

1. МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ

Рекомендації до виконання лабораторних робіт з дисципліни "Загальна хімічна технологія"

Вивчення «загальної хімічної технології» (ЗХТ) складається з двох частин: лекційного курсу і лабораторних занять. При поєднанні цих видів навчання, що підкріплюється самостійною роботою над курсом, студенти одержують достатні знання для наступного вивчення профілюючих дисциплін з усіх інженерно-хімічних спеціальностей.

Головна задача курсу є вивчення основних закономірностей процесів хімічної технології, загальних для більшості хімічних і суміжних з ними виробництв. Вивчення основних типів хіміко–технологічних процесів (гомогенних, гетерогенних, каталітичних, високотемпературних та ін.) і відповідного обладнання поєднується з розглядом конкретних хіміко–технологічних виробництв, на прикладі яких ілюструються прийоми реалізації на практиці основних закономірностей процесів хімічної технології.

Під час практичної роботи в лабораторії ЗХТ студенти закріплюють знання, отримані на лекціях, здобувають інженерні навички керування типовими хіміко–технологічними процесами на модельному устаткуванні, що відтворює основні умови реального виробництва (сировина, схеми, конструкції реакторів, технологічні режими, методи контролю та ін.).

Слід зазначити, що в лабораторному практикумі з ЗХТ студенти виконують науково–технологічне дослідження. Кожна лабораторна робота включає основні стадії науково–дослідної хіміко–технологічної роботи. Тому при підготовці до лабораторної роботи, її виконанні, оформленні результатів і захисту варто дотримуватися загальної методології проведення науково–технологічних досліджень.

У процесі підготовки до виконання робіт студенти повинні вивчити модельований у лабораторній роботі технологічний процес за літературою, яка рекомендується методичними вказівками. Вивчення повинне охоплювати, крім фізико–хімічних основ процесу, також схему експериментальної установки, методи проведення на ній досліджуваного технологічного процесу, його контролю, методику обробки експериментальних результатів і правила техніки

безпеки. На лабораторні заняття студенти повинні приходити з підготовленим заздалегідь протоколом лабораторної роботи, що включає (конспективно) усі зазначені питання.

Після співбесіди з викладачем студенти допускаються до роботи й одержують конкретні завдання (з урахуванням майбутньої спеціальності). Після виконання експерименту кожен студент самостійно виконує необхідні розрахунки та завершує підготовку звіту з лабораторної роботи.

Експериментальні і розрахункові дані оформляються відповідно до завдання викладача за схемами, що надаються в описі до робіт.

Після виконання експериментальної роботи і належного оформлення її результатів (коротких теоретичних відомостей, схеми і короткого опису установки, методики роботи на ній, результатів експериментів і їх обробки) кожен студент повинний здати (захистити) роботу викладачеві та правильно відповісти на контрольні питання

Лабораторна робота 1 Зразок роботи

ВИРОБНИЦТВО ГІДРОКСИДУ НАТРІЮ КАУСТИФІКАЦІЮ СОДОВОГО РОЗЧИНУ

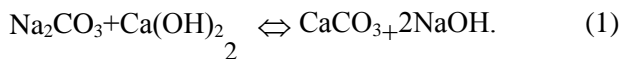
Мета роботи

Вивчити вплив деяких параметрів технологічного режиму у гетерогенному некаталітичному процесі на прикладі процесу каустифікації виробництва каустичної соди вапняно-содовим методом.

Короткі теоретичні відомості

Каустифікація содового розчину являє собою основну операцію вапняного способу одержання їдкого натру. Крім того, каустифікація є однією із стадій виробництва целюлози за сульфатним методом (при регенерації варильного розчину), у виробництві глинозему за мокрим лужним способом та ін. Каустифікація відноситься до типових гетерогенних некаталітичних процесів, що відбуваються за невисокої температури.

У виробництві їдкого натру содовий розчин, одержаний декарбонізацією сирого гідрокарбонату чи розчиненням кальцинової соди, обробляють вапном чи вапняним молоком. При цьому в результаті реакції утвориться осад карбонату кальцію:



Процес каустифікації содового розчину є характерним прикладом оборотної взаємодії, що відбувається в кінетичній області

З виразу (1) видно, що рівновага в розглянутій системі визначається винятково співвідношенням розчинностей гідроксиду й карбонату кальцію. Звідси можна визначити шляхи підвищення рівноважного виходу NaOH, який називають ступенем каустифікації.

Основним способом підвищення рівноважного ступеня каустифікації (тобто ступеня перетворення Na_2CO_3 у NaOH при рівновазі) є зниження концентрації Na_2CO_3 у вихідному содово-му розчині. При цьому в рівноважному каустифікованому розчині знижується концентрація іонів CO_3^{2-} і зростає співвідношення $[\text{OH}^-]^2 : [\text{CO}_3^{2-}]$ і, отже, ступінь каустифікації.

Вибір оптимальної концентрації соди у вихідному розчині визначається не тільки ступенем каустифікації, але і концентрацією отриманого розчину NaOH. При цьому враховується витрати пари й палива на упарювання лугів.

На практиці застосовують 10–15%–й розчин Na_2CO_3 , при цьому досягають ступеня каустифікації в середньому близько 90% і одержують луг, що містить 100–120 г/дм³ NaOH. Низька концентрація їдкого натру в лугах, що надходять на упарювання □ основний недолік вапняного способу.

Вплив температури на процес каустифікації неоднозначний. Підвищення температури знижує константу рівноваги і рівноважний ступінь каустифікації внаслідок збільшення розчинності CaCO_3 , з іншого боку, підвищення температури збільшує швидкість реакції (17.1), а також швидкість відстоювання шламу карбонату кальцію. Тому в промисловості каустифікацію ведуть при підвищеній температурі 353–373 K у реакторах □ каустицерах, що обігриваються гострою парою чи за допомогою змійовиків, в яких циркулює пара. Каустицер являє собою циліндричний сталевий резервуар діаметром близько 4 м³ з могутньою мішалкою, що обертається зі швидкістю 400 обертів/хв. Шлам, що складається в основному з CaCO_3 , для більш повного вилучення їдкого натру піддають багатоступінчастій протитечійній промивці водою і слабкими оборотними розчинами у батареї промивачів–декантаторів з мішалками, що ущільнюють шламу у нижній частині апарата, відкіля він виводиться. Освітлений розчин зливається з верхньої частини декантатора.

Експериментальна частина

Вихідні матеріали, хімічні 3

реактиви, посуд

У процесі виконання лабораторної роботи використовуються наступні матеріали і реактиви: вода дистильована; сода кальцино-вана; кислота хлоридна марки "чда"; хлорид барію марки "чда"; метиловий оранжевий (індикатор), водний розчин з масовою часткою 1%; фенолфталеїн, розчин з масовою часткою 1%; оксид кальцію; бюретки, піпетки; колба конічна об'ємом 250 см³; колби мірні об'ємом 100, 200, 250 см³.

Схема установки

Опис установки і методика проведення роботи

Лабораторна установка для каустифікації содового розчину (рис. 1) складається з термостату 1, в який вміщений каустицер 5, який являє собою тefлоновий стакан з кришкою, в отвір якого пропущена трубка 6 для підведення стисненого повітря (пневматичне змішування).

Термостат заповнений водою, що підігрівається електронагрівачем 2 і перемішується мішалкою 4. Температуру в термостаті контролюють дублюючим термометром 7 і регулюють за допомогою терморегулятора 3, підключеного до схеми регулювання.

Для проведення дослідів готують вихідний содовий розчин, концентрації масова частка якого повинна становити 5–15 %. Концентрацію вихідного розчину перевіряють і точно встановлюють аналітично.

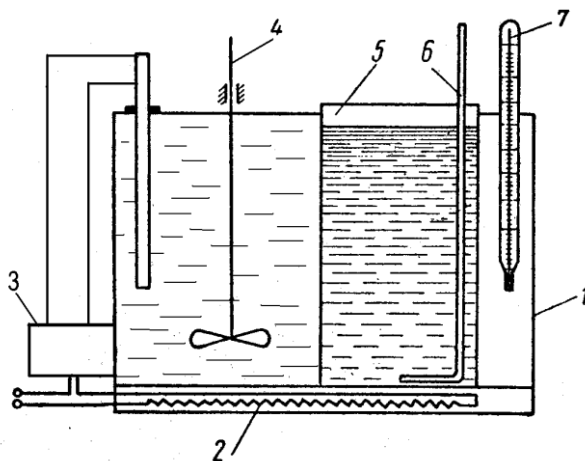


Рис. 1. Схема установки для каустифікації содового розчину

У тefлоновий стакан каустицер 5 заливають 100 см³ вихідно-

го содового розчину і вміщують каустицер у термостат 1, попередньо нагрітий до заданої температури, температура регулюється автоматично. Далі пускають мішалку каустицера і невеликими порціями додають до содового розчину тонко-подрібнене вапно; кількість вапна беруть із надлишком 5...10 % від теоретичної кількості CaO, розрахованого за рівнянням реакції (1). Замість вапна можна застосовувати вапняне молоко, отримане гасінням вапна; концентрація вапняного молока повинна бути близько $330 \text{ г/дм}^3 \text{ Ca(OH)}_2$. Після внесення до содового розчину всієї розрахованої кількості вапна визначають час початку досліду. Залежно від завдання каустифікацію ведуть протягом 30–90 хв. Температура каустифікації підтримується в межах 323–363 K.

Під час досліду 2...3 рази перевіряють температуру розчину у каустицері, опускаючи туди термометр 7 (перепад температур між термостатом і каустицером повинний становити 3–5 K).

Залежно від завдання проводять дослід або при одній і тій самій концентрації содового розчину і при різних температурах, чи при сталій температурі, але при різному складі вихідних розчинів.

Після закінчення досліду мішалку вимикають і каустицер виймають із термостата. Для визначення ступеня каустифікації шлам відділяють фільтруванням, промивають осад і визначають вміст

NaOH і Na_2CO_3 у фільтраті. Оскільки осад дуже важко відмивається від NaOH, то відфільтровують весь шлам і дають повністю стекти фільтрату, потім увесь об'єм фільтрату переносять кількісно у мірну колбу місткістю 250 см^3 , у фільтраті визначають вміст NaOH і Na_2CO_3 . За отриманими аналітичними даними розраховують ступінь каустифікації для кожного досліду, а також вихід їдкового натру у відсотках від теоретично можливого (зразок обчислення ступеню каустифікації наведений нижче). Потім відображують графічно залежність ступеня каустифікації від температури чи концентрації вихідного содового розчину.

За завданням для одержання даних про швидкість каустифікації відбирають під час досліду проби рідини через кожні 10...15 хв і визначають вміст NaOH і Na_2CO_3 . Відбір проб під час досліду виконується скляною трубкою на маленьку лійку з фільтром, що поміщена в градуйовану мензурку об'ємом 10 см^3 . На основі зміни складу рідини у часі при різних температурах, можна одержати графічну залежність швидкості каустифікації від температури.

1. Аналіз содового розчину на вміст Na_2CO_3 та

NaHCO₃ *Визначення загальної лужності розчину*

Проведенню аналізу передують розрахунок наважки (*a*) заданої викладачем проби соди для приготування 200 чи 250 см³ розчину з $C(1/2Na_2CO_3)=0,1$ моль/дм³.

Розраховану наважку проби соди зважують на аналітичних вагах, переносять у відповідну мірну колбу, розчиняють у дистильованій воді, доводять об'єм розчину до мітки і відбирають піпеткою для титрування дві аліквотні частини по 25 см³. Титрування кожної аліквотної частини проводять за двома індикаторами:

за фенолфталеїном $\square Na_2CO_3 + HCl = NaCl + NaHCO_3$,

за метилоранжем $\square NaHCO_3 + HCl = NaCl + H_2O$.

2. Аналіз каустичних лугів на вміст NaOH і Na₂CO₃

Цей аналіз проводиться після процесу каустифікації і зводиться до визначення загальної лужності отриманого фільтрату (NaOH та Na₂CO₃) і встановлення кількості NaOH в отриманому розчині їдкого натрію.

Для визначення загальної лужності каустичних лугів, які містять NaOH і Na₂CO₃, з 250 см³ отриманого фільтрату необхідно відібрати для титрування дві проби по 25 см у конічні колби. В одній з колб провести титрування розчином хлоридної кислоти з $C(HCl) 1$ моль/дм³ з метиловим оранжевим.

Наприклад, на титрування витрачено 20 см³ розчину з концентрацією 1 моль-екв/дм³ HCl.

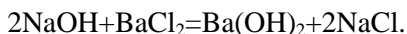
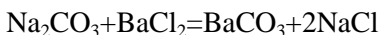
Маса (Na₂CO₃+NaOH) у перерахунку на NaOH визначається за формулою:

$$m(Na_2CO_3 + NaOH) = (20 \cdot 1 \cdot 40 \cdot 250) / (1000 \cdot 25) = 8 \text{ г (в } 250 \text{ см}^3\text{)},$$

де 40 – молярна маса еквівалента NaOH, г/моль.

Визначення вмісту NaOH роблять у другій колбі з 25 см³ фільтрату лугів, для чого в колбу вносять 50 см³ дистильованої води,

а потім додають для осадження іона CO₃²⁻ надлишок (10–15 см³) розчину BaCl₂ (з масовою часткою BaCl₂ 10%).



Після осадження карбонату барію до проби додають 2...3 краплі фенолфталеїну і титрують розчином HCl з $C(HCl) = 1$ моль-екв/дм³.

Об'єм HCl, витрачений на титрування, еквівалентний вмісту NaOH. Наприклад, на титрування пішло 15 см³ розчину з

$C(\text{HCl}) = 1$ моль-екв/дм³.

Тоді маса NaOH становитиме:

$$m = (15 \cdot 1 \cdot 40 \cdot 250) / 1000 \cdot 25 = 6 \text{ г (в } 250 \text{ см}^3\text{)}.$$

Маса Na₂CO₃ в перерахуванні на NaOH розраховується за формулою:

$$m_1 = [(20 - 15) \cdot 1 \cdot 40 \cdot 250] / (1000 \cdot 25) = 2 \text{ г (в } 250 \text{ см}^3\text{)}.$$

Вміст CaO у заданому зразку вапна задається викладачем.

Порядок виконання роботи

1. Розрахувати наважку для приготування 200 (250) см³ розчину з $C(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1$ моль/дм³ соди (номер проби соди і вапна з відомим вмістом CaO задається викладачем). Зважену на аналітичних вагах наважку перенести в мірну колбу на 200 см³ і розчинити у дистильованій воді, довівши об'єм до поділки.

2. Провести аналіз отриманого содового розчину на вміст Na₂CO₃, NaHCO₃ і визначити загальну лужність розчину в перерахунок на Na₂CO₃, згідно з методикою аналізу за п. 2.

3. Приготувати 100 (200) см³ робочого розчину соди із заданою викладачем вихідною концентрацією, для чого необхідно розрахувати наважку заданої проби соди з урахуванням її загальної лужності.

Приклад розрахунку наважки заданої проби соди. Приготувати 100 см³ розчину з масовою часткою соди 10%, густина якого

$$\rho = 1,075 \text{ г/см}^3.$$

Для цього визначають масу соди, потрібну для приготування 100 см³ розчину соди з масовою часткою 10%:

для 100 г розчину потрібно – 10 г Na₂CO₃, для
100 · 1,075 г - m_1 г
Na₂CO₃,

звідки:

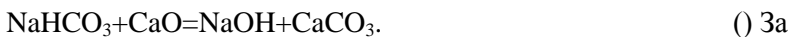
$$m_1 = (100 \cdot 1,075 \cdot 10) / 100 = 10,75 \text{ г}$$

Вихідної проби соди з загальною лужністю, наприклад, 92%, потрібно, г:

$$m_2 = (m_1 \cdot 100) / 92 = (10,75 \cdot 100) / 92 = 11,68 \text{ г}.$$

4. Розрахувати потрібну кількість вапна з заданим її надлишком для каустифікації одержаного розчину соди, якщо каус-

тифікація перебігає за рівняннями:



реакцією (17.3) необхідно витратити CaO, г:

$$m_1 = (10,75 \cdot 56) / 106 = 5,68,$$

де 10,75 – маса Na_2CO_3 (100%) у наважці соди, г; 56, 106 – молярні маси CaO та Na_2CO_3 відповідно, г/моль.

За реакцією (17.4) витрати CaO становлять, г:

$$m_2 = (11,68 \cdot 0,05 \cdot 56) / 84 = 0,39,$$

де 11,68 □ маса наважки проби соди в натурі, г; 0,05 □ масова частка NaHCO_3 у пробі; 56, 84 □ молярні маси CaO і NaHCO_3 , г/моль. Загальна маса 100% вапна, г:

$$m_3 = m_1 + m_2,$$

$$m_3 = 5,68 + 0,39 = 6,07.$$

При масовій частці CaO в пробі, наприклад, 80%, потрібно вапна:

$$m_4 = (6,07 \cdot 100) / 80 = 7,59 \text{ г},$$

або з урахуванням надлишку вапна, наприклад,

$$10\%, m_5 = 7,59 + 0,1 \cdot 7,59 = 7,66 \text{ г}.$$

Розраховану масу вапна зважити на технічних терезах.

5. Провести процес каустифікації, для чого виготовлений розчин соди (100 чи 200 см³) перенести в каустицер 1 (рис. 17.1), запустити мішалку 4 і увімкнути нагрівач 2.

Після досягнення температури розчину соди ~ 353 K в три прийоми завантажити зважену кількість проби вапна.

Під час внесення вапна мішалка відключається! Каустифікація проводиться при перемішуванні протягом заданого часу (приблизно 30 хв), вважаючи з моменту внесення в каустицер останньої порції вапна. Потім зупинити мішалку, вимкнути обігрів, дати суспензії відстоятися й охолонути.

6. Після охолодження вмісту каустицера відокремити осад CaCO_3 на воронці Бюхнера; фільтрат зібрати в мірну колбу об'ємом 250 см³ і довести об'єм фільтрату дистильованою водою до поділки.

7. Провести аналіз отриманих лугів на вміст NaOH і Na_2CO_3 за методикою, описаною у пункті 2.