

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

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ В ПРОИЗВОДСТВЕ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

Методические указания к лабораторным работам
по дисциплине «**Новые технологии производства материалов
и продуктов**» для студентов всех форм обучения

Составитель В. Э. Суровая

Утверждены на заседании кафедры
Протокол № 5 от 17.11.2017
Рекомендованы к печати
учебно-методической комиссией
направления 18.03.01
Протокол № 4 от 29.11.2017
Электронная копия находится
в библиотеке КузГТУ

Кемерово 2017

ВВЕДЕНИЕ

Цель лабораторных работ по дисциплине «Новые технологии производства материалов и продуктов» – закрепление теоретического материала, проведение и анализ определенных исследований в рамках предложенной тематики.

Лабораторные работы стимулируют познавательный интерес студентов, развивая как интеллектуальные умения и навыки, так и практические.

В процессе выполнения лабораторных работ изучаются физико-химические методы анализа неорганических веществ, выявляются отклонения экспериментальных и теоретических результатов и их причины, даются рекомендации по принятию соответствующих решений, проводится анализ полученных результатов.

В результате изучения дисциплины «Новые технологии производства материалов и продуктов» формируется современное мировоззрение в области технологии, развивается у студентов творческое мышление для решения практических задач.

Текущий контроль проводится на 5, 9, 13 и 17 неделях семестра в виде опроса по контрольным вопросам к лабораторным работам и проверке отчетов по лабораторным работам.

ПЛАН ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

№ п/п	Наименование работы
8 семестр (очная форма) / 9 семестр (заочная форма)	
1	Определение массовой доли остатка после прокаливания
2	Определение массовой доли хлористых соединений
3	Определение массовой доли железа в серной кислоте
4	Определение массовой доли моногидрата
5	Определение прозрачности и цвета серной кислоты
6	Определение массовой доли оксидов азота в серной кислоте

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Приступая к изучению дисциплины, студенту необходимо внимательно ознакомиться с тематическим планом занятий, списком рекомендованной литературы. Следует уяснить последовательность выполнения и оформления лабораторных работ.

При подготовке к лабораторным занятиям студент в обязательном порядке изучает теоретический материал в соответствии с методическими указаниями к лабораторным занятиям.

Для выполнения лабораторных работ студенты объединяются в бригады по два человека; состав бригады сохраняется на все время выполнения практикума. Если нет специальных указаний преподавателя, опыты должны проводиться в точном соответствии с их описанием.

По окончании каждого занятия, перед уходом из лаборатории, студент должен привести в порядок свое рабочее место и предъявить преподавателю результаты работы, позволяющие судить о качестве ее выполнения.

Отчеты по лабораторным работам составляются каждым студентом индивидуально в последовательности, приведенной в данных методических указаниях с обязательным представлением и обсуждением результатов выполнения лабораторной работы в обработанном виде (таблицы, графики, рисунки, схемы и т.д.) и выводов. Затем отчеты по каждой лабораторной работе собираются в общий отчет по теме в соответствии с перечнем лабораторных работ.

По результатам работы предложены контрольные вопросы, на которые студенты должны ответить. Защита лабораторной работы проводится по результатам после её выполнения по предложенным вопросам.

Требования к отчету по лабораторным работам.

На обложке лабораторного журнала должна быть записана фамилия студента и номер группы. Запись в журнале начинается с указания номера и названия лабораторной работы, а также даты ее выполнения. Записи должны быть краткими и четкими. Отчет представляется в бумажном виде.

Отчет должен содержать:

1. Название работы.
2. Цель лабораторной работы.
3. Запись данных опыта.
4. Уравнения протекающих химических реакций.
5. Основные расчетные формулы.
6. Графики, таблицы (если требуется по заданию).
7. Наблюдения и выводы.

Лабораторная работа № 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОСТАТКА ПОСЛЕ ПРОКАЛИВАНИЯ

Цель работы: приобрести навыки в контроле качества продукционной серной кислоты и олеума.

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Серная кислота является одним из основных продуктов химической промышленности. Высокая химическая активность и относительно небольшая стоимость ее производства определяют широчайшее применение H_2SO_4 почти во всех промышленных отраслях: нефтяной, металлургической, металлообрабатывающей, текстильной, кожевенной и других отраслях производства, используется при получении минеральных удобрений, кислот и солей, пластических масс и для многих других целей.

Сырьевая база производства серной кислоты – это серосодержащие соединения, из которых с помощью обжига можно получить диоксид серы. Около 80 % серной кислоты получают из природной серы. Иногда в качестве сырья используют отходящие газы цветной металлургии, получаемые при обжиге сульфидов цветных металлов и содержащие диоксид серы, а в некоторых производствах применяют сероводород, образуемый при сероочистке в нефтепереработке. Производят серную кислоту двумя способами: контактным и нитрозным (башенным). Благодаря усовершенствованию контактного способа производства, себестоимость более чистой и высококонцентрированной контактной серной кислоты выше, чем башенной (нитрозной).

В химии серной кислотой называют соединение триоксида серы с водой (H_2SO_4 , или $\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), а в технике под серной кислотой подразумевают любые смеси SO_3 с водой с мольным соотношением $\text{H}_2\text{O}:\text{SO}_3$ больше 1. Смеси, в которых это отношение меньше 1, называют олеумом, или дымящей серной кислотой.

Серная кислота одна из самых сильных кислот. Концентрированная серная кислота проявляет окислительные свойства за счет понижения степени окисления серы. Разбавленная серная кислота может окислять только активные металлы за счет восстановления иона водорода.

В соответствии с потребностью серную кислоту разливают и перевозят в различной специальной таре. На дальние расстояния её перевозят в железнодорожных цистернах грузоподъемностью до 50–75 т. Небольшие партии для местных потребителей перевозят автоцистернами, а так же в контейнерах, стальных бочках (100–250 л) и в стеклянных бутылках (емкостью 30–40 л), аккумуляторную и кислоту реактивной квалификации разливают также в стеклянные бутылки емкостью до 1 л.

Крупнейшим производителям серной кислоты в России являются: Аммофос, Балаковские минеральные удобрения, Воскресенские минеральные удобрения, ПГ «Фосфорит», ЕвроХим–Белореченские Минудобрения, Среднеуральский медеплавильный завод, Рязанская нефтеперерабатывающая компания, Азот, Бийский олеумный завод, Челябинский цинковый завод, Медногорский медно-серный комбинат, Горно-химическая компания «Бор» и др.

Большие масштабы производства серной кислоты (около 170–173 млн. т в год) особенно остро ставят проблему его совершенствования.

За последние пять лет прирост производства составил около 9 %. Лидирующее место в производстве серной кислоты принадлежит США и Китаю, на их долю приходится по 18 % мирового производства в целом. Далее следуют Марокко и Россия примерно с одинаковым объемом выпуска – 8,4–8,7 млн. т и соответствующим удельным весом в 5 %. В России производство серной кислоты за последние пять лет увеличилось на 22 %. Объем мировой торговли серной кислотой невелик и составляет порядка 6 % от произведенного продукта.

С расширением потребности в серной кислоте в ряде производств быстро повышается спрос на улучшенные ее сорта, возрастают требования к допустимому содержанию примесей, особенно в отношении содержания остатка после прокаливания, железа, оксидов азота, мышьяка, селена, металлов II группы.

В зависимости от особенностей получаемых продуктов к товарной серной кислоте предъявляют разные требования в отношении ее концентрации и допустимого содержания примесей. Важно также, чтобы концентрация серной кислоты по возможности соответствовала низким температурам замерзания кислоты.

В связи с дифференциацией требований к качеству серной кислоты, кроме технической контактной кислоты I и II сорта, выпускаются два сорта улучшенной кислоты высшего и I сорта (см. табл. П. 1). Олеум также выпускается нескольких сортов: технический и улучшенный высшего и I сорта. Соответствие серной кислоты и олеума нормам по качеству определяется в настоящее время ГОСТ 2184–2013.

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на выпаривании пробы серной кислоты или олеума и прокаливании остатка до постоянной массы.

1. ОБОРУДОВАНИЕ

Печь муфельная для аналитических работ, электрическая плитка или песчаная баня, чашки фарфоровые выпарительные или тигли, эксикатор, весы аналитические, пипетки вместимостью 5 см³.

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Предварительно прокаленную фарфоровую чашку или тигель взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

Анализируемую серную кислоту или олеум тщательно перемешивают, пипеткой отмеряют пробу объемом 5 см³, переносят в фарфоровую чашку и взвешивают на аналитических весах. По-

сле этого навеску кислоты выпаривают досуха на электрической плитке или песчаной бане, а затем прокаливают в муфельной печи в течение 30 мин при 800–850 °С. Чашку с прокаленным остатком охлаждают сначала на асбестовой сетке, затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю прокаленного остатка (ω_0) в процентах вычисляют по формуле

$$\omega_0 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 – масса прокаленного остатка, г; m – навеска серной кислоты или олеума, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,007 %.

Контрольные вопросы:

1. Какие требования предъявляют к товарной серной кислоте?
2. Где применяют серную кислоту?
3. Какова концентрация товарной серной кислоты высшего сорта?
4. В чем сущность метода определения остатка после прокаливания в серной кислоте?
5. Какое оборудование необходимо для определения остатка после прокаливания в серной кислоте?
6. Как рассчитывается массовая доля остатка после прокаливания в серной кислоте?

Лабораторная работа № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРИСТЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Цель работы: приобрести навыки в контроле качества производственной серной кислоты и олеума.

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на визуальном определении хлористых соединений в виде хлорида серебра при сравнении интенсивности помутнения анализируемой кислоты со шкалой стандартов или растворами сравнения.

1. ПРИБОРЫ И РЕАКТИВЫ

Оборудование: колбы мерные вместимостью 100 см^3 , пипетки мерные вместимостью 1, 2 и 10 см^3 , цилиндр мерный объемом 50 см^3 , цилиндры мерные с притертыми пробками объемом 100 см^3 .

Реактивы: хлорид натрия NaCl (крист.), кислота азотная HNO_3 (1:10) нитрат серебра AgNO_3 (0,1 н.), вода дистиллированная (дважды перегнанная).

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

На аналитических весах взвешивают навеску хлорида натрия, необходимую для приготовления 100 см^3 раствора, содержащего 1 мг хлорид-ионов в 1 см^3 . Навеску количественно переносят в мерную колбу емкостью 100 см^3 , растворяют в воде и доводят водой до метки. Получают раствор А, содержащий $1 \text{ мг Cl} / \text{см}^3$.

Из раствора А пипеткой отбирают 1 см^3 раствора и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают. Получают раствор Б, содержащий $0,01 \text{ мг Cl} / \text{см}^3$.

Для анализа улучшенной серной кислоты I и высшего сорта в два цилиндра с притертыми пробками объемом 100 см^3 наливают по 50 см^3 воды, 2 см^3 раствора азотной кислоты и 2 см^3 $0,1 \text{ н.}$ раствора нитрата серебра. В первый цилиндр пипеткой добавляют 2 см^3 , а во второй – 10 см^3 раствора Б, после чего объемы растворов доводят водой до 100 см^3 . Получают растворы сравнения Б–1 и Б–2, содержащие $0,0002$ и $0,0010 \text{ мг Cl / см}^3$.

Аналогичные операции производят с анализируемой серной кислотой. Для этого в цилиндр с притертой пробкой емкостью 100 см^3 наливают 50 см^3 воды и с помощью пипетки вносят 10 см^3 анализируемой кислоты. Раствор охлаждают и приливают к нему 2 см^3 раствора азотной кислоты и 2 см^3 раствора нитрата серебра. Объем раствора доводят водой до 100 см^3 .

Продукт считают соответствующим требованиям, если наблюдаемая через 15 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции соответствующего раствора сравнения. По содержанию хлористых соединений в анализируемой серной кислоте, используя приложение, делают вывод о ее качестве.

Контрольные вопросы:

1. Как влияют хлористые соединения на качество серной кислоты?
2. Какой химический процесс лежит в основе определения содержания хлористых соединений?
3. Каковы требования к серной кислоте в отношении температуры замерзания?
4. Какова концентрация товарной серной кислоты высшего сорта?
5. Какова концентрация товарной серной кислоты первого сорта?
6. Что называется олеумом?

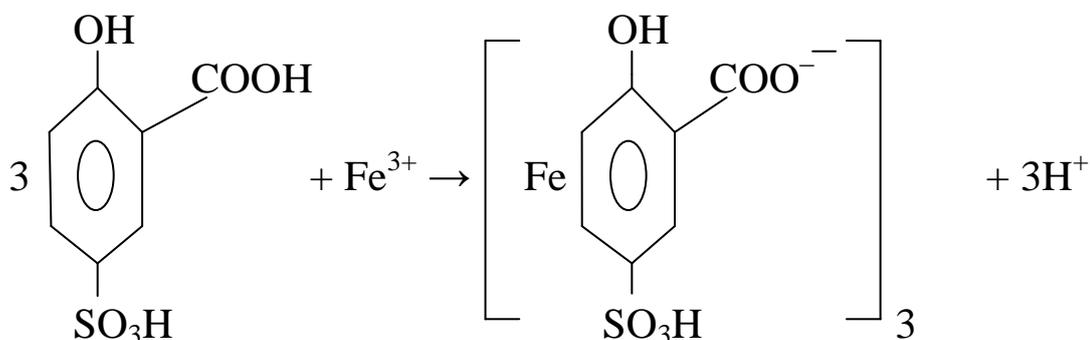
Лабораторная работа № 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА В СЕРНОЙ КИСЛОТЕ

Цель работы: определить качество серной кислоты путем оценки ее физических свойств. Приобрести навыки в контроле качества производственной серной кислоты и олеума.

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Ионы железа (III) образуют с сульфосалициловой кислотой окрашенный комплекс в соответствии с уравнением реакции:



Интенсивность окраски растворов комплекса связана с их оптической плотностью, что позволяет определять концентрацию ионов железа (III) колориметрическим методом.

1. ПРИБОРЫ И РЕАКТИВЫ

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК–2, колбы мерные объемом 100 и 200 см³ цилиндры мерные объемом 50 см³, пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5 (градуированные) и 10 см³, набор ареометров.

Реактивы: железосаммонийные квасцы NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O (крист.), кислота сульфосалициловая (30 %-й раствор), кислота серная «к.ч.» (0,1 н. и 10 %-й раствор), аммиак (10 %-й раствор), вода дистиллированная.

2. ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

2.1. Приготовление стандартных растворов

Для приготовления 100 см^3 стандартного раствора **А** содержащего 1 мг Fe^{3+} в 1 см^3 раствора, навеску железоаммонийных квасцов массой $0,8607 \text{ г}$ количественно переносят в мерную колбу объемом 100 см^3 ; растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют 25 см^3 10% -го раствора H_2SO_4 и доводят водой объем раствора в колбе до метки. Раствор **А** готовит лаборант до начала работы.

Рабочий стандартный раствор **Б**, содержащий $0,05 \text{ мг Fe}^{3+}$ в 1 см^3 готовят из раствора **А** в день его применения. Для этого 5 см^3 раствора **А** помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят объем раствора в колбе до метки $0,1 \text{ н.}$ раствором серной кислоты и перемешивают.

2.2. Построение градуировочного графика

В пять мерных колб вместимостью 100 см^3 наливают с помощью пипеток $1, 2, 3, 4$ и 5 см^3 раствора **Б**, что соответствует содержанию в них $0,05, 0,10, 0,15, 0,20$ и $0,25 \text{ мг}$ железа. В колбы приливают по 2 см^3 30% -го раствора сульфосалициловой кислоты и 15 см^3 раствора аммиака с массовой долей 10% .

Растворы в колбах доливают до меток водой и перемешивают. После разбавления получают стандартные растворы с содержанием соответственно $0,0005, 0,0010, 0,0015, 0,0020$ и $0,0025 \text{ мг Fe}^{3+}$ в 1 см^3 раствора. После этого измеряют оптическую плотность стандартных растворов на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм при синем светофильтре ($\lambda = 440 \text{ нм}$), используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду.

На основании полученных данных строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание железа ($\text{Fe}^{3+} \text{ мг/см}^3$), а на оси ординат оптическую плотность (D).

2.3. Проведение анализа

С помощью ареометров измеряют плотность анализируемой серной кислоты ($\text{г} / \text{см}^3$) отбирают пробу технической серной кислоты пипеткой объемом 1 см^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 предварительно куда предварительно цилиндром наливают 50 см^3 воды. В колбу приливают 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и 15 см^3 (при анализе улучшенных сортов серной кислоты – 100 см^3) 10 %-го раствора аммиака (аммиак должен быть в избытке, поэтому его количество можно увеличить до появления запаха). После прибавления достаточного количества аммиака раствор в колбе приобретает желтую окраску.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность исследуемого раствора на фотоэлектроколориметре в тех же условиях, что и для построения градуировочного графика.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю железа (ω_{Fe}) в процентах вычисляют по формуле

$$\omega_{Fe} = \frac{a \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot \rho \cdot 1000},$$

где a – количество железа, найденное по градуировочному графику, $\text{мг} / \text{см}^3$; V – объем мерной колбы, в которую отбирали пробу серной кислоты для анализа, см^3 ; V_1 – объем пипетки для отбора серной кислоты, см^3 ; ρ – плотность анализируемой серной кислоты, $\text{г} / \text{см}^3$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,001 %.

Путем сопоставления результатов анализа с нормами к различным сортам серной кислоты (см. табл. П. 1) делают вывод о ее качестве.

Контрольные вопросы:

1. В чем заключается сущность метода определения содержания железа в серной кислоте?
2. От чего зависит интенсивность окраски комплекса ионов железа с сульфосалициловой кислотой?
3. Каким образом используют значения оптической плотности серной кислоты для определения концентрации в ней ионов железа?
4. Каковы требования к серной кислоте в отношении температуры замерзания?
5. Каковы требования к допустимому содержанию примесей соединений мышьяка?
6. Каковы требования к допустимому содержанию примесей железа?

Лабораторная работа № 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ МОНОГИДРАТА

Цель работы: приобрести навыки в контроле качества продукционной серной кислоты и олеума.

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на титровании пробы серной кислоты раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора метилового красного.

1. ПРИБОРЫ И РЕАКТИВЫ

Оборудование: колба коническая из термостойкого стекла вместимостью 250 см³, снабженная трубкой, заполненной известковым химическим поглотителем; мензурки, цилиндры мерные объемом 50 см³; бюретка объемом 25 см³; шкаф сушильный; чашка Петри; воронка Бюхнера; эксикатор.

Реактивы: кислота янтарная, х.ч. или ч.д.а.; кислота щавелевая, х.ч.; вода дистиллированная, не содержащая углекислоты и

нейтрализованная по метиловому красному; индикаторы фенолфталеин и метиловый красный; поглотитель химический (аскарит или другой поглотитель, обеспечивающий защиту от CO_2); гидроксид натрия (0,5 н. раствор).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Перед проведением анализа устанавливают точную концентрацию раствора гидроксида натрия по навеске перекристаллизованной янтарной или щавелевой кислоты.

Перекристаллизацию янтарной кислоты проводит сотрудник лаборатории следующим образом. 100 г янтарной или щавелевой кислоты взвешивают с точностью до первого десятичного знака и растворяют при кипячении в 170 см³ воды. Горячий раствор быстро фильтруют через фильтровальную бумагу и охлаждают при непрерывном помешивании. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и повторно перекристаллизовывают, растворяя при кипячении в 140 см³ воды. Полученные кристаллы кислоты высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 ± 25 °С до постоянной массы.

Перекристаллизацию щавелевой кислоты проводят следующим образом. 50 г щавелевой кислоты взвешивают с точностью до первого десятичного знака и растворяют при кипячении в 85 см³ воды. Горячий раствор быстро фильтруют на воронке через фильтровальную бумагу и охлаждают, непрерывно перемешивая. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, после чего повторно перекристаллизовывают, растворяя при кипячении в 70 см³ воды. Затем раствор охлаждают, непрерывно перемешивая. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают в воронке Бюхнера, отжимают между листами фильтровальной бумаги и высушивают на воздухе в течение 30 мин. Кристаллы щавелевой кислоты переносят, рассыпая тонким слоем в чашку Петри, помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре $100 \pm 2,5$ °С в течение 3 часов, периодически перемешивая. Далее чашку Петри с кристаллами щавелевой кислоты помещают в эксикатор с водой, где выдерживают не менее двух суток. Крышка эксикатора должна быть закрыта негерметично, полученные кристаллы гидрата щавелевой кислоты хранят в

стеклянной банке с притертой пробкой. Препарат устойчив в течение месяца.

Навеску янтарной или щавелевой кислоты массой 0,5 г, взятую с точностью до 0,0002 г, растворяют, нагревая до кипения в 25 см³ воды, не содержащей углекислоты (с этой целью воду предварительно подвергают кипячению). Полученный раствор титруют в горячем состоянии раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина до исчезающего в течение 50–60 с розового окрашивания.

Для установления точной концентрации щелочи вычисляют поправочный коэффициент (К) 0,5 н. раствора гидроксида натрия по формуле:

$$K = \frac{m}{V \cdot a}$$

где m – масса навески янтарной или щавелевой кислоты, г; V – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного при титровании, см³; a – масса кислоты, соответствующая 1 см³ точно 0,5 н. раствора гидроксида натрия, г.

Для янтарной кислоты – $a = 0,0295$ г.

Для щавелевой кислоты – $a = 0,0315$ г.

Поправочный коэффициент рассчитывают как среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0010.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы серной кислоты массой 0,5–0,6 г взвешивают в бюксе или в стаканчике с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, в которую предварительно налито 25 см³ воды нейтрализованной по метиловому красному.

Раствор серной кислоты титруют раствором гидроксида натрия в присутствии метилового красного до перехода красной окраски в желтую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю моногидрата (ω_0) в процентах вычисляют по формуле:

$$\omega_0 = \frac{V \cdot K \cdot 0,0242 \cdot 100}{m},$$

где V – объем 0,5 н. раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см³; 0,02452 – масса серной кислоты соответствующая 1 см³ 0,5 н. раствора гидроксида натрия, г; m – масса анализируемой серной кислоты, г; K – поправочный коэффициент 0,5 н. раствора гидроксида натрия.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4 %.

Контрольные вопросы:

1. Какое сырье используют для получения серной кислоты?
2. В чем сущность определения содержания моногидрата в серной кислоте?
3. С какой целью проводят перекристаллизацию щавелевой (или янтарной) кислоты при определении массовой доли моногидрата?
4. Как рассчитывается массовая доля моногидрата в серной кислоте?
5. С какой целью рассчитывают поправочный коэффициент к концентрации гидроксида натрия?
6. Какие индикаторы используют для определения содержания моногидрата в серной кислоте?

Лабораторная работа № 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЗРАЧНОСТИ И ЦВЕТА СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

Цель работы: оценить внешние физические свойства серной кислоты.

1. Определение прозрачности серной кислоты

1.1. ПРИМЕНЯЕМАЯ АППАРАТУРА

Прибор, в который входят: мерный цилиндр вместимостью 500 см^3 с меткой для столба жидкости высотой 270 мм; матовое стекло размером 80×80 мм с нанесенными на нем тушью черными квадратами 5×5 мм, расположенными в шахматном порядке; электрическая лампа мощностью 60 Вт с патроном и шнуром; деревянная подставка или ящик, куда помещают лампу с патроном.

В верхней крышке прибора делают вырез, в котором укреплено матовое стекло с черными квадратами; расстояние между стеклом и лампой не должно превышать 10 мм.

1.2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Улучшенную серную кислоту наливают в мерный цилиндр прибора до метки. Мерный цилиндр устанавливают на матовое стекло с шахматным полем, под которым находится горящая электрическая лампа. Кислоту считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если все контуры шахматного поля четко различимы.

2. Определение цвета серной кислоты

2.1. ПРИБОРЫ И РЕАКТИВЫ

Водный раствор аммиака плотностью $0,91 \text{ г / см}^3$; раствор сульфида натрия с массовой долей 2 %; раствор желатина с мас-

совой долей 1 %; раствор ацетата свинца, 1 см³ которого содержит 0,1 мг свинца (для его приготовления 0,1831 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, добавляют воду до метки и тщательно перемешивают) (раствор сравнения); мерные цилиндры и пробирки.

2.2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Берут 4 одинаковые пробирки. В одну из них помещают 20 см³ анализируемой серной кислоты, а в три другие – по 5 см³ воды. В каждую из последних трех добавляют по 3 см³ раствора желатина, 2–3 капли раствора аммиака, 3 мл раствора сульфида натрия. Затем в эти пробирки вводят раствор сравнения: в одну пробирку добавляют 1 см³, во вторую – 2 см³, в третью – 6 см³. После этого объем растворов доливают водой до 20 см³ и перемешивают.

Кислоту считают соответствующей требованиям стандарта, если цвет анализируемого раствора будет не темнее раствора, содержащего 1 см³ раствора сравнения – для улучшенной кислоты высшего сорта; 2 см³ – для улучшенной кислоты I сорта; 6 см³ – для технической кислоты I сорта.

Контрольные вопросы:

1. Каковы требования к улучшенным сортам серной кислоты в отношении ее прозрачности и цвета?
2. Какова концентрация товарной серной кислоты высшего сорта?
3. Какова концентрация товарной серной кислоты первого сорта?
4. Каковы требования к серной кислоте в отношении температуры замерзания?
5. Что называют «дымящей» серной кислотой?
6. В каких областях применяют серную кислоту?

Лабораторная работа № 6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКСИДОВ АЗОТА В СЕРНОЙ КИСЛОТЕ

Цель работы: определить массовую долю оксидов азота в серной кислоте фотоколориметрическим методом.

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на взаимодействии оксидов азота с сульфаниламидом и получении азосоединения, образующего с гидробромидом N-этил-1-нафтиламином азокраситель малинового цвета, интенсивность которого пропорциональна содержанию оксидов азота.

1. ПРИБОРЫ И РЕАКТИВЫ

Реактивы: нитрит натрия; серная кислота; соляная кислота, раствор, разбавленный 1:1; сульфаниламид (стрептоцид белый, порошок), раствор с массовой долей 0,2 %, хранят в темном месте; N-этил-1-нафтиламин гидробромид, спиртовой раствор с массовой долей 0,3 %, хранят в темном месте.

Приборы: мерная колба вместимостью 500 мл; фотоколориметр типа ФЭК-56М или аналогичный прибор.

2. ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

Приготовление стандартных растворов

Для приготовления раствора нитрита натрия 0,1816 г NaNO_2 взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают (раствор А). 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг N_2O_3 .

5 см³ раствора А разбавляют водой до объема 500 см³ и тщательно перемешивают (раствор Б). 1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг N_2O_3 . Раствор Б готовят в день его применения.

Построение градуировочного графика

В шесть колб вместимостью 25 см^3 наливают по 5 см^3 воды, 1 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 раствора сульфаниламида, 1 см^3 раствора N-этил-1-нафтиламина гидробромида и 0; 2; 4; 6; 8; 10 см^3 раствора Б, что соответствует содержанию в них 0; 2; 4; 6; 8; 10 мкг оксидов азота.

Содержимое колб доливают водой до метки, перемешивают и оставляют стоять 45 мин до полного развития окраски.

Оптическую плотность полученных растворов относительно «холостой» пробы измеряют на фотоколориметре со светофильтром № 5 при $\lambda = 490 \text{ нм}$ в кювете толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу оксидов азота в микрограммах, а на оси ординат – соответствующие им оптические плотности.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Перед анализом необходимо отдуть диоксид серы из пробы серной кислоты. Для этого $50\text{--}70 \text{ см}^3$ анализируемой серной кислоты помещают в склянку Дрекселя и продувают в течение 30 мин воздухом, который предварительно пропускают через два поглотителя, заполненных серной кислотой и смесью оксида фосфора (V) с асбестом (если анализируемая серная кислота получена из серы по «короткой схеме», то отдувка диоксида серы не требуется).

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 наливают $300\text{--}400 \text{ см}^3$ воды и пипеткой вносят анализируемую серную кислоту: улучшенной кислоты – 10 см^3 , башенной – 1 см^3 , регенерированной – 5 см^3 . Раствор доливают водой до метки и перемешивают. Кислоту разбавляют непосредственно перед определением.

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 наливают все реактивы, которые при построении градуировочного графика, затем вносят раствор анализируемой серной кислоты: контактной улучшенной – 10 см^3 , башенной и регенерированной – 5 см^3 . Содержимое колбы доливают водой до метки, тщательно перемешива-

ют и оставляют стоять до полного развития окраски (45 мин), после чего фотометрируют относительно «холостого» раствора, как описано при построении градуировочного графика.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю оксидов азота (ω_N) в процентах вычисляют по формуле

$$\omega_N = \frac{m \cdot 500 \cdot 10^{-6} \cdot 100}{V_1 \cdot V_2 \cdot \rho},$$

где m – масса оксидов азота, найденная по градуировочному графику, мкг; V_1 – объем пробы, взятой для фотометрирования, см³; V_2 – объем пробы, взятой для анализа, см³; ρ – плотность анализируемой кислоты, г / см³.

Контрольные вопросы:

1. Каковы требования к допустимому содержанию примесей оксидов азота?
2. В чем заключается сущность определения содержания оксидов азота в серной кислоте?
3. Каким образом используют значения оптической плотности серной кислоты для определения концентрации в ней оксидов азота?
4. Какие разработаны нормы к качеству олеума?
5. В чем заключается сущность колориметрического анализа?
6. С какой целью перед определением содержания оксидов азота в серной кислоте готовят серию стандартных растворов?

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

При работе в химической лаборатории необходимо знать и строго соблюдать установленные правила.

Выполнение работ проводится только при наличии халата.

Во избежание отравления запрещается принимать пищу в химических лабораториях.

Не допускайте попадания химических реактивов на кожу и одежду. Особую осторожность соблюдайте при работе с концентрированными кислотами и щелочами. Работайте с ними в вытяжном шкафу, окна которого должны быть открыты не более чем на одну треть.

При нагревании или кипячении жидкости в пробирке держите её отверстием от себя и работающих рядом. Работы с нагревательными приборами производите в вытяжном шкафу.

Работу по растворению кристаллов щелочи выполняйте осторожно в вытяжном шкафу, используя защитные очки, маску и резиновые перчатки. Колбу предварительно оберните полотенцем в связи с выделением тепла при растворении щелочи.

Реактивы общего пользования не уносите на свои рабочие места. Сухие вещества берите только чистым шпателем и в минимальных количествах.

В качестве индивидуальных средств защиты следует применять фильтрующий противогаз, резиновые перчатки и очки.

Первая доврачебная помощь:

а) при ранении стеклом нужно удалить его остатки из раны, смазать руку йодом, наложить стерильную повязку, при артериальном кровотечении – жгут или закрутку, обратиться к врачу;

б) при термических ожогах первой степени обожженное место смазывают вазелином. При ожогах второй степени (появление пузырей) делают примочки из перманганата калия (5 %) или этилового спирта. При более тяжелых ожогах необходимо отправить пострадавшего к врачу;

в) при ожогах концентрированными кислотами или щелочами необходимо обожженное место промыть сильной струей воды, затем наложить примочку: при ожогах кислотой – из 2 % раствора соды, при ожогах щелочью – 2 % раствора борной (уксусной) кислоты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ахметов, Н. С. Общая и неорганическая химия. – Санкт-Петербург: Лань, 2014. – 752 с. – Режим доступа: <http://e.lanbook.com/book/50684>.

2. Чернышев, А. К. Серная кислота: свойства, производство, применение. Т. 1 / А. К. Чернышев, Б. В. Левин, А. А. Туголуков. – Москва: ИНФОХИМ, 2014. – 654 с.

3. Основы неорганического синтеза: учебное пособие / Т. Г. Черкасова [и др.]; ФГБОУ ВПО «Кузбас. гос. техн. ун-т им. Т. Ф. Горбачева», Каф. химии и технологии неорган. веществ. – Кемерово, 2012. – 110 с. – Режим доступа: <http://library.kuzstu.ru/meto.php?n=90775&type=utchposob:common>

4. Лабораторный практикум по общей химической технологии: учеб. пособие / [В. А. Аверьянов] и др.; под ред. В. С. Бескова. – Москва: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010. – 279 с.

5. Москвичев, Ю. А. Теоретические основы химической технологии / Ю. А. Москвичев, А. К. Григоричев, О. С. Павлов. – Санкт-Петербург: Лань, 2016. – 272 с.

6. Ильин, А. П. Современные проблемы химической технологии неорганических веществ: учеб. пособие / А. П. Ильин, А. А. Ильин; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2011. – 133 с. URL: <http://www.twirpx.com/file/612994/>

7. Шевченко, Т. М. Химическая технология неорганических веществ. Основные производства: текст лекций: учеб. пособие для студентов специальности 240301 «Химическая технология неорганических веществ» / Т. М. Шевченко, А. В. Тихомирова; ФГБОУ ВПО «Кузбас. гос. техн. ун-т им. Т. Ф. Горбачева», Каф. химии и технологии неорган. веществ. – Кемерово, 2012. – 195 с. – Режим доступа:

<http://library.kuzstu.ru/meto.php?n=90779&type=utchposob:common>

8. Прилепская, Л. Л. Технология основного неорганического синтеза [Электронный ресурс]: электронное учеб. пособие / Л. Л. Прилепская; ФГБОУ ВПО «Кузбас. гос. техн. ун-т им. Т. Ф. Горбачева», Каф. химии, технологии неорган. веществ и наноматериалов. – Кемерово, 2014. – Режим доступа: <http://library.kuzstu.ru/meto.php?n=90061&type=utchposob:common>

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица П.1

Нормы ряда физико-химических показателей продукционной серной кислоты и олеума

Наименование показателей	Серная кислота				Олеум		
	улучшенная		техническая		Высший сорт	I сорт	технический
	Высший сорт	I сорт	I сорт	II сорт			
Массовая доля моногидрата (H_2SO_4), %	92,5–94,0	92,5–94,0	не менее 92,5		не нормируется		
Массовая доля свободного SO_3 , не менее, %					24	24	19
Массовая доля железа (Fe), не более, %	0,007	0,015	0,02	0,1	0,007	0,01	не норм.
Массовая доля остатка после прокаливания, не более, %	0,02	0,03	0,05	не норм.	0,02	0,03	не норм.
Массовая доля хлористых соединений (Cl), не более, %	0,0001	0,0005	не нормируется				
Массовая доля моногидрата (H_2SO_4), %	92,5–94,0	92,5–94,0	не менее 92,5	не нормируется			
Массовая доля оксидов азота (N_2O_3), не более, %	0,00005	0,0001	не норм.	0,0002	0,0005	не норм.	
Массовая доля мышьяка (As), не более, %	0,00008	0,0001	не норм.	0,00008	0,00001	не норм.	
Массовая доля свинца (Pb), не более, %	0,001	0,01	не норм.	0,0001	не норм.		

Составитель
Суrowая Виктория Эдуардовна

**ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ
В ПРОИЗВОДСТВЕ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ**

Методические указания к лабораторным работам
по дисциплине «**Новые технологии производства материалов
и продуктов**» для студентов всех форм обучения

Печатается в авторской редакции

Подписано в печать 11.12.2017. Формат 60×84/16.
Бумага офсетная. Отпечатано на ризографе. Уч.-изд. л. 1,2.
Тираж 17 экз. Заказ
КузГТУ, 650000, Кемерово, ул. Весенняя, 28.
Издательский центр УИП КузГТУ, 650000, Кемерово, ул. Д. Бедного, 4а.