

МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Юго-Западный государственный университет» (ЮЗГУ)

фундаментальной химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе
О.Г. Локтионова



«Юго-Западный государственный университет» 2016 г.

ОБЩАЯ ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

Методические указания по выполнению лабораторных работ по химической технологии» для студентов направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология».

УДК 661

Составитель Е.В. Агеева

Рецензент

Д.х.н., профессор, зав. каф. ФХ и ХТ Л.М. Миронович

Общая химическая технология : методические указания по выполнению лабораторных работ по курсу «Общая химическая технология» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост. Е.В. Агеева. Курск, 2016. 39 с.; ил. 5. табл. 11. Библиогр.: с. 38.

Приведены методические указания по выполнению лабораторных работ по общей химической технологии.

Методические указания соответствуют требованиям программы по курсу «Общая химическая технология» для студентов направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать **4.04.16** Формат 60x84 1/16.
Усл.печ.л. 1,6 Уч.-изд.л. 1,5. Тираж 50 экз. Заказ **322** Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Курск 2016

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 31.12.2020 13:36:44
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4451da6cd089

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа №1. <i>Анализ воды и ее умягчение методом ионного обмена</i>	4
Лабораторная работа №2. <i>Изучение кинетических характеристик сорбции красителя</i>	8
Лабораторная работа №3. <i>Влияние рН на сорбцию красителя</i>	10
Лабораторная работа №4. <i>Изучение динамической сорбции красителя</i>	12
Лабораторная работа №5. <i>Приготовление легкоплавких стекол</i>	13
Лабораторная работа №6. <i>Получение металлов и сплавов</i>	15
Лабораторная работа №7. <i>Анализ твердого и жидкого топлива</i>	18
Лабораторная работа №8. <i>Получение минеральных удобрений</i>	22
Лабораторная работа №9. <i>Получение и анализ сернистого натрия</i>	25
Лабораторная работа №10. <i>Получение гипохлорита натрия электролизом водного раствора хлорида натрия</i>	29
Лабораторная работа №11. <i>Сухая перегонка (полукоксование) дерева</i>	34
Библиографический список	38

ПРАВИЛА ПО ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

К работе в лаборатории допускаются лица, прошедшие соответствующий инструктаж по безопасным методам работы и ознакомленные со свойствами химических реактивов, продуктов реакции, их токсичностью, пожаро-и взрывоопасностью и с мерами первой помощи.

При всех работах следует соблюдать максимальную осторожность, помня, что неаккуратность, невнимательность, недостаточное знакомство с приборами и свойствами веществ, могут повлечь за собой появление несчастных случаев.

Работая по заданию, нужно выполнять только ту работу, которая поручена и разъяснена, и не отвлекаться посторонними делами и разговорами.

На рабочем месте не следует принимать пищу, пить воду. По окончании работы следует тщательно вымыть руки.

Лабораторная работа № 1.

Анализ воды и ее умягчение методом ионного обмена

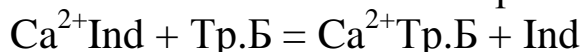
Цель работы: Умягчить водопроводную воду катионитовым методом. Определить кальций-магниевую и карбонатную жесткость воды до и после умягчения. Ознакомиться с методом приготовления катионита.

Теоретические сведения

Самым распространенным методом определения жесткости является титрование воды раствором трилона Б в присутствии специальных индикаторов – хромогенов, а именно кислотного хрома темно-синего или кислотного хрома черного. Титрование проводится в аммиачной среде при значении рН раствора в пределах 9 – 10.

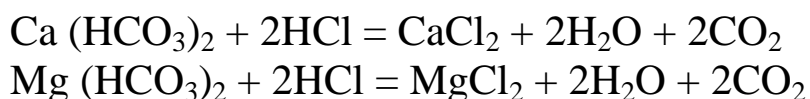
Хромогены образуют с ионами магния и другими ионами комплексные соединения, окрашенные в красно-фиолетовый цвет. При титровании трилоном Б содержащиеся в воде ионы Ca^{2+} и Mg^{2+} , а также ионы Cu^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Cб^{2+} , Ni^{2+} , Al^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+}

реагируют с ним и образуют малодиссоциированные соединения. В конце титрования ионы магния, кальция и другие переходят от комплексного соединения с хромогеном к трилону Б и раствор окрашивается в сине-фиолетовый цвет – цвет самого красителя, что указывает на окончание титрования.



Определение каждого иона нужно проводить при таком значении рН среды, при котором трилон Б дает с определенным ионом более прочное соединение по сравнению с индикатором. Например, жесткость воды, т.е. определение содержания кальция и магния, проводится при рН > 9, железа – при рН = 1–2, кальция в присутствии индикатора мурексида – при рН=12.

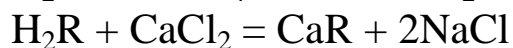
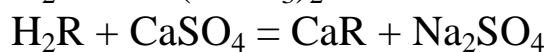
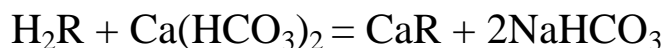
Карбонатную жесткость определяют титрованием воды соляной кислотой. Некарбонатную жесткость находят по разности между общей и карбонатной жесткостью.



Из рек и ручьев отбирают пробы воды на глубине 0,75 м в нескольких местах, около берегов и середине реки. Отдельные пробы смешивают вместе. Анализ воды проводят сразу же после взятия пробы или, при соответствующем хранении, спустя несколько часов.

Метод ионного обмена для умягчения воды основан на способности ионитов поглощать из раствора одни ионы и отдавать взамен другие. Иониты, способные обменивать находящиеся в растворе катионы называются катионитами. Их характерной особенностью является наличие в них большого числа кислотных групп: силикатных, карбоксильных и сульфогрупп. Эти кислотные группы содержат ионы водорода, которые подвижны и могут быть заменены на различные катионы.

Для умягчения воды применяются обычно катиониты в водородной (H-катиониты) и натриевой (Na-катиониты) форме. Если обозначить весь катионит, кроме подвижного иона (например, водорода), буквой R, то реакция ионного обмена в жесткой воде могут быть выражены следующими уравнениями:



Количество катионов кальция и магния, которое может быть поглощено определенным количеством катионита, называется емкостью поглощения E и выражается в грамм-эквивалентах на 1м^3 ионита.

После длительной работы ионит регенерируют, т.е. пропускают через него 6-8 %-ный раствор хлорида натрия или 2М раствор HCl . При этом ионы кальция вытесняются ионами Na^+ или протонами H^+ . Затем проводится промывка водой (dist) до полного исчезновения реакции на Cl^- -ион (проба с нитратом серебра) или до нейтрального значения рН среды.

Материальное обеспечение: катионитовая колонка, колбы для титрования, бюретка, мерные пипетки, цилиндр, 0,05 н. раствор трилона Б, индикатор кислотный эриохром темно-синий или кислотный эриохром черный, аммиачный буферный раствор ($\text{pH}>9$), индикатор метиловый оранжевый, 0,1 н. раствор HCl .

Ход работы:

1. Определение жесткости воды

Проведение анализа на Ca^{2+} и Mg^{2+} :

В коническую колбу для титрования отмеряют 100 мл воды, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, несколько капель индикатора эриохрома и приступают к титрованию. Титруют 0,05н. раствором трилона Б по каплям до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в сине-фиолетовую. Жесткость воды (Ж) рассчитывается по формуле:

$$\text{Ж} = \text{C}(\text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+}) = 1000 V_{\text{ТрБ}} N_{\text{ТрБ}} / V_{\text{воды}} ,$$

где $\text{C}(\text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+})$ - концентрация ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} , мг-экв/л;
 $V_{\text{ТрБ}}$ – объем трилона Б, пошедший на титрование, мл;

$N_{\text{ТрБ}}$ – нормальность трилона Б, г-экв/л;

$V_{\text{воды}}$ – объем воды, взятой для титрования, мл.

2. Определение карбонатной жесткости

Проба воды должна характеризовать действительный ее состав, поэтому при отборе пробы из водопровода воду спускают 10 – 15 мин. Когда склянка наполнится, воду некоторое время переливают через край.

Проведение анализа:

В коническую колбу на 250 мл отбирают 100 мл анализируемой воды и титруют ее 0,1 н. раствором соляной кислоты с индикатором метиловым оранжевым до появления розового окрашивания.

Карбонатная жесткость рассчитывается по формуле:

$$C(\text{HCO}_3^-) = N V_1 1000 / V_2 ,$$

где N – нормальность соляной кислоты, г-экв/л;

V_1 – объем кислоты, затраченной на титрование, мл;

V_2 – объем воды, взятой для титрования, мл.

3. Умягчение воды методом ионного обмена

В качестве катионитовой колонки применяют стеклянную трубку диаметром 2-3 см и длиной 30-50 см. Нижнюю ее часть закрывают пробкой с узкой стеклянной трубкой. Можно также использовать делительную воронку на дно которой помещается кусочек ваты. Оптимальная скорость фильтрации 1-2 капли в секунду.

В ионитовую колонку вносят 100 см³ заранее подготовленного и промытого катионита. Избыток промывной жидкости выдувают из колонки с помощью резиновой груши, после чего через катионит пропускают 200 мл воды, подлежащей умягчению, например, водопроводной. Затем проверяют жесткость профильтрованной и сырой водопроводной воды (см. выше). По полученным экспериментальным данным рассчитывают ионообменную емкость E катионита (г-экв Ca^{2+} , Mg^{2+} /м³ смолы).

Контрольные вопросы:

1. Природная вода как источник водоснабжения химических производств: морская, атмосферная, поверхностная и подземная вода.
2. Приведите важнейшие характеристики промышленной воды.
3. Приведите пример технологической схемы промышленной водоподготовки: устройство и принцип системы водоочистки, основные технологические стадии.
4. Основные операции промышленной водоподготовки.
5. Градири в водооборотных циклах химических производств.

Лабораторная работа № 2.

Изучение кинетических характеристик сорбции красителя

Цель работы: оценить способности ионообменных сорбентов и активированных углей извлекать красители.

Теоретические сведения

Сорбенты – твердые вещества или жидкости, применяются для поглощения газов, паров или растворенных веществ. Часто в качестве сорбентов используют активированные угли, силикагели, окись алюминия, цеолиты.

Большую группу сорбентов представляют синтетические ионообменные смолы и их разновидности – ионообменные волокна. Ионообменные сорбенты содержат функциональные группы, способные к реакции ионного обмена. Для улучшения сорбционной способности активированных углей их модифицируют, например, путем дополнительного окисления и такие угли содержат функциональные группы (чаще всего - COOH), способные к ионному обмену.

Жидкие сорбенты – дибутилфталат, трикрезилфосфат и др. – применяются в химической промышленности и в качестве поглощающей фазы в газожидкостной хроматографии.

Материальное обеспечение: бюретки для титрования, фотоколориметр КФК-2, аналитические весы, колбы плоскодонные

емкостью 50 мл, пробки, колбы плоскодонные емкостью 100 мл, пипетки.

Ход работы:

1. Построение калибровочного графика раствора красителя

Готовят стандартный раствор красителя концентрацией 0,1 г/л (берут кислотный синий, синьку или др.). Из него готовят серию растворов, отбирая в мерные колбы 1 мл, 2 мл, 5 мл, 10 мл, 15 мл, 20 мл исходного раствора и доводят водой до метки (в мерных колбах на 100 мл). С помощью колориметра ФЭК ($\lambda=590$ нм, чувствительность 3, $l=10,090$ мм), определяют оптическую плотность растворов и строят калибровочный график.

2. Определение кинетических характеристик сорбции красителя

Взвешивают на аналитических весах 5 образцов сорбента (по указанию преподавателя) массой $0,25 \pm 0,01$ г. Помещают сорбент в колбы, заливают с помощью пипетки 50 мл раствора с красителем, концентрация которого известна (т.е. с пробой красителя, использовавшейся для построения калибровочного графика), прикрывают пробками и оставляют для извлечения красителя сорбентом в статических условиях на 15, 30, 80, 120 минут.

По истечении указанного времени определяют содержание красителя, измерив оптическую плотность. Рассчитывают количество адсорбированного красителя. Результаты исследования сорбционной способности сорбента заносят в таблицу 1.

Таблица 1. Кинетическая характеристика сорбции красителя

№ пробы	Время, мин	Масса сорбента, г	Оптическая плотность	Концентрация красителя в растворе, мг/л	Сорбция красителя, г/кг
1	15				
2	30				
3	60				
4	120				
5	150				

По данным эксперимента строят график зависимости сорбции красителя сорбентом во времени, откладывая по оси координат сорбцию красителя (г красителя/г сорбента), по оси абсцисс – время (мин).

Контрольные вопросы:

1. Методы получения анионитов и области их использования.
2. Способы получения ионообменных смол.
3. Краткая характеристика и области применения жидких сорбентов.

Лабораторная работа № 3. Влияние pH на сорбцию красителя

Цель работы: оценить влияние pH на способность ионообменных сорбентов и активированных углей извлекать красители.

Материальное обеспечение: бюретки для титрования, pH-метр/ иономер Мультитест ИПЛ-111, фотоколориметр ФЭК, колбы плоскодонные емкостью 50 мл, пробки, колбы плоскодонные емкостью 100 мл, пипетки.

Ход работы:

1. Построение калибровочного графика раствора красителя

Готовят стандартный раствор красителя концентрацией 0,1 г/л (берут кислотный синий, синьку или др.). Из него готовят серию растворов, отбирая в мерные колбы 1 мл, 2 мл, 5 мл, 10 мл, 15 мл, 20 мл исходного раствора и доводят водой до метки (в мерных колбах емкостью 100 мл). С помощью колориметра КФК-2 ($\lambda=590$ нм, чувствительность 3, $l=10,090$ мм), определяют оптическую плотность растворов и строят калибровочный график.

2. Изучение влияния pH равновесного раствора на сорбцию красителя

Взвешивают на аналитических или торсионных весах 5 образцов сорбента массой около $0,25 \pm 0,01$ г, помещают сорбент в

колбы, заливают с помощью пипетки 50,0 мл отобранного раствора с красителем и добавляют в колбы 0,1 мл, 0,2 мл, 0,5 мл, 0,1 н HCl, а также 0,1 мл и 0,5 мл 0,1 н NaOH. Прикрывают колбы пробками и оставляют для извлечения красителя в статических условиях на 120 минут.

По истечении указанного времени определяют рН равновесного раствора с помощью рН-метра и определяют содержание красителя в растворе. Рассчитывают количество адсорбированного красителя. Данные заносят в таблицу 2.

Таблица 2. Влияние рН раствора на сорбцию красителя

№ образца	Масса образца, г	рН равновесного раствора	Оптическая плотность	Концентрация красителя в растворе, мг/л	Сорбция красителя, г/кг
1					
2					
3					
4					
5					

Строят график зависимости сорбции красителя от величины рН равновесного раствора, откладывая по оси абсцисс рН равновесного раствора, по оси ординат сорбцию красителя.

Контрольные вопросы:

1. Имеется 100 мл раствора красителя кислотного синего К, рН которого составляет 3,78. Как изменится рН раствора, если к нему добавить: а) 10 мл 0,2 н раствора HCl; б) 20 мл 0,5 н раствора гидроксида натрия.

2. Какие функциональные группы отвечают за проявление кислотно-основных свойств, ответ поясните.

3. На основании эксперимента сформулируйте зависимость сорбции от величины рН.

Лабораторная работа № 4. Изучение динамической сорбции красителя

Цель работы: оценить способности ионообменных сорбентов извлекать красители.

Материальное обеспечение: бюретки для титрования, фотоколориметр КФК-2, магнитная мешалка, колбы плоскодонные емкостью 50 мл, пробки, колбы плоскодонные емкостью 100 мл, пипетки.

Ход работы:

1. Построение калибровочного графика раствора красителя

Готовят стандартный раствор красителя концентрацией 1 г/л (берут кислотный синий, синьку или др.). Из него готовят серию растворов, отбирая в мерные колбы 1 мл, 2 мл, 5 мл, 10 мл, 15 мл, 20 мл исходного раствора и доводят водой до метки (в мерных колбах на 100 мл). С помощью колориметра КФК-2 ($\lambda=590$ нм, чувствительность 3, $l=10,090$ мм), определяют оптическую плотность растворов и строят калибровочный график.

2. Изучение сорбции красителя в динамических условиях.

Для этого отбирают в колбу или стакан 100 мл раствора с известной концентрацией и перемешивают его с помощью магнитной мешалки в течение 120 минут. Каждые полчаса отбираю пробы и исследуют оптическую плотность. Полученные данные заносят в таблицу 3.

Таблица 3. Сорбция красителя в динамических условиях

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

Построить выходную кривую сорбции красителя сорбентом в динамических условиях.

По оси ординат отложить концентрацию красителя в растворе (мг/л), по оси абсцисс время динамической сорбции.

Контрольные вопросы:

1. Чем отличается динамическая сорбция от статической?
2. Какие функциональные группы отвечают за проявление сорбции красителя?
3. На основании эксперимента сформулируйте зависимость сорбции от времени динамического воздействия и поясните свои выводы.

Лабораторная работа № 5. Приготовление легкоплавких стекол

Цель работы: Изучить сущность метода химических и физико-химических процессов варки стекла. Получить легкоплавкое окрашенное стекло.

Теоретические сведения

Для варки стекла используются оксиды, носящие название стеклообразователей. К ним относятся кварцевый песок SiO_2 , сода Na_2CO_3 , поташ K_2CO_3 , известняк CaCO_3 , борная кислота H_3BO_3 , оксиды свинца PbO_2 и PbO . Кроме того, в состав шихты могут входить обесцвечиватели, удаляющие слабую окраску стекол, глушители, делающие стекло матовым и красители, придающие стеклу любую окраску.

Материальное обеспечение: шамотный, корундовый или фарфоровый тигель емкостью 20 – 30 см³, тигельные щипцы, муфельная печь, ступка с пестиком, сито, весы, кварцевый песок.

Ход работы:

1. Приготовление легкоплавких стекол.

Варку стекла ведут при температурах от 1273 до 1773К, но, меняя состав шихты, можно получить легкоплавкие стекла при

температуре 760-1000 К. Обычно к таким легкоплавким стеклам относятся свинцовые и боратные стекла, содержащие оксиды калия или натрия.

Для приготовления прозрачных и легкоплавких стекол - борсвинцовосиликатных - можно рекомендовать смеси, представленные в таблице 4.

Для того, чтобы варка стекла проходила успешно, выбирают те смеси, температура плавления которых примерно на 50-100°C ниже температуры печи. Расчет ведут на 1-1,5 г шихты.

Таблица 4. Состав шихты

№ п/п	Состав шихты, %			$t_{\text{плавления}}, ^\circ\text{C}$
	PbO	B ₂ O ₃	SiO ₂	
1	84,0	11,5	4,5	484
2	75,0	15,0	10,0	540
3	86,6	13,4	-	497
4	92,7	7,3	-	565

Предварительно оксиды растирают в ступке и просеивают через сито. Оксиды отвешивают на весах с точностью до 0,01 г и тщательно перемешивают. Затем 0,5-0,8 г смеси всыпают в тигель и помещают в нагретую печь. После того как смесь перейдет в вязкую жидкость, тигель вынимают, всыпают в него новую порцию шихты и снова помещают в печь. Полученная масса должна быть совершенно однородной. Для этого ее выдерживают в расплавленном состоянии в течение 10-15 мин.

На основе вышеперечисленных прозрачных стекол можно приготовить окрашенные стекла. Для этого к приготовленной шихте, дающей прозрачные стекла, нужно добавить оксид, сообщающий стеклу соответствующую окраску (таблица 5). Интенсивность окраски зависит от количества добавленного оксида.

Таблица 5. Красители для легкоплавких стекол

N п\п	Краситель	Масса оксидов, г	Окраска
1	Оксид железа (II)	0,2-0,3	Сине-зеленая
2	Оксид железа (III)	0,3-0,5	Желто-зеленая
3	Оксид кобальта	0,003-0,1	Синяя

4	Оксид никеля	0,1-0,2	Сине-зеленая
5	Оксид меди (II)	0,1-0,2	Голубая
6	Оксид хрома (III)	0,05-0,1	Зеленая
7	Оксид марганца	0,01-0,05	Дымчато-красная
8	Нитрат серебра	0,1-0,3	Желтая
9	Сера	1-2	Черная
10	Оксид олова	5-6	Молочное стекло

Записать состав шихты для получения легкоплавкого стекла, методы его окраски и привести расчет состава шихты.

Контрольные вопросы:

1. Перечислите вещества, способные давать стекла.
2. Почему при медленном охлаждении расплавленного стекла оно иногда становится мутным?
3. Какую роль при изготовлении стекла выполняют осветлители и глушители?
4. Сколько нужно взять кальцинированной соды, мела и кварцевого песка для приготовления 100 кг оконного стекла состава $\text{Na}_2\text{O} * \text{CaO} * 6\text{SiO}_2$.
5. Сколько нужно взять поташа, содержащего 80% K_2CO_3 , мела, содержащего 90% CaCO_3 и песка, содержащего 95% SiO_2 , чтобы получить 300 кг стекла состава $\text{K}_2\text{O} * \text{CaO} * 6\text{SiO}_2$?

Лабораторная работа № 6. Получение металлов и сплавов

Цель: получить металл или его сплав восстановлением оксида металла или смеси оксидов металлов твердым углеродом или газообразным восстановителем и определить выход металла.

Теоретические сведения

Металлы встречаются в природе:

- 1) в самородном состоянии: Pt, Au, Ag, Cu.
- 2) в виде минералов: Fe_2O_3 – красный железняк, $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ – бурый железняк, Fe_3O_4 – магнитный железняк, PbS – свинцовый блеск, ZnS – галенит, HgS – киноварь.

Перед получением металлов из руд их обычно обогащают, т.е. отделяют пустую породу и примеси.

Металлургия – наука о методах и процессах производства металлов из руд и других металлосодержащих продуктов, о получении сплавов и обработки металлов.

Виды металлургии:

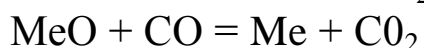
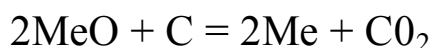
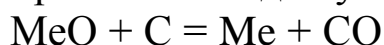
1. Пирометаллургия (металлургия высоких температур)
2. Гидрометаллургия (получение металлов из растворов)
3. Электрометаллургия (получение металлов электролизом)
4. Микробиологическое получение металлов.

Материальное обеспечение: муфельная печь; фарфоровый тигель с крышкой; фарфоровая ступка с пестиком; весы; сито.

Ход работы:

1. Восстановление оксидов металлов в тигле твердым углем.

При восстановлении оксидов металлов твердым углеродом протекают реакции, сопровождающиеся выделением газообразных оксидов углерода:



При тщательном измельчении и перемешивании исходных компонентов эти реакции протекают с достаточной скоростью по достижении определенной температуры, различной для разных оксидов металлов.

Массу навески оксида металла (PbO, CuO) берут с таким расчетом, чтобы получить 2-3 г металла, а древесный уголь - в полуторном количестве по сравнению со стехиометрическими значениями, в качестве флюса добавляют 1-2% хлорида натрия или калия. Эту смесь хорошо измельчают, перетирают и тщательно перемешивают.

Однородный порошок засыпают в тигель, уплотняют пестиком и на поверхность укладывают слой древесного угля с размером кусков 1-2 см. Тигель плотно закрывают крышкой,

помещают в муфельную печь и нагревают до температуры 800-1000°C, при которой выдерживают 20-30 мин, После этого вынимают тигель из печи и ставят охлаждать. Затем содержимое высыпают, отделяют королек металла или сплава, которые должны были выделиться в результате восстановления, и, зная массу полученного металла, рассчитывают его выход.

2. Получением металлов металлотермическим методом.

Для опыта берут 5 г сухих измельченных оксидов (высушивание производится при 200-300°C). Массу алюминия рассчитывают в соответствии с уравнением реакции.

Состав смеси:

- 1) 37% Fe_2O_3 + 63% Cr_2O_3 ;
- 2) 55% Mn_3O_4 + 45% Fe_2O_3 ;

Вещества отвешивают на весах с точностью до 0,01 г, тщательно перемешивают и пересыпают в тигель. Верх шихты засыпают зажигательной смесью, которую составляют из 2,25 мас.ч. калиевой селитры и 1 мас.ч. порошка алюминия. Зажигательную смесь перемешивают и перетирают в ступке.

Смесь зажигается от ленты магния, которую предварительно готовят приклеивая магниевый порошок к фильтровальной бумаге. Реакция проходит с сильным разбрасыванием раскаленных частичек, поэтому ее проводят в вытяжном шкафу. После охлаждения тигля вынимают образовавшийся королек металла. Рассчитывают выход продукта.

Контрольные вопросы:

1. Сырье для доменной плавки и его подготовка.
 2. Физико-химические процессы, протекающие при плавке чугуна.
 3. Науглероживание, шлакообразование и другие процессы плавки чугуна.
 4. Сырье для выплавки стали и его подготовка к плавке.
- Состав шихты.
5. Физико-химические процессы, происходящие при выплавке стали в мартеновской печи.
 6. Вычислите расход руды для выплавки 1000 кг чугуна,

массовая доля железа в котором 93% с использованием: а) магнетита, в котором 25% пустой породы; б) гематита, в котором 27% пустой породы; в) лимонита, в котором 30% пустой породы; г) гетита $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, в котором 29% пустой породы; д) сидерита FeCO_3 , в котором 32% пустой породы. При расчетах принять во внимание, что во всех случаях из руды в чугун переходит 97% железа (по массе).

7. Сколько чугуна, в составе которого 92% железа (по массе), можно получить из окатышей, которые производит в течение 30 дней установка мощностью 2500 т/сут. Массовая доля Fe_3O_4 в окатышах 85%, а в чугун переходит 98% железа (по массе).

Лабораторная работа № 7. Анализ твердого и жидкого топлива

Цель работы:

1. Провести анализ твердого топлива на содержание отдельных компонентов.
2. Провести анализ жидкого топлива на содержание отдельных компонентов.

Материальное обеспечение: сушильный шкаф; муфельная печь; аналитические весы; ступка; бюкс; сито; набор стеклянной посуды для перегонки; термометр.

Ход работы:

1. Определение влажности твердого топлива.

Каменный уголь измельчают в ступке и просеивают. Берут 1-2 г топлива и помещают в предварительно взвешенный бюкс, распределяют топливо ровным слоем и высушивают при $102-105^\circ\text{C}$ около 2 ч до постоянной массы. Высушенное топливо вынимают из сушильного шкафа, закрывают бюкс крышкой и охлаждают. После этого бюкс взвешивают. Содержание влаги рассчитывается по формуле в %:

$$w = m \cdot 100 / m_1,$$

где m_1 - навеска топлива, г.

После первого определения проводят повторное просушивание при 104-105°C в течение 30 мин. Потеря в массе не должна превышать 0,01 г. Высушивание повторяют до тех пор, пока убыль в массе окажется меньше 0,01 г. Результаты оформить в таблице.

Таблица 6. Определение влажности твердого топлива

Масса навески топлива, г	Масса навески после высушивания, г	Убыль в массе, г	Влажность, %

2. Определение количества летучих веществ в топливе.

Навеску измельченного твердого топлива массой 1 г помещают в сухой, предварительно взвешенный тигель. Тигель закрывают крышкой и помещают в муфельную печь при температуре 850°C. Тигель выдерживают в печи 7 мин. При этом происходит удаление влаги и летучих веществ. Затем тигель вынимают и охлаждают на воздухе. Охлажденный тигель взвешивают и количество летучих веществ рассчитывают по формуле:

$$\omega(\text{лв}) = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \cdot 100}{m_1},$$

где m_1 - масса навески топлива, г;

m_2 - масса навески после прокаливания, г;

m_3 - масса влаги в топливе, г.

Количество влаги вычисляется, исходя из процентного содержания влаги в угле. Результаты оформить в таблице.

Таблица 7. Определение летучих веществ в топливе

Навеска топлива, г	Убыль в массе, г	Влажность, г	Количество летучих веществ, г	Количество летучих веществ, %

3. Определение зольности твердого топлива.

В предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель или лодочку отвешивают 1-2 г топлива и помещают в муфельную печь. Нагревают тигель 1 ч при 800°C. После этого тигель вынимают из печи, охлаждают и взвешивают. Зольность рассчитывается по формуле:

$$\omega(z) = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m - масса зольного остатка, г;

m_1 - масса топлива, г.

Для проверки правильного определения зольности топлива тигель с зольным остатком можно еще раз прокалить. Между двумя определениями разница массе не должна превышать 0,001 г. Результаты оформить в таблице.

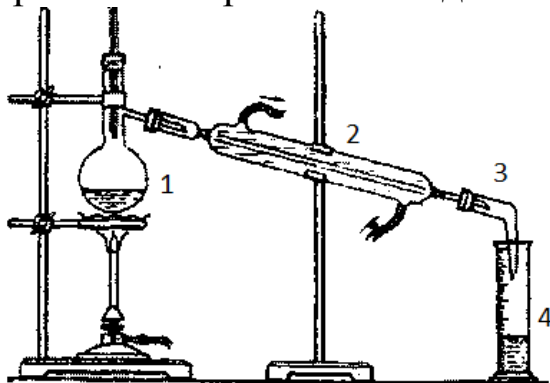
Таблица 8. Определение зольности твердого топлива

Масса топлива, г	Масса золы, г	Зольность, %

4. Определение фракционного состава нефти.

Собрать установку по схеме, изображенной на рисунке 1.

Отмерить 25 мл нефти, влить ее через воронку в перегонную колбу и закрыть колбу пробкой с термометром на 300°C. Нагревают колбу в колбонагревателе. Отмечают температуру начала перегонки, т.е. ту температуру, при которой стекут в приемник первые капли дистиллята.



- 1- колба Вюрца с термометром;
- 2 - холодильник;
- 3 - аллонж; 4 - приемник

Рисунок 1. Схема установки

Перегонку ведут со скоростью 1 капля в 1 сек. Когда

температура в перегонной колбе достигнет 170°C, записывают объем образовавшейся бензиновой фракции. Продолжая нагревание перегонной колбы, собирают лигроиновую фракцию (170-230°C), затем - газойлевую (230-300°C). Остаток в колбе представляет собой мазут. На основании полученных данных вычисляют фракционный состав нефти в процентах. Результаты оформить в таблице 9.

Таблица 9. Фракционный состав нефти

Фракция	Объем, мл	Фракционный состав, %
Нефть		
Бензин		
Лигроин		
Газойль		
Мазут		

Контрольные вопросы:

1. При сухой перегонке древесины из березы при 450-500°C в среднем получается древесного угля 32%, газа 14%, смолы 16%, воды 28%, уксусной кислоты 7%, метилового спирта 1,6%, ацетона 0,9%. Газ содержит 46% диоксида углерода, 33% оксида углерода, 17% метана, 2% этилена и 2% водорода. Определить, сколько получается неорганических и органических веществ из одной тонны березовой древесины (в %).

2. Почему при повышении температуры сухой перегонки количество органических веществ и диоксида углерода в продуктах перегонки уменьшается, а количество оксида углерода и водорода увеличивается?

3. При газификации твердого топлива при нормальном давлении образуется около 2,7% метана, а при 20 атм. его образуется 22,2%. Чем это объясняется?

Лабораторная работа № 8. Получение минеральных удобрений

Цель работы:

1. Получить аммиачную селитру в кристаллическом виде, определить ее выход по азотной кислоте и содержание в ней аммонийного азота.

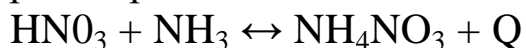
2. Получить сульфат аммония в кристаллическом виде, определить его выход по серной кислоте и содержание в нем аммонийного азота.

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

Ход работы:

1. Получение аммиачной селитры

Аммиачная селитра получается путем нейтрализации 50-60%-ного раствора азотной кислоты газообразным аммиаком.

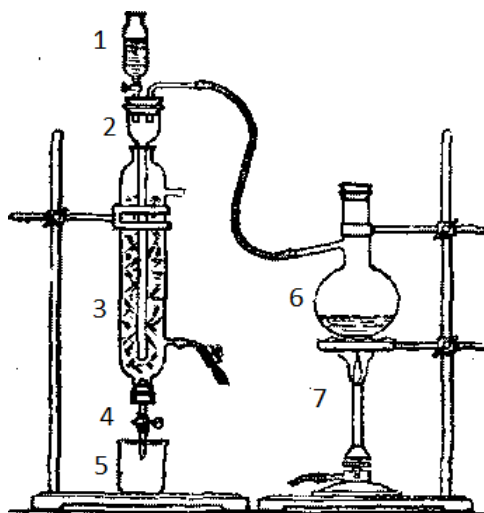


В промышленности теплоту реакции используют для испарения воды и концентрирования аммиачной селитры.

Аммиачную селитру можно получить в приборе, представленном на рисунке 2.

Перед началом работы проверяют концентрацию азотной кислоты, и аммиака. Она должна быть 48-60% для азотной кислоты и не менее 25% для раствора аммиака.

После этого по заданию преподавателя 15-20 мл азотной кислоты наливают в капельную воронку, а в колбу Вюрца 75-100 мл раствора аммиака. Колбу Вюрца закрывают пробкой и нагревают на колбонагревателе. После того как аммиак начинает поступать в нейтрализатор, открывают кран капельной воронки и медленно, по каплям пропускают через нейтрализатор азотную кислоту.



- 1 - воронка с HNO_3 , 2 –
 переходник, 3 – реактор, 4 –
 кран,
 5 - фарфоровая чашка, 6 - колба
 Вюрца с NH_3 конц.,
 7 - колбонагреватель

Рисунок 2. Схема установки

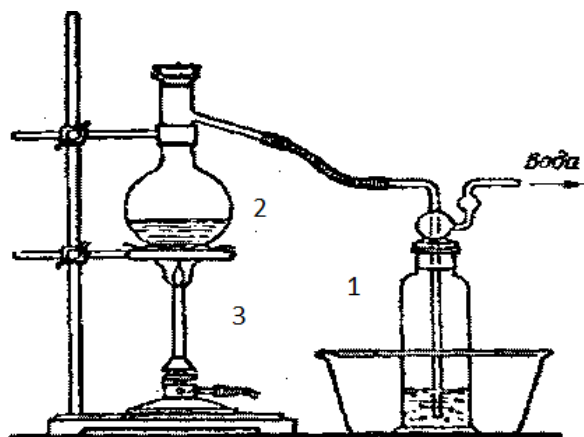
Образующаяся в виде белого тумана аммиачная селитра конденсируется и непрерывно стекает в нижнюю часть реактора и оттуда в отдельно взвешенную фарфоровую чашку.

Закончив приливать кислоту, закрывают кран капельной воронки и продолжают еще несколько минут пропускать аммиак. Затем проверяют раствора аммиачной селитры лакмусовой бумажкой. Если раствор имеет кислую реакцию, то его переливают в капельную воронку и пропускают через нейтрализатор, не прекращая подачу аммиака. Эту операцию осуществляют до появления щелочной реакции раствора

После этого прекращают подачу аммиака из колбы Вюрца, ополаскивают воронку 3-4 раза порциями дистиллированной воды по 5 мл и промывают этими порциями нейтрализатор. Промывные воды присоединяют к раствору аммиачной селитры и ставят фарфоровую чашку с раствором на песчаную баню. Помешивая раствор стеклянной палочкой, упаривают его до появления белых паров, температура при этом достигает 433К. После охлаждения и кристаллизации аммиачной селитры взвешивают чашку и, высчитав массу полученной селитры, определяют ее выход в процентах, от количества взятой азотной кислоты.

2. Получение сульфата аммония.

Сульфат аммония можно получить в приборе, представленном на рисунке 3.



1 – сатуратор, 2 - колба Вюрца с
 $\text{NH}_3_{\text{конц.}}$,
 3 - спиртовка

Рисунок 3. Схема установки

Собрав прибор по схеме 3, отмерьте 20 мл 75%-ного раствора серной кислоты в сатуратор. В колбу Вюрца налейте 100 мл 25%-ного раствора аммиака.

Закройте колбу пробкой и осторожно нагрейте, доведя аммиак до кипения. Процесс ведут до получения слабокислого раствора и выделения кристаллов сульфата аммония. Испытав раствор на кислотность, отфильтруйте выпавшие кристаллы сульфата аммония, промойте 2-3 раза холодной дистиллированной водой, перенесите в фарфоровую чашку и высушите в сушильном шкафу до постоянного веса. Высчитав массу полученного сульфата аммония, определяют его выход в процентах, исходя из количества взятой серной кислоты.

Контрольные вопросы:

1. Какие азотные и фосфорные вы знаете? Составьте уравнения реакций их получения. Для чего растениям необходимы азот, фосфор и калий?

2. Рассчитайте массу сульфата аммония, который следует взять, чтобы внести в почву на площадь 5 га азот массой 2 т. Какая масса удобрения должна попасть на каждый квадратный метр почвы?

3. Массовая доля оксида фосфора (V) в суперфосфате равна 20%. Определите массу удобрения, которую надо внести под плодородное дерево, если для его нормального развития требуется 15,5 г фосфора.

Лабораторная работа № 9. Получение и анализ сернистого натрия

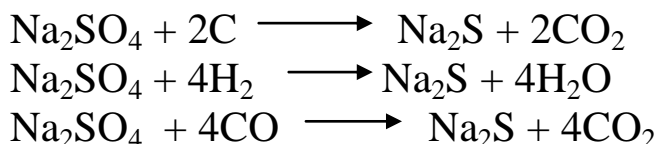
Цель работы:

1. Ознакомление с производством сернистого натрия и его свойствами.
2. Получение сернистого натрия в лабораторных условиях, его анализ и составление материального баланса процесса.

Теоретические сведения

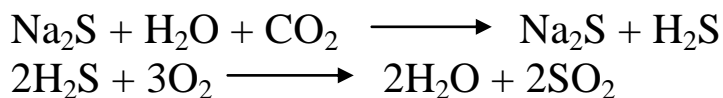
Сернистый натрий применяется в анилино-красочной промышленности для производства сернистых красителей, ряда полупродуктов и в текстильной промышленности в качестве восстановления (крашение сернистыми красителями), а также в кожевенной, химической промышленности для получения полисульфидов, сульфгидрида натрия (NaHS), тиосульфата натрия и др.

Сернистый натрий получают восстановлением сульфата натрия. Восстановление может протекать под действием угля или газов: водорода и окиси углерода.



Основным промышленным методом получения сернистого натрия является восстановление сульфата натрия малозольным каменным углем. Компоненты золы могут образовывать с натрием нерастворимые в воде силикаты и тем самым снижать выход сернистого натрия.

В присутствии влаги, вносимой с углем, часть сернистого натрия, реагируя с углекислотой, может превращаться в соду. Выделяющийся при этом сероводород окисляется кислородом, что также может снизить выход.



Восстановление сульфата натрия углем осуществляется в механических печах периодического или непрерывного действия. Сырьем служит хорошо измельченная шихта, состоящая из сульфата натрия и угля в отношении 1:0,3-0,4. Из полученного плава после охлаждения и дробления извлекают водой (выщелачивают) сернистый натрий. Растворы после отстаивания и декантации упаривают при температуре 175-185°C до концентрации сернистого натрия не менее 62,5%. Готовый продукт в виде расплава сливают в железные барабаны (емкостью 160-200 кг), которые запаивают. Выход сернистого натрия составляет 80-85% теоретического.

Материальное обеспечение: аналитические весы, фарфоровая ступка с пестиком, фарфоровый тигель, фарфоровый стакан, тигельные щипцы, муфельная печь, электроплитка, сушильный шкаф, термометр, набор стеклянной посуды, воронка Бюхнера с колбой Бунзена, насос Камовского.

Ход работы:

1. Получение сернистого натрия.

Навеску сульфата натрия и навеску угля (количество определяет преподаватель) тщательно измельчают в ступке, перемешивают и помещают в фарфоровый тигель. Последний закрывают сверху взвешенным асбестовым кружком и засыпают сверху тонким слоем взвешенного песка (10г).

Тигель (при помощи тигельных щипцов) ставят в муфельную печь предварительно нагретую до температуры 800-900°C и затем процесс ведут при этой температуре в течение 40 минут. По окончании восстановления тигель вынимают из печи, охлаждают до температуры 30-40°C и опускают в фарфоровый стакан, в который налито 300 мл дистиллированной воды для выщелачивания плава.

Воду вместе с плавом и тиглем нагревают на электроплитке 20-30 минут для полного растворения сернистого натрия. Раствор фильтруют в колбу Бунзена с помощью насоса через предварительно взвешенный фильтр. Весь нерастворимый осадок из стакана переносят на фильтр с помощью другого взвешенного

фильтра и промывают небольшими порциями горячей воды, которую прибавляют к основному маточнику. Фильтрат переводят в мерную колбу, охлаждают, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

В полученном растворе определяют количественное содержание сернистого натрия.

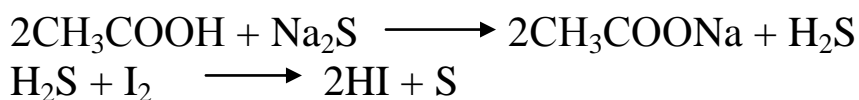
Осадок вместе с фильтрами помещают в фарфоровую чашку и высушивают в сушильном шкафу при температуре 110-120°C, взвешивают. Определяют массу остатка и находят количество не прореагировавшего угля (за вычетом масс фильтров, асбеста, песка).

2. Количественное определение сернистого натрия.

Количественное определение сернистого натрия основано на его взаимодействии с избыточным количеством титрованного раствора йода и обратном титровании последнего раствором тиосульфата натрия.

В колбу на 500 мл наливают пипеткой 25 мл 0,1 н раствора йода, 20 мл уксусной кислоты (20%-ной) и добавляют 200-250 мл дистиллированной воды. Затем медленно приливают 5 мл испытуемого раствора (приготовленного в мерной колбе как указано выше). Колбу закрывают пробкой, и содержимое хорошо перемешивают.

При этом происходят следующие процессы:



Избыток йода оттитровывают 0,1 н тиосульфатом натрия в присутствии крахмала, который добавлять в конце титрования (при изменении окраски содержимого колбы до светло-желтого). Проводят два параллельных определения. Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт, причем вместо раствора сернистого натрия берут такое же количество воды.

Количество Na_2S в (г) вычисляется по формуле:

$$Q = \frac{E * V_K (V_1 - V_2) * N}{1000 * n}$$

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

V_K – объем мерной колбы, мл,

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

V_2 – объем тиосульфата натрия, пошедшее на титрование испытуемого раствора, мл;

n – нормальность тиосульфата натрия,

p – объем раствора, взятого на титрование, мл.

3. Расчет выхода продуктов

1) Рассчитывают теоретический выход сернистого натрия на основании взятого количества сульфата натрия и его анализа.

2) Зная количество практически полученного сернистого натрия на основании данных анализа рассчитывают степень превращения (конверсию) исходных реагентов.

4. Составление материального баланса

Материальный баланс выражают в виде таблицы 10, состоящей из двух частей: приходной – для введения веществ и расходной - для полученных веществ и потерь.

Количество углекислого газа принимают на основании стехиометрического расчета, согласно основной реакции синтеза с учетом количества образовавшегося сернистого натрия. Необходимо учесть, что часть угля сгорает.

Количество не прореагировавшего сульфата натрия определяют по разности взятого для реакции вещества и израсходованного, согласно количеству полученного сернистого натрия.

Таблица 10. 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.Угекислый газ (при сгорании угля)		
4.Асбест					
5.Фильтры					

			4.Непрореагировавший сульфат натрия (по расчету) 5.Непрорегировавший уголь 6.Минеральный остаток (асбест, песок) 7.Фильтры 8.Неувязка баланса		
Итого:			Итого:		

Контрольные вопросы:

1. Использование сернистого натрия в текстильной и химической промышленности.
2. Основные способы получения сернистого натрия.
3. Степень превращения исходных реагентов в целевой продукт, конверсия.

Лабораторная работа № 10.

Получение гипохлорита натрия электролизом водного раствора хлорида натрия

Цель работы:

1. Исследовать процесс электрохимического получения гипохлорита натрия при проведении электролиза раствора хлористого натрия.
2. Исследовать зависимость концентрации гипохлорита в растворе, получаемом электролизом раствора хлористого натрия от концентрации хлористого натрия, силы тока и времени электролиза.

Теоретические сведения

Гипохлорит натрия или хлорноватистоокислый натрий - энергичный окислитель. Как отбеливающее вещество он находит широкое применение в текстильной и бумажно-целлюлозной промышленности, в цветной металлургии, для хлорирования питьевой и сточной вод. При длительном хранении, особенно на свету, разлагается.

Получают его химическим и электрохимическим способами. Среди химических способов наиболее часто применяются следующие:

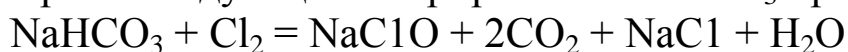
Хлорирование растворов гидроксида натрия (до 30% NaOH)



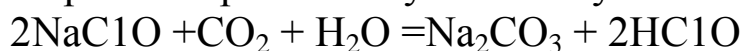
Хлорирование содового раствора



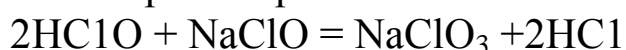
При последующем хлорировании NaHCO_3 протекает реакция



Образовавшаяся двуокись углерода вытесняет из раствора гипохлорита хлорноватистую кислоту HClO

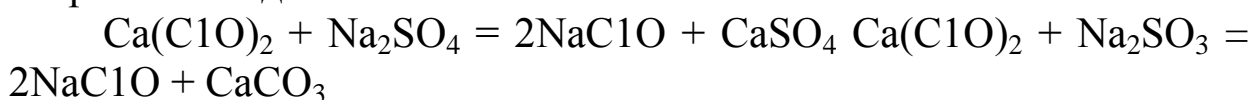


Свободная хлорноватистая кислота окисляет гипохлорит натрия в хлорат натрия



Во избежание превращения гипохлорита в хлорат хлорировать соду следует до нейтральной или слабощелочной реакции, не допуская выделения диоксида углерода, в противном случае ввиду перехода гипохлорита в хлорат полученный раствор будет малостабильным

Обменное разложение гипохлорита кальция с сульфатом натрия или содой.

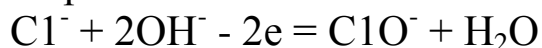


При слабощелочной реакции растворы гипохлорита натрия могут храниться 10-15 суток. Если же добавить в раствор гипохлорита натрия немного органических примесей, например ацетона, стабильность раствора можно значительно увеличить.

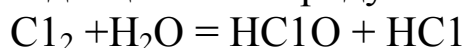
Для получения гипохлорита натрия методом хлорирования едкой щелочи обычно применяют 20-30% раствор гидроксида натрия, что позволяет избежать выпадения хлористого натрия в твердую фазу. Процесс осуществляют в башнях с непрерывной циркуляцией растворов или в бетонных резервуарах, снабженных змеевиками для охлаждения и мешалками для перемешивания.

Сущность электрохимического способа получения гипохлорита натрия сводится к следующему. При электролизе растворов поваренной соли в электролизерах без диафрагмы на

аноде разряжаются ионы хлора и гидроксил- ион - образуется гипохлорит-ион:



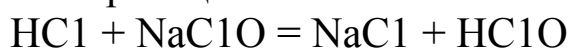
Одновременно в электролизере происходит химическое образование гипохлорита за счет взаимодействия образовавшейся на катоде щелочи с продуктами гидролиза хлора:



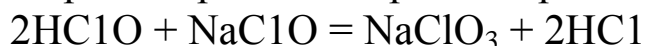
Суммарная реакция:



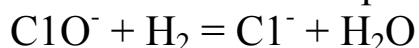
Ионы ClO^- разряжаются на аноде с образованием ClO^{-3} легче, чем ионы хлора. Из-за этого электролиз в определенных условиях весь может переключиться на образование хлората натрия. Поэтому, чтобы улучшить выход по гипохлориту, необходимо создать такие условия электролиза, при которых будет легче происходить разряд ионов хлора и затруднен разряд ионов ClO^- . Этому благоприятствует низкая температура, высокая анодная плотность тока, высокая концентрация хлористого натрия и отсутствие механического перемешивания электролита. Свободная щелочь в электролите отрицательно влияет на процесс, так как увеличивается разряд гидроксид-ионов с выделением свободного кислорода. Соляная кислота тоже вредит процессу, так как протекает реакция:



и образовавшаяся хлорноватистая кислота окисляет гипохлорит натрия до хлората натрия:



Поэтому электролиз следует вести в нейтральной среде. Снижение выхода по току происходит и вследствие восстановления гипохлорита натрия на катоде:



Чтобы предотвратить катодное восстановление гипохлорита, в электролит вводят кальциевые соли. Действие этих добавок состоит в том, что на катоде образуется тонкая пленка гидроксида кальция, которая служит как бы диафрагмой, предотвращая соприкосновение гипохлорита с катодом. Лучшей добавкой является бихромат, однако его применение исключается из-за

окрашивания растворов, применяемых для отбеливания тканей и хлорирования воды.

Добавка кальциевых солей оказывает благоприятное действие только в нейтральной или слабощелочной среде, в кислой же среде ввиду растворения гидроксида кальция эта добавка не дает положительного эффекта.

Электролиз проводят при температуре 20-25⁰С.

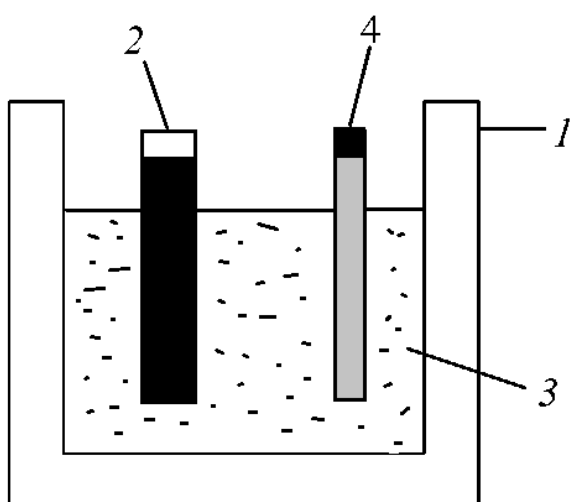
Наилучший анодный материал для получения гипохлорита - платинированная платина, на которой хлор выделяется почти без перенапряжения. Однако ввиду плохой стойкости платинирования применение таких анодов становится невозможным. Лучше зарекомендовали себя графитовые аноды, хотя они вследствие низкого перенапряжения для выделения кислорода сравнительно быстро разрушаются. Но это оправдывается значительно более низкой стоимостью графита в сравнении с платиной. В последнее время стали применять аноды из PbO₂ на титановой основе, магнетит и платинированный титан.

Материальное обеспечение: электролизер с графитовым электродом; бюретка; конические колбы на 100 мл; пипетки; химический стакан; резиновая груша; штатив; фильтровальная бумага; хлорид натрия; раствор тиосульфата натрия 0.1 н; 5% раствор йодида калия; 1% раствор крахмала; дистиллированная вода; 1н раствор серной кислоты.

Ход работы:

1. Получение гипохлорита натрия.

Проводят электролиз (опыт проводят в вытяжном шкафу) раствора поваренной соли (с различными концентрациями хлорида натрия (5-10%)) в течение 2-х часов при температуре 20-25⁰С и силе тока 0.5-1 А на установке, представленной на рисунке 4. Для установления концентрации гипохлорита натрия через равные промежутки времени проводят отбор проб анализируемого раствора.



1 - сосуд, 2 - графитовый электрод; 3 - раствор хлорида натрия; 4 - металлический электрод

Рисунок 4. Схема установки

2. Количественное определение гипохлорита натрия.

Для определения концентрации гипохлорита натрия в анализируемом растворе применяется метод иодометрического титрования. Отбирают пипеткой 20 мл анализируемого раствора из электролизера, переносят в коническую колбу, прибавляют 10 мл 5%-ного раствора йодида калия. Титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтой окраски. Добавляют 1 мл крахмала. Раствор окрашивается в синий цвет, и титруют до обесцвечивания.

Титрование повторяют три раза и результаты титрования заносят в таблицу 11. Расчет концентрации гипохлорита натрия проводят по результатам титрования с использованием закона эквивалентов.

Таблица 11. Результаты титрования

Концентрация NaCl, %	Сила тока I, А	Температура, °С	Время электролиза, мин	Объем титранта 0.1н Na ₂ S ₂ O ₃ , мл	Концентрация гипохлорита натрия
1.					
2.					
3.					
4.					
5.					

Контрольные вопросы:

1. Основные области промышленного применения гипохлорита натрия.
2. Основные способы получения гипохлорита натрия натрия.

Лабораторная работа № 11. Сухая перегонка (полукоксование) дерева

Цель работы: Ознакомление с процессом пиролиза древесины, составление материального баланса процесса, расчет выхода продуктов пиролиза.

Теоретические сведения

Сухая перегонка (или пиролиз) древесины – это процесс разложения древесины при нагревании без доступа воздуха. Как и другие процессы пиролиза, сухая перегонка древесины представляет собой сложный гетерогенный высокотемпературный процесс. В результате перегонки получают обогащенный углеродом твердый продукт (древесный уголь), жидкие продукты (смолы, вода, метиловый спирт, уксусная кислота, ацетон и др.) и газы (оксид и диоксид углерода, метан, водород и др.).

Характер и свойства выделяющихся в ходе пиролиза продуктов определяются температурой нагрева древесины. При температуре 100 – 170⁰С наблюдается слабое разложение древесины и выделяются водяные пары. В интервале 170 – 270⁰С происходит ускорение процесса, наблюдается заметное разложение древесины с выделением небольшого количества уксусной кислоты и газа, состоящего на одну треть из оксида углерода и на две трети из диоксида углерода.

При температурах до 270⁰С процесс разложения древесины идет с поглощением тепла. При температурах выше 270⁰С начинают протекать экзотермические процессы, приводящие к быстрому обугливанню древесины.

В интервале 280 – 380⁰С происходит обильное выделение паров уксусной кислоты, метилового спирта, ацетона, а также легкой смолы и углеводородов. При температурах 380 – 500⁰С выделяются газообразные продукты и образуется небольшое

количество тяжелой смолы. В газообразных продуктах уменьшается содержание оксида и диоксида углерода и возрастает содержание углеводородов (метан, этан, этилен и др.).

В интервале 500 – 700⁰С происходит разложение летучих продуктов с образованием водорода (раскаленный уголь катализирует этот процесс).

На практике обычно ограничиваются нагреванием древесины до 400 – 450⁰С. Парогазовая смесь при охлаждении разделяется на конденсат и неконденсирующиеся газы. Конденсат при отстаивании образует два слоя: смолу и водный конденсат. Лиственные породы дают смолу более тяжелую, чем водный конденсат, который в связи с этим называется надсмольной водой. Хвойные породы, наоборот, дают более легкую смолу и соответственно надсмольную воду.

Основные компоненты конденсата: вода, растворенная смола, уксусная кислота, ацетон, метиловый и аллиловый спирты, альдегиды, метилацетон. Наибольший практический интерес представляют метиловый спирт и уксусная кислота. В конденсате лиственных пород содержится около 3% метилового спирта и до 10% уксусной кислоты. В конденсате хвойных пород содержится до 1,5% метилового спирта и до 4% уксусной кислоты (от массы древесины).

Смола представляет собой жидкость от желтого до черного цвета. Она содержит алифатические углеводороды, фенолы, терпены и т.п. Смола хвойных пород содержит скипидар и продукты перегонки канифоли, отсутствующие в смоле лиственных пород. Из смолы получают ценные продукты: креозот, гваякол, терпены и др.

Выход продуктов сухой перегонки зависит от скорости подъема температуры, т.е. от продолжительности процесса. При медленном нагреве возрастает количество вторичных реакций, что уменьшает выход смолы и увеличивает выход угля.

Твердая фаза (древесный уголь) состоит из углерода, неорганических веществ (зола) и остаточного количества летучих. Состав угля мало зависит от породы древесины. Древесный уголь используется для получения активных углей, широко

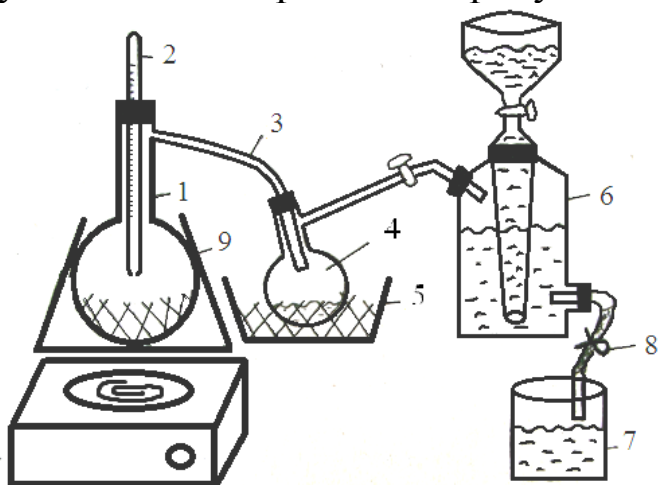
использующихся в качестве адсорбентов, а также как топливо и восстановитель.

Материальное обеспечение: герметически закрывающаяся реторта (можно заменить колбой); термометр на 500°C ; приемники для жидких и газообразных продуктов; древесинные опилки или кусочки дерева; известковая вода; бромная вода; 0,1 н. раствор NaOH; фенолфталеин.

Ход работы:

1. Проведение сухой перегонки.

Для сухой перегонки дерева можно воспользоваться железной ретортой или в крайнем случае литровой стеклянной колбой. Реторту загружают до половины ее объема предварительно взвешенными опилками или кусочками дерева (около 20 г). Схема установки изображена на рисунке 5.



1 – колба с опилками, 2 – термометр, 3 – газоотводная трубка, 4 – приёмник, 5 – охлаждающая смесь, 6 – газометр – приёмник газообразных продуктов, 7 – сосуд для вытекающей воды, 8 – зажим, 9 - асбест

Рисунок 5. Схема установки

Жидкие продукты перегонки собираются в стеклянном приемнике, а газообразные в газометре. Количество газообразных продуктов определяется по объему воды вытекшей из газометра. Собранную установку испытывают на герметичность, т.е. открывают зажим. Если прибор герметичен, то вода вытекает непродолжительное время, а затем ее ток прекращается. Когда ток воды прекратится, закрывают зажим, резиновый шланг отсоединяют от приемника и нагревают колбу до $100 - 110^{\circ}\text{C}$, выпуская воздух в атмосферу. Шланг присоединяют к приемнику, открывают зажим и нагревают колбу до 400°C . После окончания

опыта выключают электроплитку и отделяют приемник, чтобы жидкие продукты не засосались в реактор.

Замеряют объем жидких продуктов мерным цилиндром, переливают их в колбу, соединенную с холодильником, и содержимое колбы постепенно нагревают до 120 °С. Вначале происходит отгонка метилового спирта, затем воды и уксусной кислоты. Прибор для перегонки должен иметь небольшие размеры: колба на 20 – 30 мл, холодильник длиной 20 см.

Для определения уксусной кислоты дистиллят переливают в стакан и оттитровывают 0,1 н. раствором щелочи в присутствии фенолфталеина. Для качественного анализа газообразные продукты вытесняют из газометра водой. Оксид углерода (IV) обнаруживается при пропускании его через раствор гидроксида кальция. Наличие непредельных соединений доказывают пропусканием собранного газа через бромную воду.

Газообразные продукты горючи. Это можно показать, поджигая газ, выходящий из газометра. Для этого в газометр наливают воду и газ, выходящий из газоотводной трубки, поджигают. Анализ газообразных продуктов в газоанализаторе проводится по указанию преподавателя.

2. Методика обработки экспериментальных данных

Масса угля и жидких продуктов перегонки определяется по разности взвешиваний контейнера и колбы до и после эксперимента.

Объем газообразных продуктов перегонки определяется по объему жидкости, вытекшей из газометра в сливной сосуд, и приводится к нормальным условиям с учетом температуры и барометрического давления в помещении.

Масса газа (G_{Γ}) определяется по формуле:

$$G_{\Gamma} = V_{\Gamma}^0 \cdot \rho^0,$$

где V_{Γ}^0 - объем газообразных продуктов, приведенный к нормальным условиям (дм³),

ρ^0 - плотность газообразных продуктов при нормальных условиях.

Плотность газообразных продуктов определяется с учетом их состава (2/3 объема – CO₂ и 1/3 объема – CO).

По полученным результатам составляется материальный баланс процесса:

$$G_{\text{д}} = G_{\text{т}} + G_{\text{ж}} + G_{\text{г}},$$

где $G_{\text{д}}$ – масса загруженных опилок,

$G_{\text{т}}$ – масса полученного твердого продукта (угля),

$G_{\text{ж}}$ – масса жидких продуктов,

$G_{\text{г}}$ – масса выделившихся газов.

Выход отдельных продуктов рассчитывается по отношению к массе исходной древесины:

$$x_i = \frac{G_i}{G_{\text{д}}} \cdot 100$$

Результаты расчетов оформляются в виде таблицы материального баланса.

Контрольные вопросы

1. Что такое сухая перегонка древесины?
2. Дать характеристику твердого продукта перегонки, назвать области применения древесного угля.
3. Жидкие продукты перегонки, их характеристика и использование.
4. Газообразные продукты перегонки, их состав

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК:

1. Мухленов И.П. Общая химическая технология: в 2 ч. Учебник Ч 1. Теоретические основы химической технологии / И.П. Мухленов [и др.], под. ред. И.П. Мухленова 5-е изд., стер. - М.: Альянс, 2009. - 256 с.
2. Ключников Н.Г. Практические занятия по химической технологии. – М.: Просвещение, 1978. – 296 с.
3. Решетников П.А., Логинов Н.Я. Сборник примеров и задач по основам химической технологии. – М.: Просвещение, 1973. – 207 с.

4. Важнейшие химические производства: Сырьевая база: Учебное пособие. / Л.М. Миронович, И.Г. Воробьева, Е.А. Гречушников. – Курск: Юго-Зап. гос.ун-т, 2013. - 119с.

5. Гребенникова Р.В. Методические рекомендации к лабораторному практикуму по прикладной химии. – Курск: Изд-во Курск. гос. ун-та, 2004. – 22 с.

6. Игнатенков В.И., Бесков В.С. Примеры и задачи по общей химической технологии. Учебное пособие для Вузов. -М.: ИКЦ «Академкнига», 2005. – 198с.