

Сумський державний університет
Кафедра загальної хімії

ЖУРНАЛ

для лабораторних робіт з курсу
«Загальна хімічна технологія»
студента заочного факультету

група _____

П.І.Б. _____

Суми – 2012

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

ОКИСНО-ВІДНОВНІ РЕАКЦІЇ

МЕТА РОБОТИ – вивчення окисно-відновні реакції (ОВР) та знайомство з практичним застосуванням хімічних та електрохімічних ОВР.

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ. ОВР – реакції, в яких змінюється ступінь окиснення елементів за рахунок зміщення електронів від одних атомів чи іонів до інших. Ці реакції широко розповсюджені в природі та техніці. До ОВР відносяться реакції фотосинтезу вуглеводів зеленими рослинами, реакції горіння, більшість реакцій, за рахунок яких одержують енергію живі організми, процеси одержання металів та їх корозії, процес електролізу та багато інших. Особливості ОВР, основні визначення, порядок складання електронних балансів та визначення напрямку ОВР, обчислення електрорушійної сили (ЕРС) гальванічних елементів, реакції, що протікають при електрохімічній корозії заліза та електролізі водних розчинів і розплавів електролітів, слід вивчити самостійно з використанням підручника.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Обладнання, матеріали та реактиви: установка для дослідження, електролізу води, гальванометр, електролітичний місток, стакани, пробірки, фарфорова чашка, цинкові та мідні пластини, шматочки олова та цинку, залізний дріт, електричні проводи, кристалічний дихромат амонію, нітрит калію, магнієва стрічка, розчини: перманганату калію, сірчаної кислоти (2н), їдкою калі (30%), сульфату цинку (1 М), сульфату міді (1 М), гексаціанофероату (III) калію (червоної кров'яної солі).

ДОСЛІД *Електролітичне одержання водню*

Схема дослідної установки. Схема, наведена на рис. 3, включає в себе пристосування для випростування та

регулювання параметрів електричного струму 1–5, електролізу ванну 6 та прилади 7–11 для збору та вимірювання кількості киснево–водневої суміші. Ванна для електролізу (6) місткістю 3 л виготовлена із нержавіючої сталі і на дві третини заповнена електролітом – 30% розчином їдкого калі. Корпус ванни – катод. В корпусі розташований трубчастий електрод–анод.

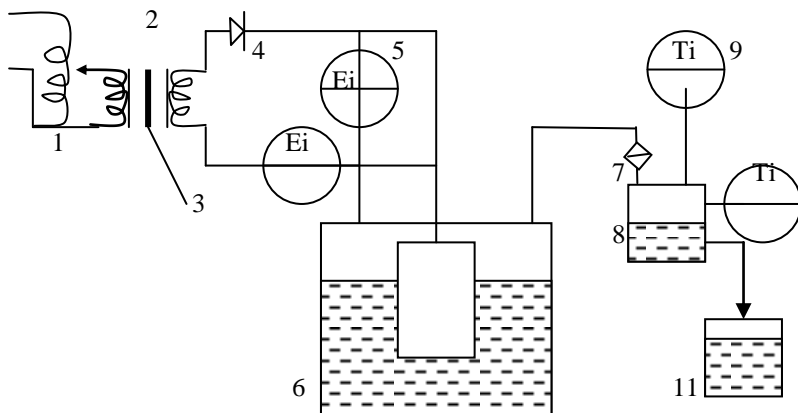


Рисунок – Схема дослідної установки

- 1 – автотрансформатор; 2 – трансформатор; 3 – амперметр;
 4 – випробувач; 5 – вольтметр; 6 – електролізер; 7 – моностаг;
 8 – аспіратор; 9 – манометр; 10 – термометр; 11 – мірний циліндр

Порядок виконання роботи

1. Під наглядом викладача ввімкнути установку в електромережу.
2. Досягти заданої сили струму і збирати газ, що виділяється в аспіратор, так, щоб зміна тиску. Вимірювана манометром 9, становила 0–20 мл водяного стовпа.
3. Перепад тиску на манометрі 9 регулюється кількістю води, що витікає з аспіратора 8 в мірний циліндр 11.
4. Після досягнення стаціонарного режиму роботи установки виконати задану серію дослідів, зафіксувати за приладами та розрахувати параметри процесу, зазначені в таблиці 4.
5. Математична обробка одержаних даних виконується за методом найменших квадратів.

Таблиця – Енерго–матеріальні балансові характеристики лабораторного електролізера в залежності від сили струму. Час реакції (t) постійні.

Номер досліду	1	2	3	4
Напруга (U), В				
Перенапруга ванни (ε), В				
Сила струму (I), А				
Фактична про–дуктивність за га–зовою сумішшю (W _{досл} ^г), см ³				
Те ж за Н ₂ (W _{досл}), см ³				
Вихід за струмом Н ₂ (η), %				

Перенапруга ванни визначається так:

$$\varepsilon = U - 1,23, \quad (1)$$

де 1,23 – термодинамічна напруга розкладу води, В.

Фактична продуктивність за Н₂ визначається за формулою

$$W_{\text{досл}} = (P/760) \cdot (273/T) \cdot n_{\text{H}_2} \cdot W_{\text{досл}}^{\text{г}}, \quad (2)$$

де P, T – тиск та температура газової суміші в газометрі, мм рт. ст. та К;

n – частка водню в суміші (0,667);

W_{досл}^г – об'єм газової суміші в газометрі, см³.

Вихід водню за струмом

$$\eta = \frac{100 \cdot W_{\text{досл}}}{W_{\text{теор}}}, \quad (3)$$

де W_{теор} = 418 · I · t, I – сила струму, А;

t – термін електролізу, годин.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

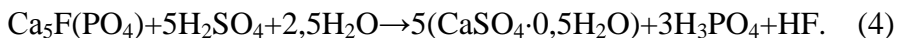
ТЕХНОЛОГІЯ ВИРОБНИЦТВА СУПЕРФОСФАТУ

МЕТА РОБОТИ – вивчити технологію виробництва суперфосфату, освоїти фотоколориметричну методику аналізу фосфорних добрив.

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ. Основною сировиною для виробництва суперфосфату є фторапатит $\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$. Процес виробництва складається з таких стадій:

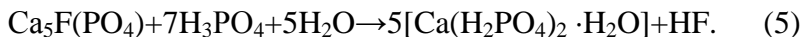
1. Змішування апатиту з сірчаною кислотою.
2. Утворення та твердіння суперфосфатної пульпи.
3. Дозрівання суперфосфату на складі.
4. Нейтралізація та гранулювання.
5. Уловлювання сполук фтору.

Кінцевий продукт утворюється у два етапи на стадіях 2 і 3. На першому етапі відбувається хімічне розчинення зовнішнього шару частинок апатиту:

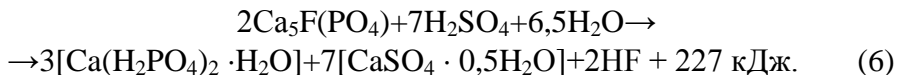


Фосфогіпс, що утворюється і кристалізується на поверхні частинок апатиту, утруднює доступ до внутрішньої зони частинок. Крім того, структурна мережа кристалів фосфогіпсу утримує значну кількість рідини, сметаноподібна пульпа вихідних апатиту та сірчаної кислоти твердішає.

Друга стадія проходить повільно і завершується лише на складі:



Підсумкова реакція



Це складний гетерогенний процес, швидкість якого обумовлюється дифузійними стадіями. Найсильніше впливають на швидкість і вихід продукту концентрація сірчаної кислоти, температура та дисперсність апатиту.

Кількісне визначення вмісту фосфору у мінеральних добривах проводять колориметричним методом, шляхом вимірювання оптичної густини розчину, що містить продукт відновлення комплексної фосфорномолібденової кислоти.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Обладнання, матеріали та реактиви. Мірний циліндр; мішалка; повітряний термостат; фотоелектро-колориметр; мірні колби; піпетки; стакани; соляна кислота 20 %; сірчана кислота ($d = 1,84 \text{ г/см}^3$); відновлювальний розчин (готується з метолу, перосульфату натрію); розчини молібдату амонію, ацетату натрію; стандартний розчин фосфату калію.

МАТЕРІАЛЬНИЙ БАЛАНС ПРОЦЕСУ ОДЕРЖАННЯ СУПЕРФОСФАТУ

Норму сірчаної кислоти, яка потрібна для розкладання фторапатиту, розраховують за рівнянням реакції (3). На 3 моли P_2O_5 (426 г P_2O_5) потрібно 7 молів H_2SO_4 (686 г), тобто на 1 ваг.ч. P_2O_5 потрібно 1,61 ваг.ч. моногідрату H_2SO_4 .

Приклад. Розрахувати норму 68% H_2SO_4 для розкладання 100 г апатитового концентрату, який містить 39 % P_2O_5 .

Розв'язок. Для цього потрібно моногідрату

$$1,61 \cdot 39,0 = 62,8 \text{ г, або } 68\% \text{ розчину кислоти:}$$

$$62,8 \cdot 100 / 68 = 92,3 \text{ г.}$$

Об'єм кислоти на розкладання 100 г апатиту дорівнює

$$92,3 / 1,5878 = 58,2 \text{ см}^3,$$

де 1,5878 – густина 68% H_2SO_4 при 20°C , г/см^3 .

ДОСЛІД 1 Одержання суперфосфату

Відміряти мірним циліндром потрібну кількість 68 % сірчаної кислоти. Кислоту налити у фарфоровий стакан

місткістю 250 мл і підігріти до 60-70⁰С. Протягом

3-5 хвилин внести у стакан наважку апатиту і змішати з кислотою. Стакан поставити на годину у повітряний термостат (сушильну шафу) з температурою 100-105⁰С. Одержаний у результаті суперфосфат перенести із стакана у фарфорову чашку, подрібнити і перенести у слоїк. Визначити вміст P₂O₅ у суперфосфаті.

ДОСЛІД 2 Визначення вмісту P₂O₅

Наважку суперфосфату (2 г з точністю до 0,001 г) перенести у стакан або конічну колбу місткістю 250 – 300 мл, додати декілька мілілітрів дистильованої води і 50 мл 20% розчину соляної кислоти. Накрити колбу годинниковим склом, довести до кипіння і кип'ятити 30 хвилин, періодично помішуючи.

Реакційну масу розвести удвічі дистильованою водою і перенести у мірну колбу місткістю 250 мл. Охолодити до 20⁰С, долити водою до позначки і профільтрувати.

У мірну колбу місткістю 100 мл перенести піпеткою 1 мл фільтрату, додати 49 мл дистильованої води, 5 мл відновлюючого розчину, 10 мл розчину молібдату амонію і залишити на 10 хвилин. Потім додати 20 мл розчину ацетату натрію, долити водою до позначки і перемішати.

Розрахувати вміст P₂O₅ (С) за формулою

$$C(P_2O_5) = \frac{250 \cdot 100 \cdot a}{1,0 \cdot g} \% , \quad (7)$$

де g – наважка суперфосфату, г;

a – вміст P₂O₅ за градувальним графіком.

Калібрувальний графік побудувати з використанням модельних зразків фосфатів з відомим вмістом P₂O₅.