес подбирают не беспорядочно, а руководствуясь следующей системой. Сначала на глаз грубо оценивают массу предмета и помещают на правую чашку весов гирьку заведомо большей массы. Слегка приоткрыв арретир, убеждаются, что гирька действительно перевешивает. В этом случае ее заменяют следующей по порядку гирькой меньшей массы. Так поступают до тех пор, пока гирька не окажется легче взвешиваемого предмета. Тогда к ней добавляют следующую меньшую гирьку. Операцию повторяют, не пропуская ни одной гирьки. Когда предмет будет почти уравновешен, арретир открывают полностью и наблюдают за показанием стрелки.

6. Весы и точный разновес следует всячески оберегать от неблагоприятных внешних воздействий. Не разрешается без особой необходимости переставлять весы с занимаемого ими места. Рядом с весами не следует помещать никаких других приборов. Весы должны быть надежно защищены от действия прямого солнечного света, а также от потоков теплого или холодного воздуха. Аналитические весы снабжены застекленной витриной, предохраняющей их от пыли, движения воздуха, дыхания работающего и т. п. Во время работы следует открывать только боковые дверцы витрины, однако непосредственно в момент взвешивания они должны быть закрыты. При отсутствии витрины ее нетрудно изготовить, например из оргстекла. Внутрь витрины полезно поместить твердый осушитель, например силикагель. Не разрешается взвешивать предметы, температура которых отличается от комнатной — это приводит к искажению результатов.

Разновес к точным весам следует содержать в идеальной чистоте, ни в коем случае не брать гирьки руками — в каждом наборе имеется специальный пинцет с пластмассовыми или костяны-

ми наконечниками. Каждая гирька, если ею в данный момент не пользуются, должна находиться в отведенном для нее гнезде в специальном ящичке. Помешать гирьки даже временно непосредственно на рабочий стол или витрину весов запрещается. Нельзя также оставлять разновес на весах после окончания взвешивания.

После каждой взвешивания необходимо убедиться, что чашки весов или пол витрины не загрязнены случайно просыпанным веществом. Если небрежность все же допущена, весы немедленно очищают с помощью специального перышка или мягкой кисточки и протирают чистым куском замши, но ни в коем случае не влажной тряпкой. Чашки весов при очистке обязательно снимают с коромысла, менять их при этом местами не разрешается.

Лабораторная работа №2 Газовые смеси

Цель работы: Изучить понятие газовых смесей в химической технологии неорганических веществ. Научится производить элементарные технологические расчёты.

В технологии неорганических веществ часто приходится иметь дело с газовыми смесями:

- в качестве исходного сырья (например, природный газ, используемый в производстве аммиака);
- в качестве промежуточных продуктов (например, конвертированный газ производства аммиака или нитрозные газы в производстве азотной кислоты);
- в качестве готовых газообразных продуктов (например, смесь газов, выходящих из колонны синтеза в производстве аммиака или метанола).

Для выполнения технологических расчетов при составлении материального и теплового балансов какого-либо узла (например, аппарата) возникает необходимость как для самой газовой смеси, состоящей из i компонентов, так и для отдельных компонентов использовать следующие характеристики.

Масса газовой смеси (г или кг) равна сумме масс компонентов:

$$m_{\text{см}} = \sum_{i=1}^{i=n} m_i, \quad m = n \cdot M = (v/V_M) \cdot M,$$

где n – количество вещества (моль или кмоль); v – объём газа (дм³ или м³); M – молярная масса газа (г/моль или кг/кмоль); V_M – молярный объём газа (дм³/моль или м³/кмоль).

При нормальных условиях (н. у.) $T_0 = 273 \text{ К}$ и $P_0 = 101325 \text{ Па}$ (760 мм рт. ст.) $V_M = 22,4 \text{ дм}^3/\text{моль}$ (м³/кмоль).

$$m_{\text{см}} = \sum_{i=1}^{i=n} \frac{v_i}{22,4} \cdot M_i,$$

где V_i – объём компонента при н. у.

Объём газовой смеси равен сумме объёмов компонентов (дм³ или м³):

$$V_{\text{см}} = \sum_{i=1}^{i=n} v_i,$$

а так как

$$V = n \cdot V_M = (m/M) \cdot V_M,$$

то
$$V_{\text{см}} = V_M \cdot \sum_{i=1}^{i=n} \frac{m_i}{M_i}; \quad \text{при н. у.} \quad V_{\text{см}} = 22,4 \sum_{i=1}^{i=n} \frac{m_i}{M_i}.$$

Плотность газовой смеси (г/дм³ или кг/м³):

$$\rho_{\text{см}} = \frac{m_{\text{см}}}{M_{\text{см}}}; \quad \text{при н. у.} \quad \rho_{\text{см}} = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} \frac{v_i}{22,4} \cdot M_i}{V_{\text{см}}}.$$

Средняя молярная масса газовой смеси (г/моль или кг/кмоль):

$$M_{\text{см}} = \rho_{\text{см}} \cdot V_{\text{м}};$$

$$\text{при н. у. } M_{\text{см}} = \frac{m_{\text{см}}}{V_{\text{см}}} \cdot 22,4 = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} \frac{v_i}{22,4} \cdot M_i}{\sum v_i} \cdot 22,4 = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} v_i \cdot M_i}{\sum v_i}.$$

Общее давление газовой смеси (P) по закону парциальных давлений равно сумме парциальных давлений компонентов смеси (P_i):

$$P = \sum_{i=1}^{i=n} P_i.$$

Парциальные давления компонентов газовой смеси:

$$P_i = P \cdot N_i = P \cdot \frac{V_i}{V_{\text{см}}} \quad (\text{об.})$$

где N_i – мольная доля компонента в газовой смеси, $N_i = n_i / \sum n_i$;
 $\omega_{\text{об}} = V_i / V_{\text{см}}$ – объёмная доля компонента в газовой смеси.

$$P_1 = \frac{P \cdot v_1}{V_{\text{см}}}; P_2 = \frac{P \cdot v_2}{V_{\text{см}}}; \dots P_n = \frac{P \cdot v_n}{V_{\text{см}}},$$

Если записать:

$$\text{то} \quad P_1 : P_2 = V_1 : V_2; \dots P_1 : P_n = V_1 : V_n.$$

Поскольку в равных объёмах различных газов при одинаковых условиях содержится одинаковое число молекул, то

$$P_1 : P_2 = V_1 : V_2 = n_1 : n_2,$$

где n – количество вещества компонентов «1» и «2» (моль или кмоль).

Общее число молей газообразных компонентов в смеси равно сумме числа молей отдельных компонентов:

$$n_{\text{см}} = \sum_{i=1}^{i=a} n_i .$$

Так как число молей компонентов

$$n_i = \frac{v_i(\text{н.у.})}{22,4} = \frac{m_i}{M_i}, \quad \text{то } n_{\text{см}} = \sum_{i=1}^{i=a} \frac{v_i(\text{н.у.})}{22,4} = \sum_{i=1}^{i=a} \frac{m_i}{M_i} .$$

Объёмная доля компонента в газовой смеси:

$$\omega_{i(\text{об.})} = \frac{v_i}{v_{\text{см}}} = \frac{P_i}{P_{\text{см}}} = \frac{n_i}{n_{\text{см}}}$$

(выражают в долях единицы или процентах).

Массовая доля компонента в газовой смеси:

$$\omega_{i(\text{масс})} = \frac{m_i}{m_{\text{см}}} = \frac{\frac{v_i(\text{н.у.})}{22,4} \cdot M_i}{\sum_{i=1}^{i=n} \frac{v_i(\text{н.у.})}{22,4} \cdot M_i} \quad (\text{н.у.})$$

(выражают в долях единицы или процентах).

Зависимость между объёмом газа, давлением и температурой выражается уравнением объединённого газового закона:

$$\frac{PV}{T} = \frac{P_1 \cdot V_1}{T_1} \quad \text{или} \quad \frac{P \cdot V}{T} = \frac{P_0 \cdot V_0}{T_0} .$$

Приведённое уравнение позволяет находить любую из указанных величин, если известны остальные. По этим формулам можно переводить объём газа от одних условий (P, T) к любым другим (P_1, T_1) или к нормальным условиям (P_0, T_0).

Зависимость между давлением P (Па), объёмом V (м³) и температурой T (К) вещества в газообразном состоянии определяется **уравнением состояния идеального газа** (уравнением Клапейрона-Менделеева):

$$P \cdot V = nRT = \frac{m}{M} RT,$$

где m – масса газа (кг); R – универсальная газовая постоянная, 8,314 Дж/(моль·К); M – молярная масса (кг/моль); n – количество вещества (моль); V – объём газа (м³).

Расчёт состава газовых смесей

1. Производство серной кислоты. В качестве сырья используется сероводородный газ состава:

Компонент	H ₂ S	H ₂ O	N ₂	Всего
Состав % (об.)	90	5	5	100

Выразите состав газа в следующих единицах измерения: м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

2. Производство серной кислоты. Для сжигания сероводородного газа в печь подают смесь его с воздухом. Состав газовой смеси следующий:

Компонент	H ₂ S	O ₂	N ₂	H ₂ O	Всего
Состав, м ³	90	210	795	155	1250

Выразите состав смеси в следующих единицах измерения: м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

3. Производство серной кислоты. Из печного отделения выходит газ состава (на 1 т колчедана):

Компонент	SO ₂	O ₂	N ₂	Всего
-----------	-----------------	----------------	----------------	-------

Состав, м ³	277	228	2377	2879
------------------------	-----	-----	------	------

Выразите состав печного газа в следующих единицах измерения: м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

4. Производство серной кислоты. В контактное отделение поступает газ следующего состава (на 1 т колчедана):

Компонент	SO ₂	O ₂	N ₂	Всего
Состав, м ³	262	406	3024	3692

Выразите состав газа в м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

5. Производство серной кислоты. В контактный аппарат поступает газ в количестве 34320,5 м³/ч состава:

Компонент	SO ₂	O ₂	H ₂ O	N ₂	Всего
Состав, % (об.)	10	4,27	11,87	73,86	100,00

Выразите состав газа в следующих единицах измерения: м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

6. Производство аммиака. Для получения азотоводородной смеси используется природный газ состава:

Компонент	CH ₄	C ₂ H ₆	N ₂	Всего
Состав, % (об.)	98,40	1,15	0,45	100,00

Выразите состав газовой смеси в м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Расчет ведите на 1000 м³ природного газа. Результаты расчетов сведите в таблицу.

7. Производство аммиака. На очистку природного газа от серосодержащих соединений подается азотоводородная смесь после метанирования:

Компонент	H ₂	N ₂	CH ₄	C ₂ H ₆	Ar	Всего
Состав, % (об.)	74,12	24,71	0,86	—	0,31	100,00

Объём азотоводородной смеси 182 м³ (на 1000 м³ природного газа). Выразите состав смеси в м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

8. Производство аммиака. На парокислородную конверсию поступает газ состава:

Компонент	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	N ₂	Всего
Состав, % (об.)	98,00	0,40	0,03	0,15	1,42	100,00

Объём газа 41980 м³/ч. Выразите состав газа в следующих единицах измерения: м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

9. Производство аммиака. Состав газа после первой ступени конверсии метана:

Компонент	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	N ₂	H ₂ O	Всего
Состав, % (об.)	6,8	48,07	7,0	6,84	0,29	31,00	100,00

Объём газа 483,8 м³/ч. Состав газа в следующих единицах измерения: м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

10. Производство аммиака. На конверсию метана второй ступени поступает газ состава:

Компонент	CH ₄	CO	CO ₂	H ₂	N ₂	Всего
Состав, % (об.)	9,86	10,15	9,92	69,65	0,42	100,00

Выразите состав газа в следующих единицах измерения: м³, кг, кмоль, % (об.), % (масс.). Результаты расчетов сведите в таблицу.

Расчет материальных потоков с участием газовых смесей

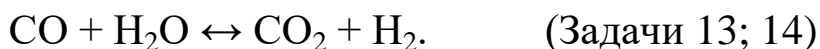
При выполнении материальных расчетов технологического процесса необходимо учитывать, что при прохождении смеси через узел (аппарат) возможны несколько вариантов в изменении материальных потоков.

1. Смешиваются два газообразных потока различного состава, и затем из аппарата они выходят одним потоком. При этом состав выходящего газа изменяется, так как увеличивается объем газа на выходе (задача 11).

2. Объем газа на выходе из аппарата уменьшается, так как один из компонентов выведен из газовой фазы. Уменьшился объем газа на выходе, и, следовательно, состав газа на выходе также изменился (задача 12).

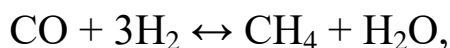
3. Протекает химическая реакция в аппарате, состав газа меняется, но общий объем не изменился, следовательно, он равен сумме входящих газовых потоков. Такой случай имеет место, когда протекает реакция, при которой количество молей газообразных веществ не меняется.

Например, конверсия СО водяным паром:

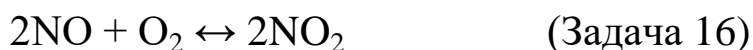


4. Между компонентами входящего газа протекает химическая реакция, которая приводит к изменению не только состава, но и объема выходящего газа.

Например, метанирование конвертированного газа:

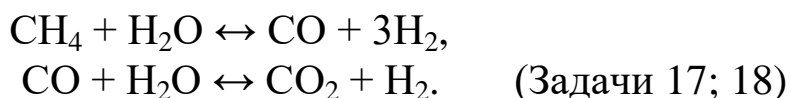


или окисление нитрозных газов перед абсорбцией:

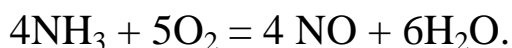


5. В аппарате протекают две последовательные химические реакции, поэтому необходимо учитывать степени превращения той и другой реакций.

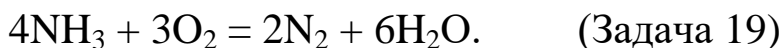
Например, при конверсии метана водяным паром протекают реакции:



6. В аппарате протекают две параллельные реакции. Например, при конверсии аммиака основная часть аммиака окисляется до NO по реакции:



Побочные реакции (нежелательные в производстве азотной кислоты) представляются следующим химическим уравнением:



11. На сероочистку поступает природный газ (ПГ) состава:

Компонент	N ₂	CH ₄	C ₂ H ₆
Состав, % (об.)	0,45	98,40	1,15

Для гидрирования природного газа подается азото-водородная смесь (АВС) после метанирования состава:

Компонент	N ₂	CH ₄	C ₂ H ₆	H ₂	Ar
Состав, % (об.)	24,71	0,86	—	74,12	0,31

Газовые потоки смешиваются на входе в подогреватель перед гидрированием в соотношении ПГ : АВС = 5,5 : 1. Определите состав газа (% (об.)) после смешения.

12. На МЭА-очистку от CO_2 поступает конвертированный газ состава:

Компонент	CH_4	C_2H_6	N_2	CO_2	Ar	H_2	CO
Состав, % (об.)	0,26	—	20,08	17,42	0,26	61,55	0,43

Объем поступающего газа $214634 \text{ м}^3/\text{ч}$. Определите объем и состав газа после МЭА-очистки (очистка 100%-я).

13. На конверсию CO I ступени поступает газ состава:

Компонент	CH_4	C_2H_6	N_2	CO_2	Ar	H_2	CO
Состав, % (об.)	0,30	—	22,46	7,6 2	0,28	57,00	12,34

Объем газа $191875 \text{ м}^3/\text{ч}$. Соотношение пар: газ = 0,568. Степень превращения оксида углерода(II) 0,717. Определите объем газа, его состав и соотношение пар : газ на выходе из конвертора.

14. На конверсию CO II ступени поступает газ состава:

Компонент	CH_4	C_2H_6	N_2	CO_2	Ar	H_2	CO
Состав, % (об.)	0,27	—	20,64	15,13	0,26	60,49	3,21

Объем сухого газа $208849 \text{ м}^3/\text{ч}$. Соотношение пар : газ = 0,440. Степень превращения оксида углерода(II) 0,86. Определите объем выходящего газа, его состав и соотношение пар : газ на выходе из конвертора.

15. На метанирование поступает конвертированный газ состава:

Компонент	CH_4	C_2H_6	N_2	CO_2	Ar	H_2	CO
Состав, % (об.)	0,31	—	24,32	—	0,31	74,54	0,52

Определите состав газа после метанирования. Конвертированный газ перед колонной синтеза очищается от CO и CO_2 . Про-

цесс гидрирования проводят на никелевом катализаторе, поэтому указанную очистку называют предкатализом, а поскольку в результате образуется CH_4 , то другое название этого процесса – метанирование.

16. В производстве азотной кислоты нитрозный газ, содержащий 7,4 % (об.) NO , 5 % (об.) O_2 и азот, окисляется при охлаждении на 35 %. Определите состав газа в % (об.) после окисления.

17. На паровую конверсию метана в трубчатую печь подается попутный газ состава:

Компонент	CH_4	C_2H_6	N_2	CO_2	Ar	H_2	CO
Состав, % (об.)	79,40	5,51	4,32	—	0,05	10,72	—

Объем газа $42790 \text{ м}^3/\text{ч}$. Соотношение пар : газ = 3,14. Степени превращения метана и оксида углерода соответственно равны 0,617 и 0,512. Определите объем выходящего газа, его состав и соотношение на выходе пар : газ.

18. На конверсию метана в шахтную печь подается газ состава:

Компонент	CH_4	C_2H_6	N_2	CO_2	Ar	H_2	CO
Состав, % (об.)	9,72	—	1,38	9,97	0,01	69,54	9,38

Объем сухого газа $133725 \text{ м}^3/\text{ч}$. Соотношение пар : газ = 0,712. Определите объем выходящего газа, его состав и соотношение на выходе пар : газ. Воздух добавляется в отношении к сухому газу как 0,378. Степени превращения метана и оксида углерода(II) соответственно равны 0,957 и 0,092.

19. В контактный аппарат подается аммиачно-воздушная смесь в количестве 3458 м^3 , в которой концентрация аммиака составляет 11,5 %. Степень превращения аммиака в NO составляет

0,97. Определите состав газа на входе и выходе из контактного аппарата.

20. В узел смешения газа перед контактным аппаратом поступает $1170,18 \text{ м}^3/\text{т}$ SO_2 -содержащего газа состава:

Компонент	SO_2	O_2	N_2
Состав, % (об.)	11	10	79

Определите, сколько (м^3) воздуха необходимо добавить, чтобы газ, поступающий на контактирование, содержал 7 % (об.) SO_2 . Установите состав газа на входе и выходе узла смешения.

Лабораторная работа №3 Воздух в химических производствах

Цель работы: Изучить состав и свойства основного сырьевого источника в химической технологии неорганических веществ - воздуха. Научится производить технологические расчёты.

Воздух в химической промышленности используется в огромных количествах и самых разнообразных целях. Достоинство воздуха как сырья – доступность. Из жидкого воздуха ректификацией получают кислород, азот и аргон, которые находят самостоятельные и важные области применения. Как реагент воздух чаще всего используется в качестве окислителя. Для интенсификации процесса окисления воздух иногда обогащают кислородом.

Воздух используется также в энергетических целях для сжигания топлива, для нагрева или охлаждения газов и жидкостей. Сжатый воздух используется для перемешивания жидкостей и пульпы, для распыления жидкостей в форсунках реакторов и топков. Состав атмосферного воздуха по основным компонентам: % (об.): N_2 – 78,10; O_2 – 20,93; Ar – 0,93; CO_2 – 0,03.

Для расчетов состав воздуха принимают: % (об.): N_2 – 79, O_2 – 21. Молярная масса воздуха – 28,84 г/моль.

Атмосферный воздух содержит водяные пары, что необходимо учитывать в технологических расчетах.

1. Определите объемный состав влажного воздуха и массовое содержание пара (г) в 1 м^3 воздуха при 30°C и нормальном давлении.

2. На 1 т колчедана требуется 2945 м^3 сухого воздуха. Рассчитайте количество водяного пара, поступающего с воздухом на обжиг 1 т колчедана. Влажность воздуха 2 % (об.).

3. На сжигание 1 т колчедана требуется 2500 м^3 воздуха. Температура воздуха 25°C . Степень насыщения воздуха водяным паром 0,80. Определите содержание водяного пара в воздухе (м^3 , кг, кмоль).

4. В сушильную башню для осушки поступает $25300 \text{ м}^3/\text{ч}$ воздуха. Температура воздуха 20°C . Сколько водяного пара поступает в сушильную башню с воздухом.

5. В форсуночную печь для сжигания серы подается $25300 \text{ м}^3/\text{ч}$ воздуха при температуре 20°C . Степень насыщения воздуха водяными парами 0,54. Определите количество водяного пара, поступающего с воздухом.

6. В сушильную башню поступает 10000 м^3 атмосферного воздуха при 20°C и 745 мм рт. ст. с относительной влажностью 80 %. Найдите количество (кг, м^3 , кмоль) водяного пара, поступающего в башню с воздухом.

7. Сухой воздух в количестве 240 кг насыщают влагой при давлении 745 мм рт. ст. и температуре 40°C . Определите количество (кг, м^3 , кмоль) водяного пара в увлажненном воздухе, а также увеличение объема сухого воздуха при увлажнении.

8. Определите влажность воздуха при температуре 25°C и давлении $1 \cdot 10^6 \text{ Па}$.

9. Определите массовое содержание пара в 1 м^3 влажного воздуха при температуре 15°C и давлении $7 \cdot 10^5 \text{ Па}$.

10. На конверсию аммиака поступает аммиачно-воздушная смесь, в которой содержится воздуха $3060 \text{ м}^3/\text{ч}$ при 30°C и давлении 101325 Па. Определите количество влаги и сухого воздуха в этой смеси.

11. Приведите 1 м^3 (н. у.) воздуха к реальным условиям (температура 20°C и давление $202,64 \cdot 10^3 \text{ Па}$). Вычислите массу этого объема воздуха.

12. Определите массу 1 м^3 воздуха, измеренного при температуре 20°C и давлении $202,64 \cdot 10^3 \text{ Па}$.

13. Определите объемную и массовую долю пара во влажном воздухе при температуре 20°C и давлении $101,32 \cdot 10^3 \text{ Па}$.

Лабораторная работа №4 Определение массовой доли моногидрата в технической серной кислоте

Цель работы: Изучить основные лабораторные методы анализа серной кислоты. Практически определить содержание моногидрата в технической серной кислоте ареометрическим методом и методом титрования.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

В работе последовательно выполняется два опыта:

Определение массовой доли H_2SO_4 в технической серной кислоте титрованием раствором щёлочи

В мерную колбу ёмкостью 250 см^3 налейте примерно 150 см^3 воды. В предварительно взвешенном сухом стеклянном бюксе взвесьте на аналитических весах около 5 г испытуемой кислоты и количественно перенесите навеску в мерную колбу с водой. Раствор охладите до 20°C , затем доведите объём раствора водой до метки. Тщательно перемешайте содержимое колбы.

Из колбы отберите пипеткой 50 см^3 раствора (объём аликвоты), перенесите в коническую колбу вместимостью 250 см^3 , добавьте несколько капель метилового оранжевого и титруйте $0,5 \text{ н.}$ раствором гидроксида натрия до перехода розовой окраски в жёлтую.

Данные опыта

Навеска кислоты m, г	Объём аликвоты $V_{ал}, \text{дм}^3$	Объём мерной колбы $V_{кол}, \text{дм}^3$	Результаты титрования	
			$C_{эк(\text{NaOH})},$ моль/дм ³ ,	$V_{(\text{NaOH})},$ дм ³

Содержание серной кислоты в исследуемом растворе рассчитайте, используя закон эквивалентов. При взаимодействии количество эквивалентов кислоты ($n_{эк(\text{H}_2\text{SO}_4)}$) равно количеству эквивалентов щёлочи ($n_{эк(\text{NaOH})}$):

$$n_{эк(\text{H}_2\text{SO}_4)} = n_{эк(\text{NaOH})} = C_{эк(\text{NaOH})} \cdot V_{(\text{NaOH})}.$$

Учитывая, что результаты титрования относятся к аликвотной части раствора, пересчитывают $V_{(\text{NaOH})}$ на весь объём анализируемой кислоты и определяют массу кислоты в навеске $m_{(\text{H}_2\text{SO}_4)}$:

$$m_{(\text{H}_2\text{SO}_4)} = M_{эк(\text{H}_2\text{SO}_4)} \cdot n_{эк(\text{H}_2\text{SO}_4)};$$

$$m_{(\text{H}_2\text{SO}_4)} = \frac{M_{эк(\text{H}_2\text{SO}_4)} \cdot C_{эк(\text{NaOH})} \cdot V_{(\text{NaOH})} \cdot V_{кол}}{V_{ал}}.$$

Массовая доля серной кислоты $\omega_{(\text{H}_2\text{SO}_4)}$ (% (масс.)) в исследуемом растворе:

$$\omega_{(\text{H}_2\text{SO}_4)} = \frac{m_{(\text{H}_2\text{SO}_4)}}{m} \cdot 100;$$

$$\omega_{(\text{H}_2\text{SO}_4)} = \frac{M_{эк(\text{H}_2\text{SO}_4)} \cdot C_{эк(\text{NaOH})} \cdot V_{(\text{NaOH})} \cdot V_{кол}}{V_{ал} \cdot m} \cdot 100.$$

где $M_{\text{эк}}(\text{H}_2\text{SO}_4)$ – молярная масса эквивалентов серной кислоты, г/моль; $M_{\text{эк}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 49$ г/моль; $C_{\text{эк}}(\text{NaOH})$ – эквивалентная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³; $V_{(\text{NaOH})}$ – объём раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование, дм³; $V_{\text{кол}}$ – объём мерной колбы, дм³; $V_{\text{ал}}$ – объём аликвоты, дм³; m – навеска исследуемой кислоты, г.

Определение массовой доли H_2SO_4 в технической серной кислоте по плотности раствора

В мерный цилиндр налейте около 100 см³ исследуемого раствора кислоты. Измерьте температуру раствора. Если температура отличается от 20 °С, поместите цилиндр в высокий стакан с теплой или холодной водой и, помешивая стеклянной палочкой, доведите раствор до нужной температуры.

Чистый, насухо вытертый ареометр опустите в цилиндр с исследуемым раствором так, чтобы он не касался стенок сосуда. Сначала опустите ареометр, шкала которого имеет наименьшее значение плотности. Если его шкала не погрузится в раствор, то ареометр выньте, промойте водой, просушите фильтровальной бумагой и поставьте на место. Замените его следующим из набора и повторите измерения, добиваясь, чтобы уровень жидкости в цилиндре установился в пределах шкалы ареометра.

Деление шкалы ареометра, совпадающее с нижним краем мениска жидкости, соответствует плотности раствора. Повторите опыт еще 2 раза. Для этого, приподняв ареометр на 1–2 см, опустите его и снова снимите показания.

Данные опыта

№ опыта	Плотность раствора, г/см ³	Температура раствора, °С
1		
2		

Рассчитайте среднее арифметическое трех измерений, воспользовавшись справочными данными. Для расчёта массовой до-

ли серной кислоты $\omega_{(\text{H}_2\text{SO}_4)}(\% \text{ (масс.)})$ в исследуемом растворе воспользуйтесь одной из формул:

$$\omega = \omega_1 + (\omega_2 - \omega_1) \frac{\rho - \rho_1}{\rho_2 - \rho_1}$$

или

$$\omega = \omega_2 - (\omega_2 - \omega_1) \frac{\rho_2 - \rho}{\rho_2 - \rho_1},$$

где ρ , ρ_1 и ρ_2 – измеренное значение, ближайшее наименьшее и наибольшее табличные значения плотности, г/см³; $\rho_1 < \rho < \rho_2$; ω_1 , ω и ω_2 – массовая доля раствора, соответствующая указанным выше значениям плотности, % (масс.); $\omega_1 < \omega < \omega_2$.

По результатам выполненных опытов студенты делают вывод о содержании моногидрата в анализируемой технической серной кислоте.

Лабораторная работа №5

Определение содержания диоксида серы в газовой смеси

Цель работы: Изучить наиболее распространенный метод анализа газовых смесей на содержание диоксида серы. Практически определить содержание диоксида серы в газо-воздушной смеси.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

Приготовление газовой смеси и её анализ на содержание диоксида серы производят на лабораторной установке, схема которой представлена на рис.1.

Анализируемую смесь получают смешением воздуха и SO₂. Диоксид серы образуется в трехгорлой колбе 1, в которую помещают сульфит натрия и добавляют из капельной воронки 2 раствор серной кислоты ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$). Воздух в систему нагнетают компрессором 3 через реометр 4. Две склянки 5 и 6, заполненные

20 %-м раствором NaOH, служат для поглощения SO₂ при подборе режима работы системы получения газовой смеси.

Система отбора пробы газо-воздушной смеси состоит из поглотительной склянки Дрекслея 7, заполненной определённым количеством титрованного раствора йода, аспиратора 8 и мерного цилиндра 9. Отбор пробы газа производят при помощи крана 10.3.

Сернистый газ, содержащийся в газовой смеси, поглощается раствором йода, а не прореагировавшие инертные компоненты заполняют аспиратор 8, и их объём определяют по количеству вытекшей воды, для чего используется мерный цилиндр 9.

1. Соберите лабораторную установку для получения газовой смеси и отбора пробы на анализ (рис. 1). Все краны в системе должны быть закрыты.

Взвесьте на теххимических весах 30 г сульфита натрия и поместите в трехгорлую колбу 1, используя воронку для сыпучих веществ. В эту же колбу цилиндром налейте 70 см³ насыщенного раствора Na₂SO₃.

В делительную воронку 2 налейте 30 см³ концентрированной серной кислоты ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$). Поглотительные склянки 5 и 6 заполните примерно на $\frac{1}{3}$ объёма 20%-м раствором гидроксида натрия.

В поглотительную склянку Дрекслея 7 цилиндром налейте 50 см³ дистиллированной воды, 5 см³ 0,5%-го раствора крахмала и несколько капель раствора йода (*до слабого голубого окрашивания*). После этого из мерной пипетки добавьте 50 см³ титрованного 0,1н. раствора йода. Аспиратор 8 заполните водой и герметично закройте пробкой.

Испытайте систему для получения SO₂, для чего при всех закрытых кранах откройте кран 10.2 и в колбу 1 по каплям добавляйте раствор серной кислоты из делительной воронки 2. В склянках 5 и 6 наблюдайте пробулькивание выделяющегося газа. Отметьте скорость выделения диоксида серы по количеству пузырьков, пробулькивающих в склянках за минуту.

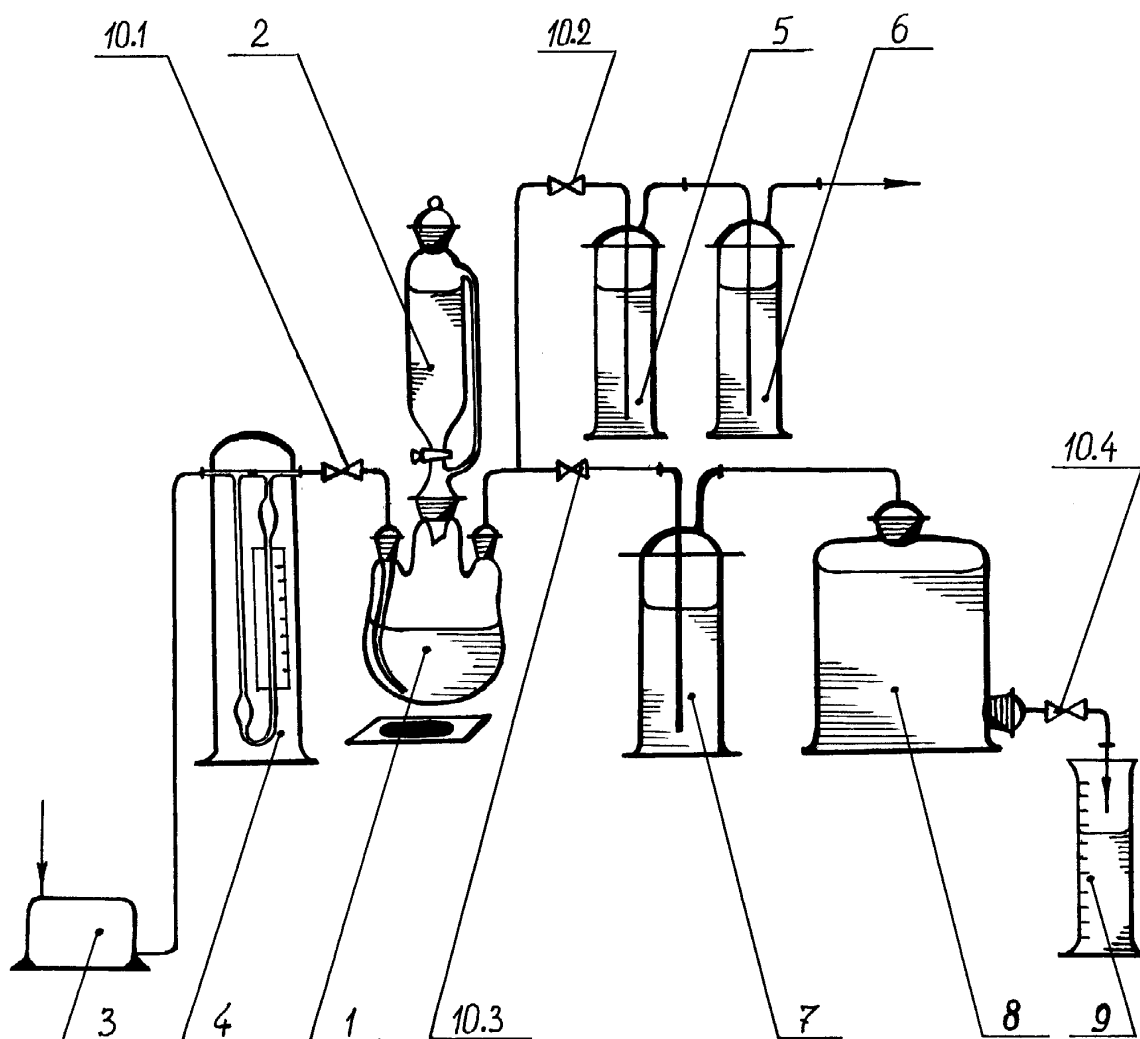


Рис. 1. Схема лабораторной установки:

1 – колба трёхгорлая; 2 – капельная воронка; 3 – компрессор; 4 – реометр;
5, 6 – поглотительные склянки; 7 – поглотительная склянка Дрекслея;
8 – аспиратор; 9 – мерный цилиндр; 10.1-10.4 – регулировочные краны

2. Для приготовления газовой смеси откройте кран 10.1, включите компрессор 3 для подачи воздуха в систему и отрегулируйте подачу воздуха краном 10.1 таким образом, чтобы можно было считать пузырьки в склянках 5 и 6. Отметьте количество пузырьков газа, пробулькивающих в склянках за минуту. Пропускайте газовую смесь на выхлоп через склянки в течение 2–3 минут для достижения постоянства состава смеси.

Время выдержки используйте для подготовки системы к отбору пробы для анализа на содержание диоксида серы, для чего при закрытом кране 10.3 откройте кран 10.4 до тех пор, пока не

прекратится вытекание воды из аспиратора 8. Воду вылейте в раковину, а пустой цилиндр поставьте для замера объёма воды при отборе пробы.

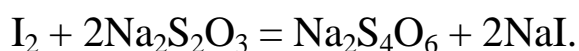
3. Отбор пробы газа на анализ начинают, медленно открывая кран 10.3 при открытом кране 10.4. Скорость подачи газовой смеси устанавливают кранами 10.3 и 10.2 по количеству пузырьков в минуту в поглотительной склянке Дрекселя 7.

Сигналом к окончанию отбора пробы является *исчезновение голубой окраски* раствора йода в поглотительной склянке Дрекселя 7 (*вариант 1*). В этот момент закройте кран 10.3. Кран 10.4 ещё некоторое время должен быть открыт для выравнивания давления внутри аспиратора с атмосферным. Во время отбора пробы замерьте объём воды, вытекшей из аспиратора 8 от момента начала отбора пробы до прекращения ее вытекания. После прекращения вытекания воды из аспиратора кран 10.4 закройте.

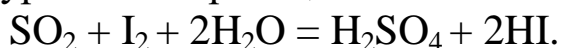
Правило отбора пробы газа

Отбор пробы можно *начинать* только после того, как при закрытом кране 10.3 и открытом 10.4 полностью прекратится вытекание воды из аспиратора, а *заканчивать* – также только тогда, когда при закрытом кране 10.3 и открытом кране 10.4 вода из аспиратора перестанет вытекать. По количеству вытекшей воды определяют объём инертной составляющей (воздух) анализируемой газовой смеси.

Отбор пробы можно вести не до полного взаимодействия йода с диоксидом серы в склянке Дрекселя 7 (*вариант 2*). В этом случае, для того чтобы узнать количество поглощённого диоксида серы, необходимо оттитровать не прореагировавший йод титрованным раствором тиосульфата натрия. Уравнение происходящей реакции



Объём диоксида серы $V_{(\text{SO}_2)}(\text{дм}^3)$ в исследуемой газовой смеси рассчитывают по количеству йода, прореагировавшего с диоксидом серы, по уравнению реакции



Расчёт ведут, используя закон эквивалентов:

$$n_{\text{эк}}(\text{SO}_2) = n_{\text{эк}}(\text{I}_2);$$

$$V_{(\text{SO}_2)} = V_{\text{эк}}(\text{SO}_2) \cdot n_{\text{эк}}(\text{SO}_2);$$

$$V_{\text{эк}}(\text{SO}_2) = \frac{1}{2} V_0 = \frac{22,4}{2} = 11,2 \text{ дм}^3/\text{моль};$$

вариант 1:
$$V_{(\text{SO}_2)} = V_{\text{эк}}(\text{SO}_2) \cdot C_{\text{эк}}(\text{I}_2) \cdot b;$$

вариант 2:
$$V_{(\text{SO}_2)} = V_{\text{эк}}(\text{SO}_2) \cdot [C_{\text{эк}}(\text{I}_2) \cdot b - C_{\text{эк}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot a],$$

где $V_{\text{эк}}(\text{SO}_2)$ – эквивалентный объём диоксида серы, $\text{дм}^3/\text{моль}$;
 $n_{\text{эк}}(\text{SO}_2)$ – количество вещества эквивалентов диоксида серы, моль;
 V_0 – молярный объём газа при нормальных условиях, $\text{дм}^3/\text{моль}$;
 $C_{\text{эк}}(\text{I}_2)$ и $C_{\text{эк}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – эквивалентная концентрация растворов йода и тиосульфата натрия, соответственно, моль/ дм^3 ;
 $C_{\text{эк}}(\text{I}_2) = C_{\text{эк}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$.

Полученные экспериментальные результаты занесите в таблицу.

Результаты опыта

№ опы- та	Условия окружа- ющей среды			Объём				Скорость выделе- ния пузырьков	
	P	P(H ₂ O)	t	a ₁	a	b	V _{воды}	x(SO ₂)	x _{см}
	Па		°C	дм ³				пузырьков/мин	
1									
2									

Здесь P и $P(\text{H}_2\text{O})$ – атмосферное давление (показания барометра) и давление насыщенного водяного пара при температуре помещения (справочные данные), Па; t – температура в помещении, °С; a – объём 0,1н. раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование не прореагировавшего йода, дм^3 ; b – объём 0,1н. раствора йода, налитый в поглотительную склянку Дрекслея, дм^3 ; $V_{\text{воды}}$ – объём воды, вытекшей из аспиратора, дм^3 ; $x(\text{SO}_2)$ и $x_{\text{см}}$ – скорость подачи диоксида серы и газовой смеси, соответственно, выраженная количеством пузырьков газа в минуту.

Полученные результаты занесите в таблицу.

Результаты расчёта

№ опыта	$C_{\text{эк}}(\text{I}_2)$	$C_{\text{эк}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$	$V_{\text{возд}}(\text{н.у.})$	$V_{(\text{SO}_2)}$	$\varphi(\text{SO}_2)$
	моль/ дм^3		дм^3		% (об.)
1					
2					

Объём воздуха в условиях проведения опыта равен объёму вытекшей из аспиратора воды

$$V_{\text{возд}} = V_{\text{воды}}.$$

Так как объём диоксида серы рассчитан для нормальных условий, объём воздуха также необходимо привести к нормальным условиям

$$V_{\text{возд}}(\text{н.у.}) = \frac{V_{\text{возд.}} \cdot 273 \cdot (P - P(\text{H}_2\text{O}))}{(t + 273) \cdot 101325}.$$

Объёмную долю диоксида серы $\varphi(\text{SO}_2)$ в газо-воздушной смеси (% (об.)) определяют по формуле

$$\varphi(\text{SO}_2) = \frac{V_{(\text{SO}_2)}}{V_{(\text{SO}_2)} + V_{\text{возд}}(\text{н.у.})} \cdot 100$$

где $V_{\text{возд(н.у.)}}$ – объём воздуха в газовой смеси при нормальных условиях, дм^3 ; $V_{(\text{SO}_2)}$ – вычисленный объём диоксида серы, дм^3 .

В лабораторный журнал запишите уравнения химических реакций: получения диоксида серы взаимодействием серной кислоты с сульфитом натрия; поглощения диоксида серы избытком раствора гидроксида натрия; поглощения диоксида серы раствором йода.

При подготовке к защите работы отметьте в лабораторном журнале: какие автоматические газоанализаторы на оксиды серы используют в производстве; пределы концентраций, определяемых приборами; значения ПДК диоксида и триоксида серы в рабочей зоне; влияние оксидов серы на организм человека.

Лабораторная работа №6 Раздельное определение содержания оксида и диоксида азота в газовой смеси

Цель работы: Изучить наиболее распространенные методы анализа газовых смесей, содержащих оксиды азота. Практически освоить метод раздельного определения оксида и диоксида азота в газо-воздушной смеси.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

1. Соберите установку, представленную на Рис.1. В трехгорлую колбу 1 насыпьте около 1 г медной стружки, в делительную воронку 2 цилиндром налейте 50 см^3 35%-го раствора азотной кислоты. Поглотительные склянки 5 и 6 заполните примерно на $\frac{1}{3}$ объёма 20%-м раствором гидроксида натрия. В поглотительную склянку Дрекслея 7 поместите с помощью пипетки 100 см^3 0,1н. раствора гидроксида натрия и 2–3 капли метилового оранжевого. Аспиратор 8 заполните водой и герметично закройте пробкой.

2. Испытайте систему получения оксидов азота, для чего при всех закрытых кранах откройте кран 10.2 и в колбу 1 небольшими порциями добавляйте из делительной воронки 2 рас-

твор азотной кислоты. В склянках 5 и 6 наблюдайте пробулькивание выделяющегося газа. Отметьте скорость выделения аммиака по количеству пузырьков, пробулькивающих в склянках за минуту. Включите компрессор 3, откройте кран 10.1 и подавайте воздух в систему. Подачу воздуха отрегулируйте краном 10.1 так, чтобы можно было считать пузырьки в склянках 5 и 6. Отметьте количество пузырьков газа, пробулькивающих в склянках за минуту. Пропускайте газовую смесь на выхлоп через склянки в течение 2–3 минут для достижения постоянства состава смеси.

Время выдержки используйте для подготовки системы к отбору пробы, для чего при закрытом кране 10.3 откройте кран 10.4 до тех пор, пока не прекратится вытекание воды из аспиратора 8. Воду вылейте в раковину, а пустой цилиндр поставьте для замера объёма воды при отборе пробы.

3. Начните отбор пробы газа на анализ, медленно открывая кран 10.3 при открытом кране 10.4. Скорость подачи газовой смеси установите кранами 10.3 и 10.2 по количеству пузырьков газа, пробулькивающих через раствор в склянке Дрекслея 7 в минуту. Через систему пропустите определённый объём анализируемой смеси, например 3 дм³, и закройте кран 10.3. Кран 10.4 должен быть открыт до прекращения вытекания воды из аспиратора 8.

Правило отбора пробы газа: Отбор пробы можно начинать только после того, как при закрытом кране 10.3 и открытом 10.4 полностью прекратится вытекание воды из аспиратора, а заканчивать – также только тогда, когда при закрытом кране 10.3 и открытом кране 10.4 вода из аспиратора перестанет вытекать. По количеству вытекшей воды определяют объём инертной составляющей (воздух) анализируемой газовой смеси. После отбора пробы и измерения объёма пропущенной газо-воздушной смеси отберите мерной пипеткой из поглотительной склянки Дрекслея 7 в коническую колбу аликвотную часть – 25 см³ раствора и оттитруйте избыток раствора щёлочи 0,1н. раствором серной кислоты до перехода *жёлтой окраски в розовую*. При этом определяется общее содержание NO и NO₂ в газовой смеси.

Метод анализа нитрозных газов, предлагаемый в данной работе, предполагает степень превращения NO в NO₂ более 50 %, то есть в газовой смеси присутствует избыток NO₂.

Количество вещества оксидов азота $n_{(NO)}$ и $n_{(NO_2)}$ (моль) рассчитывают по результатам титрования:

$$n_{(NO)} = V_{(NaOH)} \cdot C_{эк(NaOH)} \cdot \frac{1}{2} \left[\frac{(a+b)}{V_{ал.}} - 1 \right];$$

$$n_{(NO_2)} = V_{(NaOH)} \cdot C_{эк(NaOH)} \cdot \frac{1}{2} \left[3 - \frac{(3a+b)}{V_{ал.}} \right],$$

где $C_{эк(NaOH)}$ – эквивалентная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³; $C_{эк(NaOH)} = 0,1$ моль/дм³.

Объёмы оксидов азота $V_{(NO)}$, $V_{(NO_2)}$ и общий объём оксидов азота $V_{(NO_x)}$ (дм³) в исследуемой газовой смеси рассчитывают для нормальных условий, используя следствие из закона Авогадро:

$$V_{(NO)} = V_M \cdot n_{(NO)};$$

$$V_{(NO_2)} = V_M \cdot n_{(NO_2)};$$

$$V_{(NO_x)} = V_M \cdot (n_{(NO)} + n_{(NO_2)}),$$

где V_M – молярный объём газа, дм³/моль; $V_M = 22,4$ дм³/моль.

Результаты опыта

Условия окружающей среды			Объём					Скорость выделения пузырьков	
Р	Р(Н ₂ О)	t	V(NaOH)	Vал.	a	b	Vводы	хNO _x	хсм
Па		°С	дм ³					пузырьков/мин	

Здесь P и $P(\text{H}_2\text{O})$ – атмосферное давление (показания барометра) и давление насыщенного водяного пара при температуре помещения (справочные данные), Па; t – температура в помещении, °С; $V_{(\text{NaOH})}$ – объём 0,1н. раствора гидроксида натрия, налитого в поглотительную склянку Дрекслея, дм^3 ; $V_{\text{ал.}}$ – объём аликвотной части, взятой из поглотительной склянки Дрекслея, дм^3 ; a – объём 0,1н. раствора серной кислоты, пошедшего на титрование избытка щёлочи, дм^3 ; b – объём 0,1н. раствора перманганата калия, пошедшего на титрование раствора нитрита натрия, дм^3 ; $V_{\text{воды}}$ – объём воды, вытекшей из аспиратора, дм^3 ; X_{NO_x} и $X_{\text{см}}$ – скорость выделения оксидов азота и подачи газовой смеси, соответственно, выраженная количеством пузырьков газа в минуту.

Объём воздуха (инертной составляющей газовой смеси) в условиях опыта равен объёму вытекшей из аспиратора воды:

$$V_{\text{возд}} = V_{\text{воды}}$$

Так как объёмы оксидов азота рассчитаны для нормальных условий, объём воздуха также приводят к нормальным условиям:

$$V_{\text{возд(н.у.)}} = \frac{V_{\text{возд.}} \cdot 273 \cdot (P - P(\text{H}_2\text{O}))}{(t + 273) \cdot 101325}.$$

Общее содержание оксидов азота в газовой смеси $\Phi_{(\text{NO}_x)}$ (% (об.)), то есть нитрозность газа, определяют по формуле

$$\Phi_{(\text{NO}_x)} = \frac{V_{(\text{NO}_x)}}{V_{(\text{NO}_x)} + V_{\text{возд(н.у.)}}} \cdot 100,$$

Раздельное содержание оксидов азота $\Phi_{(\text{NO})}$ и $\Phi_{(\text{NO}_2)}$ в газовой смеси (% (об.)) вычисляют по формулам:

$$\Phi_{(\text{NO})} = \frac{V_{(\text{NO})}}{V_{(\text{NO}_x)} + V_{\text{возд(н.у.)}}} \cdot 100 ;$$

$$\varphi_{(\text{NO}_2)} = \frac{V_{(\text{NO}_2)}}{V_{(\text{NO}_x)} + V_{\text{возд(н.у.)}}} \cdot 100 .$$

Степень превращения оксида азота в диоксид азота α (%):

$$\alpha = \frac{n_{(\text{NO}_2)}}{n_{(\text{NO})} + n_{(\text{NO}_2)}} \cdot 100 .$$

Полученные результаты занесите в таблицу.

Результаты расчёта

$n_{(\text{NO})}$	$n_{(\text{NO}_2)}$	$V_{(\text{NO})}$	$V_{(\text{NO}_2)}$	$V_{(\text{NO}_x)}$	$V_{\text{возд. (н.у.)}}$	$\varphi_{(\text{NO})}$	$\varphi_{(\text{NO}_2)}$	$\varphi_{(\text{NO}_x)}$	ϵ
моль		дм ³				% (об.)			%

Отметьте в лабораторном журнале, какие автоматические газоанализаторы на оксиды азота используют в производстве; пределы концентраций, определяемых приборами; значение ПДК нитрозных газов в рабочей зоне; влияние оксидов азота на организм человека.

Лабораторная работа №7 **Определение концентрации аммиака** **в аммиачно-воздушной смеси**

Цель работы: Изучить наиболее распространенный лабораторный метод анализа газовых смесей на содержание аммиака. Практически определить содержание аммиака в аммиачно-воздушной смеси.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

1. Соберите лабораторную установку для получения газовой смеси и отбора пробы для анализа (рис. 1). Все краны в системе должны быть закрыты.

Взвесьте на технохимических весах 70 г гранулированного гидроксида калия и поместите в трехгорлую колбу 1, используя воронку для сыпучих веществ. В делительную воронку 2 налейте 100 см^3 насыщенного раствора хлорида аммония. Поглотительные склянки 5 и 6 заполните примерно на $\frac{1}{3}$ объема 20%-м раствором соляной кислоты.

В поглотительную склянку Дрекслея 7 с помощью мерной пипетки поместите 100 см^3 титрованного 0,1н. раствора соляной кислоты и 2–3 капли индикатора метилового оранжевого. Аспиратор 8 заполните водой и *герметично* закройте пробкой.

Испытайте систему получения аммиака, для чего при всех закрытых кранах откройте кран 10.2 и в колбу 1 небольшими порциями добавляйте из делительной воронки 2 насыщенный раствор хлорида аммония. В склянках 5 и 6 наблюдайте пробулькивание выделяющегося газа. Отметьте скорость выделения аммиака по количеству пузырьков, пробулькивающих в склянках за минуту.

2. Для приготовления аммиачно-воздушной смеси откройте кран 10.1, включите компрессор 3 для подачи воздуха в систему и отрегулируйте подачу воздуха краном 10.1 так, чтобы можно было считать пузырьки газа в склянках 5 и 6. Отметьте количество пузырьков газа, пробулькивающих в склянках за минуту. Пропускайте газовую смесь на выхлоп через склянки в течение 2–3 минут для достижения постоянства состава смеси.

Время выдержки используйте для подготовки системы к отбору пробы для анализа на содержание аммиака, для чего при закрытом кране 10.3 откройте кран 10.4 до тех пор, пока не прекратится вытекание воды из аспиратора 8, и не закрывайте до окончания отбора пробы. Воду вылейте в раковину, а пустой цилиндр поставьте для замера объема воды при отборе пробы.

3. Отбор пробы газа на анализ начинают, медленно открывая кран 10.3 при открытом кране 10.4. Скорость подачи газовой

смеси устанавливают кранами 10.3 и 10.2 по количеству пузырьков в минуту в поглотительной склянке Дрекслея 7.

Если работа выполняется по *варианту 1*, сигналом к окончанию отбора пробы является изменение розовой окраски раствора на жёлтую в поглотительной склянке Дрекслея 7. В этот момент кран 10.3 закройте. Кран 10.4 ещё некоторое время должен быть открыт для выравнивания давления внутри аспиратора с атмосферным. Во время отбора пробы замерьте объём воды, вытекшей из аспиратора 8 от момента начала отбора пробы до прекращения её вытекания. После прекращения вытекания воды из аспиратора кран 10.4 закройте.

Если работа выполняется по *варианту 2*, через систему пропускают *определённый объём* аммиачно-воздушной смеси, например 400, 500, 1000 см³ и т. д., и закрывают кран 10.3. Кран 10.4 должен быть открыт до прекращения вытекания воды из аспиратора 8. В этом случае после отбора пробы и измерения объёма пропущенного воздуха содержимое поглотительной склянки сливают в коническую колбу и титруют избыток кислоты 0,1н. раствором NaOH до перехода розовой окраски в желтую. Либо из поглотительной склянки Дрекслея 7 пипеткой отбирают в коническую колбу аликвотную часть раствора, например 25 см³, и также титруют 0,1н. раствором гидроксида натрия до перехода розовой окраски в жёлтую.

Вариант работы определяется преподавателем в задании.

Правило отбора пробы газа: Отбор пробы можно начинать только после того, как при закрытом кране 10.3 и открытом 10.4 полностью прекратится вытекание воды из аспиратора, а заканчивать – также только тогда, когда при закрытом кране 10.3 и открытом кране 10.4 вода из аспиратора перестанет вытекать. По количеству вытекшей воды определяют объём инертной составляющей (воздух) анализируемой газовой смеси.

Полученные экспериментальные результаты занесите в таблицу.

Результаты опыта

№ опы- та	Условия окружа- ющей среды			Объём				Скорость выделе- ния пузырьков	
	P	P(H ₂ O)	t	a ₁	a	b	V _{воды}	x(NH ₃)	x _{см}
	Па		°C	дм ³				пузырьков/мин	
1									
2									

Здесь P и P(H₂O) – атмосферное давление (показания барометра) и давление насыщенного водяного пара при температуре помещения (справочные данные), Па; t – температура в помещении, °C; a₁ – объём 0,1н. раствора NaOH, пошедшего на титрование аликвотной части, дм³; a – объём 0,1н. раствора NaOH, пошедшего на титрование непрореагировавшей кислоты, дм³ (вариант 2); b – объём 0,1н. раствора HCl, налитый в поглотительную склянку Дрекслея, дм³; V_{воды} – объём воды, вытекшей из аспиратора, дм³; x(NH₃) и x_{см} – скорость подачи аммиака и аммиачно-воздушной смеси, соответственно, выраженная количеством пузырьков газа в минуту.

Если выполняли работу по варианту 2 и титровали аликвотную часть раствора, то полученное количество NaOH необходимо пересчитать на весь объём анализируемого раствора HCl.

$$a = \frac{a_1 \cdot C_{\text{NaOH}} \cdot b}{C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{ал}}},$$

где V_{ал} – объём аликвотной части раствора, дм³.

В склянке Дрекслея 7 аммиак взаимодействует с соляной кислотой по уравнению химической реакции



Количество аммиака в аммиачно-воздушной смеси соответствует количеству кислоты, прореагировавшей с аммиаком.

Объём аммиака $V_{(\text{NH}_3)}$ (дм³) в исследуемой газовой смеси рассчитывают, используя закон эквивалентов:

$$n_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} = n_{\text{ЭК}(\text{HCl})};$$

$$V_{(\text{NH}_3)} = V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} \cdot n_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)};$$

$$\text{вариант 1: } n_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} = C_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} \cdot b;$$

$$V_{(\text{NH}_3)} = V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} \cdot C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} \cdot b;$$

$$\text{вариант 2: } n_{\text{ЭК}(\text{HCl})} = C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} \cdot b - C_{\text{ЭК}(\text{NaOH})} \cdot a$$

$$V_{(\text{NH}_3)} = V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} \cdot [C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} \cdot b - C_{\text{ЭК}(\text{NaOH})} \cdot a],$$

где $n_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)}$ – количество вещества эквивалентов аммиака, моль; $V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)}$ – эквивалентный объём аммиака, дм³/моль; $V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} = 22,4$ дм³/моль; $C_{\text{ЭК}(\text{HCl})}$ и $C_{\text{ЭК}(\text{NaOH})}$ – эквивалентная концентрация растворов соляной кислоты и гидроксида натрия, соответственно, моль/дм³; $C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} = C_{\text{ЭК}(\text{NaOH})} = 0,1$ моль/дм³.

Объём воздуха в условиях проведения опыта равен объёму вытекшей из аспиратора воды

$$V_{\text{возд}} = V_{\text{воды}}$$

Так как объём аммиака рассчитан для нормальных условий, объём воздуха также необходимо привести к нормальным условиям

$$V_{\text{возд(н.у.)}} = \frac{V_{\text{возд}} \cdot 273 \cdot (P - P(\text{H}_2\text{O}))}{(t + 273) \cdot 101325}.$$

Объёмную долю аммиака $\varphi_{(\text{NH}_3)}$ в аммиачно-воздушной смеси (% (об.)) определяют по формуле

$$\varphi_{(\text{NH}_3)} = \frac{V_{(\text{NH}_3)}}{V_{(\text{NH}_3)} + V_{\text{возд(н.у.)}}} \cdot 100,$$

где $V_{\text{возд(н.у.)}}$ – объём воздуха в аммиачно-воздушной смеси при нормальных условиях, дм^3 ; $V_{(\text{NH}_3)}$ – вычисленный объём аммиака, дм^3 .

Полученные результаты занесите в таблицу.

Результаты расчёта

№ опыта	$C_{\text{ЭК}}(\text{HCl})$	$C_{\text{ЭК}}(\text{NaOH})$	$V_{\text{возд(н.у.)}}$	$V_{(\text{NH}_3)}$	$\varphi_{(\text{NH}_3)}$
	моль/ дм^3		дм^3		% (об.)
1					
2					

Отметьте в лабораторном журнале, какие автоматические газоанализаторы на аммиак используют в производстве; пределы концентраций, определяемых приборами; значение ПДК аммиака в рабочей зоне; пределы взрываемости аммиачно-воздушной смеси; влияние аммиака на организм человека.

Лабораторная работа №8

Химия и технология хлорида цинка

Цель работы: Изучить процесс приготовления раствора хлорида цинка взаимодействием металлического цинка с хлороводородной кислотой.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

Взвесьте на технохимических весах навеску цинка 50 г. Поместите цинк в делительную воронку, укрепленную на штативе.

В мерном цилиндре ареометром измерьте плотность исходной соляной кислоты. По табличным данным определите массовую долю кислоты в этом растворе. (Зависимостью плотности раствора от температуры можно пренебречь.)

Отмерьте 50 см³ исходной кислоты. Отметьте время начала взаимодействия и приливайте кислоту малыми порциями в течение 25 минут в делительную воронку с цинком.

Что наблюдаете в делительной воронке? Запишите уравнение происходящей реакции.

Примерно через 5 минут после полной загрузки раствора кислоты, то есть через 30 минут от начала реакции начинайте отбор проб на определение плотности получающегося раствора и его кислотности.

Для этого слейте раствор из делительной воронки в колбу на 50 см³, охладите его проточной водой, перелейте в мерный цилиндр и измерьте плотность.

Из этого же раствора пипеткой отберите пробу 1 см³ в колбу ёмкостью 100 см³ для анализа на содержание HCl. Оставшийся раствор слейте обратно в делительную воронку с цинком.

Отбор проб для анализа на содержание в растворе соляной кислоты и определения плотности раствора делайте через каждые 10 минут до постоянных результатов по плотности и кислотности.

Выполнение анализа на содержание HCl: заполните бюретку на 25 см³ 1н. раствором NaOH. К 1 см³ взятой пробы добавьте 50 см³ дистиллированной воды, прибавьте 5 капель индикатора фенолфталеина и оттитруйте раствор щёлочью до появления

устойчивой розовой окраски. Белый осадок основного хлорида цинка, выпадающий в начале титрования, не мешает определению. Результаты анализа занесите в таблицу.

Экспериментальные и расчётные данные

Время, ф, мин	Плотность кислого раствора $ZnCl_2$ ρ , г/см ³	V_{NaOH} , см ³	C_{HCl} , моль/дм ³	β , %
0	$C^{\circ}_{HCl} =$		$C^{\circ}_{HCl} =$	
30				
40				
50				
...				

Эквивалентную концентрацию (моль/дм³) раствора соляной кислоты рассчитайте по формуле

$$C_{HCl} = \frac{C_{NaOH} \cdot V_{NaOH}}{V_{HCl}},$$

где $V_{HCl} = 1 \text{ см}^3$, объём раствора кислоты, взятый на титрование;
 $C_{NaOH} = 1 \text{ моль/дм}^3$, эквивалентная концентрация раствора NaOH;
 V_{NaOH} – объём раствора NaOH, пошедший на титрование пробы, см³.

Степень превращения кислоты (%) рассчитайте по формуле

$$\alpha = \frac{C^{\circ}_{HCl} - C_{HCl}}{C^{\circ}_{HCl}} \cdot 100,$$

где C°_{HCl} – эквивалентная концентрация исходного раствора соляной кислоты, моль/дм³.

Эквивалентную концентрацию (моль/дм³) исходной кислоты рассчитайте, исходя из навески кислоты, плотности и массовой доли, которые приведены в справочной литературе. Расчётные данные занесите в таблицу.

Изменение плотности и кислотности раствора представьте в виде графика. Сделайте соответствующие выводы.

Трилометрическое определение содержания хлорида цинка: после окончания реакции взаимодействия цинка с хлороводородной кислотой (сигналом к окончанию служат постоянные значения плотности и кислотности раствора) необходимо определить концентрацию хлорида цинка в полученном растворе.

В бюксе взвесьте на аналитических весах 10 г полученного раствора. Раствор количественно перенесите в мерную колбу ёмкостью 500 см³, для чего бюкс несколько раз маленькими порциями промойте дистиллированной водой, промывные воды перенесите в мерную колбу с раствором хлорида цинка. Раствор доведите дистиллированной водой до метки.

Приготовленный таким образом раствор точной концентрации перенесите в бюретку для титрования. В данном случае анализируемый раствор по определению аналитической химии будет титрантом.

В коническую колбу ёмкостью 250 см³ отберите пипеткой аликвоту 10 см³ 0,1н. раствора трилона Б, добавьте цилиндром 70–80 см³ дистиллированной воды, 10 см³ аммиачно-буферного раствора и 2–3 капли индикатора кислотного хрома тёмно-синего. В данном случае по определению аналитической химии раствор трилона Б является титруемым раствором.

Затем содержимое колбы оттитруйте из бюретки анализируемым раствором (титрантом) до перехода окраски из синей в малиновую. Титрование производите медленно при непрерывном и энергичном перемешивании раствора. В точке эквивалентности окраска раствора фиолетового оттенка резко переходит в малиновую.

Содержание хлорида цинка (% (масс.)) в растворе рассчитайте по формуле

$$\omega_{\text{ZnCl}_2} = \frac{V_{\text{ал}} \cdot T_{\text{ZnCl}_2} \cdot V_{\text{к}}}{V_{\text{р}} \cdot m} \cdot 100,$$

где $V_{\text{ал}}$ – аликвота 0,1 н. раствора трилона Б, взятого для титрования, см^3 ; T_{ZnCl_2} – титр раствора ZnCl_2 по 0,1 н. раствору трилона Б, $T_{\text{ZnCl}_2} = 0,006814 \text{ г/см}^3$; $V_{\text{к}}$ – объём мерной колбы, $V_{\text{к}} = 500 \text{ см}^3$; $V_{\text{р}}$ – объём анализируемого раствора (титранта), пошедшего на титрование раствора трилона Б, см^3 ; m – масса навески, г.

Обобщив полученные данные, сделайте вывод о степени превращения хлороводородной кислоты и содержании хлорида цинка в полученном растворе.

Лабораторная работа №9

Нитрат аммония: получение и анализ готового продукта

Цель работы: Познакомиться с основными стадиям производства аммиачной селитры и методами контроля готового продукта по ГОСТ 2–85. Получить на лабораторной установке аммиачную селитру. Выполнить анализ готового продукта на определение содержания аммонийного азота формальдегидным методом.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

Для получения аммиачной селитры используется лабораторная установка, схема которой представлена на Рис. 2.

В колбу 4 наливают цилиндром 50 см^3 свежего 25 %-го раствора аммиака и ставят её на водяную баню 3. Температура бани должна быть $60\text{--}70 \text{ }^\circ\text{C}$, что контролируется термометром.

В поглотительную колбу 6 наливают пипеткой 50 см^3 20 %-го раствора азотной кислоты. В колбу 5 заливают 20 %-й раствор щёлочи – для осушки газа. Открывают кран 2, включают компрессор 1 и в течение 60 минут подают воздух. Скорость подачи регулируется равномерным пробулькиванием газа в поглотительных склянках. Выхлопные газы улавливаются в кислотной ловушке 7.

По истечении указанного времени закрывают кран, выключают компрессор и приступают к анализу. Проводят анализ азотной кислоты до и после поглощения ею аммиака. Для анализа бе-

рут пробу пипеткой объёмом 5 см^3 из поглотительной колбы 6 до и после получения аммиачной селитры. Аликвоту переносят в коническую колбу на 100 см^3 и титруют 1н. раствором NaOH в присутствии индикатора метилового красного до перехода окраски из розовой в жёлтую.

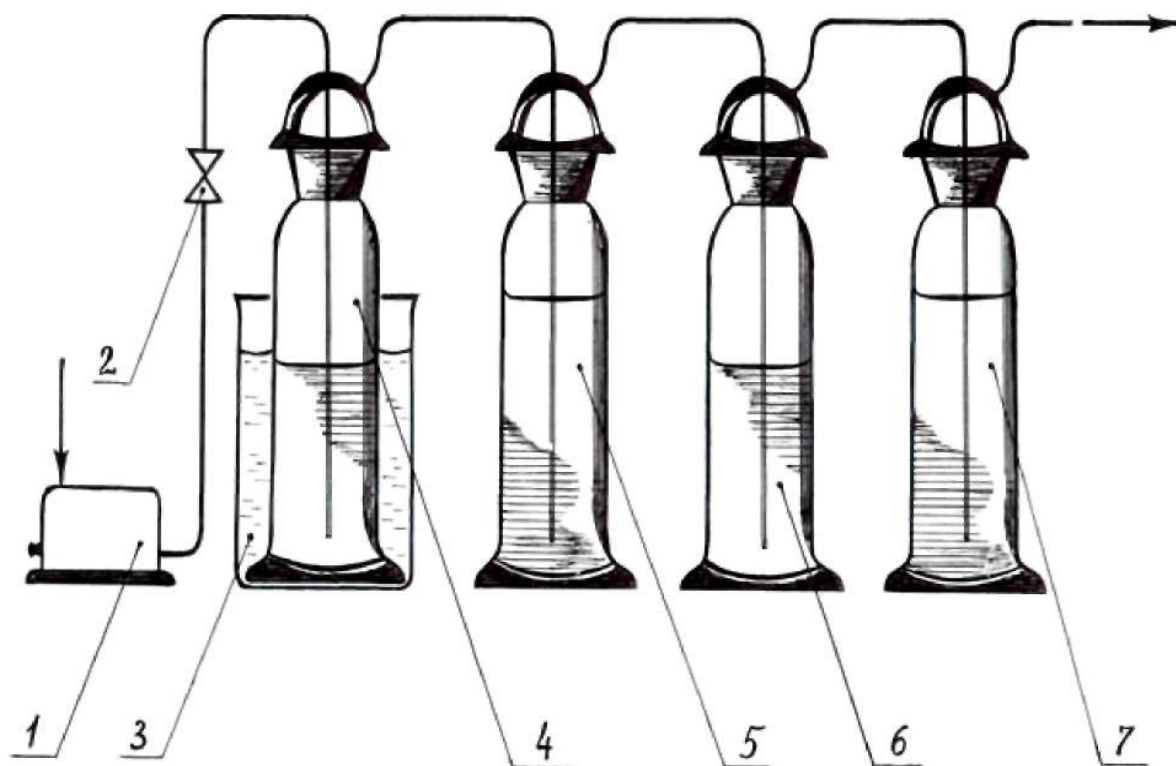


Рис. 2. Схема установки для получения аммиачной селитры
 1 – компрессор; 2 – регулировочный кран; 3 – водяная баня;
 4 – колба с 25 %-м раствором аммиака; 5 – колба с 20 %-м раствором NaOH;
 6 – поглотительная колба с 20 %-м раствором HNO_3 ;
 7 – колба с H_2SO_4 (конц.) для поглощения выхлопных газов

После проведения анализа, маточный раствор из колбы 6 переливают в фарфоровую чашку, ополаскивают колбу дистиллированной водой, и осторожно, на водяной бане, упаривают до образования поверхностной пленки. Далее полученные кристаллы высушивают на воздухе. После чего определяют выход готового продукта.

Обработка результатов:

Содержание азотной кислоты (г/дм³) до и после нейтрализации вычисляют по формуле:

$$C_{\text{HNO}_3} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot 0,063 \cdot 1000}{V_{\text{ал}}},$$

где V_{NaOH} – объём 1н. раствора NaOH, пошедшего на титрование пробы, см³; $V_{\text{ал}}$ – объём аликвоты азотной кислоты, взятой на титрование см³; 0,063 – титр HNO₃ по 1н. раствору NaOH, г/см³.

Количество азотной кислоты, прореагировавшей в результате нейтрализации, определяют по разности концентраций HNO₃ до и после образования аммиачной селитры с учётом количества HNO₃, взятой на образование NH₄NO₃.

Массу прореагировавшей азотной кислоты (г) определяют по формуле

$$m_{\text{HNO}_3}^{\text{эксп}} = \frac{(C_{\text{HNO}_3(1)} - C_{\text{HNO}_3(2)}) \cdot V_{\text{к}}}{1000},$$

где $C_{\text{HNO}_3(1)}$ и $C_{\text{HNO}_3(2)}$ – концентрация HNO₃ до и после нейтрализации соответственно, г/дм³; $V_{\text{к}}$ – объём HNO₃, взятой на образование раствора аммиачной селитры, см³.

Количество нитрата аммония (г) – максимально возможное, которое можно получить в данном процессе в результате нейтрализации, определяют по уравнению, используя формулу

$$m_{\text{NH}_4\text{NO}_3}^{\text{теор}} = \frac{80 \cdot m_{\text{HNO}_3}^{\text{эксп}}}{63},$$

где 80 – молярная масса аммиачной селитры, г/моль; 63 – молярная масса азотной кислоты, г/моль.

Высушенные кристаллы взвешивают на теххимических весах и вычисляют выход продукта, сравнивая полученный результат с теоретическим значением. Делают вывод по работе.

Анализ готового продукта:

В аммиачной селитре азот содержится в аммонийной и нитратной формах, поэтому анализ на содержание азота в NH_4NO_3 проводят по двум составляющим NH_4^+ и NO_3^- . Азот, находящийся в удобрении в виде NH_4^+ , определяют несколькими методами.

Наиболее простой и удобный метод определения аммонийного азота в аммиачной селитре – формальдегидный.

Определение азота по этому методу производится в одну операцию – титрованием. Однако при наличии в нитрате аммония примесей $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ или NH_4Cl или других аммонийных солей они также включаются в определяемое количество азота.

Поэтому, наряду с определением в нитрате аммония аммонийного азота по формальдегидному методу необходимо также установить содержание в нём нитратного или общего азота.

Определение общего количества азота можно осуществить путем восстановления нитрата активными металлами (сплавом Дебарда) или раствором хлорида железа (II).

В данной работе рассмотрено определение аммонийного азота формальдегидным методом.

Определение содержания аммонийного азота формальдегидным методом

Соль $\text{NH}_4\text{NO}_3 \approx 2$ г, взвешивают на аналитических весах, количественно переносят в мерную колбу ёмкостью 250 см^3 , смывая соль через воронку дистиллированной водой, и доводят объём раствора в колбе водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Далее соль оставляют на время, в течение которого проводят нейтрализацию формальдегида.

Раствор 40 %-го формальдегида (формалин) предварительно нейтрализуют для удаления примеси муравьиной кислоты. Для этого цилиндром отбирают 20 см^3 формалина, переносят в коническую колбу ёмкостью 250 см^3 , прибавляют 50 см^3 дистиллированной воды, две капли фенолфталеина и нейтрализуют 0,1н. раствором NaOH до появления слабо-малинового окрашивания.

Из приготовленного ранее раствора соли отбирают пипеткой пробу объёмом 50 см^3 и переносят её в коническую колбу ёмкостью 250 см^3 с нейтрализованным раствором формалина.

Добавляют две капли фенолфталеина и перемешивают в течение двух минут, после чего оттитровывают выделившуюся кислоту 0,5н. раствором NaOH до появления слабо-малиновой окраски.

Обработка результатов:

Содержание NH_4NO_3 в технической пробе (%) рассчитывают по формуле

$$X_{\text{NH}_4\text{NO}_3} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot T_{\text{NH}_4\text{NO}_3} \cdot V_{\text{к}} \cdot 100}{m \cdot V_{\text{ал}}},$$

где V_{NaOH} – объём 0,5н. раствора NaOH, пошедшего на титрование пробы, см^3 ; $V_{\text{ал}}$ – объём аликвоты, см^3 ; $V_{\text{к}}$ – объём приготовленного раствора селитры, см^3 ; $T_{\text{NH}_4\text{NO}_3}$ – титр NH_4NO_3 по 0,5н. раствору NaOH, г/см^3 $T_{\text{NH}_4\text{NO}_3} = 0,04 \text{ г/см}^3$; m – масса аммиачной селитры, г.

Содержание аммонийного азота (%) в NH_4NO_3 вычисляют по формуле

$$X_{\text{NH}_4\text{NO}_3}^{\text{эксп}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{к}} \cdot 14,007 \cdot 100}{m \cdot V_{\text{ал}} \cdot 1000}$$

где N_{NaOH} – эквивалентная концентрация NaOH, моль/дм^3 ; 14,007 – молярная масса эквивалента азота, г/моль .

Полученное значение X_{N} (%) сравнивают с теоретическим. На основе значений $X_{\text{NH}_4\text{NO}_3}$ (%) делают заключение о содержании основного вещества в пробе.

Лабораторная работа №10

Получение гидроксида натрия известковым способом.

Анализ щелоков

Цель работы: Изучить процесс каустификации раствора карбоната натрия известью при получении каустической соды (гидроксида натрия). Освоить методы аналитического контроля

состава жидкостей в производстве гидроксида натрия известковым способом.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

Собирают лабораторную установку, схема которой представлена на рисунке.

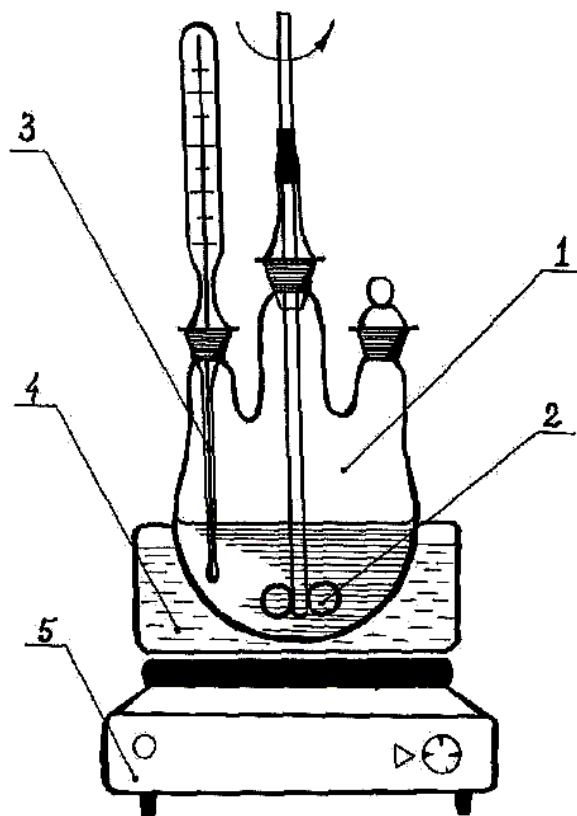


Рис. 3. Схема лабораторной установки
для каустификации раствора карбоната натрия:

1 – гаситель-каустификатор; 2 – механическая мешалка; 3 – термометр;
4 – водяная баня; 5 – электроплитка

Гаситель-каустификатор 1 представляет собой трёхгорлую круглодонную колбу. В центральное горло устанавливают механическую мешалку 2, в одно боковое – термометр 3, в другое – химическую воронку. Каустификатор помещают в водяную баню 4, установленную на электроплитке 5.

Рассчитывают количество карбоната натрия, необходимое для приготовления 10–20 %-го раствора (по заданию преподавателя), взвешивают его на теххимических весах и растворяют в

требуемом количестве воды. В некоторых случаях используют имеющийся в лаборатории 10%-й раствор.

В каустификатор через воронку цилиндром наливают 250–300 см³ приготовленного раствора карбоната натрия, включают обогрев водяной бани и с помощью ЛАТРа устанавливают скорость вращения мешалки около 60 оборотов в минуту.

По уравнениям реакции рассчитывают количество технического оксида кальция, необходимого для каустификации загруженного в реактор количества карбоната натрия. В расчёте принимают содержание основного компонента в техническом оксиде 80 %, для опыта оксид кальция берут в 10%-м избытке. Взвешивают рассчитанное количество оксида кальция.

По достижении заданной преподавателем температуры (50–90 °С) через боковое горло колбы загружают небольшими порциями оксид кальция. Загрузку осуществляют равными порциями через каждые 2–3 минуты.

Отмечают время начала опыта с момента загрузки первой порции оксида кальция. Каустификацию ведут в течение 1,5–2 часов. После загрузки всего количества оксида кальция отбирают пробы суспензии на анализ через каждые 15 минут.

Пробы отбирают через боковое горло колбы пипеткой с широким концом, предварительно выключив мешалку. Пробу суспензии объёмом около 30 см³ переносят на воронку с бумажным фильтром, установленную в конической колбе вместимостью 100 см³.

Фильтрат анализируют на содержание *карбоната и гидроксида натрия*. По истечении указанного времени в системе устанавливается динамическое равновесие, и концентрации компонентов в растворе не меняются.

Рассчитывают степень каустификации α (%), по формуле

$$\alpha = \frac{C_{\text{ЭК}}(\text{NaOH})}{C^{\circ}_{\text{ЭК}}(\text{Na}_2\text{CO}_3)} \cdot 100 ,$$

где $C_{\text{ЭК}}(\text{NaOH})$ – эквивалентная концентрация раствора гидроксида натрия в любой момент времени, моль/дм³;

$C^{\circ}_{\text{ЭК}}(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ – эквивалентная концентрация исходного раствора карбоната натрия до каустификации, моль/дм³.

Результаты опыта оформляют в виде таблицы.

Результаты работы

Время ф, мин	Температура t, °C	Состав раствора Сэк, моль/дм ³		Степень каустифика- ции б, %
		Сэк(NaOH)	Сэк(Na ₂ CO ₃)	
0				
15				
30				
...				

По полученным данным строят график зависимости степени каустификации от продолжительности эксперимента при фиксированной температуре. Делают вывод по работе.

Аналитический контроль:

Определение общей щёлочности

Общую щёлочность определяют титрованием пробы анализируемой жидкости 1н. раствором соляной кислоты в присутствии метилового оранжевого. Для этого отбирают пипеткой 10 см³ отфильтрованного раствора щёлока и переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют цилиндром 50 см³ воды, 2–3 капли метилового оранжевого и титруют 1 н. раствором соляной кислоты до перехода жёлтой окраски в розовую.

Объём раствора соляной кислоты **a** (см³), пошедший на титрование пробы, отвечает общей щёлочности, то есть сумме NaOH и Na₂CO₃.

Определение содержания гидроксида натрия

Предварительно в анализируемой пробе осаждают карбонат-ион, а затем титрованием осаждённой пробы соляной кислотой в присутствии фенолфталеина определяют первоначальное содержание гидроксид-ионов в пробе.

Для определения содержания гидроксида натрия отбирают пипеткой 10 см³ отфильтрованного раствора щёлока и переносят

в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают цилиндром 50 см³ воды и избыток (30–40 см³) 10%-го раствора хлорида бария. После осаждения карбоната бария к пробе добавляют 2–3 капли фенолфталеина и тотчас же титруют 1н. раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Это титрование следует выполнять весьма осторожно, не оставляя надолго раствор на воздухе и не взбалтывая осадок. Объясняется это следующими причинами:

- раствор, содержащий ионы Ba²⁺ и OH⁻, поглощает из воздуха диоксид углерода, в результате чего может уменьшиться определяемое количество гидроксида натрия NaOH;

- осадок карбоната бария BaCO₃ частично реагирует с соляной кислотой. Это взаимодействие несущественно в начале титрования, когда избыточный расход соляной кислоты компенсируется выделением эквивалентного количества гидроксид-ионов за счёт разложения карбоната бария. Однако в конце титрования диоксид углерода может частично улетучиваться из раствора, и взаимодействие карбоната бария с соляной кислотой не компенсируется.

Объём раствора соляной кислоты b (см³), пошедший на титрование пробы, отвечает содержанию в ней гидроксида натрия $X_{(NaOH)}$ (г/дм³):

$$X_{(NaOH)} = \frac{b \cdot T_{(NaOH)} \cdot 1000}{V_{пр}},$$

где $T_{(NaOH)}$ – титр гидроксида натрия по 1н. раствору соляной кислоты, г/см³; $T_{(NaOH)} = 0,040$ г/см³; $V_{пр}$ – объём пробы анализируемого раствора, см³.

Таблица

Результаты работы

№	V(HCl)			Состав раствора			
	см ³			г/дм ³		моль/дм ³	
	a	b	a – b	X(NaOH)	X(Na ₂ CO ₃)	Сэк(NaOH)	Сэк(Na ₂ CO ₃)

Эквивалентную концентрацию гидроксида натрия в анализируемом растворе $C_{\text{ЭК}}(\text{NaOH})$ (моль/дм³) рассчитывают по формуле:

$$C_{\text{ЭК}}(\text{NaOH}) = \frac{b \cdot C_{\text{ЭК}}(\text{HCl})}{V_{\text{пр}}},$$

где $C_{\text{ЭК}}(\text{HCl})$ – эквивалентная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм³; $C_{\text{ЭК}}(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³.

Расчёт содержания карбоната натрия

Содержание карбоната натрия в пробе $X_{(\text{Na}_2\text{CO}_3)}$ (г/дм³) вычисляют по разности общей щёлочности раствора и содержания в нём гидроксида натрия. Расчёт ведут по формуле

$$X_{(\text{Na}_2\text{CO}_3)} = \frac{(a - b) \cdot T_{(\text{Na}_2\text{CO}_3)} \cdot 1000}{V_{\text{пр}}},$$

где $T_{(\text{Na}_2\text{CO}_3)}$ – титр карбоната натрия по 1 н. раствору соляной кислоты, г/см³; $T_{(\text{Na}_2\text{CO}_3)} = 0,053$ г/см³.

Эквивалентную концентрацию карбоната натрия в анализируемом растворе $C_{\text{ЭК}}(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ (моль/дм³) рассчитывают по формуле

$$C_{\text{ЭК}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{(a - b) \cdot C_{\text{ЭК}}(\text{HCl})}{V_{\text{пр}}}.$$

Аналитические и расчётные данные сводят в таблицу и используют для расчёта степени каустификации содового раствора.

Результаты аналитического контроля процесса каустификации раствора карбоната натрия позволяют определить время установления равновесия в системе.

Лабораторная работа №11
Производство кальцинированной соды.
Приготовление и очистка рассола

Цель работы: Приготовить рассол хлорида натрия, соответствующий нормативам по содержанию ионов кальция и магния.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

Приготовление насыщенного раствора (рассола) хлорида натрия

В сухом стакане на технотехимических весах взвесьте около 160 г хлорида натрия. В другой стакан налейте 0,5 дм³ технической (водопроводной) воды и затем из первого стакана небольшими порциями при постоянном перемешивании высыпайте соль в него до образования насыщенного раствора.

Данные по растворимости NaCl в воде

Опытные при t °С				Литературные при t °С		
Содержание NaCl			Плотность, г/см ³	Содержание NaCl		Плотность, г/см ³
н.д.	г/дм ³	% (мас.)		г/дм ³	% (мас.)	

По разности масс взвешенной и оставшейся в стакане соли рассчитайте концентрацию хлорида натрия в приготовленном насыщенном растворе, выразив ее в граммах на кубический дециметр (г/дм³), н.д. и в массовых долях (% мас.).

С помощью ареометра определите плотность полученного раствора. Отметьте температуру раствора, при которой она определялась. Растворимость хлорида натрия в воде при различной температуре смотри в справочной литературе.

Результаты опыта и расчетов сравните с литературными данными и оформите в виде таблицы.

Приготовленный рассол хлорида натрия далее анализируйте на содержание в нем ионов хлора, кальция и магния.

Определение ионов хлора в растворе

Из полученного в предыдущем опыте насыщенного раствора хлорида натрия приготовьте раствор, концентрация которого составляет примерно 0,1 н. Для этого 1 см³ насыщенного раствора ($V_{\text{рас.}}$) перенесите в мерную колбу ($V_{\text{колбы}} = 50 \text{ см}^3$) и добавьте до метки дистиллированной воды. Хорошо перемешайте.

Возьмите аликвотную часть полученного раствора ($V_{\text{ал.}} = 20 \text{ см}^3$), перенесите в коническую колбу для титрования. В колбу добавьте 0,5–1 см³ 5%-ного раствора хромата калия K_2CrO_4 и титруйте при энергичном помешивании 0,1 н. раствором нитрата серебра AgNO_3 до тех пор, пока не появится первое не исчезающее окрашивание суспензии в слабый красно-коричневый цвет, обусловленный присутствием хромата серебра.

Можно ввести поправку на индикатор. Для этого проведите холостой опыт. Поправка не должна быть более 0,03–0,05 см³ 0,1 н. раствора AgNO_3 .

Рассчитайте содержание хлорида натрия (г/дм³, н.д., % мас.) и сравните с результатами первого опыта, представленными в таблице.

Обработка результатов:

Содержание хлорида натрия в насыщенном растворе (X), выраженное различными способами – в г/дм³, н.д. и в массовых долях (% мас.):

$$X_1 = \frac{0,1 \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{колбы}}}{V_{\text{ал.}} \cdot V_{\text{рас.}}} \cdot 58,5 \text{ (г/дм}^3\text{)};$$

$$X_2 = \frac{0,1 \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{колбы}}}{V_{\text{ал.}} \cdot V_{\text{рас.}}} \cdot 20 \text{ (н.д.)};$$

$$X_1 = \frac{0,1 \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{колбы}} \cdot 58,5}{V_{\text{ал.}} \cdot V_{\text{рас.}} \cdot \rho} \cdot 100\% \text{ (% мас.)}$$

где 0,1 – эквивалентная концентрация титрованного раствора аликвоты, дм³; $V_{\text{ал.}}$ – аликвотный объем разбавленного раствора

хлорида натрия, дм^3 ; $V_{\text{колбы}}$ – объем колбы для приготовления разбавленного рас хлорида натрия, дм^3 ; $V_{\text{рас.}}$ – объем анализируемого насыщенного раствора хлорида натрия, дм^3 ; 58,5 – эквивалентная масса хлорида натрия, г/моль; ρ – плотность раствора, полученного в опыте 1, г/ дм^3 .

Определение содержания Ca^{2+} и Mg^{2+} при совместном присутствии в рассоле

Трилонометрическое определение ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} .

Совместное определение ионов Ca^{2+} и Mg^{2+}

Отмерьте пипеткой 100 см^3 анализируемого раствора ($V_{\text{пробы}}$) и перенесите в коническую колбу для титрования, емкостью 250 см^3 . Следует заметить, что количество раствора, которое необходимо брать для титрования, должно быть таким, чтобы общее эквивалентное количество ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} было в пределах 0,025–0,5 моль.

К отобранной пробе добавьте 5 см^3 аммонийной буферной смеси, 7–8 капель раствора индикатора хромогена черного. Индикатор можно добавить с кончика шпателя (20–30 мг) в виде смеси его с хлоридом натрия, после чего перемешать до растворения. Затем оттитруйте подготовленную пробу раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски в синюю (с зеленоватым оттенком).

Перед концом титрования прибавляйте раствор трилона Б медленно по одной капле, при хорошем перемешивании. Добейтесь, чтобы красноватый оттенок совершенно исчез. Если возникает сомнение, следует ли закончить титрование, сделайте отсчет и добавьте еще одну каплю раствора. Если при этом окраска не изменится, титрование еще не закончено.

Отметьте объем трилона Б (V_{T}^{I}), пошедшего на титрование анализируемого раствора.

Определение содержания ионов Ca^{2+}

Содержание ионов кальция также определяется трилонометрически, но с использованием другого индикатора – мурексида.

Отмерьте пипеткой такой же объем анализируемого раствора, как при выполнении предыдущего анализа ($V_{\text{пробы}} = 100 \text{ см}^3$), перенесите его в коническую колбу для титрования емкостью 250 см^3 .

В колбу *добавьте* 5 см^3 20%-ного раствора NaOH, внесите на кончике шпателя 30–40 мг смеси мурексида с хлористым натрием.

И титруйте раствором трилона Б до перехода красной окраски в фиолетовую.

Отметьте объем трилона Б (V_{T}^{II}), пошедшего на титрование анализируемого раствора.

Обработка результатов:

Содержание ионов кальция рассчитайте по формуле

$$m_{\text{Ca}^{2+}} = \frac{\text{Meq.}(\text{Ca}^{2+}) \cdot C_{\text{н Т}} \cdot V_{\text{T}}^{\text{II}}}{V_{\text{пробы}}}, \text{ г/дм}^3$$

Содержание ионов магния рассчитайте по формуле

$$m_{\text{Mg}^{2+}} = \frac{\text{Meq.}(\text{Mg}^{2+}) \cdot C_{\text{н Т}} \cdot (V_{\text{T}}^{\text{I}} - V_{\text{T}}^{\text{II}})}{V_{\text{пробы}}}, \text{ г/дм}^3$$

где $m_{\text{Ca}^{2+}}$ и $m_{\text{Mg}^{2+}}$ – массы ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} соответственно, содержащиеся в 1 дм^3 анализируемого раствора, г;

$\text{Meq.}(\text{Ca}^{2+})$ и $\text{Meq.}(\text{Mg}^{2+})$ – эквивалентные массы ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} , соответственно, г/моль; V_{T}^{I} и V_{T}^{II} – объемы растворов трилона Б, пошедших на титрование проб, взятых для суммарного определения Ca^{2+} и Mg^{2+} и для отдельного определения Ca^{2+} соответственно, дм^3 ; $V_{\text{пробы}}$ – объем пробы исследуемого раствора, дм^3 ; $C_{\text{н Т}}$ – эквивалентная концентрация раствора трилона Б, моль/ дм^3 .

Определение ионов Mg^{2+} методом обратного титрования

К 100 см^3 ($V_{\text{пробы}}$) анализируемого раствора прибавьте 3 капли метилоранжа и добавляйте из бюретки 0,1 н. раствора

HCl до появления оранжевой окраски раствора. Одновременно приготовьте холостую пробу, которую также оттитруйте раствором HCl. Обе колбы нагрейте до кипения для удаления CO₂.

После охлаждения в колбы добавьте по 50 см³ насыщенного раствора гидроксида кальция Ca(OH)₂. Наблюдайте выпадение осадка Mg(OH)₂. Содержимое колб перемешайте и поставьте на водяную баню на 0,5 часа.

Осадок гидроксида магния отфильтруйте над конической колбой для титрования. Осадок промойте, а фильтрат титруйте 0,1 н. раствором HCl в присутствии фенолфталеина, связывая избыток Ca(OH)₂ до появления малинового окрашивания раствора.

Отмерьте объем раствора HCl, пошедшего на титрование пробы и холостого опыта.

Обработка результатов:

Эквивалентная концентрация ионов Mg²⁺ в исследуемом растворе, (моль/дм³)

$$C_{\text{Mg}^{2+}} = \frac{C_{\text{H}}(\text{HCl}) \cdot (V_{\text{HCl}}^{\text{I}} - V_{\text{HCl}}^{\text{II}})}{V_{\text{пробы.}}}$$

где C_н(HCl) – эквивалентная концентрация раствора HCl, равная 0,1 моль/дм³; V_{HCl}^I – объем 0,1 н. раствора HCl, пошедший на титрование холостой пробы, дм³; V_{HCl}^{II} – объем 0,1 н. раствора HCl, пошедший на титрование (г/дм³)

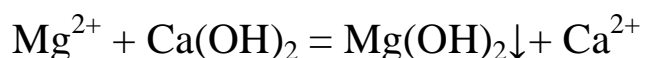
$$m_{\text{Mg}^{2+}} = \text{Meq.}(\text{Mg}^{2+}) \cdot C_{\text{H}}(\text{Mg}^{2+})$$

где Meq.(Mg²⁺) – эквивалентная масса магния, г/моль.

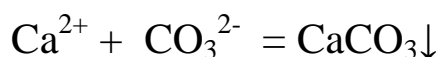
Очистка рассола хлорида натрия от ионов Mg²⁺ и Ca²⁺ известково-содовым методом

Метод очистки растворов известковым молоком и содой называется известково-содовым.

Очистку рассола от ионов Mg^{2+} производят при помощи гидроксида кальция $Ca(OH)_2$ – известкового молока. Взаимодействие веществ происходит по следующей схеме



Для очистки от ионов Ca^{2+} в рассол добавляют раствор карбоната натрия Na_2CO_3 – кальцинированную соду. Взаимодействие веществ происходит по следующей схеме



Образующиеся при очистке рассола гидроксид магния $Mg(OH)_2$ и карбонат кальция $CaCO_3$ практически не растворимые в воде вещества, поэтому выпадают в осадок и удаляются из раствора.

Зная содержание ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} в рассоле и объем рассола, можно рассчитать необходимое количество реактивов-осадителей.

Количество соды, подаваемой на очистку, должно быть достаточным для осаждения солей кальция, содержащихся в сыром рассоле и вводимым с известковым молоком.

Для полноты очистки рассола карбонат натрия вводят в некотором избытке по отношению к рассчитанному количеству, так как растворимость образующихся осадков при избытке Na_2CO_3 еще более уменьшается. Избыток Na_2CO_3 обычно не превышает 0,2–0,3 г/дм³.

Очистку рассола и отстаивание целесообразно проводить при 40–50 °С. При повышенной температуре выпадающие в осадок нерастворимые соединения кальция и магния образуют более крупные кристаллы, благодаря чему отстаивание происходит быстрее.

По результатам анализа, полученным в предыдущем опыте, рассчитайте необходимое для осаждения ионов кальция и магния количество реагентов. Расчет сделайте на определенный объем приготовленного в опыте 1 рассола ($V_{\text{пробы}}$) (как правило, это

объём рассола, оставшийся в стакане после анализа раствора на содержание ионов хлора, кальция и магния).

Для осаждения ионов магния используйте насыщенный раствор гидроксида кальция, содержание Ca(OH)_2 в котором определите из расчета, что в 1 дм³ воды при 20 °С растворяется 1,56 г Ca(OH)_2 . Кроме того, концентрацию насыщенного раствора Ca(OH)_2 можно рассчитать по результатам титрования холостой пробы.

Для осаждения ионов кальция используйте раствор карбоната натрия, содержание Na_2CO_3 в котором определите по табл. 3 «Приложения». Предварительно установите плотность раствора. Все необходимые расчеты представьте в лабораторном журнале.

Отмерьте мерным цилиндром необходимый объем ($V_{\text{пробы}}$) насыщенного раствора хлорида натрия, приготовленного в опыте 1. Перелейте в стакан.

К раствору прибавьте рассчитанное количество растворов, необходимых для осаждения ионов кальция и магния. Учитывайте соотношение концентраций ионов кальция и магния в исследуемом растворе и рекомендации, сделанные ранее. Перемешайте.

Для полноты осаждения рассол подогрейте до 40–50 °С.

Дайте осадку отстояться в течение некоторого времени (1–2 часа).

После этого осветленную жидкость проанализируйте на содержание в ней ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} , как делали в опыте 3.

Очищенные рассолы обычно содержат ионов Ca^{2+} не более 0,02 г/дм³, ионов Mg^{2+} не более 0,007 г/дм³.

Результаты опыта запишите в виде таблицы.

Расход реагентов для очистки рассола

Объем пробы, дм ³	Содержание в пробе, г/дм ³		Масса реагента, г		Объем раствора-осадителя, дм ³	
	Ca^{2+}	Mg^{2+}	Na_2CO_3	Ca(OH)_2	Na_2CO_3	Ca(OH)_2

Результаты анализа

Ионы	Содержание ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} , г/дм ³	
	до очистки	после очистки
Ca^{2+}		
Mg^{2+}		

Результаты опыта сравните с требованиями технологии со-
довых производств. Сделайте выводы.

Лабораторная работа №12 **Подготовка и анализ воздушной извести.**

Цель работы: Подготовить обжигом известь для использо-
вания в технологических процессах, а также определить её тех-
нологические свойства – содержание активной формы и скорость
гашения.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

Обжиг извести

Кусочки строительной воздушной извести, предварительно
раздробленные в ступке до размеров 0,5–1,0 см, помещают в ша-
мотный тигель, который устанавливают в муфельную печь. Тем-
пературу в печи поднимают до 900 °С и выдерживают известь в
течение часа. По истечении указанного срока тигель вынимают
из муфеля, дают немного охладиться, затем содержимое высы-
пают в фарфоровую чашку, где известь окончательно охлаждают.

Отбор средней пробы квартованием

Эта операция имеет большое значение для контроля каче-
ства материалов, так как от неё зависит большее или меньшее со-
ответствие результатов анализа действительному составу анали-
зируемого объекта. При неправильно отобранной средней пробе
самый тщательный и точно выполненный анализ вещества теряет
свою ценность.

Техника отбора средней пробы в отдельных случаях может
быть совершенно различной. Для каждого типа анализируемого

материала существуют специальные инструкции по проведению этой ответственной операции, которые приводятся в руководствах по техническому анализу.

Общий принцип отбора средней пробы заключается в следующем: *средняя проба должна состояться из возможно большего числа порций вещества, взятых из разных мест исследуемой партии.*

Это объясняется тем, что материал, с которым имеют дело, неоднороден и в различных своих частях, кусках и крупинках он может в пределах данной партии очень различаться по составу. Очевидно, чем больше число порций данного вещества, отобранных из разных его кусков или частей, берут для составления средней пробы, тем больше будет вероятность того, что все случайные отклонения от среднего в ту или иную сторону компенсируют друг друга, и состав взятой пробы приблизится к среднему составу анализируемого материала.

Полученная таким образом *первичная средняя проба* еще не пригодна для непосредственного анализа, так как она слишком велика и очень неоднородна. Поэтому её в дальнейшем подвергают *измельчению* (в результате чего увеличивается однородность материала) и далее обрабатывают.

Один из часто применяемых приемов называется *квартованием*. Он заключается в следующем: куски отобранной, как описано выше, первичной средней пробы сначала измельчают примерно до размеров грецкого ореха, перемешивают и раскладывают ровным слоем так, чтобы получился *квадрат*; последний делят диагоналями на четыре треугольника, причём содержимое двух противоположных треугольников отбрасывают, а двух других соединяют вместе, после чего подвергают дальнейшему измельчению.

Полученный при этом значительно более однородный материал снова подвергают квартованию и измельчению. Квартование и измельчение проводят несколько раз.

Последний раз пробу тщательно измельчают. Из полученного таким образом весьма однородного материала берут в дальнейшем навески для анализа.

Отбирают квартованием параллельно две средних пробы примерно по 15 г каждая: одну пробу – из исходной (или товарной) строительной извести; другую – из обработанной обжигом.

Каждую пробу, измельченную ранее в ступке до тонкого порошка, используют далее в следующих опытах.

Определение содержания активной формы СаО в извести

Проводят два параллельных опыта: один с товарной известью, другой с обожженной известью.

Из каждой пробы, приготовленной в предыдущем опыте, берут на аналитических весах навеску примерно по 0,75 г.

Навеску помещают в коническую колбу ёмкостью 300–400 см³ и вливают в неё 150 см³ предварительно прокипяченной дистиллированной воды. Колбу накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 10 мин на электроплитке.

Дают колбе остыть, добавляют 2 капли фенолфталеина и титруют 1н. раствором НСl. Титрование заканчивают, если после 5-минутной выдержки окрашивание не появляется вновь. Кислоту следует приливать по каплям и медленно.

Массовая доля активной формы СаО в образце, % (масс.):

$$\omega = \frac{V_{(\text{HCl})} \cdot C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} \cdot M_{\text{ЭК}(\text{CaO})}}{1000 \cdot m} \cdot 100,$$

где m – навеска извести, г; $V_{(\text{HCl})}$ – объём 1н. раствора хлороводородной кислоты, пошедшей на титрование, см³; $C_{\text{ЭК}(\text{HCl})}$ – эквивалентная концентрация раствора НСl, моль/дм³; $M_{\text{ЭК}(\text{CaO})}$ – молярная масса эквивалента СаО, г/моль.

В выводе делают заключение о целесообразности обжига воздушной извести перед использованием её в технологических целях.

Определение скорости гашения извести

Выполняют два параллельных опыта: один с товарной известью, другой – с обожжённой известью. Опыт проводят в упрощённом калориметре (см. рис. 6), который состоит из двух стака-

нов: наружного 1 вместимостью 500 см³ и внутреннего 2 вместимостью 250 см³. Внутренний (реакционный) стакан помещают на подставку 3 из органического стекла или пробки. Сверху реакционный стакан 2 закрывают крышкой 4 из оргстекла с отверстием для термометра.

Во внутренний стакан наливают 20 см³ воды, температура которой 20 °С. На технохимических весах берут навеску в 10 г приготовленной квартованием извести и помещают её во внутренний стакан, куда заранее налита вода. Стакан закрывают крышкой, в отверстие которой вставлен термометр 5. Суспензию взбалтывают и оставляют стоять.

Через каждые 30 секунд отмечают температуру гасящейся извести до тех пор, пока не будет достигнута максимальная. Результаты опыта записывают в журнал. За скорость гашения принимают время от момента введения навески извести в стакан до момента достижения максимальной температуры.

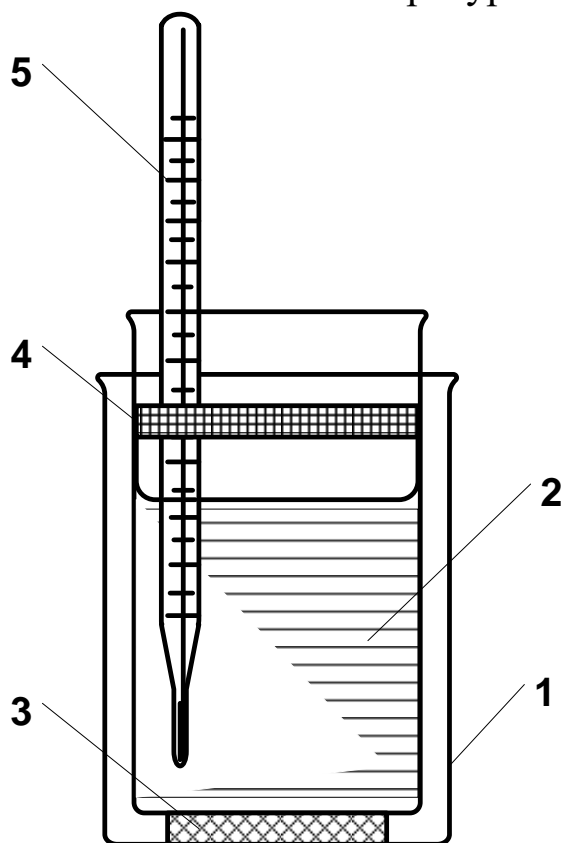


Рис. 4. Калориметр:

1 – наружный стакан; 2 – внутренний стакан (реакционный);
3 – подставка; 4 – крышка; 5 – термометр

В выводе делают заключение о зависимости скорости гашения от содержания активной формы CaO в образце.

Лабораторная работа №13

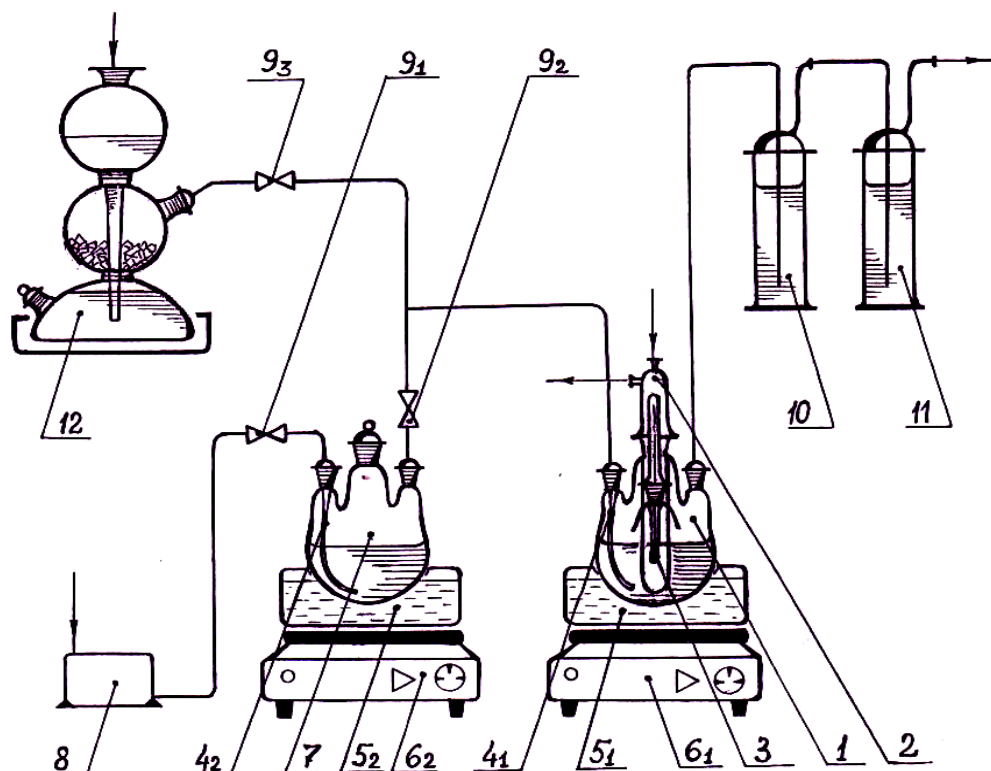
Производство кальцинированной соды.

Карбонизация солевого рассола. Аналитический контроль

Цель работы: изучить процесс карбонизации аммиачно-солевого раствора производства кальцинированной соды по аммиачному методу.

Порядок выполнения работы и форма отчета:

Получение аммонизированного раствора. Процесс аммонизации заключается в абсорбции аммиака насыщенным раствором хлорида натрия. Его осуществляют на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 5.



В абсорбер 1, представляющий собой четырёхгорлую круглодонную колбу, цилиндром наливают 250 см^3 насыщенного рас-

твора хлорида натрия, содержащего 305–310 г/дм³ NaCl. В центральное горло колбы устанавливают погружной пальчиковый холодильник **2**, в боковые – термометр **3** и барботёр **4₁**. Абсорбер помещают в водяную баню **5₁**, установленную на электроплитке **6₁**. Баню заполняют холодной водой, в холодильник пускают охлаждающую воду.

Аммиак подают в абсорбер **1** из испарителя аммиака **7**, представляющего собой трёхгорлую колбу с барботёром **4₂**, установленную на водяной бане **5₂** и электроплитке **6₂**. Предварительно в испаритель наливают 150–200 см³ водного раствора аммиака и герметично закрывают пробкой. Баню **5₂** заполняют водой и включают обогрев. Температуру бани поддерживают не выше 80 °С, так как при более высокой температуре помимо десорбции аммиака происходит интенсивное испарение воды. Нагнетание аммиачно-воздушной смеси в абсорбер производят компрессором **8**, скорость подачи аммиака регулируют кранами **9₁** и **9₂** таким образом, чтобы в поглотительной склянке Дрекслея **10**, заполненной раствором HCl, наблюдалось пробулькивание газа.

Рис. 5. Схема установки для получения гидрокарбоната натрия:

1 – абсорбер; 2 – погружной холодильник; 3 – термометр; 4₁–4₂ – барботёры; 5₁–5₂ – водяные бани; 6₁–6₂ – электроплитки; 7 – испаритель аммиака; 8 – компрессор; 9₁–9₃ – регулировочные краны; 10–11 – поглотительные склянки Дрекслея; 12 – аппарат Киппа

Аммонизацию раствора ведут при температуре 25–30 °С, каждые 30 минут отбирая пробы на анализ (прямой титр) через отверстие для термометра. При получении раствора, имеющего прямой титр близкий к максимальному значению 98–104 н. д., аммонизацию прекращают. Из-за недостатка времени на практике аммонизацию можно закончить при значении прямого титра 60–80 н. д. Раствор (по заданию преподавателя) анализируют на содержание хлора. Нормой считается содержание хлорид-ионов 85–88 н. д.

Процесс карбонизации заключается в насыщении аммонизированного раствора диоксидом углерода. Его осуществляют на той же лабораторной установке (см. рисунок), отключив из си-

стемы испаритель аммиака **7** и заменив его аппаратом Киппа **12**. Абсорбер **1**, выполнявший роль аммонизатора на первой стадии, на второй стадии становится карбонизатором.

В абсорбер **1** через барботёр **4₁** пропускают диоксид углерода, получаемый в аппарате Киппа взаимодействием соляной кислоты с мрамором. Скорость подачи диоксида углерода регулируют краном **9₃** таким образом, чтобы в поглотительной склянке Дрекслея **11**, заполненной раствором NaOH, наблюдалось пробуккивание газа.

Температуру раствора поддерживают в пределах (30–50) °С, для чего отключают погружной холодильник **2**, перекрыв воду, вынимают его из абсорбера, а затем включают обогрев водяной бани **5₁** с помощью электроплитки **6₁**. По заданию преподавателя температуру в абсорбере поддерживают постоянной (около 30 °С) либо изменяют в течение опыта в соответствии с условиями работы производственной карбонизационной колонны: первые три часа поддерживают температуру около 50 °С, затем постепенно снижают её до 25–30 °С.

Отбор проб жидкости на анализ производят через отверстие для термометра каждые 30 минут, определяя прямой и общий титры и вычисляя содержание связанного аммиака. По окончании карбонизации раствор анализируют на содержание диоксида углерода и хлорид-ионов. Карбонизацию ведут либо в течение заданного периода времени, либо до достижения показателей, принятых на производстве: прямой титр – 25 н. д., общий титр – 96 н. д., содержание диоксида углерода – 35 н. д.

По окончании карбонизации осадок гидрокарбоната натрия отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают насыщенным раствором гидрокарбоната натрия, а затем спиртом для удаления влаги, сушат на воздухе до постоянной массы. Полученный продукт взвешивают и сдают лаборанту.

Обработка результатов. На основании аналитических данных рассчитывают прямой и общий титры, содержание связанного аммиака, хлора и диоксида углерода в растворе и заполняют таблицу.

По результатам аналитического контроля определяют технологические показатели процесса карбонизации:

выход продукта (η);

степень карбонизации (α_{CO_2});

коэффициент утилизации хлорида натрия (K_{NaCl});

коэффициент утилизации аммиака (K_{NH_3}).

Выход гидрокарбоната натрия η (%) рассчитывают по формуле

$$\eta = \frac{m_{\text{NaHCO}_3(\text{практ.})}}{m_{\text{NaHCO}_3(\text{теор.})}}$$

Теоретическое значение массы гидрокарбоната натрия вычисляют по уравнению реакции, считая по массе NaCl в исходном растворе.

Результаты аналитического контроля

Время, τ , мин	Состав раствора									
	$T_{\text{NH}_3(\text{пр.})}$		$T_{\text{NH}_3(\text{связ.})}$		$T_{\text{NH}_3(\text{общ.})}$		X_{Cl}		X_{CO_2}	
	г/дм ³	н. д.	г/дм ³	н. д.	г/дм ³	н. д.	г/дм ³	н. д.	г/дм ³	н. д.
0										
30										
60										
...										

Степень карбонизации раствора α_{CO_2} (%) вычисляют как отношение содержания диоксида углерода в карбонизированном растворе X_{CO_2} (н. д.) к его общей щёлочности (прямой титр) $T_{\text{NH}_3(\text{пр.})}$ (н. д.):

$$\alpha_{\text{CO}_2} = \frac{X_{\text{CO}_2}}{T_{\text{NH}_3(\text{пр.})}} \cdot 100$$

Коэффициенты утилизации хлорида натрия K_{NaCl} и аммиака K_{NH_3} (%) определяют по данным анализа на содержание хлорид-ионов, связанного аммиака и общего содержания аммиака (общий титр) (н. д.) по формулам:

$$K_{\text{NaCl}} = \frac{[\text{Cl}^-] - [\text{Na}^+]}{[\text{Cl}^-]} \cdot 100 = \frac{T_{\text{NH}_3(\text{связ.})}}{X_{\text{Cl}}} \cdot 100;$$

$$K_{\text{NH}_3} = \frac{[\text{NH}_4^+] - [\text{HCO}_3^-]}{[\text{NH}_4^+]} \cdot 100 = \frac{T_{\text{NH}_3(\text{связ.})}}{T_{\text{NH}_3(\text{общ.})}} \cdot 100$$

Величины K_{NaCl} и K_{NH_3} соответствуют степени превращения хлорида натрия и гидрокарбоната аммония в гидрокарбонат натрия. Аналитические и расчётные данные заносят в таблицу.

Технологические показатели процесса карбонизации

Время, τ, мин	Состав раствора, н. д.				Показатель, %			
	T_{NH_3} (пр.)	T_{NH_3} (связ.)	T_{NH_3} (общ.)	X_{CO_2}	α_{CO_2}	K_{NaCl}	K_{NH_3}	η
0								
30								
60								
...								
Норма	25		96	35				

Анализируют изменение во времени прямого титра, связанного аммиака и содержания диоксида углерода в растворе. Динамику их изменения представляют графически. Делают вывод по работе.

Список рекомендуемой литературы

Основная литература

1. Химическая технология неорганических веществ : учебное пособие / Т. Г. Ахметов, В. М. Бусыгин, Л. Г. Гайсин, Р. Т. Ахметова ; под редакцией Т. Г. Ахметова. – 2-е изд., стер. – Санкт-Петербург : Лань, 2019. – 452 с. – ISBN 978-5-8114-3882-2. – Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. – URL:

<https://e.lanbook.com/book/119611> (дата обращения: 20.02.2025). – Режим доступа: для авториз. пользователей.

2. Шевченко, Т. М. Химическая технология неорганических веществ. Основные производства : текст лекций : учебное пособие для студентов вузов, обучающихся по направлению «Химическая технология» / Т. М. Шевченко, А. В. Тихомирова ; Кузбасский государственный технический университет им. Т. Ф. Горбачева, Кафедра химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов. – Кемерово : КузГТУ, 2013. – 194 с. – Текст : непосредственный.

Дополнительная литература

1. Шевченко, Т. М. Сборник задач и упражнений по химической технологии веществ и материалов : учебное пособие для студентов, изучающих дисциплину «Химическая технология веществ и материалов» / Т. М. Шевченко, А. В. Тихомирова ; Кузбасский государственный технический университет им. Т. Ф. Горбачева, Кафедра химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов. – Кемерово : КузГТУ, 2015. – 88 с. – URL: <http://library.kuzstu.ru/meto.php?n=91335&type=utchposob:common>. – Текст : непосредственный + электронный.

2. Ильин, А. П. Производство азотной кислоты : учебное пособие [для студентов направления подготовки «Химическая технология»] / А. П. Ильин, А. В. Кунин. – 2-е изд., испр. – Санкт-Петербург : Лань, 2013. – 256 с. – (Учебники для вузов. Специальная литература). – Текст : непосредственный.

3. Солодова, Н. Л. Химическая технология переработки нефти и газа / Н. Л. Солодова, Д. А. Халикова ; Казанский национальный исследовательский технологический университет. – Казань : Казанский национальный исследовательский технологический университет (КНИТУ), 2012. – 122 с. – 1634260234 16 ISBN 9785788212203. – URL: http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=258408 (дата обращения: 20.02.2025). – Текст : электронный.

4. Брянкин, К. В. Общая химическая технология / К. В. Брянкин, А. И. Леонтьева, В. С. Орехов ; Тамбовский государственный технический университет. – Тамбов : Тамбовский государственный технический университет (ТГТУ), 2012. – 172 с. – URL:

http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=277912 (дата обращения: 20.02.2025). – Текст : электронный.

5. Химическая технология серы : учебное пособие / Р. Т. Порфирьева, Т. Г. Ахметов, А. И. Хацринов, Л. Т. Ахметова. – Казань : КНИТУ, 2009. – 74 с. – Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. – URL: <https://e.lanbook.com/book/13357> (дата обращения: 20.02.2025). – Режим доступа: для авториз. пользователей.

6. Бесков, В. С. Общая химическая технология : учебник для вузов / В. С. Бесков. – Москва : Академкнига, 2005. – 452 с. – (Учебник для вузов). – Текст : непосредственный.

7. Кузнецова, И. М. Общая химическая технология. Материальный баланс химико-технологического процесса : учебное пособие для студентов вузов, [магистров], обучающихся по направлению «Химическая технология и биотехнология» и химико-технологическим направлениям подготовки дипломированных специалистов / И. М. Кузнецова, Х. Э. Харлампиди, Н. Н. Батыршин. – Москва : Логос, 2007. – 264 с. – (Новая студенческая библиотека). – Текст : непосредственный.

8. Химическая технология : в 2 т. : учеб. пособие для вузов / Р. С. Соколов. – Т. 1: Химическое производство в антропогенной деятельности. Основные вопросы химической технологии. Производство неорганических веществ. – Москва : ВЛАДОС, 2000. – 368 с. – (Учебное пособие для вузов). – Текст : непосредственный.

9. Химическая технология : учебное пособие для вузов / Р. С. Соколов. – Т. 2: Металлургические процессы. Переработка химического топлива. Производство органических веществ и полимерных материалов. – Москва : ВЛАДОС, 2000. – 448 с. – (Учебное пособие для вузов). – Текст : непосредственный.

10. Химическая технология неорганических веществ: в 2 кн : учебное пособие для вузов по специальности «Хим. технология неорган. веществ» / под ред. Т. Г. Ахметова. – Москва : Высшая школа, 2002. – 688 с. – Текст : непосредственный.

11. Химическая технология неорганических веществ : в 2 кн.: учебное пособие для вузов по специальности «Хим. технология неорган. Веществ» / под ред. Т. Г. Ахметова. – Москва : Высшая школа, 2002. – 533 с. – Текст : непосредственный.

12. Гарифзянова, Г. Г. Производство синтез-газа и продуктов на его основе : учебное пособие / Г. Г. Гарифзянова. – Казань : КНИТУ, 2007. – 80 с. – Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. – URL: <https://e.lanbook.com/book/13323> (дата обращения: 20.02.2025). – Режим доступа: для авториз. пользователей.

13. Козадерова, О. А. Технология минеральных удобрений / О. А. Козадерова, С. И. Нифталиев ; Воронежский государственный университет инженерных технологий; Научный редактор: С. И. Нифталиев. – Воронеж : Воронежский государственный университет инженерных технологий, 2014. – 185 с. – ISBN 9785000320709. – URL: http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=336022 (дата обращения: 20.02.2025). – Текст : электронный.

14. Свойства, получение и применение минеральных удобрений : учебное пособие для бакалавров, обучающихся по направлениям 110400 «Агрономия» и 110100 «Агрохимия и агропочвоведение» / Б. А. Дмитриевский [и др.]. – Санкт-Петербург : Проспект Науки, 2013. – 326 с. – Текст : непосредственный.

15. Химическая технология неорганических веществ : в 2 кн.: учебное пособие для вузов по специальности «Химическая технология неорганических веществ» / под ред. Т. Г. Ахметова. – Кн. 1. – 2е изд., стер. – Санкт-Петербург : Лань, 2016. – 688 с. – (Учебники для вузов. Специальная литература). – Текст : непосредственный.

16. Химическая технология неорганических веществ : в 2 кн : учебное пособие для вузов по специальности «Химическая технология неорганических веществ» / под ред. Т. Г. Ахметова. – Кн. 2. – 2-е изд., стер. – Санкт-Петербург : Лань, 2017. – 536 с. – (Учебники для вузов. Специальная литература). – Текст : непосредственный.