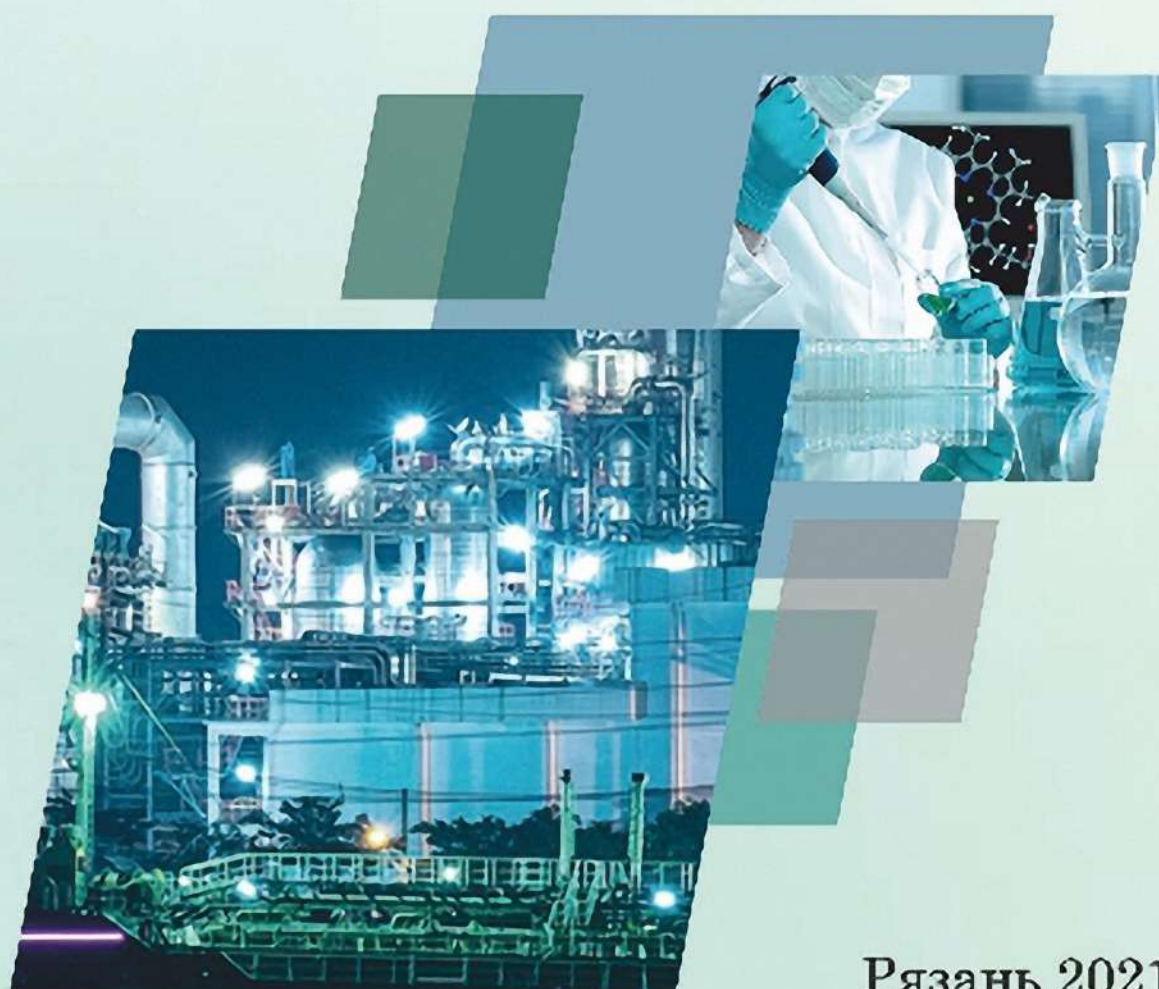


М. Г. Максимова,
Н. П. Ускова,
В. М. Трунина

Химическая технология

Лабораторный
практикум



Рязань 2021

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Рязанский государственный университет имени С. А. Есенина»

М. Г. Максимова, Н. П. Ускова, В. М. Трунина

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

Лабораторный практикум

Рязань 2021

УДК 66(075.8)
ББК 35я73
М17

Печатается по решению редакционно-издательского совета Рязанского государственного университета имени С. А. Есенина в соответствии с планом изданий на 2021 год.

Рецензенты:

К. Н. Гаврилов, д-р хим. наук, проф.
(Рязанский государственный университет имени С. А. Есенина),
С. В. Жеглов, канд. хим. наук, доц.
(Рязанский государственный университет имени С. А. Есенина),
Н. Н. Грошкин, канд. хим. наук, исполн. директор
(ООО «Метком»)

Максимова, Марина Геннадьевна.

М17 Химическая технология : лабораторный практикум /
М. Г. Максимова, Н. П. Ускова, В. М. Трунина. — Рязань :
Ряз. гос. ун-т им. С. А. Есенина, 2021. — 100 с.

ISBN 978-5-907266-51-3

Практикум разработан с учетом компетентностного подхода к обучению и требований ФГОС ВПО, отражает целевые установки и содержательную основу базовой части профессионального цикла учебных дисциплин, включает детальное описание лабораторных работ, охватывающих основные разделы химической технологии. Содержит необходимые теоретические сведения, основные методики, формы представления расчетных и экспериментальных данных, вопросы и задания для проверки усвоения материала, список рекомендуемых источников.

Практикум предназначен для студентов 4 курса института естественных наук, обучающихся по направлению 04.03.01 «Химия», профиль подготовки «Нефтехимия», «Химия окружающей среды, химическая экспертиза и экологическая безопасность», «Медицинская и фармакологическая химия».

принципиальная схема производства; технологическая схема производства; материальный баланс; энергетический баланс; технико-экономические показатели; химико-технологический процесс

УДК 66(075.8)
ББК 35я73

ISBN 978-5-907266-51-3

© Максимова М. Г., Ускова Н. П., Трунина В. М., 2021
© Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Рязанский государственный университет
имени С. А. Есенина», 2021

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторный практикум по химической технологии для студентов направления подготовки 04.03.01 «Химия», профили подготовки «Нефтехимия», «Химия окружающей среды, химическая экспертиза и экологическая безопасность», «Медицинская и фармакологическая химия» предполагает развитие навыков применения полученных знаний при выборе рациональных режимов производства, прогнозирование влияния различных факторов на химико-технологический процесс. В ходе освоения дисциплины «Химическая технология» студент формирует, совершенствует и закрепляет соответствующие компетенции:

ОПК-1.1. — Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов.

ОПК-1.2. — Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.

ОПК-1.3. — Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

ОПК-2.1. — Работает с химическими веществами с соблюдением техники безопасности.

ОПК-3.1. — Применяет теоретические и полуэмпирические модели при решении задач химической направленности.

Целью настоящего практикума является формирование у студентов основ технологического мышления, раскрытие взаимосвязи между развитием химической науки и химической технологии, что позволяет студентам приобрести навыки практического ознакомления с некоторыми принципами получения различных веществ, с принципом действия различных моделей реакторов при работе на имитационных установках, рассчитывать материальный баланс и основные технологические характеристики реакторов.

Лабораторные работы проводятся в соответствии с учебным планом и с темами лекционных занятий. Для успешного выполнения работы в химической лаборатории студентам заранее предлагаются методические рекомендации по выполнению лабораторной работы с це-



люю изучить теоретический материал из списка рекомендуемой литературы, ознакомиться с описанием опытов, со свойствами веществ, относящихся к данной теме, отметить, работа с какими веществами требует особого внимания и осторожности.

Перед началом занятий студентам дается задание законспектировать в тетрадях краткое описание работы по заданной теме (цель, теоретические основы, ход работы), проверить наличие необходимого лабораторного оборудования, посуды, реактивов и соответствие условий работы требованиям технической безопасности.

Все запланированные работы проводятся в группах по 2–3 человека (группы остаются постоянными на весь семестр). Полученные результаты и выводы вносятся в тетрадь по форме, указанной в лабораторной работе. Проверка усвоения материала осуществляется в виде ответов на контрольные задания. В зависимости от требований преподавателя они могут быть выполнены в письменной или устной форме.

Для получения зачета по данной дисциплине необходимо в письменном виде представить результаты и выводы проведенных работ, а также выполнить контрольные задания к каждой лабораторной работе.



ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Для выполнения лабораторных работ используются различные ядовитые, едкие и агрессивные вещества. Безопасность работы в химической лаборатории возможна при соблюдении всех правил и требований техники безопасности.

При работе в химической лаборатории требуется соблюдать следующие правила:

1. Содержать рабочее место в чистоте и порядке.
2. В лаборатории необходимо соблюдать тишину, запрещается есть, пить и заниматься посторонними делами.
3. Приступать к выполнению опыта лишь тогда, когда ясны его цель и задачи, обдуманы отдельные этапы выполнения опыта.
4. Опыты должны выполняться аккуратно, с соблюдением всех требований, содержащихся в методических указаниях.
5. После использования реактива его необходимо сразу ставить в штатив, чтобы не создавать беспорядка на рабочем месте.
6. После окончания работы обязательно вымыть руки.

Большинство химических реагентов — ядовитые и агрессивные вещества. Они могут оказывать: 1) токсическое воздействие на весь организм человека (свинец, мышьяк, ртуть, сурьма и их соединения, оксид углерода (II), галогены, оксиды азота, сероводород и др.), 2) локальное воздействие на кожу (щелочи и кислоты).

При работе с каждым из них следует соблюдать следующие правила техники безопасности:

1. При использовании ядовитых и сильно пахнущих веществ при нагревании и выпаривании растворов работать только в вытяжном шкафу.
2. Не наклоняться над сосудом с кипящей жидкостью. При нагревании соблюдать особую осторожность! Пробирку или колбу держать отверстием в сторону. Не наклонять ее к себе или к соседу! В этом случае велика вероятность выброса жидкости.
3. Определять запах вещества, не вдыхая пары полной грудью, а направляя их к себе легким движением руки.
4. При использовании щелочей и кислот быть предельно аккуратными! Не допускать попадание химических реактивов на одежду, руки, лицо. Для переливания растворов щелочей и кислот пробирку не приближать близко к себе — держать на некотором, безопасном расстоянии.
5. Проявлять повышенную осторожность при работе с неизвестными веществами. Не пробовать вещество на вкус!



6. Немедленно убирать все пролитое, просыпанное, разбитое в лаборатории. В случае неаккуратной работы с кислотами (попадание на стол или на пол) незамедлительно нейтрализовать их щелочью или содой.

7. Ядовитые и едкие жидкости набирать в пипетки при помощи резиновой груши.

8. При работе с сухой щелочью действовать осторожно: для измельчения сухих щелочей пользоваться предохранительными очками, твердую щелочь брать пинцетом или щипцами.

9. Нельзя употреблять для опытов вещества из капельниц, колб и упаковок без этикеток и с неразборчивыми надписями.

10. В химической лаборатории имеется аптечка. Надо уметь оказывать первую помощь пострадавшим, когда это необходимо. После оказания первой помощи пострадавшего направить к врачу.

11. При приготовлении растворов кислот запомнить правило: лить кислоту в воду, а не наоборот, так как из-за сильного местного разогревания возможно разбрызгивание концентрированной кислоты. Используйте тонкостенную или фарфоровую посуду.

12. Никаких веществ из лаборатории нельзя брать домой.

13. Металлическая ртуть и ее пары — сильный яд. При поломке приборов, содержащих ртуть, необходимо собрать ее. Для этого возможно применение амальгамированных пластин из меди или белой жести.

14. Все опасные помещения, в том числе химические лаборатории, оснащены средствами пожаротушения (огнетушители, ящики с песком, асбестовые одеяла). Обязательно уточните у преподавателя, где находятся противопожарные средства. Обратите внимание на порядок срочной эвакуации из здания.

15. В случае отклонений от нормального хода лабораторного занятия, которые могут привести к различным отрицательным последствиям, сообщать о них преподавателю, лаборанту или заведующему лабораторией.

Оказание первой помощи

1. При порезах.

1.1. При порезах стеклом рану нужно продезинфицировать раствором перманганата калия или спиртом, обработать йодом и перевязать бинтом.

2. При ожогах.

2.1. При ожогах горячими предметами, паром, огнем:

I-й степени (краснота): наложите несколько раз вату, смоченную этиловым спиртом.



II-й степени (пузыри): наложите несколько раз вату, смоченную этиловым спиртом. Обрабатывать место ожога 5%-ным раствором KMnO_4 или танина.

III-й степени (разрушение тканей): покройте рану стерильной повязкой и вызовите врача.

2.2. При ожогах кислотами, хлором или бромом:

Промойте ожог большим количеством воды, затем 5%-ным раствором NaHCO_3 .

2.3. Ожоги щелочами:

Промыть обильно водой. Обработать раствором борной кислоты или 2%-ным раствором щелочи.

2.4. Ожоги глаз:

При ожоге кислотами промыть 3%-ным раствором Na_2CO_3 . При ожоге щелочами промыть 2%-ным раствором борной кислоты.

3. При отравлениях.

3.1. При попадании едких веществ в рот и пищеварительные органы:

Кислоты: приготовить кашицу из оксида магния, пить.

Щелочи: приготовить раствор лимонной кислоты или очень разбавленной уксусной кислоты, пить.

3.2. При отравлении твердыми или жидкими веществами:

Необходимо вызвать рвоту, выпив 1%-ный раствор сульфата меди (II) CuSO_4 .

3.3. При отравлении газами:

Немедленно вывести пострадавшего на свежий воздух.



Лабораторная работа № 1

АНАЛИЗ И ПОДГОТОВКА ТЕХНИЧЕСКОЙ ВОДЫ

Принцип метода

Все природные воды содержат некоторое количество примесей в виде механических и коллоидных взвесей и растворенных веществ, природа и содержание которых зависят от происхождения воды. Важнейшими примесями являются:

- 1) газообразные — кислород, азот, аммиак, оксид углерода (IV);
- 2) твердые — соли кальция, магния, натрия, железа в виде их сульфатов, хлоридов, карбонатов и бикарбонатов, суспензия глины;
- 3) органические соединения и микроорганизмы.

Некоторые из этих веществ отрицательно влияют на свойства воды и затрудняют использование ее для технических целей и в качестве хозяйственно-питьевой. Поэтому физические, химические и бактериологические показатели воды в зависимости от назначения должны отвечать определенным требованиям.

Хозяйственно-питьевая вода и вода, применяемая в пищевой промышленности, должна быть безвредной для организма и иметь показатели, отвечающие нормам по запаху, вкусу, цвету, прозрачности, жесткости, содержанию соединений свинца, мышьяка и железа.

Вода, используемая для охлаждающего оборудования, имеет ограничения по содержанию солей кальция, магния, железа и механических примесей, а также органических веществ, в ней не должно быть оксида углерода (IV) и сероводорода.

Вода для паросилового хозяйства характеризуется минимальным содержанием кислорода, оксида углерода (IV), солей, отсутствием механических примесей, щелочей и нефтепродуктов.

К воде, используемой для технологических целей в качестве реагента или растворителя, предъявляются специальные требования, обусловленные особенностями данного технологического процесса.

В общем случае вода, применяемая в производственных процессах, не должна содержать вредных для реакции веществ, не корродировать аппаратуру и не образовывать в аппаратах и трубопроводах накипи и шлама. Поэтому такая вода в целях устранения этих вредных последствий, подвергается анализу и специальной подготовке.

В соответствии с этим лабораторная работа состоит из двух частей:

1. Технический анализ водопроводной воды.
2. Подготовка водопроводной воды.



Технический анализ водопроводной воды

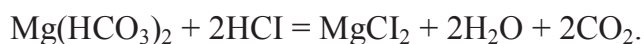
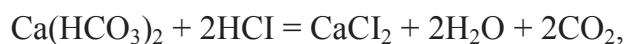
Жесткость воды обусловлена присутствием в ней солей кальция и магния. Различают временную (бикарбонатную), постоянную (некарбонатную) и общую жесткость воды. Временная жесткость воды характеризуется содержанием растворимых бикарбонатов кальция и магния и при ее кипячении образуется осадок нерастворимых карбонатов. Постоянная жесткость воды характеризуется присутствием хлоридов, нитратов и сульфатов кальция и магния, не выпадающих в осадок при кипячении. Общая жесткость воды представляет собой сумму временной и постоянной жесткости.

Количественно жесткость воды выражается суммой концентраций (в моль/л) ионов кальция и магния, содержащихся в 1 л воды. При этом 1 ммоль/л жесткости соответствует 20,04 мг/л Ca^{2+} или 12,16 мг/л Mg^{2+} . По степени жесткости вода классифицируется (по содержанию солей в моль/л):

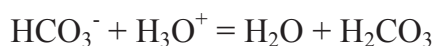
- на очень мягкую — 0–1,5;
- мягкую — 1,5–3,0;
- умеренно жесткую — 3,0–6,0;
- жесткую — 6,0–10,0;
- очень жесткую — более 10,0.

Жесткость воды определяется весовым, объемным или колориметрическим методами.

Карбонатная жесткость (Жк) определяется титрованием пробы воды раствором соляной кислоты в присутствии метилового оранжевого индикатора:



В присутствии слабо диссоциированной угольной кислоты



желтая окраска индикатора не изменяется, но переходит в оранжевую при избытке соляной кислоты.

Общая жесткость определяется комплексометрическим методом путем титрования пробы воды раствором трилона Б (динатровая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) в присутствии индикаторов-хромогенов в слабощелочной аммиачной среде при $\text{pH} = 9\text{--}10$. В качестве индикаторов применяют азокрасители — кислотный хром темно-синий или кислотный хром черный.

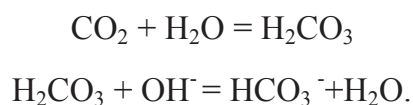


Хромогены образуют с ионами кальция и магния комплексные соединения, окрашивающие раствор в красно-фиолетовый цвет. При титровании трилоном Б последний образует с ионами кальция и магния слабо диссоциированные комплексные соединения. При этом первоначальные комплексные соединения с хромогеном разрушаются и раствор приобретает сине-фиолетовую окраску, свойственную красителю, что указывает на окончание титрования.

Некарбонатную жесткость рассчитывают как разность между общей и карбонатной жесткостью:

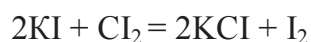
$$Ж_{\text{н}} = Ж_{\text{о}} - Ж_{\text{к}}.$$

Содержание оксида углерода (IV) определяют титрованием пробы воды раствором гидроксида натрия до бикарбоната:

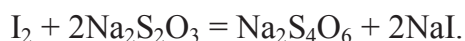


Образовавшийся раствор бикарбоната натрия имеет $\text{pH} = 8,3$ и в присутствии фенолфталеина окрашивается в бледно-розовый цвет. Полученную окраску раствора сравнивают с окраской эталонного раствора с тем же значением pH . Если в воде не содержится оксид углерода (IV), то проба воды при добавлении фенолфталеина приобретает еще до начала титрования окраску эталонного раствора или еще более интенсивную.

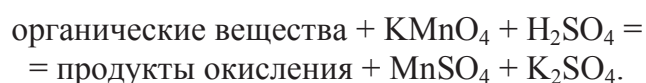
Свободный или остаточный хлор содержится в водопроводной воде в результате хлорирования ее при водоподготовке. Определение содержания свободного хлора в воде основано на титровании йода, выделившегося в эквивалентном количестве при действии содержащегося в воде хлора на иодид калия



тиосульфатом натрия



Окисляемость воды определяется присутствием в ней различных органических веществ и микроорганизмов, которые подвергаются в воде действию окислителей — перманганатов, хроматов, озона и др.



Так как окисляемые примеси имеют неопределенный состав, окисляемость воды выражают в количестве перманганата калия или



эквивалентном ему количестве кислорода, затраченного на окисление органических веществ, содержащихся в воде.

Сухой остаток — это остаток пробы фильтрованной воды, полученный при ее испарении досуха и высушивании при 105 °. В состав сухого остатка входят минеральные соли и органические вещества.

Подготовка воды (водоподготовка)

К операциям подготовки воды, или водоподготовка, относят: очистку от взвешенных механических и коллоидных примесей, умягчение, обессоливание, нейтрализацию, дегазацию и умягчение, то есть частичное или полное удаление солей кальция и магния с целью снижения жесткости воды. Обычно жесткость снижают до некоторого ее допустимого значения — Жп (предельно допустимая жесткость), которое выбирают в зависимости от требований, предъявляемых к умягченной воде.

Методы умягчения подразделяются на физические, химические и физико-химические. К физическим методам относятся: кипячение, дистилляция, электромагнитная обработка. Химические методы заключаются в обработке воды различными реагентами, под действием которых растворимые соли кальция, магния и железа переходят в труднорастворимые соединения, удаляемые в виде осадка. К химическим методам относятся: содовонатронный (обработка смесью карбоната натрия и гидроксида натрия), известковосодовый (обработка смесью карбоната натрия и гидроксида кальция) и фосфатный (обработка тринатрийфосфатом).

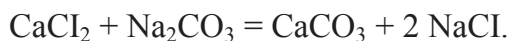
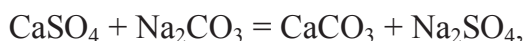
К физико-химическим методам относится метод ионного обмена.

При проведении лабораторной работы умягчение воды проводят содовонатронным и ионообменным методами.

При содовонатронном методе умягчения воду обрабатывают смесью карбоната натрия и гидроксида натрия. При этом растворимые бикарбонаты кальция и магния, обуславливающие временную (бикарбонатную) жесткость воды, реагируют с гидроксидом натрия, переходя в их нерастворимые карбонаты:



Сульфаты и хлориды кальция и магния, являющиеся причиной постоянной жесткости, реагируют с карбонатом натрия и также образуют карбонаты:



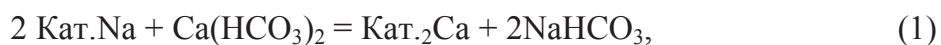
Для снижения временной жесткости умягченную воду предварительно нагревают, при этом бикарбонаты частично переходят в карбонаты:



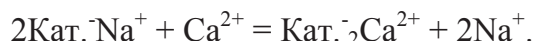
Выпавшие в осадок труднорастворимые карбонаты кальция и магния отделяют отстаиванием и фильтрованием.

При ионообменном методе умягчения воду пропускают через слой ионита — твердого, нерастворимого минерального или органического вещества, способного обмениваться ионами с раствором. Для умягчения воды применяют катиониты — вещества, способные обменивать на ионы раствора катионы (H^+ , Na^+ , NH_4^+). К катионитам относятся сульфоуголь, синтетические и природные алюмосиликаты (цеолиты, пермутит, глауконит) и высокомолекулярные соединения, содержащие кислотные группы SO_3H , COOH и OH , в которых атомы водорода способны замещаться на атомы металлов (для умягчения воды обычно применяют Na-катиониты).

При пропускании через Na-катионит воды, содержащей соли кальция и магния, в системе «ионит-раствор» протекают реакции



или в ионной форме



Здесь и далее «Кат.» — фрагмент молекулы катионита, соединенный с ионами натрия.

Реакции с соединениями магния протекают аналогично.

В результате протекания реакций (1, 2) извлекаются ионы кальция и магния, обуславливающие ее жесткость. Технологической характеристикой катионитов является *емкость их поглощения, или обменная емкость* (E_k), которая выражается в грамм-эквивалентах (по системе Си — в молях) на 1 м^3 катионита и представляет число молей ионов, поглощаемых катионитом до момента «проскока», то есть до появления в воде, прошедшей через катионит ионов кальция и магния. Емкость поглощения рассчитывается по формуле

$$E_k = \frac{(\text{Ж}_0 - \text{Ж}_п) V 1000}{V_k},$$



где J_o — общая жесткость воды, моль/л,

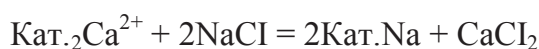
J_p — предельно допустимая жесткость умягченной воды, моль/л,

V — объем воды, пропущенный через катионит до достижения J_p , л,

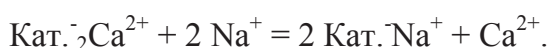
V_k — объем катионита, л.

Емкость поглощения катионитов зависит от их природы. Например, для сульфогля она составляет 1000 моль/м³, для алюмосиликатов 850 м/м³.

Так как реакции (1, 2) обратимы, то Na-катиониты, исчерпавшие свою емкость поглощения, могут быть регенерированы пропусканьем через них раствора хлорида натрия концентрацией 5–10 %. При этом протекает реакция



или в ионной форме



Посуда и материалы: конические колбы на 250 и 500 мл, воронки, пипетка на 2 мл, обратный воздушный холодильник, мерный цилиндр на 250 мл, бумажные фильтры, катионообменник.

Катионообменник (ионитовая колонка) представляет стеклянную трубку длиной 60–80 см и диаметром 2–3 см с оттянутым концом, снабженным краном. В нижнюю часть трубки впаяна перфорированная стеклянная пластинка. Трубка на высоту 50–60 см заполнена катионитом.

Реактивы: гидроксид натрия, карбонат натрия, 97%-ный раствор хлорида натрия, раствор нитрата серебра. Na-катионит (сульфоуголь, КУ-2 и др.).

Цель работы: ознакомление с методами анализа и подготовки технической воды способами ее умягчения.

Посуда и оборудование: колбы конические на 100, 250 и 500 мл, пипетки на 2, 3, 5 и 100 мл, стаканы стеклянные на 20, 250 и 500 мл, цилиндры мерные на 20 и 500 мл, склянка емкостью 2–3 л, бюретки на 50 мл, воронки, чашка фарфоровая, запаянные капилляры, фильтры бумажные, эксикатор, обратный воздушный холодильник, катионообменник.

Реактивы: перманганат калия (раствор 0,002 моль/л), серная кислота (25 %), щавелевая кислота (раствор 0,005 моль/л), соляная кислота (0,1 моль/л), трилон Б (раствор 0,05 моль/л), индикатор кислотный хром темно-синий, сульфат магния (фиксанал), аммиак (20%-ный раствор), хлорид аммония (20%-ный раствор), гидроксид натрия (раствор



0,01 моль/л), фенолфталеин (1%-ный и 0,01%-ный растворы), гидроксид натрия, сегнетова соль, иодид калия (10%-ный раствор), крахмал (раствор), тиосульфат натрия (0,01 моль/л раствор), метиленовый оранжевый (раствор), этанол, карбонат натрия, хлорид натрия (97%-ный раствор), нитрат серебра (раствор), Na-катионит (сульфоуголь).

Ход выполнения работы

Выполнение работы состоит из приведенных ниже операций.

Технический анализ водопроводной воды:

1. Отбор воды для анализа.
2. Определение карбонатной жесткости воды.
3. Определение общей жесткости воды.
4. Расчет постоянной жесткости воды.
5. Определение содержания оксида углерода (IV) в воде.
6. Определение содержания свободного хлора в воде.
7. Определение окисляемости воды.
8. Определение сухого остатка воды.
9. Расчеты жесткости, окисляемости воды, расчет сухого остатка в воде.

Подготовка промышленной воды:

10. Умягчение воды содовонатронным способом.
11. Умягчение воды ионообменным способом.
12. Расчеты и оформление результатов.

1) Отбор воды для анализа

На водопроводный кран надевают резиновую трубку, открывают кран и спускают воду в раковину в течение нескольких минут. Затем для отбора проб конец трубки опускают на дно склянки и наполняют ее водой так, чтобы она некоторое время переливалась через край. После этого из склянки вынимают трубку, а склянку закрывают пришлифованной пробкой.

2) Определение карбонатной жесткости воды.

В две конические колбы отбирают пипеткой по 100 мл воды из склянки для отбора проб и добавляют по 5 капель раствора метиленового оранжевого индикатора. Содержание одной из колб титруют соляной кислотой до перехода окраски из желтой в оранжевую. Наблюдают за изменением окраски, сравнивая с окраской содержимого второй колбы.

3) Определение общей жесткости воды.

Выполнение анализа включает: приготовление титрованного раствора трилона Б, приготовление буферного аммиачного раствора, приготовление раствора индикатора, титрование пробы воды.



Приготовление титрованного раствора трилона Б. Для получения раствора с концентрацией 0,05 моль/л навеску вещества 18,61 г (молекулярная масса трилона Б равна 372,25) растворяют в 1000 мл дистиллированной воды и фильтруют. Точный титр раствора устанавливают по фиксаналу сульфата магния $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Приготовление буферного аммиачного раствора. Смешивают 100 мл раствора аммиака с 100 мл раствора хлорида аммония и разбавляют дистиллированной водой до 1000 мл.

Приготовление раствора индикатора. 0,5 г кислотного хрома темно-синего растворяют в 20 мл приготовленного аммиачного буферного раствора и разбавляют его этанолом до 100 мл.

Титрование пробы воды. В коническую колбу вносят из склянки для отбора проб 100 мл воды и добавляют 5 мл буферного раствора и 8 капель раствора индикатора. Содержимое колбы титруют раствором трилона Б, прибавляя по каплям и встряхивая колбу после каждой капли до перехода красно-фиолетовой окраски в серовато-синию.

4) Расчет постоянной жесткости воды.

Постоянную жесткость воды рассчитывают по полученным значениям карбонатной и общей жесткости, как это указано выше.

5) Определение содержания оксида углерода (IV) в воде.

Выполнение анализа требует приготовления буферного раствора и титрование пробы.

Приготовление буферного раствора. 1 г гидроксида натрия и 50 г сегнетовой соли (двойная соль натрия и калия винной кислоты $\text{KOOC}-(\text{CH}_2)_2-\text{COONa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 100 мл дистиллированной воды и фильтруют.

Титрование пробы воды. В две конические колбы с помощью мерного цилиндра быстро отмеряют по 200 мл воды из склянки для отбора проб. В первую колбу добавляют 0,2 мл 1%-ного раствора фенолфталеина. Во второй колбе готовят эталонный раствор. Для этого к воде добавляют 2,5 мл буферного раствора и 0,2 мл 0,01%-ного раствора фенолфталеина. Колбы закрывают пробками и встряхивают. Содержимое первой колбы титруют раствором гидроксида натрия до появления не исчезающей в течение 5 минут розовой окраски, совпадающей с окраской эталонного раствора во второй колбе.

6) Определение содержания свободного хлора в воде.

В коническую колбу отбирают пипеткой из склянки для отбора проб 20 мл воды, добавляют с помощью мерного цилиндра 10 мл раствора иодида калия и пипеткой 3 мл раствора крахмала. Содержимое колбы титруют раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора.



7) *Определение окисляемости воды.*

В коническую колбу помещают запаянные с одного конца капилляры, отмеривают в нее пипеткой из склянки для отбора проб 100 мл воды, добавляют с помощью мерного цилиндра 5 мл серной кислоты и из бюретки 20 мл раствора перманганата калия. Содержимое колбы нагревают на сетке до кипения и слабо кипятят *точно* в течение 10 мин, после чего немедленно добавляют из бюретки 20 мл раствора щавелевой кислоты и титруют тем же раствором перманганата калия до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

8) *Определение сухого остатка воды.*

Фарфоровую чашку прокаливают в пламени горелки и взвешивают на аналитических весах. В чашку отмеривают пипеткой из склянки для отбора проб 100 мл предварительно профильтрованную воду. Чашку помещают на водяную баню и выпаривают воду досуха. Затем чашку с остатком сушат в сушильном шкафу при 105 °С до постоянного веса, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

9) *Расчеты жесткости, окисляемости воды, расчет сухого остатка в воде.*

По полученным данным рассчитываются основные показатели воды с использованием нижеприведенных формул.

Карбонатную жесткость рассчитывают по формуле

$$Ж_k = \frac{V_1 C 1000}{V} = V_1 \text{ ммоль/л,} \quad (1)$$

где $C = 0,1$ моль/л — концентрация соляной кислоты,
 V_1 — объем соляной кислоты на титрование, мл,
 $V = 100$ — объем пробы воды, мл.

Общая жесткость воды рассчитывается по формуле

$$Ж_o = \frac{V_2 k C 1000}{V} = 0,5 k V_2 \text{ ммоль/л,} \quad (2)$$

где $C = 0,05$ моль/л, концентрация раствора трилона Б,
 k — поправочный коэффициент трилона Б,
 $V = 100$ — объем пробы воды, мл,
 V_2 — объем раствора трилона Б на титрование, мл.

Некарбонатную жесткость рассчитывают по формуле

$$Ж_n = Ж_o - Ж_k \text{ ммоль/л.} \quad (3)$$



Содержание оксида углерода (IV) рассчитывают по формуле

$$C_{CO_2} = \frac{0,00044 V_3 1000 1000}{V} = 2,2 V_3 \text{ мг/л}, \quad (4)$$

где V_3 — объем раствора гидроксида натрия на титрование, мл,
 $V = 200$ — объем пробы воды, мл,
0,00044 — количество оксида углерода (IV), эквивалентное 1 мл раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,01 моль/л.

Содержание свободного хлора рассчитывается по формуле

$$C_{Cl_2} = \frac{0,000355 k V_4 1000 1000}{V} = 17,75 k V_4 \text{ мг/л}, \quad (5)$$

где V_4 — объем раствора тиосульфата натрия на титрование, мл,
 k — поправка раствора,
 $V = 20$ — объем пробы воды, мл,
0,000355 — количество хлора, эквивалентного 1 мл раствора тиосульфата натрия концентраций 0, 01 моль/л, г.

Окисляемость воды рассчитывается по формулам
в миллиграммах перманганата калия

$$C_1 = \frac{(V_5 + V_6 - V_7) 0,000316 1000 1000}{V} = 0,8 V_6 \text{ мг/л} \quad (6)$$

и аналогично в миллиграммах кислорода

$$C_2 = \frac{(V_5 + V_6 - V_7) 0,00008 1000 1000}{V} = 0,8 V_6 \text{ мг/л}, \quad (6a)$$

где $V_5 = 20$ — объем раствора перманганата калия, введенного в колбу, мл,
 V_6 — объем раствора перманганата калия на титрование, мл,
 $V_7 = 20$ — объем раствора щавелевой кислоты, введенного в колбу, мл,
 $V = 100$ — объем пробы воды, мл,
0,000316 — количество перманганата калия в 1 мл раствора с концентрацией 0,002 моль/л, г,
0,00008 — количество кислорода, эквивалентное 1 мл раствора перманганата калия с концентрацией 0.002 моль/л.



Содержание сухого остатка рассчитывается по формуле

$$\text{Сост.} = \frac{(a - b) 1000}{V} = 1000 (a - b) \text{ мг/л,} \quad (7)$$

где a — масса чашки с сухим остатком, г,

b — масса пустой чашки, г,

$V = 100$ — объем пробы воды, мл.

Рассчитанные значения показателей для неумягченной воды вносят в сводную таблицу 1.

Подготовка воды (водоподготовка):

10) Умягчение воды содовонатронным методом:

Для умягчения воды предварительно готовят раствор умягчителя. Для этого растворяют в 1 л дистиллированной воды 15 г гидроксида натрия и 21 г карбоната натрия. Полученный раствор фильтруют.

В колбу отмеривают из склянки для отбора проб 200 мл воды и прибавляют пипеткой 2 мл раствора умягчителя. Колбу закрывают пробкой с вставленным в нее обратным воздушным холодильником и кипятят на сетке в течение 10 мин, не допуская выпаривания воды из холодильника. По окончании кипячения умягченную воду фильтруют через складчатый фильтр, охлаждают до комнатной температуры и определяют в ней общую жесткость по методике, приведенной ранее.

11) Умягчение воды ионообменным методом.

Выполнение работы состоит из подготовки ионообменника к работе и собственно умягчения воды.

Подготовка катионообменника к работе. Перед работой катионит в ионообменнике регенерируют, насыщая его ионами натрия. Для этого заливают в него через воронку 600 мл раствора хлорида натрия со скоростью 20 мл в минуту. Скорость прохождения раствора через катионит регулируют краном. Затем для удаления избытка хлорида натрия регенерированный катионит промывают дистиллированной водой до полного исчезновения ионов хлора (проба с нитратом серебра), на что обычно расходуется 1000 мл воды.

Через подготовленный катионообменник медленно пропускают 200 мл воды из склянки для отбора проб, регулируя скорость протекания ее краном. Умягченную воду собирают в коническую колбу и определяют в ней общую жесткость по методике, приведенной ранее.

12) Расчеты и оформление результатов.

Результаты анализа воды до умягчения и результаты определения общей жесткости ее содовонатронным и ионообменным методами сво-



дят в таблицу. На основании полученных данных делают вывод об эффективности метода и отнесение воды к соответствующей категории.

Результаты анализа воды до умягчения и результаты определения общей жесткости ее содовонатронным и ионообменным методами сводят в следующую таблицу:

Таблица

Вода	Жо	Жк	Жн	C_{CO_2}	C_{Cl_2}	C_1	C_2	Сост
До умягчения								
После умягчения								
А) содовонатронным методом								
Б) ионообменным способом								

Контрольные вопросы

1. Приведите примеры токсичных элементов, особенно опасных при загрязнении сточных вод.
2. Приведите примеры обобщенных показателей, по которым оценивается качество сточных вод.
3. Как определяется содержание серы в пробах воды?
4. Какими методами определяют микропримеси в водах?
5. Какими методами определяется содержание тяжелых металлов в пробах вод?
6. Перечислите основные операции подготовки технологической воды.



Лабораторная работа № 2

ОЧИСТКА ВОДЫ ОТ ВЗВЕСЕЙ И КОЛЛОИДОВ

Принцип метода

Большинство промышленных сточных вод содержит значительное количество взвешенных в воде твердых частиц и коллоидов различного химического состава, что обусловлено спецификой производства. Кроме того, вода, предназначенная для хозяйственно-питьевых нужд, для охлаждения агрегатов, паросилового хозяйства и других целей, часто содержит частицы глины, песка, ила и т. д., которые должны быть удалены или реагентными, или безреагентными методами.

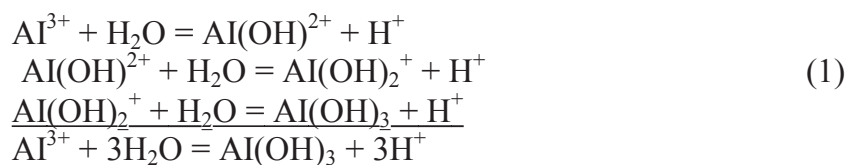
Процесс удаления из воды взвешенных веществ и коллоидных частиц называется осветлением и обесцвечиванием. Возможны два метода осветления: естественный и искусственный. При естественном методе вода очищается без применения химических реагентов. Искусственный метод основан на использовании различных химических реагентов, при этом происходит изменение в определенных пределах ионного состава воды, а также формы и размеров суспензии.

При естественном методе очистки крупные частицы под действием силы тяжести выпадают в осадок, а более мелкие частицы суспензии размером 4–0,1 мк и коллоидов размером 0,1–0,001 мк длительное время остаются во взвешенном состоянии и без применения химических реагентов практически не осаждаются.

Для интенсификации процесса осаждения взвесей, суспензий и коллоидов в качестве реагентов применяют коагулянты и флокулянты.

К коагулянтам для очистки воды относятся сернокислый алюминий $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, хлорное железо FeCl_3 , железный купорос $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, сернокислое трехвалентное железо $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$.

Соли алюминия, используемые в качестве коагулянтов, подвергаются гидролизу, который протекает ступенчато:



Степень гидролиза возрастает при разбавлении раствора водой, а также при повышении его температуры и pH.

Концентрация водородных ионов, при которой гидроксид алюминия имеет минимальную растворимость, лежит в пределах значений $\text{pH} = 6,5\text{--}7,5$.



Осаждение гидроксида алюминия начинается при $\text{pH} = 3$ и полное осаждение достигается при $\text{pH} = 7$. При дальнейшем повышении pH осадок начинает растворяться, причем растворение становится заметным при $\text{pH} = 9$.

Образовавшиеся хлопья гидроксида алюминия сорбируют содержащиеся взвешенные частицы, образуя при этом крупные флоккулы, которые быстро оседают и раствор осветляется. Кроме того, хлопьевидная масса, имея развитую поверхность, способна сорбировать некоторые органические вещества, вызывающие запах воды.

Оптимальную дозу коагулянта определяют по таблице 1.

Таблица 1

Оптимальная доза коагулянта для различных концентраций растворов со взвешенными частицами

Содержание в воде взвешенных веществ, мг/л	100	200	400	800	1000	2200
Доза безводного $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, мг/л	28–35	30–45	40–60	55–80	60–90	80–125

В качестве флокулянтов используют высокомолекулярные соединения, которые могут применяться для очистки воды от взвесей как самостоятельно, так и в качестве дополнения к коагулянтам.

Флокулянты могут быть как неорганическими, например активированная кремневая кислота, так и органическими, например полиакриламид, альгинат натрия, щелочной крахмал, карбоксиметилцеллюлоза и др.

Наиболее широкое применение в практике очистки воды в последнее время получил полиакриламид (ПАА), который является полимером амида и солей акриловой кислоты с молекулярным весом $(5,2-5,6) \cdot 10^6$.

Имеющиеся в воде взвешенные твердые частицы сорбируются молекулами полиакриамида и связываются с молекулами полимера, образуя при этом крупные хлопья.

В практике для увеличения скорости осаждения взвесей и снижения расхода флокулянта полиакриламида, как наиболее дорогого реагента, его широко используют с различными коагулянтами. Полиакриламид добавляют в незначительных количествах (0,5–1,5 мг на 100 мг взвешенных веществ). Обычно область наиболее эффективной флокуляции соответствует содержанию флокулянта 0,4–2 % (от массы твердых частиц).



Цель работы:

Познакомиться с методами очистки воды от взвесей и коллоидов с использованием химических реагентов ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ и полиакриламида) и сравнить эффективность их действия.

Посуда и оборудование: бумажные фильтры, сушильный шкаф, аналитические весы, стеклянные стаканы 500 мл, воронки, секундомер.

Реагенты: сульфат алюминия, полиакриламид

Ход выполнения работы

1. Определение содержания количества взвешенных твердых веществ в воде.

Два листа фильтровальной бумаги высушивают в сушильном шкафу при температуре 100–110 °С до постоянного веса и взвешивают на аналитических весах. Пробу воды, содержащую шламы — твердые вещества с размером частиц менее 10 мк, взбалтывают и наливают по 250 мл в два стеклянных стакана. Исследуемые шламы фильтруют. Оставшиеся на стенках стакана твердые частицы осадка смывают водой из промывалки на фильтр. Фильтрат оставляют для дальнейшей работы. Фильтры с твердыми веществами высушивают в сушильном шкафу при 100–110 °С до получения постоянного веса. Взвешивают и определяют содержание взвешенных веществ в воде.

2. Определение оптимальной дозы коагулянта и флокулянта и скорости осаждения взвеси при их действии.

Для определения скорости осаждения взвеси при действии коагулянта (сульфата алюминия) и флокулянта (полиакриламида) необходима проба исследуемой воды в количестве 4 л. Пробу тщательно перемешивают и отливают по 500 мл воды с известным содержанием твердых веществ (определение твердых веществ проведено в пункте 1 данной работы) в стеклянные стаканы 1%-ного раствора сульфата алюминия в количествах, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Определение оптимальной дозы
коагулянта и флокулянта сульфата алюминия

Объем раствора сульфата алюминия, мл	1 стакан	2 стакан	3 стакан	4 стакан	5 стакан	6 стакан
Количество добавляемого 1%-ного раствора сульфата алюминия	0	2,0	3,0	4,0	5,0	8,0



После добавления сульфата алюминия содержимое в стаканах тщательно перемешивают стеклянной палочкой и выливают в соответствующие цилиндры. Включают секундомер и наблюдают в течение 30–40 мин за процессом образования мелких хлопьев, крупных хлопьев, началом осветления и перемешиванием границы осветленного слоя.

Через определенные промежутки времени в таблицу 3 записывают высоту осветленного слоя и строят график $S = f(t)$.

Таблица 3

Зависимость скорости осаждения взвеси от количества коагулянта

Цилиндр	Высота осветленного слоя в цилиндрах через определенные промежутки времени, мм			
	10 мин	20 мин	30 мин	40 мин
1-й				
2-й				
3-й				
4-й				
5-й				
6-й				

Процесс образования из находящихся в воде мелких частиц более крупных хлопьев, способных выпасть в осадок, называется коагуляцией коллоида, или суспензией, а доза коагулянта, при которой визуально наблюдается наиболее скорое образование крупных, быстро осаждающихся хлопьев, называется оптимальной дозой коагулянта.

Аналогичные опыты проводят с использованием полиакриламида, добавляя в каждый цилиндр количество, указанное в таблице 4, 0,1%-ного раствора флокулянта.

Таблица 4

Определение оптимальной дозы коагулянта и флокулянта полиакриламида

Номера цилиндров	1	2	3	4	5	6
Количество добавляемого 0,1%-ного раствора ПАА, мл	0	1,0	2,0	3,0	4,0	7,0

По результатам наблюдений с полиакриламидом строят график $S = f(t)$ и сравнивают эффективность действия полиакриламида и сульфата алюминия.



Контрольные вопросы

1. Объясните механизмы действия флокулянта и коагулянта.
2. Перечислите вещества, выполняющие роль коагулянтов и флокулянтов.
3. Укажите основные направления использования воды в химическом производстве. Приведите примеры.
4. Что такое водооборот и с какой целью он используется?
5. В чем заключается рациональное использование водных ресурсов в химической промышленности?



Лабораторная работа № 3

ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ И ФЛОТАЦИЯ ТВЕРДОГО СЫРЬЯ

Принцип метода

Перед химической переработкой сырье необходимо предварительно подготовить. Предварительная подготовка сырья осуществляется с целью изменения определенных свойств и состава, которые позволяют осуществлять химико-технологический процесс производства, способствуют увеличению значений концентрации полезного компонента, уменьшению значений содержания влаги и вредных примесей, изменяют дисперсность до определенных значений. Для подготовки твердого сырья используют следующие операции: измельчение, классификация и обогащение. Чтобы оценить степень измельчения сырья определяют его гранулометрический состав, то есть содержание в нем частиц различных размеров. Флотация — это самый распространенный метод обогащения твердого сырья.

В соответствии с этим работа состоит из двух частей:

1. Определение гранулометрического состава твердого сырья (ситовой анализ).
2. Флотационное обогащение твердого сырья и определение количественных характеристик процесса флотации.

Определение гранулометрического состава

Для определения гранулометрического (зернового) состава, который характеризуется распределением частиц твердого материала по их дисперсности, используют метод ситового анализа.

Ход работы:

1. Навеску сырья просеивают через набор сит с различной величиной отверстий. В результате часть твердого материала проходит через сито (проход), а некоторая часть остается на сите (остаток).
2. Для операции просеивания используют следующие виды сит:
 - 1) ручные,
 - 2) специальные с механическими вибраторами с заданными характеристиками: частота колебания 50 Гц в вертикальной и в горизонтальной плоскостях.

Встряхивание с помощью специальных механических вибраторов эффективнее, так как обеспечивает более однообразные объективные результаты.



При проведении ситового анализа сырье принято разделять на классы (фракции). Число фракций, получаемых при просеивании через набор сит, равно

$$N = n + 1, \quad (1)$$

где n — число сит.

Точность ситового анализа зависит от допуска в изготовлении сит и степени отклонения просеиваемых частиц от шарообразной формы.

При изготовлении сит используют сетки с квадратными отверстиями размером 2,50–0,04 мм.

Принимают, что частица имеет форму шара. Ее объем — объем реальной частицы. Крупность просеиваемых частиц принято характеризовать эквивалентным диаметром. Эквивалентный диаметр рассчитывается следующим образом:

$$D_э = 1,24 \cdot V = 1,24 \cdot \frac{G}{\rho}, \quad (2)$$

где: $D_э$ — эквивалентный диаметр частицы, см,

G — масса частицы, г,

ρ — плотность материала частицы, г/см³.

Флотационное обогащение сырья

Флотационное обогащение — это физико-химический процесс разделения компонентов сырья (полезного материала и пустой породы), который основан на различной смачиваемости. При флотационном обогащении используется обычно минеральное или органическое сырье (сульфидная руда, каменный уголь). С помощью лабораторной флотационной машины происходит механическое перемешивание пульпы.

Для определения смачиваемости минералов их характеризуют величиной краевого угла смачивания Q вдоль границы раздела фаз «твердое тело — жидкость — воздух». В соответствии с величиной угла смачивания минералы подразделяются на несмачиваемые (гидрофобные), для которых $Q > 90^\circ$ и смачиваемые (гидрофильные), для которых $Q < 90^\circ$.

Силы поверхностного натяжения стремятся выровнять уровень жидкости. Частицы гидрофобных материалов всплывают с пузырьками воздуха в виде пены из-за разных углов смачивания. Их можно собрать. Частицы гидрофильных материалов погружаются в жидкость. Флотация приводит к получению одного или нескольких флотационных концентратов. Концентраты содержат полезные компоненты, ко-



торые были получены из сырья, и флотационные хвосты, имеющие в своем составе пустую породу.

Эффективность флотации, то есть полнота выделения полезного компонента из сырья зависит от ряда факторов. К ним относятся:

1. Природа и состав флотируемого сырья, в том числе различие в смачиваемости полезного минерала и пустой породы.

2. Дисперсность сырья; достаточная скорость и избирательность процесса достигаются только при некоторой средней крупности частиц сырья, обычно размер которых в диаметре составляет 0,1–0,3 мм.

3. Концентрация пульпы, то есть соотношение твердой и жидкой фаз, обычно колеблется в пределах от 1:5 до 1:3.

4. Состав воды, в том числе pH и природа содержащихся в ней примесей; эффективность флотации максимальна при $\text{pH} = 7,0$.

5. Ассортимент применяемых в процессе флотореагентов.

Флотореагенты — это химические вещества, повышающие эффективность флотации, способствуют разделению полезного минерала и пустой породы. Природные минералы, являющиеся составными компонентами используемого сырья, мало различаются по смачиваемости. Для увеличения гидрофобности полезного компонента в пульпу специально вводят поверхностноактивные вещества (ПАВ), которые адсорбируются на частицах и образуют на их поверхности мономолекулярную гидрофобную пленку. Эти вещества имеют высокую избирательную способность. При их выборе большое внимание уделяют типу флотируемого сырья.

В пульпу, чтобы создать устойчивую пену, вводят ПАВ — пенообразователи (вспениватели). К ним относятся: терпеновые спирты (сосновое масло), крезолы, высокомолекулярные алифатические спирты, каменноугольная смола, алкиларилсульфонаты и др. Эти вещества образуют на пузырьках воздуха адсорбционную пленку, которая препятствует слипанию частиц.

Для извлечения полезных компонентов как индивидуальных концентратов в процессе флотации полиметаллических руд в пульпу добавляют регуляторы. Регуляторы вводятся для повышения (гидрофобности) или подавления (гидрофильности) действия собирателей (активаторы) и способствуют предотвращению адсорбции собирателя на поверхности минерала.

Один и тот же флотореагент может играть различную роль. Так, собиратель может быть пенообразователем и пенообразователь может проявлять собирательные свойства и т. п. Так как флотореагенты обладают весьма высокой активностью, количество их, вводимое в пульпу, не превышает 100,0–200,0 г на 1 т флотируемого сырья. Но при флотации углей их количество доходит до 400,0–3000,0 г на 1 т.



Количество флотореагентов, вводимых в пульпу, рассчитывают по формуле

$$g_{\text{ф}} = \frac{G_{\text{ф}}}{10^3} \quad (3)$$

Если реагент вводится в виде разбавленного раствора, то по формуле

$$g_{\text{ф}} = \frac{G_{\text{ф}} \cdot V}{10^3 \cdot C} \quad (4)$$

где $g_{\text{ф}}$ — масса вводимого флотореагента, г,

V — объем раствора флотореагента, мл,

$G_{\text{ф}}$ — навеска флотируемого сырья, г,

V — заданный расход флотореагента, г/т,

C — концентрация раствора флотореагента, г/мл.

Флотация зависит от природы применяемых флотореагентов и pH среды. Для флотации используют сульфидные руды (халькопирит, каменный уголь, галенит, сфалерит, известняки (кальцит), флюорит.

Флотация сульфидных руд

Флотация проводится для увеличения содержания сульфидов металлов, а также выделения железного колчедана и пустой породы в виде флотационных хвостов. Флотореагент — это ксантогенат натрия (10,0 г/т). При флотации сфалерита дополнительно вводят пенообразователь Т-66, pH = 8,0–9,0.

Флотация известняков и флюорита

Целью флотации является отделение пустой породы. Флотореагент — это олеат натрия (100,0 г/т), pH = 9,0–9,5.

Флотация каменного угля

Целью флотации является отделение примесей глины, оксида кремния и сульфида железа. Флотореагенты — это керосин (1500,0 г/т) и Т-66 (15,0 г/м³ пульпы).

Цель работы:

Провести флотационное обогащение твердого минерального и органического сырья. Рассчитать гранулометрический состав.

Посуда и оборудование: воронка Бюхнера, прибор для ситового анализа, сушильный шкаф, металлическая ступка, фарфоровые чашки и ступка, лабораторная флотационная машина, сито с диаметром отверстия 0,05–0,10 мм, секундомер, промывалка, стакан стеклянный.

Реактивы: образцы анализируемого сырья: сульфидные руды (галенит, сфалерит, халькопирит), фосфориты, сильвинит, каменный уголь, ксантогенат натрия, керосин, олеат натрия, сода.



Ход выполнения работы

1. Определение гранулометрического состава.

Анализируемое сырье растирают в ступке и сушат в сушильном шкафу при 105–110 °С до постоянного веса. Из полученной пробы отбирают на технических весах в фарфоровой чашке навеску массой 50,00 г с точностью до 0,01 г. Для механического просеивания собирают прибор, следя за тем, чтобы сита были чистыми и сухими. Навеску помещают на верхнее сито. Прибор закрывают крышкой и стягивают сита при помощи скобы.

Просеивание вручную проводят в наклонном положении с частотой 150 колебаний в 1 мин. Просеивают 2 мин и проводят контрольный опыт. Для этого: под последнее сито кладут лист глянцевой бумаги. Просеивание можно считать законченным, если через сито в течение 1 мин прошло не более 0,05 г сырья.

2. Флотационное обогащение сырья.

Выполнение работы состоит из следующих последовательных операций:

1. Подготовка флотируемого материала, воды и флотореагентов.

2. Проведение процесса флотации.

1. Флотируемый материал подвергают измельчению сначала в металлической, затем в фарфоровой ступке. Обязательно просеивают через сито! Отбирают навеску массой 2,00 г с точностью до 0,01 г.

Если флотируемые материалы известняки и флюорит, то дополнительно проводят их отмучивание в дистиллированной воде и сушку в сушильном шкафу при температуре 105–110 °С.

Кроме природной медной сульфидной руды, берут и искусственно приготовленную смесь сульфида меди и пустой породы. При этом сульфид меди получают по определенной методике. Смесь из 63,0 г порошкообразной меди и 32,0 г измельченной серы нагревают до расплавления серы в тугоплавкой пробирке. Когда бурно протекающая реакция закончится, пробирку нагревают при 200–300 °С в течение 3–4 мин, охлаждают и, обернув бумагой, разбивают. Осколки стекла удаляют, а продукт растирают в ступке с добавлением 15,0 г серы. Полученную смесь помещают в пробирку и вновь нагревают при 200–300 °С в течение 5–10 мин. После охлаждения пробирку разбивают, удаляют стекло и в ступке растирают сульфид меди (II). Затем готовят смесь сульфида меди (5–10 г) и хорошо измельченного кварцевого песка (90–95 % от общей массы смеси). Затем полученную пробу обрабатывают по следующей методике: дистиллированную воду доводят до нужного значения pH, что достигается дополнительным введением карбоната натрия; для измерения pH используют универсальную индикаторную бумагу.



Готовим 1%-ный раствор флотореагента — ксантогената натрия или олеата натрия.

2. Во флотокамеру флотационной машины со снятой перегородкой помещают 2,0 г флотируемого сырья, заливают 18,0 мл воды и рассчитанный по формуле объем раствора флотореагента. При включении мешалки содержимое флотокамеры перемешивают в течение 2 мин. После этого в камеру необходимо поставить перегородку. Засекают время и начинают процесс флотации. При флотации образующаяся пена с концентратом переливается в разделительное отделение камеры, а порода в виде хвостов оседает на дне камеры. Пену удаляют пеносборником через каждые 15 с и помещают в фарфоровую чашку. Процесс флотации ведут до прекращения образования пены, на что требуется в зависимости от природы флотируемого сырья от 3 до 5 мин. По окончании флотации концентрат в чашке переносят в сушильный шкаф и сушат при 105–110 °С до постоянного веса и взвешивают с точностью до 0,01 г.

Пульпу, образовавшуюся во флотокамере и содержащую хвосты, выливают в стеклянный стакан. Флотокамеру обмывают дистиллированной водой из промывалки, а промывные воды присоединяют к пульпе. Смесь, содержащуюся в стакане, фильтруют через взвешенный бумажный фильтр. Осадок вместе с фильтром сушат в сушильном шкафу при 105–110 °С и взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г.

Расчеты и оформление результатов

1. Гранулометрический состав анализируемого сырья выражают содержанием в нем отдельных фракций в процентах. Для расчета содержания сырья необходимо найти отношение массы каждой фракции к массе навески, при этом каждая фракция обозначается верхним и нижним пределами размеров частиц: прошедших через данное сито — со знаком минус, оставшихся на данном сите — со знаком плюс:

$$X_{\phi} (-n + (n + 1)) = \frac{G_{\phi} (-n(n + 1)) \cdot 100 \%}{G}, \quad (5)$$

где X_{ϕ} — доля (содержание) фракции, %,

G_{ϕ} — масса фракции, г,

G — масса навески сырья, г,

N — номер сита.

Например, фракция, прошедшая через сито № 2 и оставшаяся на сите № 3, обозначается как

$$X_{\phi} (-2 + 3) = \frac{G_{\phi} (-2 + 3) \cdot 100 \%}{G}.$$



Полученные данные сводят в таблицу 1.

Таблица 1

Результаты гранулометрического состава анализируемого сырья

№ фракции	Gф, г	Xф, %
1.		
2.		
3.		
4.		
Итого		100 %

Результаты анализа представляют также в виде графика, откладывая на оси абсцисс номер фракции и по оси ординат долю фракции Xф.

2. Процесс флотации описывается следующими количественными показателями:

- 1) выход концентрата,
 - 2) степень обогащения сырья,
 - 3) степень извлечения полезного компонента из сырья.
- Выход концентрата рассчитывается по формуле

$$\eta = \frac{G_k \cdot 100 \%}{G_c}, \quad (6)$$

где Gк — масса полученного концентрата, г,

Gс — масса флотируемого сырья (навеска), г.

Степень обогащения сырья рассчитывается по формуле:

$$X_o = \frac{A_{kk}}{A_{ko}}, \quad (7)$$

где Акк — содержание полезного компонента в концентрате, %,

Акс — содержание полезного компонента в сырье, %.

При расчете принимают, что концентрат состоит из чистого компонента, то есть Акк = 100 %. (Содержание полезного компонента в сырье (Акс) необходимо узнать у преподавателя в начале работы.)

Степень извлечения полезного компонента из сырья рассчитывается по формуле

$$X_{ii} = \frac{G_{kk} \cdot 100 \%}{G_{kc}}, \quad (8)$$

где Gкк — масса полезного компонента в концентрате, г,

Gкс — масса полезного компонента в сырье, г.



Так как $G_{кк} = G_k \cdot A_{кк}$ и $G_{кс} = G_c \cdot A_{кс}$, то, подставив эти значения и значение G_k из формулы (6) в формулу (8), получим:

$$X_{и} = \frac{G_k \cdot A_{кк} \cdot 100 \% \cdot G_c}{A_{кс}} = \frac{A_{кк} \cdot (G_2 - G_1) \cdot 100 \%}{A_{кс} \cdot g} \quad (8a)$$

Массу флотационных хвостов рассчитывают по формуле:

$$G_k = g_2 - g_1, \quad (9)$$

где g_1 — масса фильтрата, г,

g_2 — масса фильтрата с осадком, г.

Полученные данные сводят в таблицу 2.

Таблица 2

Результаты процесса флотации

До флотации	После флотации			Показатели процесса	
Масса сырья, г G_c	Масса	Масса хвостов концентрата	Потери, г	X_o , %	$X_{и}$, %

Контрольные вопросы и задания

1. Приведите классификацию ресурсов химического сырья.
2. Охарактеризуйте скорость истощения запасов сырья.
3. Поясните, что такое рециркуляция сырья и каково ее влияние на время истощения его ресурсов.
4. Охарактеризуйте цель обогащения сырья. От чего, по вашему мнению, зависит выбор метода обогащения?
5. Какие количественные показатели процесса обогащения характеризуют процесс обогащения? Дайте каждому из них определение.
6. При обогащении 8,0 т медной руды, содержащей 1,6 % меди, было получено 400,0 кг концентрата с содержанием 24,0 % меди. Рассчитайте выход концентрата в процентах. Найдите степень извлечения полезного компонента и обогащения сырья.
7. При обогащении 6,0 т цинковой руды (массовая доля цинка 2,0 %), получили 350,0 кг концентрата с массовой долей цинка 25 %. Найдите выход концентрата, степень извлечения цинка, степень обогащения сырья.



8. При флотации свинцовой руды, содержащей 1,3 % свинца, получено 380,0 кг концентрата, содержащего 18,0 % свинца. Выход концентрата равен 5,5 %. Определите количество флотируемой руды, степень извлечения свинца, степень обогащения руды.

9. На обогатительной фабрике руда подвергается флотации. При флотации 1,0 т исходной руды, содержащей 1,3 % меди в руд, получают 110,5 кг концентрата с содержанием меди 9,6 %. Найдите выход концентрата, степень извлечения меди.

10. При флотации 3,0 т медной руды с содержанием сульфида меди (II) 5,0 % было получено 200,0 кг концентрата, содержащего 30,0 % меди. Найдите выход концентрата, степень извлечения меди и степень обогащения сырья.



Лабораторная работа № 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ ТВЕРДЫХ СЫПУЧИХ ТЕЛ

Принцип метода

Влажность твердых тел — это процентное содержание воды, удаляемой при термообработке образца, по отношению к массе влажного образца.

Влажность твердых сыпучих тел относится к одной из самых важных технических характеристик материалов. Для ряда объектов влажность стандартизуется.

Температура, при которой вода может быть удалена из образцов при нормальном давлении, колеблется от 90 до 130 °С и зависит от формы связывания воды на поверхности, в порах твердых тел, от физического смачивания, осмотического набухания, гидратации активных центров и др. При длительном хранении влажность образцов характеризуется равновесной влажностью атмосферного воздуха.

Цель работы:

Определить влажность измельченных твердых тел, к которым могут относиться твердые топлива (каменный уголь, антрацит, сланец, торф), сорбенты (иониты, цеолиты, активированные угли, молекулярные сита), рудные материалы (руды, шлаки, концентраты, зола), зернопродукты.

Посуда и оборудование: шкаф сушильный с нагревом до 130 °С, весы аналитические, эксикатор с гранулированным хлористым кальцием, стаканчики стеклянные с крышкой (бюксы) высотой 20,0–30,0 мм и диаметром 25,0–40,0 мм, ступка с пестиком, ложечка или шпатель для взятия навесок, щипцы тигелевые, сито с диаметром отверстий 1,0 мм.

Реактивы: каменный уголь, антрацит, сланец, торф, сорбенты (иониты, цеолиты, активированные угли), рудные материалы (руды, шлаки, концентраты, зола), зернопродукты.

Ход выполнения работы

1. В пронумерованные бюксы, вынутые из эксикатора непосредственно перед началом работы и взвешенные вместе с крышкой с точностью до 0,0002 г, помещают навески (1,0–2,0 г) испытуемого твердого материала и взвешивают вместе с крышкой.

2. Когда исходный образец представлен крупными частицами, его необходимо предварительно измельчить в ступке и просеять, отбирая фракцию менее 1,0 мм.

3. В сушильный шкаф помещают бюкс с образцом. Образец предварительно нагревают до заданной температуры и высушивают при по-



луоткрытой крышке в течение 1–2 час при температуре не менее 100–105 °С для твердых топлив и 105–120 °С для сорбентов.

4. Бюкс с образцом вынимают из сушильного шкафа и закрывают крышкой. Образец охлаждают сначала на воздухе, затем в эксикаторе и взвешивают на весах. Содержание влаги (W) рассчитывается по формуле (в %):

$$W = (\Delta m / m) \cdot 100 \%,$$

где Δm — убыль массы, г,

m — исходная навеска влажного образца, г.

5. Проводят повторное высушивание образца в аналогичных условиях до того момента, когда разница между измерениями не станет менее 0,5 % от массы навески.

Работу лучше проводить одновременно на 2–3 типах образцов твердых тел.

Расчеты и оформление результатов

Кратко записать методику (ход) выполнения работы и полученные результаты занести в следующую таблицу:

Таблица 1

Тип твердого тела	Бюкс		Масса твердого тела, г		Убыль массы, г	Влажность, %
	№	масса, г	до	после		
			взвешивания	взвешивания		

Контрольные вопросы и задания

1. От чего зависит влажность твердых тел?
2. Продолжите предложение: при использовании твердых тел влажность может иметь значения...
3. Определение влажности твердых тел.
4. В производстве используют весовой метод определения влажности при термостойкости твердых тел, не превышающей 60–80 °С. Какие ограничения должны учитываться?
5. Для чего в методике используется эксикатор?
6. Почему влажность рассчитывают по отношению к влажному образцу, а не по отношению к «не абсолютно сухому»?



Лабораторная работа № 5

ПОЛУЧЕНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ВЯЖУЩИХ ВЕЩЕСТВ

Принцип метода

Минеральные вяжущие вещества — это порошкообразные материалы, в большинстве случаев сложного состава, которые при смешивании с водой, а иногда и с водными растворами солей дают пластичную массу (тесто), превращающуюся через некоторое время в твердое тело — искусственный камень.

Процесс превращения состоит из двух стадий:

1) Первая стадия — схватывание. Происходит затворение: вяжущие вещества при добавлении воды образуют пластичную массу в виде теста, которая постепенно густеет.

2) Вторая стадия — твердение. Искусственный камень постепенно становится очень прочным. Предельная прочность для каждого материала своя. Минеральные вяжущие вещества находят широкое применение в строительстве: 1) для связывания отдельных строительных элементов (кирпичей, блоков, плит, камней), 2) для получения монолитных частей сооружений при смешивании вяжущих веществ с заполнителями (песком, гравием и т. д.).

Вяжущие вещества делятся на две группы: *гидравлические*, твердеющие и сохраняющие прочность на воздухе и в воде (цемент, гидравлическая известь), и *воздушные*, способные твердеть только на воздухе (гипс, воздушная известь, магнезиальный цемент).

1. Получение цемента

Основой для производства цемента является шихта. Она состоит из смеси известняка, мела и легкоплавкой глины. Для разложения шихты ее подвергают высокотемпературному обжигу (1200–1300 °C), при этом образуются оксиды CaO, SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ и искусственные минералы белит 2CaO · SiO₂, алит 3CaO · SiO₂, а также в виде плавней алюминат кальция 3CaO · Al₂O₃ и алюмоферрит кальция 4CaO · Al₂O₃ · Fe₂O₃. Спекание при температуре до 1450 °C приводит к образованию клинкера, который измельчают, добавляют к нему молотый гипсовый камень и природный кремнезем. По этой методике получают цемент. Затворение цемента водой сопровождается гидратацией входящих в его состав минералов с образованием малорастворимых и выделяющихся вследствие этого кристалликов гидросиликатов и гидроалюминатов:



Разрастание и сращивание кристаллов обуславливает процесс затвердевания цементного теста и превращения его в цементный камень.

2. Получение гипса

Гипсовый камень (природный гипс) $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ — это исходное сырье для получения строительного (полуводного) гипса. Проводя обжиг при температуре до 140°C , получают полуводный гипс. Происходит неполная дегидратация:



Затворение водой порошка ведет к растворению строительного гипса в воде и присоединению воды. В результате образуется менее растворимый двухводный гипс. Выделяются его кристаллы, что вызывает быстрое схватывание в течение 5–15 мин. Для замедления схватывания добавляют известь или ряд органических материалов (в частности, клей).

Строительный гипс находит применение в производстве керамических изделий (изготовление отливочных форм), в строительстве (проведение штукатурных работ), в медицине.

Цель работы:

Изучить процесс получения цементного камня, а также испытать его твердость и определить время схватывания цемента. Изучить процесс получения строительного гипса. В результате выполнения работы рассчитать время затвердевания затворенного гипса и количество удаленной из гипсового камня воды.

Ход выполнения работы

1. Взвесьте в фарфоровой чашке 30,0 г цемента. Затем пересыпьте взвешенную навеску на деревянную плиту. Аккуратно добавьте 7–8 мл воды при перемешивании данной смеси стеклянной палочкой до образования однородной массы.

2. Из цементного раствора сформируйте изделие любой формы с плоской поверхностью. Зафиксируйте время начала наблюдений. Через каждые 5–10 мин проверяйте твердость изделия, касаясь кончиком пинцета поверхности. Изначально тесто будет текучим и пластичным, углубление будет заполняться тестом. Если углубление не заплывает, то есть деформированное состояние поверхности сохраняется, значит начинается схватывание.



3. На технических весах взвешивают 20–25 г измельченного гипсового камня, переносят в фарфоровую ступку с пыленепроницаемым чехлом и растирают небольшими порциями в тонкий порошок.

4. Навеску двухводного гипса (масса 4–5 г) смешивают с водой до образования теста. Проводят наблюдение и выясняют, происходит ли его твердение.

5. Гипсовый камень (навеска 20,0 г), измельченный до порошка, в предварительно взвешенной фарфоровой чашке ставят в сушильный шкаф. Следует проводить нагревание 20 мин при температуре 130–140 °С. После этого фарфоровую чашку извлекают из сушильного шкафа и охлаждают.

6. После охлаждения определяют убыль веса с помощью взвешивания. Затем операции нагревания порошка, охлаждения и взвешивания повторяют с интервалом 15 мин до достижения постоянного веса. После этого рассчитывают суммарное время нагревания, содержание воды в полученном порошке, выраженное в процентном отношении количества удаленной воды к теоретическому.

7. На весах отвешивают навеску строительного гипса массой 10 г. Помещают на деревянную плиту и добавляют 5 мл воды. При тщательном перемешивании образуется тесто. Необходимо зафиксировать время затворения (начало схватывания).

8. Когда тесто загустеет, сформировать изделие с плоской поверхностью. Записать время начала твердения. Чтобы определить время начала твердения, необходимо периодически проверять поверхность изделия на механическое воздействие кончика иглы. Момент, когда прикосновение к поверхности иглой не образует лунки, заполняющейся водой, есть момент окончания затвердевания.

9. Рассчитать время затвердевания и общее время с момента затворения до окончания затвердевания.

Расчеты и оформление результатов

Кратко записать ход выполнения работы и его методику. Заполнить таблицы с указанием времени схватывания цемента, времени затвердевания и суммарного времени от затворения до окончательного затвердевания гипса. Сделать вывод о количестве воды, удаленной из гипсового камня при его нагревании.



Контрольные вопросы

1. Назовите химический состав цемента, природного и строительного гипса.
2. Назовите области применения цемента и гипса.
3. Охарактеризуйте наиболее известные минеральные вяжущие вещества. Назовите сферы их применения.
4. Какие химические реакции лежат в основе процессов получения и связывания строительных цемента и гипса. Охарактеризуйте их.
5. Дайте определение магнезиальным связывающим веществам. В чем их особенность при получении и применении?
6. Сырье строительных вяжущих веществ, изготовленных из природных материалов, при предварительной обработке обжигают. Объясните почему.
7. Что такое клинкер?



Лабораторная работа № 6

ПОЛУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОГИДРАТА СУЛЬФАТА АЛЮМИНИЯ ИЗ ГЛИНЫ ИЛИ КАОЛИНА

Принцип метода

Глины и каолины (каолиновые глины), широко распространенные в природе, являются сырьем для получения сульфата алюминия в промышленности. Данные вещества, входящие в класс алюмосиликатов, представляют основные природные соединения: пирофиллит $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, галлуазит $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{aq}$, монтморилленит $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, каолинит $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, аллофан $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + \text{aq}$ и др.

В промышленности сульфат алюминия получают из сырья с высоким содержанием глинозема — оксида алюминия. Данное сырье разлагается кислотами и должно отвечать следующим требованиям):

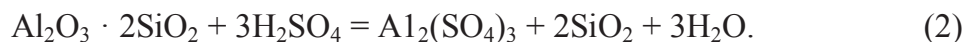
- 1) 55–75 % SiO_2 ,
- 2) 15–40 % Al_2O_3 ,
- 3) 1–2 % Fe^{3+} (в виде оксида и сульфида),
- 4) 0,5–1 % Fe^{2+} (оксид и карбонат),
- 5) примеси CaCO_3 и $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- 6) вещества органического происхождения.

Глины и каолины классифицируются по следующим признакам: минералогический и химический состав, степень дисперсности (размер зерен). Глины, в отличие от каолитов, имеют меньший размер зерен и более богаты примесями щелочных и щелочноземельных металлов, а также соединениями железа.

Для получения кристаллогидрата сульфата алюминия $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ используют обезвоженную глину или каолин и концентрированную серную кислоту:



или



Отфильтрованный раствор необходимо упарить для увеличения концентрации сульфата алюминия, выделяемого затем из раствора с применением кристаллизации.

В лабораторных условиях кристаллогидрат сульфата алюминия получают, используя гидроксид алюминия и серную кислоту:



Безводный сульфат алюминия $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ — это порошок белого цвета с плотностью $2,71 \text{ г/см}^3$, кристаллы которого пластинчатые или игольчатые гексагональной сингонии. Беспримесные кристаллы бесцветны. Окраска кристаллов определяется химической природой и количеством содержащихся в них примесей. Плотность кристаллогидрата $1,69 \text{ г/см}^3$. Он устойчив на воздухе, растворяется в воде (36,2 % при 20°C), практически нерастворим в этаноле.

При помощи нагревания кристаллогидрата $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ постепенно удаляют кристаллизационную воду. Происходит образование безводного сульфата алюминия. При дальнейшем нагреве до красного каления (более 500°C) он разлагается с выделением оксида алюминия и оксида серы (VI).

Технический сульфат алюминия после очистки содержит по массе:

- 1) не менее 14,000 % алюминия (пересчет на оксид алюминия),
- 2) не более 0,040 % железа (пересчет на оксид железа),
- 3) 0,003 % мышьяка (пересчет на As_2O_3).

Распространенным коагулянтом является сульфат алюминия или кристаллогидрат сульфата алюминия. Его широко используют в водоочистке для обработки питьевых и промышленных вод. $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ при растворении в воде/гидролизе переходит в гидроксид алюминия и основные сульфаты. На этом основаны его коагулирующие свойства. В процессе коагуляции $\text{Al}(\text{OH})_3$ образуются студенистые хлопья — коллоидные частицы содержащихся примесей, находящиеся в воде. После химической обработки необходимо профильтровать воду. Сульфат алюминия используют для устранения временной жесткости воды в водоочистке. Процесс описывается реакцией



Сульфат алюминия используют: 1) в целлюлозной промышленности (проклейка бумаги и др.), 2) текстильной промышленности (протрава при крашении хлопчатобумажных, шерстяных и шелковых тканей), 3) в процессе дубления кожи, 4) для консервирования дерева, 5) производстве древесно-волоконистых плит, 6) промышленности искусственных волокон и др.

Цель работы:

Получить кристаллогидрат сульфата алюминия и определить его выход.

Посуда и оборудование: весы, песчаная баня, стеклянная палочка, фарфоровый стакан, химический стакан на 250 мл, воронка Бюхнера / воронка горячего фильтрования, муфельная печь.

Реактивы: глина или каолин, концентрированная серная кислота.



Ход выполнения работы

1. Прокалить на воздухе глину или каолин для удаления кристаллизационной воды и примесей органических веществ при температуре 450–500 °С.

2. Навеску продукта массой 40,0–50,0 г поместить в фарфоровый стакан. Добавить концентрированную серную кислоту ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$). Рассчитать количество кислоты и добавить 80–90 % от расчетного. Взаимодействие с кислотой должно осуществляться на песчаной бане или на слабом огне газовой горелки под тягой (необходимо постоянно перемешивать стеклянной палочкой).

3. Процесс кислотного разложения (реакция (2)) провести до полного прекращения выделения паров и получения сухой, сыпучей однородной массы.

4. Сухую массу охладить до комнатной температуры. Провести выщелачивание в стеклянном стакане, содержащем 200 мл нагретой до кипения воды.

5. Полученную после выщелачивания пульпу фильтруют с использованием воронки горячего фильтрования или воронки Бюхнера.

6. Фильтрат упаривают для концентрирования до плотности 1,21–1,25 г/см³.

7. Полученный концентрированный раствор охлаждают при постоянном перемешивании.

8. После завершения кристаллизации проводят фильтрование. Образовавшиеся кристаллы кристаллогидрата сульфата алюминия после отделения от раствора отжимают между листками фильтровальной бумаги.

9. Полученные кристаллы взвешивают и проводят расчет выхода (η) в процентах кристаллогидрата сульфата алюминия в пересчете на безводный сульфат алюминия:

$$\eta = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1}, \quad (5)$$

где m_2 — масса $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, содержащегося в выделенных кристаллах, г,
 m_1 — масса теоретически рассчитанного количества безводного $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, входящего в состав выделенного продукта взаимодействия прокаленной глины с серной кислотой по реакции (2), г.

m_2 рассчитывают по реальному количеству и полному использованию H_2SO_4 , а также содержанию Al_2O_3 в глине 20–40 %. Для определения массы m_2 следует считать, что все кристаллы содержат максимально возможное количество кристаллизационной воды (18 молей воды на один моль сульфата алюминия).



Расчеты и оформление результатов

Описать кратко методику выполнения лабораторной работы. Оформить экспериментально полученные и теоретически рассчитанные результаты. Результаты занести в таблицу.

Таблица

Расчетные данные выхода кристаллогидрата сульфата алюминия

Масса прокаленной глины, г	Масса (объем) H_2SO_4 , г (мл)	Масса продукта кислотного разложения, г	Масса кристаллов, г	Масса m_1 , г	Масса m_2 , г	Выход $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, %

Контрольные вопросы

1. Для получения $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ и его кристаллогидрата используют... Продолжите предложение. Дайте полную характеристику исходного сырья в данных процессах.

2. Каковы свойства $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ и $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$?

3. Перечислите основные области применения сульфата алюминия.

4. С какой целью рекомендуется прокаливать глину или каолин перед их обработкой серной кислотой?

5. Какие превращения испытывают $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ и безводный сульфат алюминия?

6. Приведите структурную формулу $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$.

7. Охарактеризуйте кристаллическую структуру и форму кристаллов $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$.

8. Рассчитайте в весовых процентах содержание алюминия в безводном $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, кристаллогидрате $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ и в каолине.



Лабораторная работа № 7

ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДА НАТРИЯ ХИМИЧЕСКИМИ СПОСОБАМИ

Принцип метода

Для получения гидроксида натрия (каустической соды) в промышленности используют электрохимический и химический способы.

Электрохимический способ основан на электролизе водных растворов поваренной соли NaCl (в специальных ваннах).

Количество химических способов получения NaOH многочисленно. Среди них в промышленности применяют известковый и ферритный способы.

Известковый способ. Каустификация содового раствора. Основан на взаимодействии раствора карбоната натрия с гашеной известью:



В данном методе карбонат кальция — отход производства. Он отделяется от щелочного раствора с помощью фильтрации. Раствор гидроксида натрия необходимо упарить, чтобы повысить его концентрацию. В дальнейшем его перерабатывают в твердый плавленный продукт.

Ферритный способ. Проходит две стадии:

1) прокаливание смеси Na_2CO_3 и Fe_2O_3 при температуре 800–1100 °С с получением феррита натрия:



2) последующее его разложение водой



Осадок оксида железа отфильтровывают и после промывки водой и просушивания возвращают в производственный цикл. Полученный раствор гидроксида натрия упаривают и из упаренного раствора получают твердый продукт.

Цель работы:

Применить методику получения гидроксида натрия (каустическую соду) из карбоната натрия. Определить кинетику процесса.

Посуда и оборудование: термостойкие химические стаканы емкостью 250 мл, муфельная печь, тигли, оборудование и реактивы для ацидиметрического титрования.



Реактивы: карбонат натрия Na_2CO_3 , оксид кальция CaO или гашеная известь $\text{Ca}(\text{OH})_2$, оксид железа Fe_2O_3 .

Ход выполнения работы

1. Получение NaOH известковым способом.

Приготовить 10%-ный раствор карбоната натрия растворением кальцинированной соды в воде (во избежание образования комков соду рекомендуется растворять в горячей воде при перемешивании). стакан, в котором содержится 100–200 мл этого раствора, поставить на асбестовую сетку, нагреть на пламени горелки до 50–80 °С и порциями, при перемешивании, засыпать $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (или CaO) в количестве, соответствующем 200 % от теоретически необходимого по реакции (1).

Степень каустификации (практический выход свободной щелочи по реакции (1)) определяется соотношением эквивалентных количеств образующегося гидроксида натрия и исходной соды.

Для изучения кинетики каустификации следуют следующей методике:

1) Через 5, 10, 20 и 50 мин после добавления извести в содовый раствор на 1–2 мин прекращают перемешивание.

2) После отстаивания берут пробы объемом 1–2 мл осветленного раствора для определения концентраций NaOH и Na_2CO_3 .

3) Анализ основан на титровании раствора стандартным (0,1 н.) раствором HCl с двумя индикаторами. Общая щелочность ($\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$) определяется титрованием пробы раствора с метиловым оранжевым индикатором. Гидратная щелочность и половина карбонатной определяется титрованием с фенолфталеином. Титрования проводят из одной пробы. При этом берут V мл пробы раствора, переносят в коническую колбу, добавляют 40 мл дистиллированной воды, затем 2–5 капель фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором HCl до исчезновения окраски (V_1). В этот же раствор добавляют несколько капель метилового оранжевого и снова титруют 0,1 н. раствором HCl до перехода окраски из желтой в розовую (V_2).

Концентрация свободной щелочи в растворе определяется по формуле

$$C_{\text{NaOH}} (\text{г-экв/л}) = [(V_1 - V_2)/V] \cdot 0,1.$$

Степень каустификации (η) определяется по формуле

$$\eta = [(V_1 - V_2)/(V_1 + V_2)] \cdot 100.$$



2. Получение NaOH ферритным способом.

Навески $5 \pm 0,1$ г кальцинированной соды и стехиометрического по реакции (2) количества оксида железа (III) равномерно перемешиваются в 4–5 фарфоровых тиглях. Тигли помещают в муфельную печь. Нагревают до 800–1000 °С в течение 5, 10, 20 и 50 мин. Прокаленные смеси охлаждаются до комнатной температуры. Затем прокаленные смеси переносят в термостойкие стаканы, проводят выщелачивание с добавлением 100 мл воды при температуре 70–80 °С при перемешивании в течение 30 мин.

Степень каустификации определяется по результатам анализа полученного раствора отдельно в каждом стакане, то есть титрованием стандартных растворов кислоты по описанной выше методике.

Расчеты и оформление результатов

Записать методику (ход выполнения работы); объемы и массы NaOH и Na_2CO_3 , значения степени каустификации в зависимости от времени. При проведении каустификации соды одновременно двумя способами сравнить полученные результаты. Сделать выводы.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные области применения гидроксида натрия.
2. Перечислите и обоснуйте основные достоинства и недостатки процессов получения гидроксида натрия по известковому и ферритному способам.
3. Опишите способы получения гидроксида натрия. Назовите их недостатки для промышленного применения.
4. Охарактеризуйте электрохимические способы получения гидроксида натрия. Назовите их достоинства и недостатки по сравнению с химическими способами.
5. Назовите параметры различных процессов получения гидроксида натрия. Как выбор рабочих температур определяет химические способы получения гидроксида натрия?
6. С какими экологическими проблемами при использовании химических способов производства гидроксида натрия сталкиваются в промышленности. Дайте подробный ответ.



Лабораторная работа № 8

ПОЛУЧЕНИЕ ФЕНОЛФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ НОВОЛАЧНОГО ТИПА

Принцип метода

Получение фенолформальдегидных смол основано на конденсации фенола и формальдегида. В зависимости от соотношения фенола и формальдегида получают так называемые новолачные и резольные смолы. Так, при небольшом избытке фенола (на 7 моль фенола 6 моль формальдегида) получают новолачную смолу. В качестве катализатора используют соляную и щавелевую кислоту.

Новолачные смолы термопластичны, в макромолекуле которых насчитывается 5–10 бензольных колец.

Цель работы:

Получить новолачную фенолформальдегидную смолу.

Посуда и оборудование: круглодонная колба с термометром до 100 °С, водяная баня.

Реактивы: фенол (100 %), формальдегид (40%-ный водный раствор), соляная кислота ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$).

Ход выполнения работы

1. В круглодонную колбу емкостью 50 мл (500 мл), снабженную холодильником и термометром, помещают 7,5 г (94 г) фенола, нагревают колбу до 40–50 °С, чтобы расплавить фенол, и добавляют 5 мл (60 мл) 40%-ного раствора формальдегида. Смесь взбалтывают до растворения фенола.

2. К полученной смеси прибавляют 2–3 (10) капли концентрированной соляной кислоты.

3. Колбу закрывают пробкой, помещают в нее обратный холодильник и нагревают на водяной бане при 90–100 °С до разделения водного и смоляного слоев. Смесь выливают во взвешенную фарфоровую чашку.

4. После отстаивания верхний слой воды сливают. Смолу промывают теплой водой (50 °С) до нейтральной реакции (по метилоранжу). Чашку со смолой помещают в сушильный шкаф и нагревают до 120–130 °С до высушивания.

5. Затем чашку со смолой взвешивают и рассчитывают выход продукта.

Полученная новолачная смола представляет собой твердый термопластичный прозрачный материал от светло-желтого до красного



цвета с молекулярным весом 300–600. Она нерастворима в воде, но легко растворяется в спиртах, ацетоне и щелочах.

Расчеты и оформление результатов

Записать методику (ход выполнения) работы. Записать использованные объемы и массы реагентов. Зафиксировать выход продукта.

Контрольные вопросы

1. Перечислите области применения фенолформальдегидных смол.
2. С какими экологическими проблемами сталкиваются при осуществлении данного синтеза?
3. В чем отличие резольной фенолформальдегидной смолы от новолачной и какие существуют способы ее получения?
4. Как правильно рассчитывается теоретический выход новолачной фенолформальдегидной смолы.



Лабораторная работа № 9

ФОСФАТИРОВАНИЕ МЕТАЛЛОВ

Принцип метода

Фосфатированием называется процесс нанесения на поверхность металла защитной пленки, состоящей практически из нерастворимых солей фосфорной кислоты.

Фосфатирование является одним из распространенных, простых и недорогих методов защиты металлов от атмосферной коррозии. Фосфатные покрытия, обладающие такими свойствами, как черный цвет, значительная твердость, сравнительная хрупкость, не обеспечивают достаточной защиты изделия, поэтому применяются в сочетании с лакокрасочными покрытиями как подслои перед нанесением лаков для улучшения сцепления последних с покрываемой поверхностью.

Фосфатированию подвергают в основном углеродистые стали, так как в этом случае получается наиболее равномерная фосфатная пленка с хорошей адгезией покрытия с металлической поверхностью.

Когда поверхность металла взаимодействует с растворами гидрофосфатов двухвалентных марганца и железа, происходит фосфатирование. Данные препараты дают покрытие, более устойчивое против коррозии, при меньшей длительности фосфатирования. Это их основные преимущества по сравнению с марганцовыми. Наибольшее применение получил препарат мажеф $(n\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4) \cdot m\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2)$, состоящий из монофосфатов марганца и железа в соотношении 10:1–15:1. Чтобы увеличить скорость фосфатирования используют раствор, содержащий 30–35 г/л мажефа и 50–70 г/л нитрата цинка при 70–80 °С. Фосфатирование ведут и холодным способом, но в этом случае используют раствор мажефа с повышенной концентрацией. Для фосфатирования применяют также раствор монофосфата цинка $\text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$.

Когда металлическая поверхность контактирует с раствором мажефа, поверхность металлического изделия разделяется на анодные и катодные участки. На катодных участках протекает процесс:



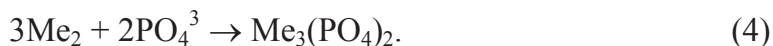
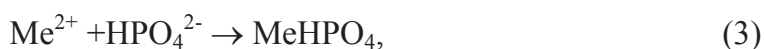
Анодные участки, разрушаясь, посылают в раствор ионы железа:



В растворе, граничащем с фосфатируемой поверхностью, концентрация ионов железа повышается, и из-за малых значений произве-



дений растворимости фосфатов используемых металлов пограничный раствор становится пересыщенным и соли кристаллизуются на поверхности металла, образуя слоистые покрытия по реакциям:



Фосфатирование заканчивается, когда прекращает выделяться водород из раствора. Время, протекающее от погружения изделия в раствор мажефа до прекращения выделения водорода, колеблется от 60 до 100 мин и зависит не только от концентрации раствора, температуры, типа металла и состояния поверхности, но и от содержания примесей, способа подготовки поверхности.

Иногда лучшее покрытие можно получить до полного прекращения выделения водорода: тонкие пленки обладают более высокими защитными свойствами, чем более толстые, отличающиеся большим внутренним напряжением, содержат трещины, понижающие качество фосфатных покрытий.

Цель работы:

Провести фосфатирование металлических пластин и испытать защитные свойства фосфатной пленки.

Посуда и оборудование: стальные пластинки размером 1,5 x 7 см, водяной термостат (баня), секундомер, металлические щипцы, стеклянный стакан, штатив.

Реактивы: раствор мажефа 27–30 г/л, серная кислота (H_2SO_4), соляная кислота (HCl), медный купорос ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

Ход выполнения работы

1. Подготовка образцов к покрытию¹.

Несколько образцов нумеруют и обезжиривают в растворе 100 г/л едкого натра, 40 г/л кальцинированной соды и 20 г/л тринатрийфосфата в течение 15–20 мин при 90–95° С. Пластинки образцов промывают в горячей и холодной воде. Для лучшего сцепления покрытия с поверхностью проводят травление в растворе 100 г/л серной и 20 г/л соляной кислоты в течение 5–10 мин. Пластинки промывают в холодной воде. Подготовленные к фосфатированию образцы следует хранить в 3%-ном растворе соды.

2. Фосфатирование образцов.

Фосфатирование образцов производят в специальном стакане, заполненном раствором 27–30 г/л реактивом «мажеф», который поме-

¹ При выполнении работы образцы следует брать металлическими щипцами.



щается в термостат или водяную баню с температурой 86–98 °С. Образцы подвешиваются в стакане таким образом, чтобы часть пластинок осталась непогруженной в раствор. Продолжительность фосфатирования 15, 30 и 60 мин. После этого образцы промывают водой и высушивают с помощью фильтровальной бумаги, а затем испытывают на коррозионную стойкость.

3. Испытание защитных свойств покрытия.

С помощью капельницы на поверхность образца наносят на некотором расстоянии друг от друга 2–3 капли раствора, в состав которого входят 40 мл раствора медного купороса 0,8 н., 20 мл 10%-ного раствора поваренной соли, 1,5 мл раствора соляной кислоты 0,1 н. Включить секундомер и наблюдать момент изменения цвета пластинки под каплями (покраснение из-за выделения меди).

Время (мин) между нанесением капель на фосфатированную поверхность и моментом изменения цвета капель от серо-голубого до желтого или красного является показателем коррозионной стойкости фосфатной пленки. В соответствии с полученными данными стойкость фосфатных покрытий принято оценивать следующим образом:

- 1) 5 мин и более — высокая стойкость,
- 2) от 2 до 5 мин — средняя стойкость,
- 3) от 1 до 2 мин — пониженная стойкость,
- 4) менее 1 мин — низкая стойкость.

Для сравнения каплю раствора наносят на незащищенную фосфатным покрытием поверхность образца и отмечают момент выделения меди — покраснение под каплей.

Расчеты и оформление результатов

Оформить в тетради ход выполнения работы (методику) и, используя результаты, составить таблицу по приведенной ниже форме.

№ образца	Время фосфатирования, мин	Температура фосфатирования, °С	Время от момента нанесения капли до изменения её цвета, мин	Оценка полученного покрытия

Контрольные вопросы

1. Как можно повлиять на качество фосфатных покрытий металлов?
2. Как приготовить раствор мажефа?
3. Охарактеризуйте положительные стороны электрохимического метода фосфатирования металлов.
4. Для чего перед фосфатированием обычно проводят обезжелезивание и травление металлических образцов?



Лабораторная работа № 10

ПОЛУЧЕНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

Принцип метода

Сбалансированное применение минеральных удобрений (туков) дает до 70 % повышения урожайности и улучшения качества продукции: сахаристости свеклы и винограда, крахмалистости картофеля, прочности хлопковых и льняных волокон, иммунитета культур к вредителям и климатическим изменениям.

Удобрения выпускаются в твердом и жидком виде. Производство удобрений в жидком агрегатном состоянии (аммиачная вода, аммиак) — процесс более простой, но продукция требует использования специального транспорта и складов. Твердые удобрения (туки) выпускаются обычно в виде гранул различных фракций. Наиболее распространены из твердых тук — это соли аммония, фосфорные удобрения, преципитат, калийные удобрения.

Технологический процесс производства минеральных удобрений зависит от вида минеральных удобрений, используемого сырья и готовой товарной продукции.

Азотные минеральные удобрения изготавливаются из азотной кислоты и аммиака. Около 70 % от всех азотных удобрений составляют мочевины и аммиачная селитра.

Фосфорные удобрения можно получить обработкой обогащенных фосфатов серной кислотой. Качество продукции в большинстве случаев очень сильно зависит от природного сырья, его исходных характеристик. При обработке фосфорной кислотой образуется двойной суперфосфат, при дроблении фосфоритов — фосфоритная мука.

Калийные удобрения получают из калийных солей (в России большая часть запасов сконцентрирована в Верхнекамском месторождении). Благодаря разработке новых способов обработки слеживаемость удобрения практически сведена к минимуму и цикл транспортировки наиболее упрощен.

Комплексные туки получают по методике химического взаимодействия исходных простых удобрений.

Цель работы:

1. Получение аммиачной селитры в кристаллическом виде, определение ее выхода по азотной кислоте и содержанию в ней аммонийного азота.

2. Получение сульфата аммония (в кристаллическом виде). Расчет его выхода по серной кислоте и определение содержания в нем аммонийного азота.



Оборудование: весы аналитические, колбонагреватель, термометр, капельная воронка, колба Вюрца, электроплитка, сатуратор, кристаллизатор, воронка Бюхнера с колбой Бунзена, фарфоровая чашка, насос Камовского.

Ход работы:

1. Получение аммиачной селитры

Аммиачную селитру получают путем нейтрализации 50–60%-ного раствора азотной кислоты газообразным аммиаком:

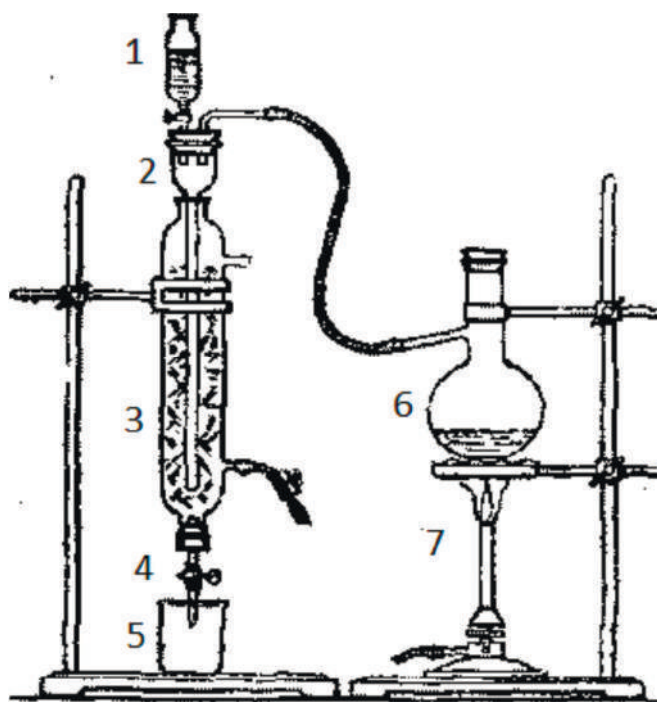


Теплоту, выделяющуюся в ходе реакции, можно использовать для испарения воды и концентрирования аммиачной селитры, что широко применяется в промышленности.

Аммиачную селитру получают на установке, изображенной на рисунке 1.

В начале работы следует убедиться в имеющихся реактивах (обратить внимание на концентрацию азотной кислоты и аммиака). Колбу Вюрца закрывают пробкой и производят нагрев на колбонагревателе или газовой горелке.

Когда аммиак начинает поступать в нейтрализатор, следует открыть кран прикапывательной воронки и медленно (капельно) пропускать через нейтрализатор азотную кислоту.



- 1 — воронка с HNO_3 ,
- 2 — переходник,
- 3 — реактор,
- 4 — кран,
- 5 — фарфоровая чашка,
- 6 — колба Вюрца с $\text{NH}_3_{\text{конц.}}$,
- 7 — колбонагреватель

Рис. 1. Установка для получения аммиачной селитры

Образующаяся аммиачная селитра имеет вид белого тумана. Затем туман конденсируется и стекает в нижнюю часть реактора, а оттуда в предварительно взвешенную фарфоровую чашку.

После окончания прикапывания кислоты кран прикапывательной воронки закрывают и еще несколько минут продолжают пропускать аммиак. Затем проверяют реакцию среды образовавшегося раствора аммиачной селитры лакмусовой бумагой. Если раствор имеет кислую реакцию, то его переносят назад в прикапывательную воронку и пропускают через нейтрализатор, не прекращая подачу аммиака. Эту операцию проводят до тех пор, пока раствор образующейся аммиачной селитры не будет давать щелочную реакцию среды.

Далее подачу аммиака из колбы Вюрца останавливают, промывают воронку 3–4 раза дистиллированной водой ($2 \cdot 5$ мл) и этой же водой промывают нейтрализатор. Промывные воды приливают к образовавшемуся раствору аммиачной селитры. Фарфоровую чашку с раствором ставят на песчаную баню, раствор перемешивают стеклянной палочкой. Выпаривание проводят до появления белых паров, температура при этом достигает 706°C . Далее фарфоровую чашку охлаждают, что приводит к кристаллизации аммиачной селитры, после чего взвешивают чашку с содержимым и, высчитав массу полученной аммиачной селитры, определяют ее практический выход в процентах от количества взятой азотной кислоты.

2. Получение сульфата аммония

Получение сульфата аммония проводят на установке, изображенной на рисунке 2.

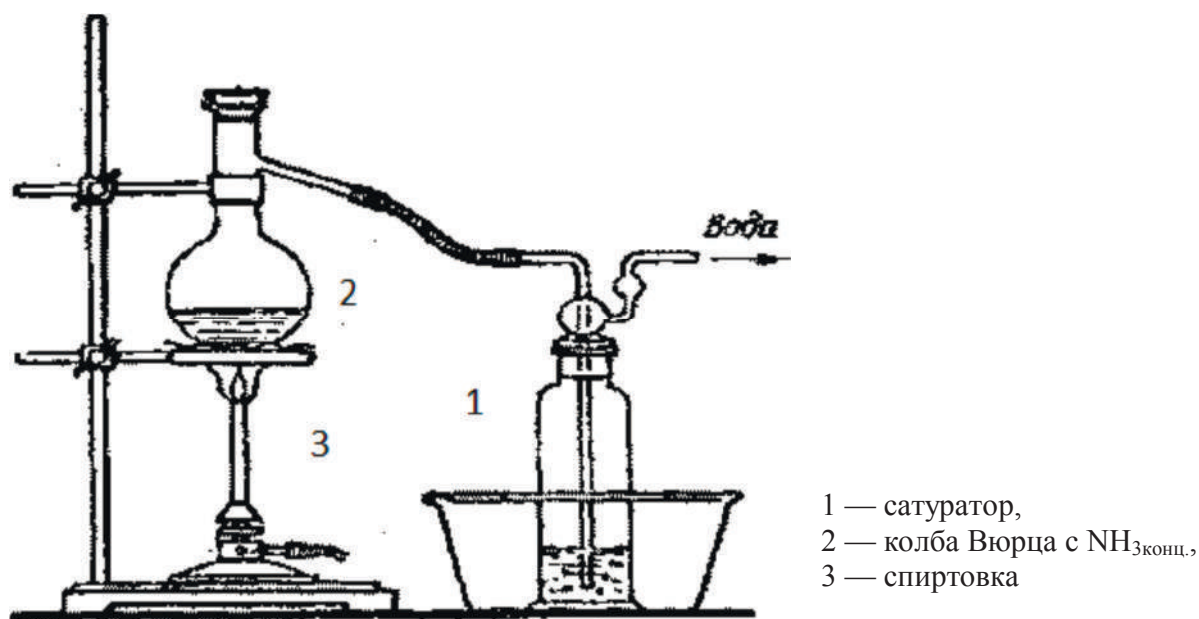


Рис. 2. Установка для получения сульфата аммония

Отмеряют 20 мл 75%-ного раствора серной кислоты и заливают его в сатуратор. В колбу Вюрца наливают 100 мл 25%-ного раствора аммиака и закрывают пробкой.

Осторожно нагревают колбу, доводят до кипения раствор аммиака. Процесс продолжают до тех пор пока раствор не будет давать слабокислую реакцию среды и не начнут выделяться кристаллы сульфата аммония. Испытав раствор на реакцию среды, выпавшие кристаллы сульфата аммония отфильтровывают и 2–3 раза промывают холодной дистиллированной водой. Кристаллы переносят в предварительно взвешенную фарфоровую чашку и высушивают в сушильном шкафу до постоянного веса. Полученные кристаллы сульфата аммония взвешивают и рассчитывают его выход в процентах, учитывая количество взятой серной кислоты.

Контрольные вопросы

1. Назовите азотные и фосфорные удобрения. По каким реакциям их можно получить? Как растения используют азот, фосфор и калий?

2. В почву площадью 8 га вносят азот массой 4 т. Какую массу сульфата аммония внесли в почву. Сколько удобрения необходимо вносить на каждый квадратный метр почвы?

3. Определите массу удобрения, необходимую для внесения под плодовое дерево, если для его нормального развития требуется 10,7 г фосфора? Массовая доля оксида фосфора (V) в суперфосфате составляет 19 %.

4. Сравните физико-химические, технологические, экономические основы синтеза нитрата аммония методами упаривания раствора и без упаривания раствора.

5. Сравните физико-химические, технологические, экономические основы синтеза карбамида методами полного жидкостного рецикла и стриппинг процесса.

6. Что такое рецикл в производстве карбамида? В каком виде продукты разложения промежуточного продукта — карбамата — возвращаются в цикл. Сравните два варианта полного рецикла.

7. Сравните физико-химические, технологические, экономические основы производства двойного суперфосфата камерным, камерно-поточным и бескамерным методами. Какой метод имеет больше преимуществ и почему?

8. Сравните физико-химические, технологические, экономические основы производства аммофоса на основе разбавленной фосфорной кислоты и на основе концентрированной фосфорной кислоты (с аппаратом РКСТ).

9. Определите физическую массу, массу в условных единицах и массу для определения норм внесения удобрения в почву (в пересчете на 100 % содержание действующих веществ) для 2 т двойного суперфосфата.



10. Определите физическую массу, массу в условных единицах и массу для определения норм внесения в почву (в пересчете на 100 % содержание оксида фосфора (V)) для 500 кг нитрофоски ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 + \text{NH}_4\text{NO}_3 + \text{KCl}$).

11. Определите физическую массу, массу в условных единицах и массу для определения норм внесения в почву (в пересчете на 100 % содержание оксида калия) для 300 кг нитрофоски.

12. Определите физическую массу, массу в условных единицах и массу для определения норм внесения в почву (в пересчете на 100 % содержание азота) для 400 кг нитрофоски.

13. Сравните прирост производства, ассортимент и характеристику минеральных удобрений по годам.

14. Составьте материальный баланс процесса кристаллизации при условии, что на кристаллизацию поступает 5000 кг 96%-ного раствора (расплава) аммиачной селитры (аммиачная селитра содержит 99,8 % NH_4NO_3).

15. На упаривание поступает 9200,0 кг/ч 56%-ного раствора аммиачной селитры NH_4NO_3 . После упаривания выводится 5350,0 кг/ч раствора, содержащего 96% NH_4NO_3 . Напишите материальный баланс процесса.



Лабораторная работа № 11

ПОЛУЧЕНИЕ И АНАЛИЗ СУЛЬФИДА НАТРИЯ

Принцип метода

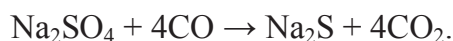
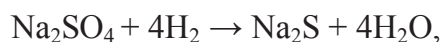
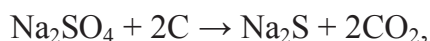
Сульфид натрия находит широкое применение в анилино-красочной промышленности для производства сернистых красителей, ряда полупродуктов, для сульфатной варки целлюлозы, для удаления волосяного покрова шкур при дублении кож, в текстильной промышленности в качестве восстановления (крашение сернистыми красителями), в плавлении некоторых цветных металлов, в химической промышленности для получения тиосульфата натрия, полисульфидов, сульфгидрида натрия (NaHS) и др.

Для получения сульфида натрия в промышленности могут использовать как природное сырье, так и попутные/побочные продукты различных химических производств. Сульфид натрия можно получить следующими методами:

- 1) восстановление сульфата натрия твердыми углеродистыми материалами;
- 2) восстановление сульфата натрия газообразными восстановителями;
- 3) абсорбция сероводорода гидроксидом натрия;
- 4) электролитический (амальгамный) способ;
- 5) обменное разложение сульфида бария сульфатом, карбонатом и гидроксидом натрия.

Но основным способом получения сульфида натрия является термическое восстановление сульфида натрия твердыми углеродистыми материалами.

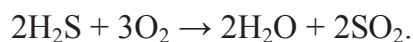
Процесс получения сульфида натрия восстановлением сульфата натрия протекает под действием угля, водорода или угарного газа:



Основной промышленный метод получения сернистого натрия — восстановление сульфата натрия малозольным каменным углем. Компоненты золы образуют с натрием нерастворимые в воде силикаты и тем самым снижают выход целевого продукта. Вместе с вносимым углем частично вносится влага и часть сернистого натрия, который реагируя с углекислотой, может превращаться в соду. Выделяющийся



при этом сероводород окисляется кислородом, что также отрицательно сказывается на проценте выхода продукта



Восстановление сульфата натрия углем проходит в механических печах (периодического или непрерывного действия). Сырьем для производства может быть измельченная шихта, состоящая из сульфата натрия и угля (соотношение 1:0,3–0,4). Получающийся сернистый натрий, предварительно охлаждая и измельчая (с помощью дробления), выщелачивают с помощью воды из полученного плава. Подвергают отстаиванию и декантации. Затем раствор упаривают при температуре 175–185 °С до получения концентрации сернистого натрия не менее 62,5 %. Готовый продукт в расплавленном виде помещают в железные барабаны емкостью 160–200 кг, которые подвергают запаиванию. При соблюдении технических условий получают практический выход сернистого натрия 80–85 %.

Цель работы:

1. Изучение производства сернистого натрия и его свойств.
2. Получение сернистого натрия в лабораторных условиях, его анализ и составление материального баланса процесса.

Оборудование: весы аналитические, фарфоровая ступка с пестиком, фарфоровый тигель, фарфоровый стакан, воронка Бюхнера с колбой Бунзена, эксикатор, тигельные щипцы, муфельная печь, электроплитка, сушильный шкаф, термометр, стеклянная посуда, насос Камовского.

Ход работы:

1. Получение сернистого натрия.

Берут заданную навеску сульфата натрия и навеску угля, тщательно растирают пестиком в ступке, перемешивают и помещают в фарфоровый тигель, сверху закрывают заранее взвешенным кружком асбеста и засыпают тонким слоем песка.

С помощью тигельных щипцов тигель перемещают в предварительно нагретую до температуры 800–900 °С муфельную печь, нагрев ведут при этой температуре в течение 40 мин. Восстановление заканчивается, тигель достают из печи, охлаждают, используя эксикатор с осушителем, до температуры 30–40 °С. Затем помещают в фарфоровый стакан с дистиллированной водой (300 мл) для полного выщелачивания плава.

Воду, плав и тигель нагревают до растворения сернистого натрия в течение 20–30 мин. Через фильтр (взвешенный) с помощью насоса



раствор фильтруют в колбу Бунзена. Оставшийся на дне химического стакана нерастворимый осадок переносят на фильтр, используя другой взвешенный фильтр, и промывают несколькими небольшими порциями горячей воды. Промывные воды дополнительно добавляют к основному маточнику. Фильтрат переносят в мерную колбу, доливают водой до метки и хорошо перемешивают.

В полученном растворе подсчитывают содержание сернистого натрия.

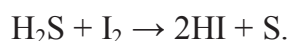
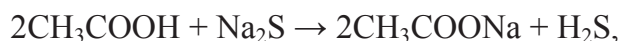
Осадок со всеми фильтрами помещают в фарфоровую чашку, высушивают в сушильном шкафу (температура 110–120 °С), взвешивают и затем рассчитывают массу остатка, количество непрореагировавшего угля (исключая массу фильтров, асбеста и песка).

2. Определение сернистого натрия.

Определение количества сернистого натрия осуществляется при его взаимодействии с избыточным количеством титрованного раствора йода и обратным титрованием последнего раствором тиосульфата натрия.

Раствор 0,1 н. йода объемом 25 мл помещают, используя пипетку, в колбу 500 мл. Добавляют 20 мл 20%-ной уксусной кислоты и 200–250 мл дистиллированной воды. Очень медленно добавляют испытуемый раствор (5 мл), приготовленный в мерной колбе по методике, указанной выше. Колбу закрывают пробкой и перемешивают.

Протекают следующие химические процессы:



Избыток йода оттитровывают тиосульфатом натрия (0,1 н.), при этом в конце титрования добавляют крахмал. Окраска содержимого колбы изменяется на светло-желтую. Затем проводят контрольный опыт: вместо раствора сернистого натрия используют воду в том же объеме.

Расчеты количества Na_2S в (г) проводят по формуле

$$Q = \frac{E \cdot \text{VK} (V_1 - V_2) \cdot n}{1000 \cdot \text{п}},$$

где E — эквивалент сернистого натрия, равный $78 : 2 = 39$,

п — объем раствора, взятого на титрование, мл,

V_1 — объем тиосульфата натрия, пошедшего на титрование в контрольном опыте, мл,

V_2 — объем тиосульфата натрия, пошедшего на титрование испытуемого раствора, мл,

VK — объем мерной колбы, мл,

n — нормальность тиосульфата натрия.



3. Расчет выхода продуктов.

1) Для расчета теоретического выхода сернистого натрия используют следующие данные: количество исходного сульфата натрия и результаты его анализа.

2) Степень превращения (конверсию) исходных реагентов рассчитывают, зная количество полученного сернистого натрия на основании данных анализа.

4. Составление материального баланса.

При составлении материального баланса в промышленной практике определяют количественные соотношения между компонентами реагентов и продуктов реакции, в основе которых лежат не только химические, но и физические процессы. Если происходит только физический процесс (нагревание, конденсация, выпаривание и т. д.), то есть не происходит изменения состава компонентов, следует иметь в виду, что в приходной и расходной части участвуют одни и те же компоненты, но только в разных количественных соотношениях. Если же протекает химический процесс, то расчет материального баланса оформляется в табличной форме, состоящей из двух частей: приходной — для исходных веществ, и расходной — для полученных веществ и потерь.

Количество углекислого газа рассчитывается по основной реакции синтеза, учитывая количество образовавшегося сернистого натрия. Необходимо учесть, что часть угля сгорает.

По количеству полученного сернистого натрия определяют количество взятого и количество непрореагировавшего исходного сульфата натрия.

Таблица

Материальный баланс процесса

Приход			Расход		
Наименование	г	моль	Наименование	г	моль
1. Сульфат натрия			1. Сернистый натрий		
2. Уголь			2. Углекислый газ (по расчету)		
3. Песок			3. Углекислый газ (при сгорании угля)		
4. Асбест			4. Непрореагировавший сульфат натрия (по расчету)		
5. Фильтры			5. Непрореагировавший уголь		
			6. Минеральный остаток (асбест, песок)		
			7. Фильтры		
			8. Неувязка баланса		
Итого			Итого		



Контрольные вопросы и задания

1. Как сернистый натрий используют в текстильной и химической промышленности?

2. Основные способы получения сернистого натрия.

3. Дайте определение следующим терминам: степень превращения исходных реагентов в целевой продукт, конверсия.

4. Определите, насколько изменился вес угля, если влажность 125 т каменного угля при его хранении на складе изменилась с 6,5 % до 4,2 %.

5. Вычислите массу выделившихся кристаллов хлорида калия из 10 г насыщенного раствора при температуре 1000 °С при охлаждении его до 200 °С (растворимость хлорида калия при 100 °С — 56,7 г, при 20 °С — 34 г на 100 г воды).

6. Подсчитайте состав торфа после сушки, если свежедобытый торф имел в своем составе: влаги — 85,2 %, кокса — 5,2 %, летучие — 8,8 %, золы — 0,8 %.

7. Определите теоретические расходные коэффициенты для следующих железных руд в процессе выплавки чугуна, содержащего 92 % Fe, при условии, что руды не содержат пустой породы и примесей:

<i>Железная руда</i>	<i>Масса, кг</i>
Шпатовый железняк FeCO_3	115,8
Лимонит $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	373
Гетит $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	355
Красный железняк Fe_2O_3	159,7
Магнитный железняк Fe_3O_4	231,5



Лабораторная работа № 12

РАСЧЕТ МАТЕРИАЛЬНОГО БАЛАНСА ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ ОКИСЛЕНИЕМ АММИАКА

Материальный баланс любого технологического процесса или его части составляется на основании закона сохранения массы веществ:

$$\sum G_{\text{исх.}} = \sum G_{\text{кон.}}$$

где $\sum G_{\text{исх.}}$ — сумма масс исходных веществ реакции, $\sum G_{\text{кон.}}$ — сумма масс конечных продуктов реакции (в тех же единицах измерения).

Если в аппарат (технологический узел) поступает G_A кг продукта А, G_B кг продукта В и т. д., а в результате их переработки получается G_C кг продукта С, G_D кг продукта Д и т. д., а также если в конечных продуктах остается часть начальных продуктов А(G_A кг), В(G_B кг) и т. д., то при этом обязательно сохраняется равенство:

$$G_A + G_B + \dots = G_A' + G_B' + G_C + G_D + \dots \quad (1)$$

где G — производственные потери продукта.

Определение массы вводимых исходных веществ и полученных продуктов реакции производится отдельно для твердой, жидкой и газообразных фаз по формуле:

$$G_{\text{г}} + G_{\text{ж}} + G_{\text{т}} = G'_{\text{г}} + G'_{\text{ж}} + G'_{\text{т}}. \quad (2)$$

В химическом процессе могут присутствовать не все фазы, а в одной фазе могут содержаться несколько веществ, что приводит к упрощению или усложнению формул (1 и 2).

При составлении полного баланса обычно решают систему уравнений (1) с несколькими переменными. Для этого могут быть использованы соответствующие уравнения для определения практического и теоретического выходов продукта, скорости процесса и т. д.

При расчете теоретического материального баланса используют стехиометрическое уравнение реакции и молекулярную массу компонентов.

Практический материальный баланс составляется с учетом состава исходного сырья и готовой продукции, избытка одного из компонентов сырья, степени превращения, потери сырья и готового продукта и т. п. Рассчитывают расход сырья и вспомогательных материалов на заданную мощность аппарата, цеха, выходы продукта, себестоимость продукта, производственные потери, объем реакционной зоны, число реакторов.



Используя материальный баланс, рассчитывают тепловой баланс для определения потребности в топливе, величины теплообменных поверхностей, расход теплоты/хладоагентов.

Результаты записывают в таблицу.

Таблица

Расчет материального баланса

Приход		Расход	
статья прихода	количество, кг	статья расхода	количество, кг
Продукт А	G_A	Продукт А (остаток)	G_A
Продукт В	G_B	Продукт В (остаток)	G_B
		Продукт С	G_C
		Продукт Д	G_D
		Производственные потери	ΔG
Итого		Итого	

Расчеты выполняют в единицах массы (кг, т), можно в молях. Только для газовых реакций, идущих без изменения объема, в некоторых случаях возможно ограничиться составлением баланса в m^3 . Материальный баланс рассчитывается (может отличаться из-за условий и задания) на 1 единицу (кг, кмоль и т. п.) или на 100 единиц (100 кг и т. п.) или на 1000 единиц (1000 кг и т. п.) массы основного сырья/продукта. Баланс рассчитывается либо на массовый поток в единицу времени (кг/с), либо на поток, поступающий в аппарат в целом.

Расходный коэффициент — это величина, характеризующая расход сырья, электроэнергии, воды, пара, топлива на единицу вырабатываемой продукции. При конструировании аппаратов и определении параметров технологического режима задаются также условия, при которых рационально сочетаются высокая интенсивность и производительность процесса с высоким качеством продукции и возможно более низкой себестоимостью.

Себестоимость — сумма затрат предприятия на производство, то есть изготовление и сбыт продукции. Для составления расчета себестоимости, то есть расчета затрат на единицу продукции, определяют статьи расхода, в том числе и расходные коэффициенты по сырью, материалам, топливу, энергии, и с учетом цен на них рассчитывают себестоимость. На практике, как правило, чем меньше расходные коэффициенты, тем экономичнее процесс и соответственно тем ниже себестоимость продукции. В химических производствах большое значение имеют расходные коэффициенты по сырью, составляющие 60–70 % от себестоимости.

Чтобы провести расчет расходных коэффициентов, необходимо получить данные о всех стадиях технологического процесса. Эти ста-



дии показывают результат полного превращения исходного сырья в готовый продукт.

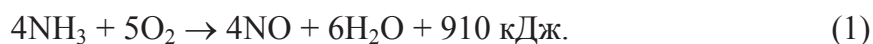
Теоретические расходные коэффициенты (A_T) учитывают стехиометрические соотношения, по которым происходит превращение исходных веществ в целевой продукт реакции. Практические расходные коэффициенты ($A_{пр}$), кроме этого, учитывают производственные потери на всех стадиях процесса, а также побочные реакции, если они имеются.

Расходные коэффициенты иногда значительно отличаются для продукта по причине различного состава исходного материала.

Принцип метода

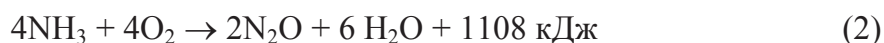
Концентрированную азотную кислоту получают окислением аммиака с поглощением образующихся оксидов азота водой. Это промышленный способ.

Его начинают со стадии окисления кислородом воздуха:

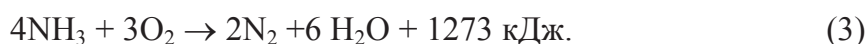


В промышленности окисление аммиака проводят в контактном аппарате на платино-родиевом катализаторе в виде сетки (5–10 % родия) при температуре 800–900 °С под давлением или без него.

Одновременно могут протекать реакции



и



Необходимый процесс — реакция (1). При низких температурах из-за уменьшения конечного выхода продукта протекает реакция (2), при высоких — реакция (3).

Практически используемая концентрация аммиачно-воздушной смеси составляет 10–12 об.%. Время контактирования смеси с катализатором должно быть 0,001–0,002 с. Нитрозные газы, выделяющиеся после окисления аммиака, имеют до 10–11 % монооксида азота.

Затем смесь охлаждают, а кислород, присутствующий в газах, окисляет монооксид до диоксида:



который поглощается водой в поглотительных башнях:



Азотистая кислота в кислых растворах и при достаточной концентрации разлагается на азотную кислоту и монооксид азота, который в избытке кислорода воздуха снова окисляется до диоксида и азотной кислоты.

Цель работы:

Записать материальный баланс процесса получения 1 т 100%-ной азотной кислоты путем окисления аммиака по исходным данным.

Ход выполнения расчета:

Исходные данные:

содержание аммиака в аммиачно-воздушной смеси — А, об. %,

степень контактирования — В, %,

степень окисления монооксида азота — С, %.

1. Расчет введенного количества реагентов.

На 1 т 100%-ной азотной кислоты необходимо аммиака:

$$(17/1000) \cdot 0,63 = 270 \text{ кг.}$$

Количество необходимого аммиака (Е) с учетом степени контактирования и степени поглощения полученных оксидов рассчитывается следующим образом:

$$E = (270 \cdot 100)/(B \cdot D) \text{ кг или } E/17 \text{ кмоль аммиака — (F).}$$

2. Расчет аммиачно-воздушной смеси.

Содержание аммиака в смеси А об. %. Следовательно, на воздух приходится 100 — А об. %. Необходимое количество воздуха рассчитывается по формуле

$$G = (F/A) \cdot (100 - A) \text{ кмоль,}$$

в том числе кислорода $(G \cdot 21)/100$ кмоль, азота $(G \cdot 79)/100$ кмоль.

Состав аммиачно-воздушной смеси заносим в таблицу 1.

Таблица 1

Состав аммиачно-воздушной смеси

Компонент	кмоль	об. %	кг
NH ₃			
O ₂			
N ₂			
Итого		100,0	

3. Расчет введенного количества газов:

1) Количество образующегося монооксида азота по реакции (1):



1 кмоль NH_3 дает 1 кмоль NO , а при степени контактирования B из F кмоль получится монооксида азота: $F \cdot B$ кмоль или $F \cdot B \cdot 30$ кг.

2) Из 1 кмоль NH_3 по реакции (3) получается 0,5 кмоль N_2 . В этой реакции участвуют 3 % аммиака от первоначального количества:

$$F \cdot 0,5 \cdot 0,03 \text{ кмоль или } F \cdot 0,5 \cdot 0,03 \cdot 28 \text{ кг } \text{N}_2.$$

3) Количество образующихся водяных паров:

из уравнений реакций (1) и (3) видно, что 4 кмоль аммиака образуют 6 кмоль H_2O , в результате и суммарное количество паров воды составит

$$(F \cdot 6)/4 \text{ кмоль или } (F \cdot 6 \cdot 18)/4 \text{ кг } \text{H}_2\text{O}.$$

4) Количество оставшегося кислорода:

по уравнению (1) вступило в реакцию кислорода

$$H = (F \cdot 5 \cdot B)/4 \text{ кмоль};$$

по уравнению (3) вступило в реакцию кислорода

$$K = (F \cdot 3 \cdot 0,03)/4 \text{ кмоль}.$$

Таким образом, всего вступило в реакцию кислорода ($H + K$) кмоль или ($H + K$) 32 кг. Осталось в нитрозных газах кислорода:

$$L = (G \cdot 21)/100 - (H + K), \text{ кмоль или } L \cdot 32 \text{ кг } \text{O}_2.$$

5) Количество азота в нитрозных газах складывается из первоначального количества азота и азота, образовавшегося по реакции (3):

$$M = (G \cdot 79)/100 + F \cdot 0,5 \cdot 0,03, \text{ кмоль}.$$

Расчеты и оформление результатов

Полученные результаты расчета материального баланса процесса окисления аммиака (контактного узла процесса) занесите в таблицу 2. Запишите невязку баланса.

Таблица 2

Материальный баланс окисления аммиака

Введено				Выведено			
Вещество	кмоль	об. %	кг	Вещество	кмоль	об. %	кг
Аммиак				Оксид азота			
Кислород				Кислород			
Азот				Азот			
				Водяные пары			
Итого		100	N	Итого		100	O



Контрольные задания

Рассчитайте материальный баланс контактного узла процесса получения 1 т 100%-ной азотной кислоты из аммиака. Все данные представьте в письменном виде.

- 1 вариант. A = 10 %, B = 97 %, C = 98 %, D = 98 %.
- 2 вариант. A = 11 %, B = 98 %, C = 100 %, D = 96 %.
- 3 вариант. A = 12 %, B = 97 %, C = 99 %, D = 97 %.
- 4 вариант. A = 11,5 %, B = 98 %, C = 100 %, D = 98 %.
- 5 вариант. A = 11 %, B = 96 %, C = 98 %, D = 97 %.
- 6 вариант. A = 10 %, B = 97 %, C = 99 %, D = 98 %.
- 7 вариант. A = 12 %, B = 96 %, C = 97 %, D = 98 %.
- 8 вариант. A = 12,5 %, B = 98 %, C = 99 %, D = 96 %.

Контрольные вопросы

1. Назовите способы получения азотной кислоты и их преимущества и недостатки.

2. Укажите влияние давления на процесс окисления аммиака.

3. Как температура влияет на скорость реакции (3)?

4. Объясните, почему при окислении аммиака вначале получается монооксид азота.

5. При поглощении диоксида азота водой в присутствии кислорода образуется азотная кислота, а при поглощении его раствором щелочи — смесь нитратов и нитритов. От чего это зависит?

6. На синтез поступило 566 кг аммиака, из которого получено 2280 л азотной кислоты, содержащей 12,23 % HNO_3 . Определите выход азотной кислоты ($\rho = 1,69 \text{ г/см}^3$).

7. Запишите материальный баланс процесса отделения окисления аммиака на 1,0 т азотной кислоты с учетом приведенных данных. Степень окисления аммиака до оксида азота (II) — 0,97 и до азота — 0,03; оксида азота до диоксида азота — 1,00 и степень абсорбции — 0,92. Процентное содержание аммиака в сухой аммиачно-воздушной смеси — 7,13 %. Воздух при 30°C насыщен парами воды (относительная влажность 80 %).



Лабораторная работа № 13

РАСЧЕТ МАТЕРИАЛЬНОГО БАЛАНСА ПРОЦЕССА СИНТЕЗА АММИАКА ИЗ АЗОТА И ВОДОРОДА

Принцип метода

Синтез аммиака из азота и водорода описывается реакцией



Эта реакция обратима. Она протекает с уменьшением объема и выделением тепла. Периодически следует проводить процесс синтеза при высоких давлениях и низких температурах. Это связано с возможностью сдвинуть равновесие реакции в сторону образования аммиака. Установки синтеза аммиака в промышленности работают при давлениях, исчисляемых сотнями атмосфер. Изменение температуры влияет на скорость реакции: при низких температурах реакция практически не происходит и для увеличения ее скорости применяют катализаторы, например железо (губчатые кусочки/таблетки с добавками оксидов алюминия), что при высоких температурах (400–500 °С) ведет к повышению эффективности процесса.

Скорость синтеза аммиака зависит также от объемной скорости газа (количество газа, м³), проходящего через 1,0 м³ катализатора за 1 час). Если скорость процесса увеличить, то произойдет снижение концентрации аммиака, а в газах в результате снижения времени контакта и увеличения выхода произойдет повышение интенсивности процесса. На современных установках объемная скорость достигает 30 000 м³/м³·ч.

Даже при оптимизации условий (объемная скорость, температура, давление, наличие катализатора) не весь азот и водород вступают в реакцию. В полученной газовой смеси содержание аммиака достигает 18–20 %, а остальное — непрореагировавшая азотоводородная смесь. Прореагировавшие газы с катализатора направляются в холодильники-конденсаторы, служащие для сжижения аммиака, а непрореагировавшая азотоводородная смесь дополнительно сжимается в циркуляционном компрессоре и возвращается в колонну синтеза для смешивания со свежим газом.

В системе накапливаются инертные примеси (аргон, метан), содержащиеся в исходной азотоводородной смеси. Их удаление проводят методами: а) растворения в жидком аммиаке в системах, работа-



ющих под давлением 750–1000 атм; б) отдувки из системы при давлении 200–300 атм.

Цель работы:

Составить материальный баланс процесса синтеза аммиака из азотоводородной смеси в расчете на 1000 нм³ продукционного аммиака.

Ход выполнения расчета:

Исходные данные для расчета:

1) Для получения азотоводородной смеси используют азот состава:

N₂ — 99,2 об.% (А);

O₂ — 0,4 об.% (В);

Ar — 0,4 об.% (С);

и сырой водород состава:

H₂ — 99,6 об.% (Д);

CH₄ — 0,2 об.% (Е);

CO — 0,2 об.% (F).

2) Концентрация аммиака (G) в газах после колонны синтеза составляет 18 об.%, в циркуляционном газе — 4 об.%. (H).

3) Концентрация инертных примесей (J) в циркуляционном газе составляет 3 об.%. (I).

4) Для расчетов: аммиак с отдувочными газами не теряется и азотоводородная смесь в жидком аммиаке не растворяется.

1. Расчет состава азотоводородной смеси.

Азотоводородную смесь очищают от примесей кислорода, монооксида углерода и диоксида углерода. Диоксид углерода поглощают раствором щелочи, а остальные гидрируются.

1) На 100 нм³ сырого азота необходимо следующее количество водорода:

на основную реакцию (1)

$$99,2 \cdot 3 = 297,6 \text{ нм}^3,$$

на реакцию с кислородом



$$0,4 \cdot 2 = 0,8 \text{ нм}^3 \text{ H}_2.$$

Всего необходимо водорода

$$297,6 + 0,8 = 298,4 \text{ нм}^3.$$



Количество монооксида углерода, содержащегося в этом количестве сырого водорода, составит:

$$(298,4/0,943) \cdot 0,002 = 0,6 \text{ нм}^3.$$

Для гидрирования этого количества монооксида углерода по реакции



кислорода дополнительно потребуется

$$0,6 \cdot 3 = 1,8 \text{ нм}^3.$$

Общее количество водорода таким образом составит

$$298,4 + 1,8 = 300,2 \text{ нм}^3,$$

в том числе на реакции гидрирования потребуется

$$0,8 + 1,8 = 2,6 \text{ нм}^3.$$

В пересчете на сырой водород количество последнего будет равно:

$$300,2/0,996 = 301,4 \text{ нм}^3.$$

Состав азотоводородной смеси исходя из 100 нм^3 сырого азота приведен в таблице 1.

Таблица 1

Состав азотоводородной смеси

Компонент	N ₂	Ar	O ₂	H ₂	CH ₄	CO	Итого
Объем до очистки, нм ³	99,2	0,4	0,4	300,2	0,6	0,6	401,4
Объем после очистки, нм ³	99,2	0,4	–	297,6	1,2	–	398,4
Содержание компонента после очистки, об. %	24,9	0,1	–	74,7	0,3	–	100,0

2. Расчет материального баланса.

Для получения 1000 нм^3 продукционного аммиака, как видно из уравнения реакции (1), необходимо 2000 нм^3 100%-ной азотоводородной смеси. Часть такой смеси выводится из процесса с отдувочными



газами, количество которых обозначим $X \text{ нм}^3$. Таким образом, необходимо ввести $(2000 + X) \text{ нм}^3$ свежей 100%-ной азотоводородной смеси. Реальная смесь состоит из 99,6 об.% азота и водорода. При содержании инертных примесей (0,4 об.%) количество поступающих в процесс примесей рассчитывается по формуле

$$\frac{2000 + X}{0,996} \cdot 0,004 \text{ нм}^3.$$

Часть циркуляционного газа выводится в виде отдувочных газов для поддержания в системе постоянного содержания инертных примесей. Используя данные таблицы 2, можно сделать вывод по составу циркуляционного газа: азотоводородная смесь — 93 об.%, аммиак — 4 об.%, инертные примеси — 3 об.%. Таким образом, необходимо вывести с отдувочными газами инертные примеси в количестве $(0,03/0,93) \cdot X \text{ нм}^3$.

В установившемся процессе количество инертных примесей, поступающих со свежим газом, равно количеству этих примесей, выводимых с отдувочными газами, то есть справедливо следующее равенство:

$$[(200 + X)/0,996] \cdot 0,004 = (0,03/0,93) \cdot X,$$

$$X = 8,05/0,02824 = 285 \text{ нм}^3.$$

Таким образом, всего отдувочных газов $285/0,93 = 294 \text{ нм}^3$, в том числе N_2 — 71 нм^3 , Ar — 2 нм^3 , H_2 — 214 нм^3 , CH_4 — 7 нм^3 .

Свежей азотоводородной смеси необходимо ввести

$$(2000 + 285)/0,996 = 2295 \text{ нм}^3,$$

в том числе: N_2 — 571 нм^3 , Ar — 2 нм^3 , H_2 — 1714 нм^3 , CH_4 — 7 нм^3 .

Таблица 2

Расчет количества циркулирующего газа

Компонент	Об.%	нм^3
Азотоводородная смесь	93,0	Y
Инертные примеси	3,0	$(Y/0,93) \cdot 0,03$
Аммиак	4,0	$(Y/0,93) \cdot 0,04$
Итого	100,0	$Y/0,93$

Количество аммиака, выходящего из колонны синтеза, складывается из продукционного аммиака 1000 нм^3 и аммиака, входящего в состав циркулирующего газа: $(Y/0,93) \cdot 0,04 \text{ нм}^3$.



Содержание аммиака в газах после колонны синтеза составляет 18,0 об.%. Состав газа: 1000,0 нм³ продукционного аммиака, циркуляционного газа Y/0,93 нм³ и газа, теряемого с отдувкой, 294,0 нм³, при этом принимают, что потерь аммиака с отдувочными газами не происходит, аммиак, выводимый с отдувкой, входит в состав продукционного аммиака.

Следовательно, справедливо уравнение баланса аммиака:

$$1000 + (Y/0,93) \cdot 0,04 = (1000 + 294 + Y/0,93) \cdot (18/100),$$

$$1000 + (Y/0,93) \cdot 0,04 = 233 + (Y/0,93) \cdot 0,18,$$

$$Y = 7670/0,1505 = 5100 \text{ нм}^3.$$

Таким образом, всего циркулирующего газа

$$5100/0,93 = 5485 \text{ нм}^3,$$

в том числе: N₂ — 1270; H₂ — 3830; Ar — 41; CH₄ — 124; NH₃ — 220 нм³.

Данные расчета материального баланса представлены в таблице 3.

Таблица 3

Данные расчета материального баланса

Введено					Выведено				
Компонент	нм ³	об. %	кг		Компонент	нм ³	об. %	кг	
Свежий газ	N ₂	571,0	24,9	715,0	Отдувоч- ные газы	N ₂	71,0	5,4	88,7
	H ₂	1714,0	74,7	153,0		H ₂	214,0	16,5	19,1
	Ar	2,0	0,1	3,6		Ar	2,0	0,2	3,6
	CH ₄	7,0	0,3	5,0		CH ₄	7,0	0,7	5,0
					Продукт	NH ₃	1000,0	77,2	760,0
Итого		2294,0	100,0	876,6	Итого		1294,0	100,0	876,4
Циркуляци- онный газ	N ₂	1270,0	23,2	1590,0		N ₂	1270,0	23,2	1590,0
	H ₂	3830,0	69,8	342,0		H ₂	3830,0	69,8	342,0
	Ar	41,0	0,8	73,0		Ar	41,0	0,8	73,0
	CH ₄	124,0	2,2	89,0		CH ₄	124,0	2,2	89,0
	NH ₃	220,0	4,0	167,0		NH ₃	220,0	4,0	167,0
Итого		5485,0	100,0	2261,0	Итого		5485,0	100,0	2261,0
Всего		7780,0		3137,0	Всего		6780,0		3137,0

Контрольные задания

1. A — 99,1; B — 0,5; C — 0,4; D — 99,5; E — 0,3; F — 0,2; G — 11; H — 4; J — 3.



2. A — 99,3; B — 0,4; C — 0,3; D — 99,6; E — 0,2; F — 0,2; G — 12; H — 3; J — 4.

3. A — 99,2; B — 0,5; C — 0,3; D — 99,5; E — 0,3; F — 0,2; G — 10; H — 4; J — 3.

4. A — 99,1; B — 0,5; C — 0,4; D — 99,6; E — 0,2; F — 0,2; G — 11; H — 3; J — 4.

Контрольные вопросы

1. От чего и как подвергается очистке азотоводородная смесь, поступающая в колонну синтеза аммиака?

2. Области применения синтетического аммиака.

3. Сформулируйте основные преимущества синтеза аммиака по сравнению с другими методами получения азотных соединений из азота воздуха.

4. Объясните, как изменение давления и температуры влияет на выход аммиака при синтезе из азота и водорода.

5. Поясните понятие «отравление» катализатора. Сколько «живет» катализатор в процессе синтеза аммиака?

6. Рассчитайте объем азота и водорода, необходимый для получения 1,0 г аммиака при нормальном давлении. Выход аммиака 0,4 %.



Лабораторная работа № 14

ПОЛУЧЕНИЕ ХЛОРИСТОГО КАЛИЯ ИЗ СИЛЬВИНИТА

Принцип метода

Смесь KCl и NaCl и карналлит $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (сильвинит) является основным сырьем для производства калийных удобрений.

В состав сильвинитов входят: 20–40 % KCl, 58–78 % NaCl, примеси MgCl_2 , CaSO_4 и др. Сильвиниты широко применяются, например, в сельском хозяйстве в качестве удобрения в сыром виде после измельчения.

Для получения концентрированных удобрений и удаления вредных примесей калийные минералы подвергаются переработке. Примесями могут быть хлористый натрий в сильвините или хлористый магний в карналлите.

Для разделения этих минералов на составляющие компоненты используют флотацию, или растворение, и кристаллизацию. При кристаллизации учитывают различную растворимость в воде солей калия и натрия в зависимости от температуры (табл. 1).

Таблица 1

Растворимость солей в воде

Температура, °C	Растворимость солей на 100 г воды, г		Растворимость при совместном присутствии обеих солей на 100 г воды, г	
	KCl	NaCl	KCl	NaCl
25	36,96	35,63	16,28	29,38
100	56,20	39,40	35,16	27,39

С повышением температуры растворимость хлористого калия сильно возрастает, растворимость же хлористого натрия увеличивается очень незначительно. На этом основано выделение хлористого калия из сильвинита.

При охлаждении в осадок выпадает KCl, который значительно менее растворим. При растворении сильвинита при нагревании в раствор переходит больше KCl, чем NaCl, а дальнейшее охлаждение раствора не уменьшает растворимости NaCl.

Цель работы:

Освоить метод получения хлористого калия из сильвинита. Произвести расчеты: вычислить выход KCl и рассчитать его процентное содержание в полученном продукте.



Посуда и оборудование: термостойкий стакан, технические весы, бумажный фильтр, воронки, сушильный шкаф.

Реактивы: сильвинит, дистиллированная вода, кобальтнитрит калия, хлорид калия, уксусная кислота.

Ход выполнения работы

1. Растворить сильвинит. Для этого в термостойкий химический стакан налить 100 мл маточного раствора (жидкость, остающаяся после выделения из раствора кристаллов растворенного вещества, оставленного студентами предыдущих групп) или 100 мл воды, затем поместить 50 г мелко измельченного сильвинита, предварительно взвешенного на технических весах.

2. Провести выщелачивание сильвинита. Для этого его нагревают до 100 °С на асбестированной сетке при непрерывном механическом перемешивании мешалкой в течение 15–20 мин.

3. После выщелачивания сильвинита через 2–3 мин горячий раствор декантируют от осадка в другой стакан, в который добавляют еще 50 г сильвинита и смесь вновь нагревают до 100 °С при перемешивании. Раствор пропускают через бумажный фильтр на воронке для горячего фильтрования.

4. Стакан с фильтратом охлаждают до температуры 50–60 °С, а затем помещают в кристаллизатор с температурой воды 15–18 °С и изредка перемешивают содержимое стеклянной палочкой. Через 10–15 мин осадок хлористого калия отфильтровывают на бумажном фильтре, оставшиеся кристаллы смывают из стакана фильтратом. (Фильтрат после выделения осадка оставляют для следующей группы студентов.)

5. Осадок KCl с фильтром помещают в фарфоровую чашку и высушивают в сушильном шкафу при температуре 100–110 °С, фильтр удаляют, осадок взвешивают и вычисляют выход хлористого калия от взятого количества KCl в сильвините по следующей формуле:

$$\gamma = \frac{C}{F} * 100 \%, \quad (1)$$

где γ — выход продукта;

C — вес концентрата, то есть хлористого калия;

F — вес исходного материала, то есть сильвинита.

Выходом принято называть выраженное в процентах отношение веса концентрата (C) к весу исходного материала (F).

6. Анализ хлористого калия.



Осаждение калия происходит из водных растворов его солей. Осаждается кобальтнитрит калия-натрия (гексанитрокобальтиат калия-натрия) — двойная комплексная соль $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$:



$K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ хорошо растворим в воде, растворы неустойчивы и разлагаются с присутствием запаха окислов азота. Поэтому необходимо использовать только свежеприготовленные растворы. Следует иметь в виду, что этот метод определения калия не отличается высокой точностью.

Для определения процентного содержания KCl в полученном продукте берут навеску 0,2–0,25 г (с точностью до 0,001 г), помещают в химический стакан емкостью 150 мл и растворяют в 20–25 мл воды. Затем добавляют 2–4 мл уксусной кислоты, 40,0–50,0 мл кобальтнитрата натрия и перемешивают стеклянной палочкой. Раствор кобальтнитрата натрия готовят следующим образом: на технических весах отвешивают кобальтнитрита приблизительно в 2 раза больше, чем по уравнению реакции (2). Например, из уравнения реакции (2) видно, что для осаждения калия из 149 г его хлорида требуется 404 г кобальтнитрита натрия, а если для анализа взято 0,2 г, то кобальтнитрита потребуется около 0,54 г. Эту величину удваивают, то есть отвешивают 1,0–1,2 г и растворяют в 30–40 мл воды.

При смешении растворов кобальтнитрита и хлористого калия выпадает желтый осадок $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$. Проводят фильтрование, осадок промывают сначала 10 %-ным раствором уксусной кислоты несколько раз до бледно-желтой окраски фильтрата, затем промывают в 10,0–20,0 мл спирта. Фильтрат с осадком помещают в сушильный шкаф, высушивают при 110 °С. После этого взвешивают на весах и рассчитывают весовое и процентное содержание KCl в навеске.

Аналитический фактор для определения хлористого калия по весу $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O = 0,3285$. Умножив его на вес полученного осадка, рассчитывают вес хлористого калия в навеске. Аналитический фактор применяют при массовых анализах. Расчеты проводят по уравнению (2). Например, для анализа взяли 0,2 г хлористого калия, а полученный промытый и высушенный желтый осадок (за вычетом веса фильтрата) весит 0,54 г. Из уравнения реакции (2) видно, что 454,13 г $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ соответствуют $74,6 \cdot 2 = 149,2$ г KCl . Какому количеству KCl соответствуют 0,54 г кобальтнитрита калия, определяется из следующего соотношения:

$$A_{KCl} = \frac{149,2 \cdot 0,54}{454,13} = 0,1783 \text{ г.}$$



Тот же результат получим, если аналитический фактор умножим на 0,54.

Задание. Рассчитайте процентное содержание KCl в сильвините по весу взятой навески для анализа пробы хлористого калия и истинное содержание по результатам анализа.

Расчеты и оформление результатов

Кратко оформите ход выполнения работы (методику). Проведите необходимые расчеты.

Контрольные вопросы

1. Приведите классификацию методов для выделения хлорида калия из сильвинита.

2. Процессы размола и флотации калийного сырья (сильвинита) проводятся в ... Дополните предложение и объясните причину использования данной среды.

3. Дайте описание галургического метода выделения хлорида калия из сильвинита. Запишите требования, которые предъявляют к щелоку, циркулирующему в системе.

4. Расскажите о преимуществах и недостатках галургического метода выделения хлорида калия над флотационным.



Лабораторная работа № 15

ПОЛУЧЕНИЕ ЛЕГКОПЛАВКИХ СТЕКОЛ

Принцип метода

Стекло — это переохлажденный расплав, который занимает промежуточное положение между твердым (кристаллическим) и жидким состоянием.

Общие свойства стекла и твердых тел: высокая вязкость, значительная механическая прочность, наличие формы. Отличительные свойства стекла от твердых тел: не имеет определенной температуры плавления и геометрически правильной пространственной решетки.

Состав стекла можно выразить формулой



где R_2O — окислы щелочных металлов (Na_2O , K_2O , Li_2O и др.);

RO — окислы щелочноземельных металлов и тяжелых металлов (CaO , MnO , BaO , SrO , PbO , MgO , ZnO , FeO и др.);

RO_2 — кислотные окислы (P_2O_5 , SiO_2 , B_2O_3 и др.).

Сырьем для производства стекла служат кварцевый песок, известняк, кальцинированная сода, сульфат натрия.

Очень распространены стекла, содержащие наиболее доступные и дешевые окислы SiO_2 , Na_2O , CaO . Их состав приближенно выражается формулой $Na_2O \cdot CaO \cdot 6SiO_2$. В лабораторных условиях получение таких стекол затруднено, так как необходимо нагревать исходные вещества до 1350–1400 °C.

Цель работы:

Освоить процесс получения легкоплавких прозрачных и цветных стекол.

Посуда и оборудование: тигли, муфельная печь, технические весы.

Реактивы: оксид свинца (II), оксид бора, оксид кремния (IV), оксиды железа (II) (III), оксид меди (II), оксид марганца (IV).

Ход выполнения работы

Для получения легкоплавких прозрачных борсвинцовосиликатных и борсвинцовых стекол различного состава готовится шихта. Расчет глета (PbO), кварцевого песка (SiO_2) и борного ангидрида (B_2O_3) для составления шихты массой 20–30 г выполните, используя данные таблицы 1.



Таблица 1

Состав различных видов стекол

Виды стекол	Состав стекол			Температура плавления, °С
	PbO, г	B ₂ O ₃ , г	SiO ₂ , %	
1	84,5	11,0	4,5	484
2	86,0	10,6	3,4	486
3	87,5	11,4	1,1	488
4	86,6	13,4	–	497
5	75,0	15,0	10,0	540
6	93,7	6,3	–	560

На технических весах отвешивают оксиды с точностью до 0,01 г. Затем тщательно растирают небольшими порциями в тонкий порошок (размер частиц должен быть не более 0,1 мм).

Для исключения дополнительных потерь компонентов шихты рекомендуется проводить растирание в фарфоровой ступке над листом бумаги, газеты, а также с надетым на пестик листом бумаги.

Половину приготовленной и тщательно перемешанной шихты высыпают в тигель и помещают в муфельную печь, нагретую приблизительно на 100 °С выше температуры плавления смеси.

После размягчения смеси тигель вынимают из печи и добавляют оставшуюся порцию шихты и опять нагревают до получения однородной стекломассы. После получения прозрачной и однородной стекломассы ее выдерживают в течение 10–15 мин в расплавленном состоянии в муфельной печи и затем быстро выливают на керамическую плитку или стальной лист.

Для получения окрашенного стекла к приготовленной шихте добавляют красители в количествах, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Зависимость окраски стекла от красителя и состава в нем оксидов

№ п/п	Краситель	Количество оксидов, %	Окраска
1.	закись железа	0,2–0,3	сине-зеленая
2.	окись железа	0,3–0,5	желто-зеленая
3.	окись меди	0,1–0,2	голубая
4.	окись марганца	0,01–0,05	дымчато-красная
5.	тальк	5,0–6,0	молочно-белая
6.	золото	0,003	красная
7.	серебро	0,1–0,3	желтая



При варке стекла в фарфоровых тиглях следует обязательно использовать подставку из кирпича или глины, так как фарфоровые тигли иногда трескаются и расплавленное стекло разъедает футеровку печи.

Расчеты и оформление результатов

Опишите ход выполнения лабораторной работы. Проведите необходимые расчеты по составу исходной шихты.

Контрольные вопросы

1. Какие силикатные материалы называются стеклами? Назовите общие свойства стекол.
2. Назовите состав шихты, используемой при варке стекла и объясните назначение ее компонентов.
3. Какие процессы протекают при варке стекломассы?
4. Принципиальная схема производства стеклянных изделий.
5. Какие добавки и как влияют на свойства стекол?
6. Методы формования стеклянных изделий.
7. Что такое ситаллы? Чем ситаллы отличаются от стекол и какими свойствами обладают?



Лабораторная работа № 16

ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ КРАСИТЕЛЕЙ

Принцип метода

Красители — это вещества, которые способны поглощать излучение видимой ультрафиолетовой и инфракрасной части спектра и обладают способностью придавать это свойство другим веществам. За счет явления диффузии и капиллярных процессов красители окрашивают бумагу, ткани, целлюлозу и другие вещества.

Сорбция — это процесс поглощения твердыми или жидкими веществами газов или растворенных веществ, в том числе и красителей. Сорбенты бывают твердые (активированные угли, силикагели, цеолиты, оксид алюминия) и жидкие (дибутилфталат, трикрезилфостат). На сорбцию красителя влияет pH раствора.

Цель работы:

Изучить явление сорбции красителей активированным углем, оценить влияние pH на сорбцию красителей.

Посуда и оборудование: колбы плоскодонные 100 мл, весы, фотокolorиметр, pH-метр, пипетки, магнитная мешалка.

Реактивы: активированный уголь, красители (метиленовый синий, флуоресцеин, индиго, синька, кислотный синий).

Ход выполнения работы

1. Изучение кинетики сорбции красителя

Для выполнения работы готовят раствор красителя (0,1 г/л). Для этого в 6 мерных колб на 100 мл отбирают по 1 мл, 2 мл, 5 мл, 10 мл, 15 мл, 20 мл и доводят до метки водой. Определяют оптическую плотность растворов (длина волны 590 нм, $l = 10$ мм). Строят калибровочный график.

На весах взвешивают сорбент массой по 0,25 г и помещают в 5 колб, в которые приливают по 50 мл раствора с красителем (приготовленных заранее). Через 10, 20, 30, 60, 100 мин измеряют оптическую плотность. Рассчитывают сорбцию красителя. Результаты заносят в таблицу 1.

Таблица 1

Кинетика сорбции красителя

№ колбы	Время опыта, мин	Масса сорбента, г	Оптическая плотность	Концентрация красителя в растворе до сорбции, мг/л	Сорбция красителя, г/г
1.	10				



№ колбы	Время опыта, мин	Масса сорбента, г	Оптическая плотность	Концентрация красителя в растворе до сорбции, мг/л	Сорбция красителя, г/г
2.	20				
3.	30				
4.	60				
5.	100				

Задание. Построить график зависимости сорбции от времени.

2. Влияние pH на сорбцию красителя

Для выполнения работы готовят раствор красителя (кислотный синий, синька) с концентрацией 0,1 г/л. В 6 мерных колб на 100 мл отбирают по 1 мл, 2 мл, 5 мл, 10 мл, 15 мл, 20 мл и доводят до метки водой. Определяют оптическую плотность растворов (длина волны 590 нм, $l = 10$ мм). Строят калибровочный график (можно использовать калибровочный график из опыта 1).

На весах взвешивают сорбент массой по 0,25 г и помещают в 6 колб, в которые приливают 0,1 мл, 0,2 мл, 0,5 мл 0,1 н. HCl, а также 0,1 мл, 0,2 мл, 0,5 мл 0,1 н. NaOH. Через 120 мин определяют pH раствора и оптическую плотность. Рассчитывают количество адсорбированного красителя. Данные заносят в таблицу 2.

Таблица 2

Влияние pH раствора красителя на сорбцию

№ колбы	Масса образца, г	pH раствора после сорбции	Оптическая плотность	Концентрация красителя в растворе, мг/л	Сорбция красителя, г/г
1					
2					
3					
4					
5					
6					

Задание. Построить график зависимости сорбции от pH.

3. Характеристика сорбции красителя в динамических условиях

Для выполнения работы готовят раствор красителя (кислотный синий, синька) с заданной концентрацией 0,1 г/л. В 6 мерных колб на 100 мл. Отберите по 1 мл, 2 мл, 5 мл, 10 мл, 15 мл, 20 мл пробы и доводите до метки водой. Определяют оптическую плотность растворов



(длина волны 590 нм, $l = 10$ мм). Строят калибровочный график (можно использовать калибровочный график из опыта 1, 2).

На весах взвешивают сорбент массой по 0,25 г и помещают в 5 колб, в которые приливают по 50 мл раствора с красителем (приготовленных заранее) и перемешивают в течение 60 мин. Затем отбирают пробы и исследуют динамическую плотность. Данные заносят в таблицу 3.

Таблица 3

Сорбция красителя в динамических условиях

№ колбы	Время, мин	Оптическая плотность	Концентрация красителя в растворе, г/г
1.			
2.			
3.			
4.			
5.			

Задание. Построить кривую сорбции зависимости концентрации красителя от времени динамической сорбции.

Контрольные вопросы

1. Напишите формулу красителя кислотного синего.
2. Спрогнозируйте красителя кислотного синего химические свойства исходя из его состава.
3. Где находит практическое применение данный краситель.
4. Как изменится рН 200 мл раствора красителя кислотного синего, рН которого 3,8, если к нему добавить 20 мл 0,4 н. раствора соляной кислоты?
5. Как изменится рН 100 мл раствора красителя (кислотного синего), его рН 3,8, если к нему добавить 10 мл 0,2 н. раствора гидроксида калия?
6. В чем принципиальное отличие статической сорбции от динамической?



Лабораторная работа № 17

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Принцип метода

Плотность фракций нефти и различных нефтепродуктов является характерной величиной, позволяющей в ряде случаев достаточно просто идентифицировать нефтепродукт. В большинстве случаев плотность возрастает с увеличением молекулярной массы веществ, входящих в состав нефтепродуктов, а также при увеличении содержания в нефтепродуктах ароматических углеводородов.

Плотность измеряется массой тела, заключенной в единице его объема. Плотность нефтепродуктов обычно измеряется при температуре 20 °С. Если отнести ее к плотности воды при 4 °С, то получают относительную плотность. Для определения плотности нефтепродуктов чаще всего используют ареометрический и пикнометрический методы.

Для определения плотности нефтепродуктов с вязкостью не более $2 \cdot 10^{-4}$ м²/с при 50 °С (бензин, керосин и др.) предпочтительно используют ареометр, снабженный в нижней части термометром. Он градуирован с точностью до 0,0005 г/мл, и его показания дают непосредственное значение плотности, то есть отношение массы нефтепродуктов при 20 °С к массе такого же объема воды при 4 °С.

Пикнометрический метод измерения плотности нефтепродуктов основан на определении массы нефтепродукта и воды в объеме пикнометра при одинаковых температурах. Его применение предпочтительно в случаях, когда: 1) имеется небольшое количество нефтепродуктов; 2) требуется высокая точность определения; 3) нефтепродукт имеет высокую вязкость (например, битумы).

Точность измерения увеличивается с увеличением объема пикнометра, так как в этом случае повышается точность взвешивания и точность измерения объема нефтепродуктов.

Цель работы:

Определить плотность нефтепродуктов (бензина, керосина, трансформаторного масла и др.) ареометрическим и пикнометрическим методами.

Посуда и оборудование: ареометр, стеклянный цилиндр с диаметром не менее 5 см, пикнометр, аналитические весы.

Реактивы: жидкие и твердые нефтепродукты, дистиллированная вода.



Ход выполнения работы

1. Ареометрический метод

Нефтепродукт наливают в мерный цилиндр. Температура нефтепродукта не должна отклоняться от температуры в помещении более чем на 5 °С. Затем в него погружают сухой ареометр, не касаясь стенок цилиндра.

В маловязких продуктах ареометр в положение равновесия приходит через 2–5 мин. Если же вязкость нефтепродукта значительна, то он приходит в равновесие через 10–15 мин. Отсчет плотности проводят при температуре 20 °С по верхнему краю мениска. Глаз необходимо держать на уровне мениска. Расхождение в значениях плотности между двумя определениями не должно превышать 0,001 г/мл. Если температура нефтепродуктов ниже или выше 20 °С, то в значение плотности вводится поправка по формуле:

$$d_{4}^{20} = d_{4}^{t} - A (20 - t),$$

где d_{4}^{20} — значение плотности при 20 °С,

d_{4}^{t} — значение плотности при температуре опыта,

A — поправка.

2. Пикнометрический метод

Для определения водного числа пикнометра, то есть массы воды объеме пикнометра, сначала взвешивают на аналитических весах высушенный в сушильном шкафу и охлажденный до 20 °С пустой пикнометр. Затем его заполняют несколько выше метки дистиллированной водой и термостатируют в сушильном шкафу при 20 °С в течение 20–30 мин (если температура в помещении 20 °С, то термостатируют на воздухе то же время). Избыток воды выше нижнего мениска пикнометра удаляют полоской фильтровальной бумаги. При помощи фильтровальной бумаги следует также удалить воду, которая иногда остается на внутренних стенках горлышка пикнометра.

Водное число пикнометра (M_3) равно разности между массой пикнометра с водой (M_2) и массой пустого пикнометра (M_1).

После этого определяют массу нефтепродукта в объеме пикнометра. Предварительно испытуемый нефтепродукт термостатируют в сухом закрытом сосуде при 20 °С, затем наливают его до метки и взвешивают.

Плотность нефтепродукта рассчитывают по формуле



$$d_{4}^{20} = [(M_2 - M_1)/M_3] 0,997 + 0,0012,$$

где M_2 — масса пикнометра с нефтепродуктом,

0,997 — плотность воды при 20 °С,

0,0012 — плотность воздуха при 20 °С и 760 мм рт. ст.

При определении плотности вязких продуктов их предварительно нагревают до 50–70 °С. После заполнения пикнометра его перед взвешиванием охлаждают до 20 °С.

Пикнометром можно определить плотность твердых нефтепродуктов, например битумов. Для этого мелкими кусочками нефтепродукта заполняют примерно половину пикнометра и последний помещают в термостат при 90–100 °С до полного расплавления нефтепродукта. После охлаждения пикнометра его заполняют несколько выше метки водой, выдерживают в течение 20–30 мин при 20 °С и, удалив избыток воды фильтровальной бумагой, взвешивают. Плотность нефтепродукта рассчитывают по формуле

$$d_{4}^{20} = \{(M_2 - M_1)/[(M_3 - (M_4 - M_2))]\} 0,997 + 0,0012,$$

где M_4 — масса пикнометра с нефтепродуктом и водой.

Расчеты и оформление результатов

1. Записать методику и результаты определения плотности нефтепродуктов ареометрическим методом. При наличии температурной поправки провести соответствующие вычисления.

2. Записать методику работы и полученные данные занести в таблицу.

Таблица

Результаты определения плотности различных нефтепродуктов

Объем пикнометра, см ³	Вид нефтепродукта	Масса, г				Плотность, г/см ³
		M_1	M_2	M_3	M_4	

Если в ходе работы плотность одного и того же нефтепродукта будет определяться двумя методами, сравните полученные результаты.

Контрольные вопросы

1. В чем выражаются сравнительные достоинства и недостатки ареометрического и пикнометрического способов определения плотности нефтепродуктов?



2. Почему температура нефтепродуктов при определении плотности не должна сильно отличаться от температуры окружающей среды?

3. Почему определение плотности при помощи пикнометра дает более точные результаты, чем при измерении ареометром?

4. Как изменится плотность нефтепродукта, содержащего некоторое количество воздуха (воды), при пикнометрическом способе и определении с помощью ареометра по сравнению с плотностью чистого нефтепродукта?

5. Почему в формулу для определения плотности нефтепродукта при помощи пикнометра входит значение плотности воздуха? Почему оно взято со знаком «+»?



Лабораторная работа № 18

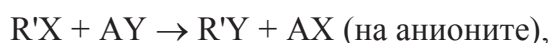
ИОНООБМЕННЫЙ СИНТЕЗ

Принцип метода

Ионообменный синтез охватывает процессы получения различных химических соединений (технических продуктов и химреактивов) из растворов, газов, суспензий или твердых веществ с использованием водонерастворимых ионообменных материалов (ионитов). Иониты представляют собой твердые высокомолекулярные соединения (природные или синтетические), содержащие в своей химической структуре активные группы, способные к обмену ионов в водных растворах, а также к другим характерным для содержащихся в растворах ионов химическим реакциям.

Наиболее распространено использование в качестве ионитов синтетических органических ионообменников (гранул, порошков, поропластов, волокон, тканей и др.) на основе сополимеров стирола, дивинилбензола, полихлорвинила, акрилонитрила, полиэтиленполиаминов и др., содержащих в качестве активных групп сульфогруппы (сильнокислотные катиониты), фосфорнокислые и карбоксильные группы (слабокислотные катиониты), группы четвертичного аммония (сильноосновные аниониты), группы линейных аминов и пиридина (слабоосновные аниониты). Практически иониты можно рассматривать как сильно или слабо диссоциирующие вещества в растворах полиэлектролитов типа солей, оснований и кислот.

Принципиально метод ионообменного синтеза неорганических соединений основан на взаимодействии между раствором электролита (промышленного продукта или относительно чистого химикалия), содержащего один из ионов получаемого соединения (АХ) и ионитом, содержащим второй (противоположного знака) ион этого соединения. Реакции могут быть представлены уравнениями типа:



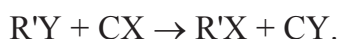
где R и R' — полимерная матрица катионита и анионита соответственно,
A, B — обмениваемые катионы,
X, Y — обмениваемые анионы.

Возможность протекания ионообменных превращений, в том числе и таких, которые в растворах электролитов обычно неосуществимы (если все исходные компоненты и возможные продукты реак-



ций являются сильными электролитами), обусловлена гетерогенным характером процессов (извлекаемые ионы В, У выводятся из растворов в твердую фазу — водонерастворимый полиэлектролит).

Технологический цикл ионообменного синтеза включает также процесс регенерации ионита, восстанавливающий его исходную ионную форму:



Выбор необходимого ионита и исходной ионной формы (противоиона) для осуществления требуемого ионообменного синтеза теоретически обуславливается химическими свойствами исходных соединений и целевого продукта, а также свойствами ионита.

Сложности, как правило, возникают при получении химических соединений, труднорастворимых в водных растворах, поскольку осадок продукта выпадает непосредственно в слое ионита и продукт после этого достаточно трудно выделить в чистом виде.

Процесс ионообменного синтеза проводится в статическом режиме (контактирование раствора или суспензии с ионитом при перемешивании в замкнутом объеме) или динамическом (пропускание раствора или газового потока через слой ионита). Предлагаемое в работе задание основано на использовании динамического режима, который является значительно более распространенным.

Ионообменный синтез в динамическом режиме включает пропускание раствора, содержащего необходимые исходные компоненты, через слой ионита в сорбционной колонке. Практическая скорость фильтрации составляет 5–15 м³ раствора/м³ набухшего ионита в час (колоночных объемов/час) или 5–15 час⁻¹. Концентрации компонентов в исходном растворе обычно составляют 10–30 масс. % (более высокие концентрации, желательные для получения концентрированного целевого продукта, не всегда приемлемы по причинам нарушения химической стойкости ионита, гидродинамики процесса и сложностей с промывкой сорбционного слоя после окончания процесса синтеза). Ионит для осуществления процесса синтеза помещается в ионообменную колонну (цилиндр) в соотношении Н/Д = 5:10, а рабочий раствор пропускается через слой ионита сверху вниз. Регенерация ионита осуществляется после завершения основного процесса промывкой слоя регенерирующим раствором сверху вниз или снизу вверх.

Количественными параметрами, учитываемыми и используемыми при ионообменных синтезах, являются:



1) Сорбционная емкость ионита (СОЕ) (концентрация активных групп) — составляет для наиболее распространенных отечественных катионитов по ГОСТ 20298-74:

- сульфокатионит КУ-2 4,4–5,2 мг-экв/г;
- карбоксильный катионит КБ-2 10–11 мг-экв/г;
- карбоксильный катионит КБ-4 8,5–10 мг-экв/г;

для анионитов по ГОСТ 20301-74:

- сильноосновный АВ-17 3,5–3,8 мг-экв/г;
- слабоосновный АН-1 4,5–5,5 мг-экв/г;
- слабоосновный ЭДЭ-10П 8,0–9,0 мг-экв/г.

2) Удельный объем набухшего ионита в колонне, мл/г:

- | | | | | | |
|-------|----------|------|----------|---------|----------|
| КУ-2 | 2,6–3,0; | КБ-2 | 2,6–3,0; | КБ-4 | 2,6–3,0; |
| АВ-17 | 3,0–3,4; | АН-1 | 2,2–2,3; | ЭДЭ-10П | 2,8–3,5. |

3) Выходные кривые сорбции — зависимости концентраций обмениваемого (вытесняемого из ионита) иона в вытекающем из колонны растворе от объема пропущенного раствора.

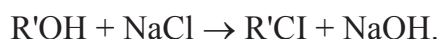
4) Степень использования сорбционной емкости ионита как отношение количества введенного с исходным раствором (полностью поглощенного ионитом) иона к теоретической емкости, определяемой по п. п. 1, 2.

Обычно процесс ионообменного синтеза прекращают до попадания в фильтрат после колонны обмениваемого иона (В, Y) в концентрации на уровне чувствительности метода анализа или специальных требований к качеству продукции. При этом, как правило, в единичном цикле степень использования сорбционной емкости ионита по п. 4 не превышает 50 %.

Протекание процесса ионообменного синтеза в промышленности и лабораторной практике обычно контролируется периодическим анализом фильтрата (вытекающего из колонны раствора) на содержание обмениваемого и/или вытесняемого иона или измерением связанных с ним физико-химических характеристик (электропроводности, оптической плотности и т. п.). В ряде случаев, особенно в лабораторной практике, процесс можно проконтролировать визуально по движению окрашенного фронта сорбции (для этого чаще всего используются и меняющие окраску кислотно-основные или селективные индикаторы, прочно сорбируемые ионитом в процессе его предварительной подготовки и перевода в исходную форму).

Краткое описание теоретических основ процессов

Гидроксид натрия может быть получен пропусканием раствора хлорида натрия через колонку с анионитом в гидроксильной форме по реакции



В качестве анионита может быть использована любая доступная анионообменная смола (АВ-17, АН-1, ЭДЭ-10П), но предпочтительно использование сильноосновного анионита АВ-17.

Щавелевая кислота может быть получена пропусканием раствора оксалата натрия через колонку с катионитом в водородной форме по реакции



В качестве катионита предпочтительно использование сульфокатионита КУ-2.

Протекание процессов контролируется периодическим определением в фильтрате свободного основания или кислоты ацидиметрическим-алкали-метрическим титрованием с соответствующими индикаторами.

Цель работы:

Получить гидроксид натрия из хлорида натрия и щавелевую кислоту из оксалата натрия на ионообменных колонках, проконтролировать ход процессов и определить практические выходы.

Посуда и оборудование: стеклянные ионообменные колонки (диаметр 15–25 мм), штативы с зажимами, бюретки для титрования, пипетки для отбора проб, мерные цилиндры, стаканы, колбы.

Реактивы: анионит АВ-17, катионит КУ-2, раствор NaCl (10 %), раствор Na₂C₂O₄ (3 %), стандартные (0,1 н. растворы NaOH и HCl, индикаторы (метилоранж, фенолфталеин).

Ход выполнения работы

1. Подготовка ионитов.

Товарный анионит АВ-17 (в Cl-форме) замачивается на 20 мин в дистиллированной воде и переносится в ионообменную колонку для перевода в рабочую ионную форму. Через слой ионита со скоростью 10 ч⁻¹ пропускается 5%-ный раствор NaOH из расчета 500 % от теоретически необходимого. Затем анионит промывается дистиллированной водой до полной отмывки избыточной щелочи (рН фильтрата 6–7). Анионит выгружается из колонки, высушивается на воздухе в течение 1 ч и хранится в герметически закрытой емкости, из которой затем отбираются образцы для синтезов и проведения анализов, в частности для определения статической обменной емкости подготовленного образца.

Аналогичным образом товарный катионит КУ-2 (в H-Na-форме) после предварительного замачивания в воде и переноса в колонку обрабатывается пропусканием 5%-ного раствора HCl с той же скоростью и общим расходом, промывается водой до нейтрального фильтрата и после высушивания на воздухе хранится в закрытой емкости.



Примечание. При операциях с ионитом в колонках (как при их подготовке, так и в ходе ионообменных синтезов) старайтесь не допускать обезвоживания верхней части ионообменного слоя: над верхней кромкой постоянно должен находиться слой воды или рабочего раствора высотой 5–10 мм.

2. Определение статистической обменной емкости подготовленных образцов.

1,0–1,5 г подготовленного воздушно-сухого анионита АВ-17 в ОН-форме (взвешенного с точностью (0,01 г) помещают в плоскодонную колбу и добавляют 100 мл 0,1 н. раствора HCl. После контактирования в течение 20 мин при периодическом перемешивании отбирают с помощью пипетки 10 мл внешнего раствора и оттитровывают его 0,1%-ным раствором NaOH. Аналогичным образом определяется статистическая обменная емкость (СОЕ) образца КУ-2 в Н-форме, только вместо 0,1 н. раствора HCl берется 0,1 н. раствор NaOH. СОЕ приготовленных образцов определяется по формуле:

$$\text{СОЕ (мг-экв/г)} = (10 - V \cdot 0,1)/m,$$

где V — объем 0,1 н. щелочи (кислоты), затраченной на титрование 10 мл раствора после уравнивания, мл,
 m — масса воздушно-сухого образца.

3. Проведение ионообменных синтезов.

3.1. Получение гидроксида натрия

20 г воздушно-сухого анионита АВ-17 (ОН-форма) помещается в ионообменную колонку, заполненную дистиллированной водой, к которой добавлен 0,2%-ный спиртовой раствор фенолфталеина. Раствор сливается и добавляется новый, пока слой анионита не приобретет однородную фиолетовую окраску. Затем колонка промывается двумя колоночными объемами чистой дистиллированной воды со скоростью ~5 мл/мин. Через подготовленную колонку сверху вниз пропускается 10%-ный раствор NaCl со скоростью ~4 мл/мин. Каждые 10 мл фильтрата отбираются на анализ свободной щелочи, который проводится титрованием 0,1 н. раствором HCl с любым индикатором. Процесс продолжается до тех пор, пока изменение окрашенного слоя анионита от фиолетового к желтому не приблизится к нижней кромке слоя (~40 мл рабочего раствора). Одновременно в каждой пробе определяется наличие хлорид-ионов по качественной реакции (при возможности проводится количественное определение).

3.2. Получение щавелевой кислоты

20 г воздушно-сухого катионита КУ-2 в Н-форме помещается в ионообменную колонку, заполненную дистиллированной водой, к ко-



торой добавлен 0,2%-ный водный раствор метилоранжа. После аналогичной промывки слой катионита должен быть окрашен в однородный розовый цвет. Через подготовленную колонку сверху вниз пропускается 3%-ный раствор оксалата натрия со скоростью ~ 5 мл/мин. Каждые 40 мл фильтрата отбираются на анализ свободной щавелевой кислоты путем титрования 0,1 н. раствором NaOH с метилоранжем (титруется одна кислотная группа) или фенолфталеином (титруются две кислотные группы, но менее точно). Процесс продолжается до тех пор, пока изменение окрашенного слоя катионита от розового к желтому не приблизится к нижней кромке (~ 400 мл рабочего раствора).

Расчеты и оформление результатов

Результаты синтезов заносятся в следующие таблицы 1, 2.

Таблица 1

Результаты синтеза гидроксида натрия на ионообменных колонках

Ионит	Значение показателя	Ионная форма	Значение показателя
СОЕ, мг-экв/г		Количество воздушно-сухого ионита, г	
Диаметр колонки, мм		Высота слоя набухшего ионита, см	
Объем набухшего ионита, см ³		Теоретическая емкость колонки, мг/экв-г	
Концентрация рабочего раствора, % (моль/л)		Средняя скорость пропускания раствора; коло-очных объемов/мин, (ч ⁻¹)	

Таблица 2

Результаты синтеза гидроксида натрия на ионообменных колонках

№ пробы	Объем раствора, мл		Количество вытесняемого иона, мг-экв/г		Степень использования СОЕ, %	а) Изменение длины окрашенного слоя, мм (% от общей длины)	б) Концентрация использованного исходного иона, мг-экв/мл
	в пробе	от начала опыта	в пробе	от начала опыта			
1.	10	10					
2.	10	20					
3.	10	30					
.							
.							
n.		V					



Кроме того, по полученным данным строятся выходные кривые процесса как функция концентрации вытесняемого иона в пробах в зависимости от объема пропущенного раствора.

Задание. Сделайте выводы об эффективности проведенных синтезов.

Контрольные вопросы

1. На каком принципе основан ионообменный синтез?
2. В чем заключаются преимущества ионообменного синтеза по сравнению с другими методами получения неорганических соединений из растворов? В чем заключаются его возможные недостатки?
3. Напишите типовые схемы ионообменного синтеза кислот, оснований и солей (отдельно для сильно- и слабодиссоциированных соединений). Обоснуйте оптимальный выбор ионита для каждого синтеза.
4. Дайте полную классификацию типов органических ионитов, используемых в процессах ионообменного синтеза.
5. Представьте другие возможные варианты ионообменного получения гидроксида натрия, щавелевой кислоты. Напишите уравнения реакций.
6. Объясните принцип алкалометрического титрования щавелевой кислоты в растворах. Возможно ли обратное титрование?
7. Представьте в письменной форме возможные варианты выходных кривых по вытесняемому и вытесняющему иону. Как по виду кривых определить количество синтезируемого вещества и его выход (в %)?
8. От каких факторов и как зависят выход и чистота продукта в процессах ионообменного синтеза неорганических соединений?
9. Продумайте варианты ионообменного получения малорастворимых газов: водорода, кислорода, диоксида углерода, диоксида серы, сероводорода. Напишите уравнения реакций.
10. Что такое регенерация ионитов? Напишите типовые уравнения реакций регенерации ионитов с учетом их свойств.
11. Опишите основные принципы классификации ионитов: происхождение, химическая структура матрицы и функциональных групп, физическая форма и др.
12. Какие основные пути повышения эффективности использования реагентов в неорганическом синтезе?
13. Опишите возможные схемы ионообменного получения серной кислоты. Какие типы ионитов для каждой схемы предпочтительно ее использовать?
14. Что такое регенеративный гидролиз? Возможно ли его использование для осуществления процесса синтеза?
15. Возможно ли использование ионитов для растворения труднорастворимых неорганических соединений, в частности для разрушения накипи? Напишите уравнения химических реакций.



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Химическая промышленность занимает ведущее место в индустрии. Эта отрасль производит минеральные удобрения, полимерные материалы, металлы и их сплавы, продукты нефтепереработки, строительные материалы.

Химическая технология — основополагающая часть экономики всех стран, научные основы которой базируются на максимально экономически выгодных методах получения готового целевого продукта из доступного сырья.

Перспективы развития химической индустрии связаны с ее переориентацией на производство товаров народного потребления: искусственных волокон, кож, пластиков для производства одежды, обуви, товаров бытового обихода, строительных и отделочных материалов. Кроме того, необходимо наладить производство лекарств и средств защиты растений. Актуальным направлением является производство новейших видов продукции тонкой химии, микробиологической промышленности, создание небольших производств, не оказывающих негативного влияния на состояние окружающей среды.

Лабораторный практикум по курсу «Химическая технология» является важным методическим руководством для изучения технологических особенностей получения в промышленности некоторых важнейших веществ и материалов, дает возможность студентам получить практические навыки по расчету материального баланса различных процессов. Значения, полученные в результате построения материального баланса, позволяют определять расход сырья, вспомогательных материалов, меняющихся из-за различных мощностей аппаратов, себестоимость конечного продукта, выходы продукта, объем реакционной зоны, число необходимых реакторов, учитывать все производственные потери и др.

Авторами была предпринята попытка доступного, практически осуществимого, комплексного изложения основ химической технологии. В данном лабораторном практикуме рассмотрены основные подходы получения азотных удобрений, стекла, гидроксида натрия, сульфида натрия, хлорида калия, кристаллогидрата сульфата алюминия и других веществ.

Включенные в лабораторный практикум работы максимально приближены к промышленным синтезам данных веществ. Выполнение лабораторных работ позволит студентам успешно закрепить знания о способах получения и свойствах этих веществ, овладеть техническими приемами работы с химическим оборудованием, познакомиться с принципиальными и технологическими схемами данных производств.



СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИСТОЧНИКОВ

Основная литература

1. Бесков В. С. Общая химическая технология. — М. : Академкнига, 2005. — 452 с.
2. Миронович Л. М., Воробьева И. Г., Гречушников Е. А. Важнейшие химические производства: сырьевая база : учеб. пособие. — Курск : Юго-зап. гос. ун-т, 2013. — 119 с.
3. Гребенникова Р. В. Методические рекомендации к лабораторному практикуму по прикладной химии. — Курск : Изд-во Курск. гос. ун-та, 2004. — 22 с.
4. Игнатенков В. И., Бесков В. С. Примеры и задачи по общей технологии. — М. : Академкнига, 2005. — 198 с.
5. Москвичев Ю. А., Павлов О. С., Григоричев А. К. Теоретические основы химической технологии. — М. : Академия, 2005. — 272 с.
6. Нифантьев Э. Е., Парамонова Н. Г. Основы прикладной химии. — М. : Владос, 2002. — 375 с.
7. Соколов Р. С. Химическая технология : в 2 т. — М. : Владос, 2000. — Т. 1. — 368 с. ; Т. 2. — 448 с.
8. Тихвинская М. Ю., Волинский В. Е. Практикум по химической технологии. — М. : Химия, 2004. — 234 с.

Дополнительная литература и источники

1. Аширов А. Ионнообменная очистка сточных вод, растворов и газов. — Л. : Химия, 1983. — 295 с.
2. Ключников Н. Г. Практические занятия по химической технологии. — М. : Просвещение, 1972. — 317 с.
3. ГОСТ 10898.1-84. Иониты. Метод определения содержания влаги. — М. : Изд-во стандартов, 2009. — 3 с.
4. ГОСТ 12597-67. Сорбенты. Метод определения массовой доли воды в активных углях и катализаторах на их основе. — М. : Изд-во стандартов, 1989. — 6 с.
5. ГОСТ 8.432-81. Влажность зерна и продуктов его переработки. — М. : Изд-во стандартов, 1981. — 10 с.
6. Бутт Ю. М., Тимашев В. В. Практикум по химической технологии вяжущих материалов. — М. : Высшая школа, 1973. — 504 с.
7. Карякин Ю. В., Ангелов И. И. Чистые химические вещества. — М. : Химия, 1974. — 406 с.
8. Позин М. Е. Технология минеральных солей (удобрений, пестицидов, промышленных солей, окислов и кислот). — 4-е изд. — Ч. 1. — Л. : Химия. Ленингр. отд-ние, 1974. — Т. 1. — 792 с.
9. Руководство по неорганическому синтезу / под ред. Н. В. Коровина. — М. : Химия, 1997.



10. Ионнообменные методы очистки веществ : учеб. пособие / под ред. Г. А. Чикина, О. Н. Мягкого. — Воронеж : Изд-во Воронеж. гос. ун-та, 1984. — 372 с.

11. Вержинская С. В., Дигуров Н. П., Сеницын С. А. Химия и технология нефти и газа. — М. : Форум. 2009. — 249 с.

Интернет-ресурсы

1. Фундаментальное химическое образование : портал // ChemNet. — URL : <http://www.chemnet.ru>

2. Мануйлов А. В., Родионов В. И. Основы химии : электрон. учеб. — Новосибирск : Новосиб. гос. ун-т. — URL : <http://www.hemi.nsu.ru>

3. Естественнонаучные эксперименты — химия : коллекция Российского общеобразовательного портала. — URL : <http://experiment.edu.ru>

4. Химия и жизнь — XXI век : науч.-попул. журн. — URL : <http://www.hij.ru>

5. Фундаментальное химическое образование России // Электронная библиотека учебных материалов по химии. — URL : <http://www.chem.msu.su/rus/elibrary/>

6. Онлайн-справочник химических элементов // WebElements. — URL : <http://webelements.narod.ru>

7. Практическая и теоретическая химия. — URL : <http://chemfiles.narod.ru>

8. Программное обеспечение по химии. — URL : <http://chemicsoft.chat.ru>

9. Полезная информация по химии // Alhimikov.net : сайт. — URL : <http://www.alhimikov.net>

10. Учебные материалы кафедры физической и коллоидной химии Южного федерального университета. — URL : <http://www.physchem.chimfak.rsu.ru/Sources.html>

11. ChemPort.Ru : химический портал. — URL : <http://www.chemport.ru>

12. Учебные и справочные материалы // HimHelp.ru. — URL : <http://www.himhelp.ru>



ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ	5
<i>Лабораторная работа № 1</i> АНАЛИЗ И ПОДГОТОВКА ТЕХНИЧЕСКОЙ ВОДЫ	8
<i>Лабораторная работа № 2</i> ОЧИСТКА ВОДЫ ОТ ВЗВЕСЕЙ И КОЛЛОИДОВ	20
<i>Лабораторная работа № 3</i> ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ И ФЛОТАЦИЯ ТВЕРДОГО СЫРЬЯ	25
<i>Лабораторная работа № 4</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ ТВЕРДЫХ СЫПУЧИХ ТЕЛ	34
<i>Лабораторная работа № 5</i> ПОЛУЧЕНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ВЯЖУЩИХ ВЕЩЕСТВ	36
<i>Лабораторная работа № 6</i> ПОЛУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОГИДРАТА СУЛЬФАТА АЛЮМИНИЯ ИЗ ГЛИНЫ ИЛИ КАОЛИНА	40
<i>Лабораторная работа № 7</i> ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДА НАТРИЯ ХИМИЧЕСКИМИ СПОСОБАМИ	44
<i>Лабораторная работа № 8</i> ПОЛУЧЕНИЕ ФЕНОЛФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ НОВОЛАЧНОГО ТИПА	47
<i>Лабораторная работа № 9</i> ФОСФАТИРОВАНИЕ МЕТАЛЛОВ	49
<i>Лабораторная работа № 10</i> ПОЛУЧЕНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ	52
<i>Лабораторная работа № 11</i> ПОЛУЧЕНИЕ И АНАЛИЗ СУЛЬФИДА НАТРИЯ	57
<i>Лабораторная работа № 12</i> РАСЧЕТ МАТЕРИАЛЬНОГО БАЛАНСА ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ ОКИСЛЕНИЕМ АММИАКА	62
<i>Лабораторная работа № 13</i> РАСЧЕТ МАТЕРИАЛЬНОГО БАЛАНСА ПРОЦЕССА СИНТЕЗА АММИАКА ИЗ АЗОТА И ВОДОРОДА	68



<i>Лабораторная работа № 14</i>	
ПОЛУЧЕНИЕ ХЛОРИСТОГО КАЛИЯ	74
<i>Лабораторная работа № 15</i>	
ПОЛУЧЕНИЕ ЛЕГКОПЛАВКИХ СТЕКОЛ	78
<i>Лабораторная работа № 16</i>	
ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ КРАСИТЕЛЕЙ	81
<i>Лабораторная работа № 17</i>	
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ	84
<i>Лабораторная работа № 18</i>	
ИОНООБМЕННЫЙ СИНТЕЗ	88
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	95
СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИСТОЧНИКОВ	96
<i>Основная литература</i>	96
<i>Дополнительная литература и источники</i>	96
<i>Интернет-ресурсы</i>	97



Учебное издание

Максимова Марина Геннадьевна,
Ускова Надежда Петровна,
Трунина Валерия Михайловна

Химическая технология

Лабораторный практикум

Редактор *Т. Н. Свитнева*
Технический редактор *Н. Н. Кулешова*

Подписано в печать 22.01.2021. Бумага офсетная. Формат 60x84¹/₁₆.
Гарнитура Times New Roman. Печать трафаретная.
Усл. печ. л. 5,81. Уч.-изд. л. 4,2. Тираж 100 экз. Заказ № 2.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Рязанский государственный университет имени С. А. Есенина»
390000, г. Рязань, ул. Свободы, 46



Редакционно-издательский центр РГУ имени С. А. Есенина
390023, г. Рязань, ул. Ленина, 20а



ISBN 978-5-907266-51-3



9 785907 266513 >