



МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО  
СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН  
ФЕРГАНСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Кафедра «Химическая технология»

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

**Для выполнения  
лабораторных работ по  
предмету «Химическая  
технология неорганических  
веществ»**

Для студентов направления  
**5320400– «Химическая технология»**



**Фергана 2017**



МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО  
СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ФЕРГАНСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Кафедра "ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ "

МЕТОДИЧЕСКОЕ УКАЗАНИЕ

для выполнения лабораторных работ по дисциплине  
«Химическая технология неорганических веществ» для  
студентов специальности 5320400  
«Химическая технология»

Утвержден методическим  
советом ФерПИ протокол №\_\_\_\_  
«\_\_\_\_\_»\_\_\_\_\_2017 год

ФЕРГАНА-2017



Данное методическое указание составлено для студентов 3 курса специальности 5320400 «Химическая технология».

Методическое указание предназначено для выполнения лабораторных работ по дисциплине «Химическая технология неорганических веществ», изучения свойств и технологии получения кислот.

Для выполнения лабораторных работ выделено **108** часа. В данном методическом указании даны **15** лабораторных работ.

Методическое указание рассмотрено и одобрено на методическом семинаре кафедры «Химическая технология».

(Протокол совета № \_\_\_\_\_ « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ г.)

Методическое указание рассмотрено на методическом семинаре факультета «Химия технология» и рекомендовано на печать.

(Протокол совета № \_\_\_\_\_ « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ г.)

Составитель:

ст. преп. Мамадалиева С.В.  
асс. Тожимаматова М.Ё.

Рецензент:

к.т.н., доц. Кодирова Д.Т.

## ***Правила техники безопасности при работе в лаборатории и первая помощь при несчастных случаях***

1. При работе в химической лаборатории всегда нужно помнить, что некоторые химические соединения в той или иной мере ядовиты, огнеопасны и взрывоопасны. Поэтому в процессе работы необходимо соблюдать чистоту, аккуратность, быть внимательным, стремиться к тому, чтобы вещества не попадали на кожу, не трогать руками лицо и глаза, не принимать пищи во время работы, после работы и перед едой тщательно мыть руки.

Одному работать в лаборатории категорически запрещается.

2. Нельзя производить какие бы то ни было опыты в загрязненной посуде. Посуду следует мыть сейчас же после окончания опыта.

3. Категорически запрещается пробовать химические вещества на вкус. Нюхать вещества можно лишь осторожно, не вдыхая полной грудью, не наклоняясь над сосудом, а направляя к себе пары или газ движением руки.

4. На всех банках, склянках и на любой другой посуде, в которой хранятся вещества, должно быть указано название последних.

5. Нельзя наклоняться над сосудом, в котором что-либо кипит или в который наливается какая-нибудь жидкость (особенно едкая), так как брызги могут попасть в глаза. При работах, производимых с использованием вакуума или повышенного давления, при переливании кислот или растворов щелочей, при щелочном плавлении, при реакциях, сопровождающихся бурным вскипанием или взрывом, необходимо надевать предохранительные очки из толстого стекла или защитный щеток из органического стекла. Однако лучше всего такие операции проводить в вытяжном шкафу, закрыв дверцы шкафа так, чтобы лицо было защищено от всевозможных брызг или осколков в случае взрыва.

6. При работах с металлическим натрием необходимо следить, чтобы на столе не оказалось даже самых незначительных количеств воды, чтобы вблизи не было брызгающих шлангов от холодильников, открытых водопроводных кранов. Резать натрий можно только на сухой белой бумаге, надев очки и не прикасаясь к натрию незащищенными руками. По окончании работы необходимо тщательно собрать все остатки не прореагировавшего натрия в банку с керосином и сдать препаратору. Перед мытьем посуды, в котором производилась работа с натрием, тщательно проверяют, не осталось ли в ней хоть самое незначительное количество металлического натрия. Мелкие остатки не прореагировавшего натрия в реакционных сосудах уничтожают, растворяя их в спирте.

7. При работе с бромом следует помнить, что это очень ядовитое вещество, сильно действующее на слизистые оболочки и дающее трудно заживающие ожоги. Все работы с бромом проводят в вытяжном шкафу,

предварительно проверив действие вентиляции. При переливании брома необходимо надевать резиновые перчатки, беречь глаза от паров брома. Из препаратной бром получают только в толстостенной посуде со стеклянной пробкой. Переливание брома в капельную воронку производят под тягой, пользуясь при этом обыкновенной воронкой, причем необходимо предварительно проверить действие крана капельной воронки и смазать его. В случае ожога бромом обожженного место продолжительное время обрабатывают спиртом, затем направляют пострадавшего в медицинский пункт.

8. С хлором, бромом, сернистым газом, окислами азота, сероводородом, фосгеном и всеми другими веществами, пары которых ядовиты или дурно пахнут, необходимо работать в вытяжном шкафу, проверив предварительно, хорошо ли он действует. Все дверцы шкафа по возможности должны быть закрыты так, чтобы внизу оставалась только небольшая щель. При этом воздух из помещения удаляется с большей скоростью и вредные пары из шкафа не попадают в помещение.

В каждой лаборатории должно быть несколько противогазов на случай аварии, сопровождающейся выделением ядовитых газов.

9. Большие бутылки с концентрированными кислотами, щелочами и аммиаком нужно держать в корзинах или в деревянной обрешетке. При переносе или переливании этих веществ из больших бутылей в меньшие сосуды через сифон и воронку необходимо пользоваться защитными очками, резиновыми перчатками, фартуком и сапогами. Если нужно смешать две жидкости с большей плотностью приливают при перемешивании к жидкости с меньшей плотностью.

При разбавлении концентрированной серной кислоты, при смешивании концентрированной серной и азотной кислот и вообще, если смешивание веществ сопровождается выделением тепла, можно пользоваться только тонкостенной химической посудой из стекла или фарфоровой посудой.

Не нейтрализованные едкие отработанные жидкости категорически запрещается выливать в раковину. Их надо предварительно нейтрализовать или сливать в специальные бутылки.

Категорически запрещается выливать в канализацию также отходы различных горючих органических растворителей, в том числе и смешивающихся с водой. Все эти отходы нужно сливать в специальные бутылки.

10. При перегонке органических веществ, при отгонке растворителей и других работах, связанных с нагреванием при атмосферном давлении, не допускается работа в герметически закрытых сосудах. Внутреннее пространство любого прибора, не предназначенного для работы под давлением, во избежание взрыва, всегда должно иметь сообщение с атмосферой.

11. При работе с легковоспламеняющимися веществами, как, например, эфир, петролейный эфир, сероуглерод, бензол и т.д., не должно быть по соседству огня и включенных плиток. Нагревать их на открытом огне и плитках категорически запрещается. Нагревание можно производить на предварительно нагретой водяной бане в колбе, снабженной водяным холодильником.

12. Независимо от характера работы не следует держать без надобности на столах зажженные горелки. Во всех лабораториях должны всегда быть ящики с песком, огнетушители и противопожарные одеяла. В случае возникновения пожара надо прежде всего погасить горелки, выключить газ плитки, унести находящиеся поблизости горючие вещества, а затем тушить пламя углекислотным огнетушителем, песком или используя противопожарное одеяло. Не следует заливать пламя водой, так как это во многих случаях приводит лишь к расширению очага пожара. Если на ком-то загорелось платье, то нужно набросить на него противопожарное одеяло, пальто, пиджак и ни в коем случае не давать пострадавшему бежать, так как это только усиливает пламя. Если пожар возник в вытяжном шкафу, следует немедленно закрыть шифер вентиляционного канала, так как пожар может распространиться по вентиляционному каналу.

13. При проведении вакуум -перегонки нужно надеть защитные очки или защитный щиток из органического стекла. Всякую перегонку лучше всего проводить в вытяжном шкафу.

При отсасывании воздуха из вакуум -эксикатора последний нужно обернуть полотенцем или накрыть матерчатым колпаком.

При проведении фильтрования под вакуумом колбу Бунзена объемом более одного литра необходимо оборачивать полотенцем.

14. Особую осторожность следует соблюдать при работе с запаянными трубками, так как при этом часто происходят взрывы. Запаяют трубку, предварительно охладив ее содержимое в охладительной смеси. Нагревание трубок производят в специальной печи. Вскрывают трубки, не вынимая их из печи, после того, как печь остынет до комнатной температуры.

Прежде чем приступить к работе с автоклавами и баллонами со сжатыми и сжиженными газами, нужно ознакомиться с соответствующими специальными правилами

15. При работе со стеклом и химической посудой необходимо соблюдать правила предосторожности во избежание ранения осколками стекла.

Тонкостенную химическую посуду нагревают не на открытом огне, а на асбестовой сетке; причем необходимо следить, чтобы ни с одной стороны сосуда пламя горелки не выбивалось из-под сетки, так как в результате неравномерного нагревания сосуд может лопнуть.

Большие химические стаканы с жидкостями следует поднимать только двумя руками, поддерживая одной рукой дно.

При разламывании надрезанных стеклянных трубок их нужно растягивать, а не сгибать, чтобы избежать пореза рук.

Вставляя стеклянную трубку в резиновую пробку, трубку нужно держать как можно ближе к вставляемому концу и не проталкивать ее, а ввинчивать, смочив водой, вазелином или глицерином. Конец трубки необходимо предварительно оплавить.

16. Категорически запрещается оставлять действующие приборы без наблюдения.

### ***Первая помощь при несчастных случаях.***

Нарушение правил техники безопасности приводит к несчастным случаям. При термических ожогах I степени (краснота, незначительная припухлость) обожженное место следует обтирать спиртом. При ожогах II и III степени – наложить стерильную повязку или закрыть обожженные участки чистой тканью. Обожженную конечность следует освободить от тесной одежды, так как после ожога может развиваться отек. При значительных по площади ожогах пострадавшего следует уложить.

При попадании щелочи или кислоты на кожу обожженное место нужно промывать струей воды в течение 20-30 мин, а в случае сильных поражений промывание следует вести до 1,5-2 ч (вода не должна быть очень холодной). После тщательного промывания обожженных мест водой с пострадавшим поступают так же, как и в случае термических ожогов.

При попадании щелочи или кислоты в глаз нужно промывать его длительное время большим количеством воды, направляя нерезкую струю прямо в глаз.

При ожогах фенолом пораженное место следует обрабатывать длительное время спиртом. При порезах и ссадинах края раны смазать йодом и наложить стерильную повязку.

Во всех случаях после оказания первой помощи пострадавший должен быть направлен в медпункт.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

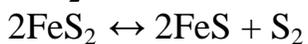
### ПРОИЗВОДСТВО СЕРНОЙ КИСЛОТЫ ОБЖИГОМ СЕРНОГО КОЛЧЕДАНА

*Цель работы – практическое изучение влияния условий обжига на скорость горения колчедана; изучение метода абсорбции сернистого газа.*

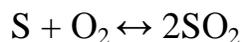
#### Характеристика процесса обжига колчедана

Основным сырьём для производства сернистого газа в настоящее время является серный колчедан. Процесс горения колчедана складывается из нескольких стадий:

1) термическое разложение  $\text{FeS}_2$

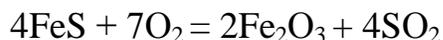


2) горение серы

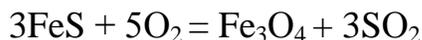


3) окисление  $\text{FeS}$ .

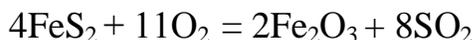
Последний процесс весьма сложен и точный механизм протекания не установлен. Суммарная реакция окисления  $\text{FeS}$  может быть выражена уравнением



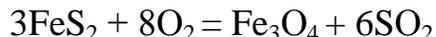
или



Горение колчедана при образовании окиси железа может быть представлено общим уравнением



и при образовании закись-окиси железа



Благоприятными условиями для образования закись-окиси железа является высокая температура, повышенное содержание сернистого ангидрида в газе и относительно большое содержание несгоревшего колчедана.

Газы, выходящие из печи, в зависимости от её конструкции и режима работы, содержат обычно 10÷14%  $\text{SO}_2$  и около 0,5%  $\text{SO}_3$ .

Содержание серного ангидрида в обжиговом газе зависит от температуры обжига, устройства печи и от продолжительности контакта обжигового газа с огарком.

Обычно выгорание серы, содержащейся в колчедане, происходит неполностью, и в огарок переходит небольшое количество неразложившегося колчедана.

Таким образом, огарок, состоящий в основном из окиси железа, может содержать  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  и  $\text{FeS}$  и ряд сульфатов соответствующих металлов, окислы которых всегда имеются в серном колчедане. В огарок переходят также сопровождающие колчедан примеси:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaSO}_4$  и др.

Скорость горения колчедана зависит от многих условий:

-содержание серы в колчедане; степень дробления; концентрация кислорода в зоне обжига; температура; интенсивность перемешивания шихты; скорость потока воздуха; отвод газообразных продуктов.

На скорость процесса горения также оказывает влияние химический и минералогический состав колчедана, его кристаллическое строение и наличие в нём различных примесей.

При обжиге колчедана часто приходится встречаться с затруднениями, вызываемыми ошлакованием горящего материала, причём скорость спекания у разных сортов колчедана разная.

### Схема установки и порядок выполнения работы

Схема лабораторной установки для обжига колчедана и получения серной кислоты представлена на рис.3.1.

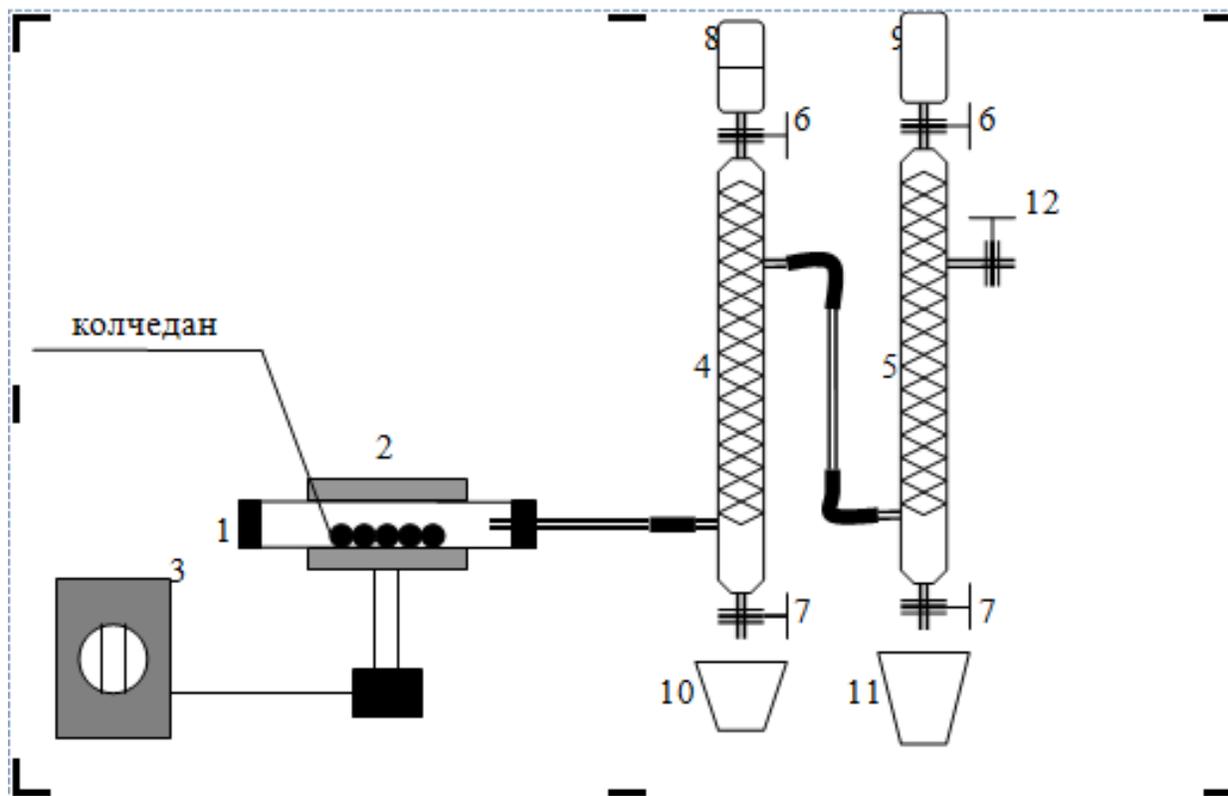


Рис.3.1. Схема лабораторной установки для обжига колчедана и получения серной кислоты.  
1 – термически устойчивая (фарфоровая или кварцевая) трубка; 2 – печь для сжигания колчедана; 3 – источник электричества; 4,5 – абсорбционные колонны;

6,7 – вентили колонн; 8 – капельная воронка с водой; 9 – капельная воронка для раствора из первой колонны; 10,11 – сливные стаканы; 12 – предохранительный клапан.

Термостойкую трубку 1, установленную в электропечи 2, заполняют колчеданом. Обжиг ведут при температуре от 800 до 1200° С. Из термостойкой трубки сернистые газы попадают в абсорбционную колонну 4, где абсорбируются водой из капельной воронки 8, при помощи вентиля 6. При этом кран 7 в первой колонне оставляют закрытым до тех пор, пока не заполнится куб абсорбционной колонны 4. Затем, закрыв вентиль 6 первой колонны, сливают образовавшийся слабый серноокислотный раствор при помощи вентиля 7 в сливной стакан 10, после чего закрывают вентиль 7 и переливают раствор в капельную воронку 9. Открыв вентиль 6 второй абсорбционной колонны 5, проводят абсорбцию при закрытом вентиле 7 второй колонны. По заполнению раствором куба второй абсорбционной колонны, закрывают вентиль 6 и, открыв вентиль 7, сливают раствор в сливной стакан 11. Затем раствор снова переливают в капельную воронку 8 и повторно проводят процесс. Для достижения лучшего эффекта процесс рекомендуется повторять как можно дольше. Получившуюся кислоту проверяют универсальным индикатором.

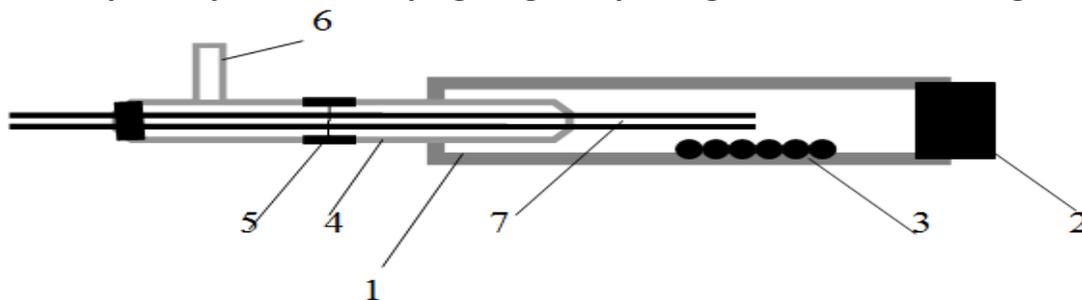


Рис.3.2. Печь для сжигания колчедана.

1 – термостойкая трубка; 2 – пробка; 3 – навеска колчедана; 4 – трубка для подвода воздуха; 5 – муфта; 6 – тройник; 7 – трубка для отвода газа.

**На рисунке 3.2. приведена схема печи для сжигания колчедана.**

В том случае, если ток газа из трубки в первую колонну при выполнении работы достаточно сильный, кран предохранительного клапана 12 всегда остаётся закрытым. Если ток газа недостаточен, то рекомендуется установить к тройнику 6 (рис.3.2.) газометр и на протяжении всего процесса регулировать давление в колоннах при помощи предохранительного клапана 12 (рис.3.1.). В этом случае рекомендуется поставить разделительный клапан в виде вентиля между колоннами.

**Оформление результатов работы:**  
**зарисовать установку для получения серной кислоты и печь для сжигания колчедана, описать выполненную работу.**

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

### АНАЛИЗ ТЕХНИЧЕСКОЙ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

**Цель работы:** изучить основные лабораторные методы анализа технической серной кислоты. Практически определить содержание моногидрата в технической серной кислоте ареометрическим методом и методом титрования.

**Оборудование:** установка для титрования, стеклянные бюксы, мерные колбы ёмкостью 250 см<sup>3</sup>, воронки химические, пипетки на 5 см<sup>3</sup> и 50 см<sup>3</sup>, конические колбы на 250 см<sup>3</sup>, мерный цилиндр на 100 см<sup>3</sup>, термометр, набор ареометров, весы аналитические.

**Реактивы:** серная кислота техническая ( $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$ ); гидроксид натрия (0,5н.); индикатор метиловый оранжевый; вода дистиллированная.

Технической серной кислотой называют купоросное масло, олеум, башенную кислоту и серную кислоту, получаемую при регенерации отработанных кислот в процессах нитрования и концентрирования разбавленной серной кислоты. В настоящее время выпускается контактная, башенная и регенерированная серная кислота.

Контактная серная кислота получается контактным способом, сущность которого состоит в том, что окисление оксида серы (IV) в оксид серы (VI) реализуется на твёрдом катализаторе.

Контактная серная кислота выпускается в виде технической, технической улучшенной и олеума.

Башенная кислота получается нитрозным способом, сущность которого заключается в том, что окисление SO<sub>2</sub> в SO<sub>3</sub> осуществляется с помощью нитрозы, а переносчиком кислорода являются оксиды азота.

Такая кислота получается меньшей концентрации (около 74 %), она загрязнена оксидами азота.

Регенерированная серная кислота получается из отработанной кислоты других производств (как правило, органических). Способ окисления SO<sub>2</sub> в SO<sub>3</sub> может быть как контактным, так и нитрозным.

Отдельные сорта серной кислоты различаются по содержанию в ней безводной кислоты (моногидрата), свободного оксида серы (VI) (в олеуме),

оксидов азота в пересчёте на  $N_2O_3$ , нерастворимых примесей, примесей железа и нитросоединений (в регенерированной кислоте).

В соответствии с ГОСТ 2184-77 серная кислота должна удовлетворять определённым техническим требованиям (табл. 6).

В зимний период заводы-изготовители обязаны отгружать башенную кислоту, содержащую в среднем 74-75 %  $H_2SO_4$ , а контактную и регенерированную кислоту с содержанием не более 94%  $H_2SO_4$ , олеум с содержанием свободного  $SO_3$  не более 22%, что обусловлено температурами кристаллизации растворов серной кислоты. В соответствии с ГОСТ 2184-77 серная кислота должна удовлетворять определённым техническим требованиям (табл. 6). В зимний период заводы-изготовители обязаны отгружать башенную кислоту, содержащую в среднем 74-75 %  $H_2SO_4$ , а контактную и регенерированную кислоту с содержанием не более 94%  $H_2SO_4$ , олеум с содержанием свободного  $SO$  не более 22%, что обусловлено температурами кристаллизации растворов серной кислоты.

Таблица 6 - Требования к серной кислоте по ГОСТ 2184-77

Показатели	Контактная			Башенная	Регенерированная
	техническая	улучшенная	олеум		
Содержание, %, не менее: - $H_2SO_4$ - свободный $SO_3$	92,5	92,5-94,0	18,5	75,0	91,0
Примеси, %, не более: - оксиды азота (в пересчёте на $N_2O_3$ ) - прокалённый остаток - железо - мышьяк - хлор		0,0001 0,02 0,006 0,00008 0,001	0,0001 0,02	0,03	0,01 0,2
Цветность, $см^3$ раствора сравнения, не более	6	1			

#### **Порядок выполнения работы.**

**Опыт 1.** Определение массовой доли  $H_2SO_4$  в технической серной кислоте титрованием раствором щёлочи. В мерную колбу ёмкостью  $250\text{ см}^3$  налейте примерно  $150\text{ см}^3$  воды. В предварительно взвешенном сухом стеклянном бюксе взвесьте на

аналитических весах около 5г испытуемой кислоты и количественно перенесите навеску в мерную колбу с водой. Раствор охладите до  $20^\circ\text{C}$ , затем доведите объём раствора водой до метки. Тщательно перемешайте содержимое колбы.

Из колбы отберите пипеткой 50 см<sup>3</sup> раствора (объём аликвоты), перенесите в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавьте несколько капель метилового оранжевого и титруйте 0,5н. раствором гидроксида натрия до перехода розовой окраски в жёлтую.

*Результаты эксперимента записывается в таблице 7.*

Навеска кислоты m, г	Объём аликвоты V <sub>ал</sub> , дм <sup>3</sup>	Объём мер- ной колбы V <sub>кол</sub> , дм <sup>3</sup>	Результаты титрования	
			C эк(NaOH) моль/дм <sup>3</sup>	V(NaOH), дм <sup>3</sup>

**Обработка результатов:** Содержание серной кислоты в исследуемом растворе рассчитайте, используя закон эквивалентов. При взаимодействии количество эквивалентов кислоты (n<sub>эк(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</sub>) равно количеству эквивалентов щёлочи (n<sub>эк(NaOH)</sub>):

$$n_{\text{эк(H}_2\text{SO}_4)} = n_{\text{эк(NaOH)}} = C_{\text{эк(NaOH)}} \cdot V_{\text{(NaOH)}}$$

Учитывая, что результаты титрования относятся к аликвотной части раствора, пересчитывают V<sub>(NaOH)</sub> на весь объём анализируемой кислоты и определяют массу кислоты в навеске (m<sub>(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</sub>):

$$m_{\text{(H}_2\text{SO}_4)} = M_{\text{эк(H}_2\text{SO}_4)} \cdot n_{\text{эк(H}_2\text{SO}_4)}$$

$$m_{\text{(H}_2\text{SO}_4)} = (M_{\text{эк(H}_2\text{SO}_4)} \cdot C_{\text{эк(NaOH)}} \cdot V_{\text{(NaOH)}} \cdot V_{\text{кол}}) / V_{\text{ал}}$$

Массовая доля серной кислоты ω<sub>(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</sub> (% (масс.)) в исследуемом растворе:

$$\omega_{\text{(H}_2\text{SO}_4)} = (m_{\text{(H}_2\text{SO}_4)} / m) \cdot 100$$

$$\omega_{\text{(H}_2\text{SO}_4)} = ((M_{\text{эк(H}_2\text{SO}_4)} \cdot C_{\text{эк(NaOH)}} \cdot V_{\text{(NaOH)}} \cdot V_{\text{кол}}) / (V_{\text{ал}} \cdot m)) \cdot 100$$

где M<sub>эк(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</sub>- молярная масса эквивалентов серной кислоты, г/моль;  
M<sub>эк(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</sub> = 49 г/моль;

C<sub>эк(NaOH)</sub>- эквивалентная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм<sup>3</sup>;

V<sub>(NaOH)</sub>- объём раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование, дм<sup>3</sup>;

V<sub>кол</sub>- объём мерной колбы, дм<sup>3</sup>;

V<sub>ал</sub>- объём аликвоты, дм<sup>3</sup>;

m - навеска исследуемой кислоты, г.

**Опыт 2.** *Определение массовой доли H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> в технической серной кислоте по плотности раствора.* В мерный цилиндр налейте около 100 см<sup>3</sup> исследуемого

раствора кислоты. Измерьте температуру раствора. Если температура отличается от 20°C, поместите цилиндр в высокий стакан с теплой или холодной водой и, помешивая стеклянной палочкой, доведите раствор до нужной температуры.

Чистый, насухо вытертый ареометр опустите в цилиндр с исследуемым раствором так, чтобы он не касался стенок сосуда. Сначала опустите ареометр, шкала которого имеет наименьшее значение плотности. Если его шкала не погрузится в раствор, то ареометр выньте, промойте водой, просушите фильтровальной бумагой и поставьте на место. Замените его следующим из набора и повторите измерения, добиваясь, чтобы уровень жидкости в цилиндре установился в пределах шкалы ареометра.

Деление шкалы ареометра, совпадающее с нижним краем мениска жидкости, соответствует плотности раствора. Повторите опыт еще 2 раза.

Для этого, приподняв ареометр на 1-2 см, опустите его и снова снимите показания. Результаты занесите в таблицу 8.

№ опыта	Плотность раствора, г/см <sup>3</sup>	Температура раствора, °С
1		
2		
3		

### **Обработка результатов**

Рассчитайте среднее арифметическое трех измерений. По таблице (прил. 1) найдите массовую долю кислоты, соответствующую среднему значению плотности. Если найденная плотность находится между двумя значениями в таблице, то массовую долю кислоты вычислите интерполяцией.

Для расчёта массовой доли серной кислоты  $\omega_{(H_2SO_4)}$  (% (масс.)) в исследуемом растворе воспользуйтесь одной из формул:

$$\omega = \omega_1 + (\omega_2 - \omega_1) \cdot ((\rho - \rho_1) / (\rho_2 - \rho_1))$$

или

$$\omega = \omega_2 - (\omega_2 - \omega_1) \cdot ((\rho_2 - \rho) / (\rho_2 - \rho_1))$$

где  $\rho$ ,  $\rho_1$  и  $\rho_2$  - измеренное значение, ближайшие наименьшее и наибольшее табличные значения плотности, г/см<sup>3</sup>;  $\rho_1 < \rho < \rho_2$ ;

$\omega$ ,  $\omega_1$  и  $\omega_2$  - массовая доля раствора, соответствующая указанным выше значениям плотности, % (масс.);  $\omega_1 < \omega < \omega_2$ .

***По результатам выполненных опытов сделайте вывод о содержании моногидрата в анализируемой технической серной кислоте.***

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИДОВ АЗОТА В СОСТАВЕ НИТРОЗНЫХ ГАЗОВ

*Цель работы* –практическое изучение методов определения оксидов азота в составе нитрозы.

*Методы определения оксидов азота в составе нитрозы.*

Существуют перманганометрический, нитрометрический методы и метод измерения объёма газа.

Перманганометрический метод очень прост и поэтому широко распространён. Но результаты титрования раствора нитрозы перманганатом калия  $\text{KMnO}_4$ , верны в том случае если нет потерь.

Метод титрования 0,5н –ным раствором  $\text{KMnO}_4$  не всегда верен, поэтому этот метод используют при качественном анализе. Это состояние можно объяснить следующим образом: в результате уменьшения концентрации  $\text{KMnO}_4$  в процессе титрования, замедляется процесс окисления оксидов азота и некоторая часть их не входит в реакцию с остатками  $\text{KMnO}_4$  и улетучивается.

#### **Перманганометрический метод определения $\text{N}_2\text{O}_3$ .**

При взаимодействии  $\text{N}_2\text{O}_3$  в растворённом виде или  $\text{HNO}_2$  или  $\text{NOHSO}_4$  с  $\text{KMnO}_4$  в кислотной среде наблюдается окисление оксидов азота до азотной кислоты:



или



#### ***Порядок выполнения работы.***

*Метод Бескова и Слизковского.* Отбираем 1-1,5 гр пробы нитрозы в 3-5  $\text{см}^3$  –ую специальную пробирку. Пробирка с пробой опускается в 250-300  $\text{см}^3$  –ую стеклянную банку, в которую заранее наливается определённое количество 0,1 Н раствора  $\text{KMnO}_4$  и разбавляется 100  $\text{см}^3$  воды, затем плотно закрываем банку пробкой. Необходимо взять лишнее количество  $\text{KMnO}_4$ , например, берём 25  $\text{см}^3$  0,1н раствора  $\text{KMnO}_4$  на одну пробу нитрозы содержащую 6% оксидов азота (в пересчёте на  $\text{HNO}_3$ ). После того как положим пробирку в банку, плотно закрываем её и хорошенько перемешиваем раствор. Обычно переход окраски раствора от красного цвета до бесцветного определить сложно, а определение перехода окраски от бесцветного до красного легче. Поэтому в раствор добавляется лишнее количество соли Мора, а лишнее его количество титруем

0,1н ым раствором  $\text{KMnO}_4$ . Процентное содержание  $\text{N}_2\text{O}_3$  в кислоте определяется по следующей формуле:

$$X_{\text{N}_2\text{O}_3} = \frac{0,0019 \cdot (a - b) \cdot 100}{g}$$

Или при расчёте  $\text{HNO}_3$ :

$$X_{\text{HNO}_3} = \frac{0,00315 \cdot (a - b) \cdot 100}{g}$$

Здесь:

$0,0019$  – количество  $\text{N}_2\text{O}_3$  приходящееся на  $1 \text{ см}^3$  0,1н-ного раствора  $\text{KMnO}_4$ , г;

$a$ - общий объём истрасходованного раствора  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{см}^3$ ;

$b$ - объём 0,1н раствора соли Мора ( по  $\text{KMnO}_4$ ) хажми,  $\text{см}^3$ ;

$g$ - масса пробы, г;

$0,00315$  – количество  $\text{HNO}_3$  приходящееся на  $1 \text{ см}^3$  0,1н –ного раствора  $\text{KMnO}_4$ ,г.

*Метод обратного титрования.* В некоторых случаях, когда не требуется точное определение, можно применить метод обратного титрования.

Для того чтобы определить содержание оксидов азота надо налить  $50 \text{ см}^3$  0,5 н-ного раствора  $\text{KMnO}_4$  в коническую колбу объёмом  $500 \text{ см}^3$  и разбавляется  $150 \text{ см}^3$  горячей дистиллированной водой. Анализируемый раствор нитрозы и раствор  $\text{KMnO}_4$  титруется до исчезновения фиолетового цвета. Количество  $\text{N}_2\text{O}_3$  определяем по следующей формуле:

$$G_{\text{N}_2\text{O}_3} = \frac{0,0095 \cdot 50 \cdot 100}{V \cdot \rho}$$

$$V = \frac{0,0095 \cdot 50 \cdot 1000}{V}$$

Здесь ,  $0,0095$  – количество  $\text{N}_2\text{O}_3$  приходящийся на  $1 \text{ см}^3$  0,1н-ного раствора  $\text{KMnO}_4$ , г;

$V$ - $0,0095$  – объём истрасходованной нитрозы на титрование  $50 \text{ см}^3$  0,5н-ного раствора  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{см}^3$ ;

Если для анализа берём не  $50 \text{ см}^3$  раствора  $\text{KMnO}_4$ , а возможно другое количество, то в таком случае внесём изменения в формулу. При анализе кислоты берём  $10 \text{ см}^3$  0,1н- ного раствора  $\text{KMnO}_4$ . Для определения количества  $\text{N}_2\text{O}_3$  в процентах измеряем плотность нитрозы ( $\rho$ ) при помощи ареометра или

взвешивая определённое количество нитрозы и подставляем в ниже приведённую формулу:

$$X_{N_2O_3} = \frac{0,0095 * 50 * 100}{V * \rho}$$

Количество азотной кислоты определяем по формуле:

$$X_{HNO_3} = \frac{0,0095 * 50 * 100 * 126}{V * \rho * 76}$$

### Контрольные вопросы:

1. Методы определения оксидов азота в нитрозе?
2. Метод Бескова и Слизковского.
3. Нитрометрический метод определения оксидов азота.
4. Перманганометрический метод определения содержания оксидов азота.
5. Метод обратного титрования для определения оксидов азота в составе нитрозы.

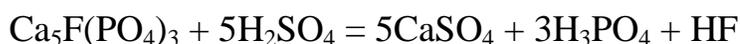
## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4 ПОЛУЧЕНИЕ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ РАЗЛОЖЕНИЕМ ФОСФАТОВ

*Цель работы – практическое изучение условий получения фосфорной кислоты экстракцией её из фосфата серной кислоты.*

### Экстракционный метод получения фосфорной кислоты.

Фосфорная кислота получается в результате полного разложения фосфатов серной кислотой или термическим способом. Она представляет собой полупродукт при производстве удобрений – фосфатов аммония, двойного суперфосфата, преципитата и других, - а также солей, потребляемых многими отраслями промышленности: пищевой, сахарной, керамической, стекольной, текстильной и др. Эти продукты получают преимущественно путём нейтрализации фосфорной кислоты раствором щелочи или при разложении ею исходных природных фосфатов.

Полное разложение апатита серной кислотой (при нагревании) можно представить уравнением:



При этом разлагаются и другие минералы, входящие в состав сырья.

Кроме того, протекают и побочные реакции, которые приводят, в частности, к образованию четырёхфтористого кремния и кремнефтористоводородной кислоты.

Вредными примесями, обуславливающими потери  $P_2O_5$ , являются полуторные окислы.

В зависимости от температуры и концентрации кислоты сульфат кальция выделяется в виде дигидрата ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ), полугидрата ( $CaSO_4 \cdot 0,5H_2O$ ) или ангидрида ( $CaSO_4$ ). Наиболее распространён дигидратный процесс, осуществляемый при  $70 \div 80^\circ C$  с получением кислоты концентрацией  $25 \div 32\% P_2O_5$ .

На практике, для разложения фосфата применяют серную кислоту, разбавленную раствором фосфорной кислоты («раствор разбавления»). Образующийся осадок сульфата кальция (гипс) должен быть получен в виде однородных крупнокристаллических частиц, которые можно было бы легко отфильтровать от фосфорной кислоты и хорошо промыть большим количеством воды.

Продолжительность и технологический режим процесса экстракции определяются в основном условиями кристаллизации гипса, так как скорость самого разложения фосфатов достаточно велика. Время, необходимое для разложения фосфата, зависит от сорта сырья и колеблется в пределах  $4 \div 8$  часов. Оптимальной температурой для образования крупных кристаллов гипса является  $75 \div 80^\circ C$ . При этих условиях гипс имеет наибольшую растворимость в фосфорной кислоте, вследствие чего уменьшается степень пресыщения раствора гипсом и улучшаются условия кристаллизации. Процесс можно осуществить и по так называемым полугидратному и ангидритному режимам. В этих случаях для образования кристаллов полугидрата и ангидрита поддерживают более высокую температуру – до  $105^\circ C$ .

Форма и размеры кристаллов гипса зависят также от концентрации в растворе ионов кальция и серной кислоты. Для получения крупнокристаллического однородного осадка необходимо поддерживать в растворе концентрацию  $SO_3$  равной  $1 \div 2\%$ , а концентрацию  $CaO$  равной  $0,35 \div 0,75\%$ . Поэтому концентрация серной кислоты на первой стадии разложения (в первом экстракторе) поддерживается в пределах  $20$  г/л, а на следующих стадиях, когда происходит разложение фосфата, от  $10$  г/л и меньше.

Оптимальные условия кристаллизации и отмывки гипса, а также необходимость разбавления серной кислоты раствором фосфорной кислоты делают предпочтительным использование серной кислоты концентрации  $75\% H_2SO_4$ . Применение более концентрированной кислоты позволяет несколько

уменьшить потери фосфорной кислоты с фосфогипсом, но не отражается на концентрации получаемой кислоты.

### Порядок выполнения работы

Разложение фосфата с образованием фосфорной кислоты проводят в фарфоровом стакане ёмкостью 1÷2 л, установленном в вытяжном шкафу. В стакан помещают мешалку и устанавливают в вытяжном шкафу. В стакан помещают мешалку и устанавливают его в баню или на электрическую плитку для подогрева до требуемой температуры. Подогрев можно также осуществлять при помощи песчаной бани с обмоткой, включаемой в сеть электрического тока.

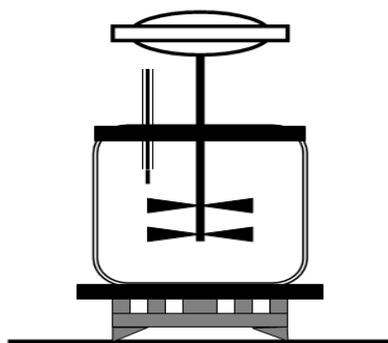


Рис.1.1. Прибор для получения экстракционной фосфорной кислоты.

Опыт проводят в условиях периодической экстракции или в условиях, имитирующих непрерывную экстракцию. Периодическую экстракцию проводят при одновременной загрузке в стакан всех реагентов и перемешивании их в течение заданного времени. Полученную пульпу в конце процесса отфильтровывают. «Непрерывную» экстракцию ведут при постепенной или порционной подаче фосфата, серной и разбавленной фосфорной кислот с отводом или отбором пульпы в процессе опыта.

Берут в фарфоровую чашку 100÷200 г. фосфата (фосфорита или апатита) известного химического или гранулометрического состава. Затем готовят в отдельных фарфоровых стаканах требуемые количества серной кислоты (75%  $H_2SO_4$ ) и раствора разбавления. Норму серной кислоты, т.е. количество серной кислоты (в моногидрате), необходимое для разложения 100 весовых частей фосфата, берут для сырья высокого качества (например – апатитового концентрата) в пределах 95÷100% от стехиометрического количества, рассчитанного по содержанию в фосфате CaO. Для сырья, содержащего большое количество полуторных окислов, применяют повышенную норму (110÷115% от стехиометрического количества).

Расход 75%-ной серной кислоты  $S$  (в  $см^3$ ) определяют по формуле:

$$S=(a98 \cdot 100)/(56 \cdot 75p)$$

где  $a$  – содержание CaO в фосфате, вес. %;

$\rho$  – плотность 75%-ного раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$  при комнатной температуре, г/см<sup>3</sup>.

В качестве раствора разбавления берут разбавленную фосфорную кислоту с содержанием 16÷17%  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Количество раствора разбавления  $W$  на 100 г. фосфата рассчитывают по формуле:

$$W = F - (100 + S - G)$$

где  $S$  – расход серной кислоты в натуре, г/100г. фосфата;

$G$  – количество газообразных потерь – воды, двуокиси углерода и фтора, г.;

$F$  – весовой выход продукционной пульпы, г/100г. фосфата.

Весовой выход пульпы определяют по формуле:

$$F = 100\Gamma(n + 1)$$

где  $\Gamma$  – гипсовое число или выход сухого фосфогипса из единицы фосфата (в расчёте по содержанию  $\text{CaO}$  в фосфате); для апатитового концентрата  $\Gamma = 1,6$ ; для фосфоритов  $\Gamma = 1,3$ ;

$n$  – заданное отношение Ж/Т в пульпе (в пределах 2/1÷4/1 и больше).

Растворы серной и фосфорной кислот готовят с некоторым избытком по сравнению с рассчитанными количествами. Определяют плотность раствора разбавления ареометром. Затем отмеряют при помощи цилиндра необходимое количество раствора разбавления, наливают его в стакан с мешалкой, включают мешалку и подогрев. Когда температура раствора достигнет 50° С, всыпают в стакан при работающей мешалке навеску фосфата. После этого постепенно и медленно вводят в стакан отмеренное количество серной кислоты. В дальнейшем пульпу перемешивают при температуре 75÷80° С.

Разложение фосфата ведут в течение 2÷4 часов, отбирая каждые полчаса пробу пульпы в количестве 5 см<sup>3</sup>. Пробу отфильтровывают, осадок промывают водой (до нейтральной реакции). Фильтрат и промывную воду собирают в мерную колбу. Затем разбавляют раствор в мерной колбе до 250 см<sup>3</sup>; 25 см<sup>3</sup> разбавленного раствора титруют 0,1 Н раствором  $\text{NaOH}$ . В результате этого определяют содержание свободной фосфорной кислоты в пульпе и избыток или недостаток серной кислоты.

По окончании опыта пульпу фильтруют. Полученный фильтрат, представляющий собой основной продукт, переносят в мерный цилиндр и измеряют его объём, а также определяют плотность раствора при помощи ареометра.

Для определения водорастворимой  $\text{P}_2\text{O}_5$  в фосфогипсе 10 г. осадка взбалтывают с водой в мерной колбе ёмкостью 500 см<sup>3</sup>, а затем фильтруют. 50 см<sup>3</sup> фильтрата оттитровывают 0,1 Н раствором  $\text{NaOH}$ .

Коэффициент разложения фосфата  $K_{\text{разл}}$  определяют по формуле:

$$K_{\text{разл}} = 0,7 \cdot 100 / (\text{CaO} / \text{SO}_3)$$

где 0,7 – теоретическое весовое соотношение CaO и SO<sub>3</sub> в гипсе.  
Коэффициент извлечения P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в раствор определяют по формуле:

$$K_{\text{извл}} = 100 - \{ ([\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ}}] - [\text{P}_2\text{O}_{5\text{водор}}]) G_{\text{Г}} \cdot 100 \} / [\text{P}_2\text{O}_{5\text{фосф}}]$$

где [P<sub>2</sub>O<sub>5общ</sub>], [P<sub>2</sub>O<sub>5водор</sub>], [P<sub>2</sub>O<sub>5фосф</sub>] – содержание общей и водорастворимой P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> во влажном или сухом фосфогипсе и P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в фосфате, вес.%;

G<sub>Г</sub> - количество полученного осадка на единицу фосфата, г.

Коэффициент технологического выхода K<sub>вых</sub> (в %), характеризующий степень перехода P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> из исходного фосфата в фосфорную кислоту, определяют по формуле:

$$K_{\text{вых}} = (K_{\text{извл}} \cdot K_{\text{эф. отм.}}) / 100$$

где K<sub>эф. отм.</sub> – коэффициент эффективности отмывки фосфогипса, определяемый по формуле:

$$K_{\text{эф. отм.}} = 100 - ([\text{P}_2\text{O}_{5\text{водор}}] G_{\text{Г}} \cdot 100) / ([\text{P}_2\text{O}_{5\text{фосф}}] \cdot K_{\text{извл}})$$

Концентрацию в производственной фосфорной кислоте (в %) вычисляют в виде отношения весового количества P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, перешедшего в производственную фосфорную кислоту, к количеству ее, полученному из 100 вес. ч. сухого фосфата:

$$[\text{P}_2\text{O}_{5\text{прод}}] = 100R / B;$$

или

$$[\text{P}_2\text{O}_{5\text{прод}}] = ([\text{P}_2\text{O}_{5\text{фосф}}] \cdot \{ (K_{\text{извл}} \cdot K_{\text{эф. отм.}}) / 100 \}) / [100 + S + W_{\text{пром.в.}} - (\Gamma + H + G)]$$

где R – весовое количество P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, перешедшее из 100 вес. ч. исходного фосфата в производственную кислоту;

B – весовое количество производственной фосфорной кислоты, полученной из 100 вес. ч. фосфата;

S – весовое количество серной кислоты, г/100г фосфата;

W<sub>пром.в.</sub> – количество воды, израсходованное для промывки фосфогипса на 100 вес. ч. фосфата;

Г – гипсовое число;

H – весовое содержание воды в промытом фосфогипсе, полученном из 100 вес. ч. фосфата;

G – весовое содержание газообразных веществ, выделяющихся при экстракции 100 вес. ч. фосфата. Оно определяется по разности веса материалов до и после опыта с учётом веса отбираемых проб для анализа.

**Полученные результаты представляют в следующем виде:**

**1. Состав исходного \_\_\_\_\_ фосфата (в %)**  
(название фосфата)

CaO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	R <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CO <sub>2</sub>	F	SiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>

**2. Технологические показатели процесса получения экстракционной фосфорной кислоты из \_\_\_\_\_**  
(название фосфата)

Навеска фосфата, г	Норма H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		Раствор разбавления		Промывная Вода		K <sub>извл</sub>	K <sub>эф. отм.</sub> , %	Технологический выход, %	Содержание P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> в кислоте	
	в % от стехиометрического количества	вес. ч. на 100 вес. ч. фосфата	количество г.	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	Количество, г.	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %				Расчётное	по анализу

**3. Состав экстракционной фосфорной кислоты (в %), полученной из \_\_\_\_\_**  
(название фосфата)

P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	(SO <sub>3</sub> / P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) · 100

**Оформление результатов работы:**

*описать выполненную работу, привести вычисления по цифровым данным опыта, заполнить таблицы.*

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5  
АНАЛИЗ СЫРОГО РАССОЛА ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ЕДКОГО НАТРА**

*Цель работы – практическое изучение известково-содового метода очистки рассола поваренной соли для производства соды.*

### ***Необходимые приборы и реактивы:***

0,1 н. раствор трилона Б,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 25%-ный раствор  $\text{NH}_3$ , дистиллированная вода, индикатор кислотного хрома темно-синий, бюретка, коническая колба на 250 (2 шт) мл, 1 л мерная колба, фильтровальная бумага, воронка.

### **Характеристика процесса.**

Сырой рассол содержит примеси солей кальция и магния. Если их предварительно не удалить, то при поглощении аммиака и диоксида углерода из рассола будут выпадать в осадок плохо растворимые соединения  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ,  $\text{NaCl} \cdot \text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$  и  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ , что приведет к засорению аппаратуры, трубопроводов и загрязнению готовой продукции–соды. Чтобы избежать этого, на содовых заводах сырой рассол очищают от примесей известково-содовым способом.

Для удаления солей кальция используют соду, а солей магния– известковое молоко или  $\text{NaOH}$ . При этом ионы  $\text{Ca}^{2+}$  осаждаются в виде  $\text{CaCO}_3$ , а ионы  $\text{Mg}^{2+}$  – в виде  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , растворимость которых в концентрированном рассоле (310 г/л  $\text{NaCl}$ ) и при избытке соответствующих осадителей весьма мала.

### **Трилометрический метод определения суммарного содержания ионов кальция и магния**

***Сущность метода.*** Метод основан на том, что ионы  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  образуют с индикатором эриохромом черным Т и другими комплексные соединения красной окраски, которая исчезает и превращается в синюю после связывания свободных ионов в устойчивые комплексные соединения с комплексоном– трилоном Б (этиле-диаминтетраацетат натрия).

### ***Приготовление реактивов.***

0,1 н. раствор трилона Б готовят, растворяя 18,62 г его в 300–400 мл дистиллированной воды, затем отфильтровывая раствор в мерную колбу вместимостью 1 л и разбавляя его дистиллированной водой до метки. Титр, полученного раствора проверяют в тех же условиях, что и при анализе, но используя раствор известного титра по  $\text{CaO}$ , или 0,1 н. раствор  $\text{ZnCl}_2$ , или 0,1 н. раствор  $\text{MgSO}_4$ . Для приготовления буферной смеси растворяют 67 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$  в 200–250 мл воды и отфильтровывают раствор от нерастворимых примесей в мерную колбу вместимостью 1 л. Затем добавляют в колбу 570 мл 25%-ного раствора  $\text{NH}_4\text{OH}$ , доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор индикатора кислотного хрома темно-синего готовят растворением 0,1 г индикатора в 2 мл буферного раствора и разбавлением дистиллированной водой до 20 мл. Раствор индикатора пригоден в течение не более 10 дней и должен храниться в темной склянке.

### **Порядок выполнения работы.**

В коническую колбу на 250 мл бюреткой отмеряют 10–15 мл раствора трилона Б известного титра, добавляют туда же 70–80 мл дистиллированной воды, 10 мл буферной смеси и 0,5 мл индикатора кислотного хрома темно-синего. Затем содержание колбы титруют из бюретки анализируемым раствором до перехода окраски из синей в малиновую. Титровать следует медленно при непрерывном и энергичном взбалтывании раствора. Для получения более точного результата необходимо оттитровать три параллельные пробы. В первой пробе ориентировочно устанавливают необходимый объем анализируемого раствора. В двух других пробах под конец титрования, когда расходуют последний миллилитр анализируемого раствора, добавляют его строго по каплям, взбалтывая каждый раз содержимое колбы в течение 20–30 с и проверяя окраску раствора. В эквивалентной точке окраска раствора фиолетового оттенка резко переходит в малиновую.

Суммарное содержание  $\text{CaO} + \text{MgO}$  в анализируемом веществе в расчете на оксид кальция ( $x_{\text{CaO}}$ , %) вычисляют по формуле

$$x_{\text{CaO}} = \frac{V \cdot 0,0028 \cdot 250}{ag} \cdot 100,$$

где  $V$  – объем 0,1 н. раствора трилона Б, взятый для титрования, мл; 0,0028 – масса  $\text{CaO}$ , г, эквивалентная массе трилона Б, содержащегося в 1 мл 0,1 н. раствора трилона Б;  $a$  – объем анализируемого раствора, пошедший на титрование 0,1 н. раствора трилона Б, мл;  $g$  – навеска, г.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6 ГАЗОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕКИСЛОГО ГАЗА В РАСТВОРЕ МОНОЭТАНОЛАМИНА**

**Цель работы:** *определение содержания  $\text{CO}_2$  в растворе МЭА газометрическим методом.*

Метод основан на измерении объема  $\text{CO}_2$ , выделяющегося при взаимодействии карбоната и бикарбоната с соляной кислотой.

### **Аппаратура**

*Прибор для определения  $\text{CO}_2$*

*Пипетка на 5 мл с ценой деления 0,1 мл*

*Пипетка на 10 мл*

*Барометр*

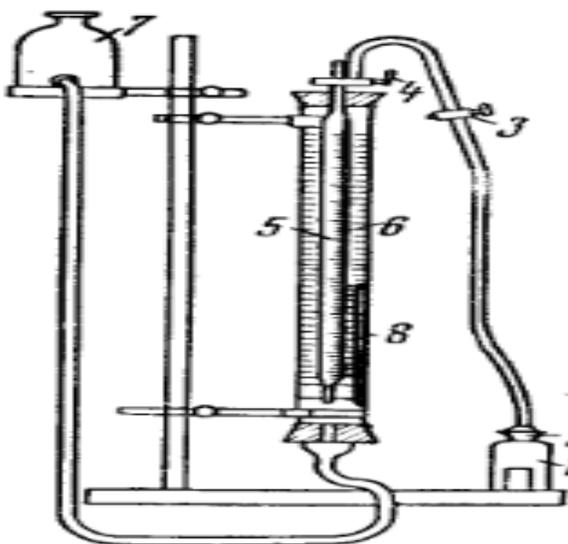
### **Реактивы**

*Соляная кислота (1:3)*

*Затворная жидкость*

*Ланолин или вазелин для смазки кранов.*

**Ход определения.** Определение углекислого газа производят в приборе, изображенном на *рис. 1*



*1-реакционный сосуд; 2-притёртая пробка; 3,4- трёхходовой кран; 5- измерительная бюретка; 6-трубка; 7- напорная склянка; 8- термометр.*

Измерительная бюретка 5 емкостью 100 мл вставлена на двух пробках в стеклянную цилиндрическую трубку 6. Вверху бюретка 5 заканчивается трехходовым краном 4, соединяющим ее либо с реакционным сосудом 1, либо с атмосферным воздухом. Нижний конец бюретки открыт и сообщается с запорной жидкостью, наполняющей цилиндрическую трубку 6, контакт жидкости с атмосферой осуществляется через одно из отверстий в верхней пробке. Средняя пробка, служащая опорой для бюретки, имеет также несколько сквозных отверстий. В одном из них укреплен термометр 8. Напорная склянка 7 соединена резиновой трубкой с цилиндрической трубкой 6. Реакционный сосуд 1 имеет вид широкогорлой банки с припаянным стаканчиком внутри и с притертой пробкой, соединенной резиновой трубкой с трехходовым краном 3 и с измерительной бюреткой.

Перед началом анализа краны смазывают, прибор проверяют на герметичность; затем в реакционный сосуд 1 наливают 1 – 5 мл испытуемого раствора, а в **припаянный стаканчик** осторожно вносят 10 мл раствора соляной кислоты (1:3). Банку плотно закрывают пробкой и прибор приводят к атмосферному давлению, для чего кран 3 открывают в атмосферу. Поднятием напорной **склянки** измерительную бюретку заполняют запорной жидкостью. Поворотом кранов 3 и 4 измерительную бюретку соединяют с реакционным сосудом.

Встряхивая реакционный сосуд, выливают содержимое стаканчика и перемешивают его с испытуемым сосудом.

После двух – трехминутного встряхивания реакционную банку ставят в сосуд с водой комнатной температуры на 3 – 5 минут. Потом при помощи напорной склянки газ в бюретке приводят к атмосферному давлению и отмечают объем выделившегося углекислого газа. Встряхивание реакционного сосуда повторяют до тех пор, пока объем газа перестанет изменяться.

При анализе записывают показание термометра  $t$  и барометрическое давление. Объем  $\text{CO}_2$  относят к 1 объему испытуемого раствора и найденный объем  $\text{CO}_2$  приводят к нормальным условиям умножением на соответствующий коэффициент по номограмме .

Номограммой пользуются следующим образом. При помощи линейки соединяют точки, соответствующие данным давлениям и температурам, и в точке пересечения их со шкалой, находящейся справа, отыскивают **искомый** переводной коэффициент и его логарифм.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №7**

### **ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МОНОЭТАНОЛАМИНА В РАСТВОРЕ**

*Цель работы: практическое изучение методов определения МЭА в растворе.*

#### **Опыт 1**

##### **Химическая посуда**

*Коническая колба емкостью 250 мл*

*Микропипетка на 1 мл*

*Бюретка на 50 мл*

##### **Реактивы**

*0,1N и 0,5 N растворы  $\text{H}_2\text{SO}_4$*

*0.1%-ный спиртовой раствор метилрота или смешанный индикатор*

##### **Порядок выполнения работы**

В коническую колбу емкостью 250 мл наливают 100 мл дистиллированной воды, из микропипетки вносят 1 мл испытуемого раствора моноэтанолamina, предварительно охлажденного до 18-20 °С. Добавляют 2 капли индикатора метилрота и титруют 0,1 N раствором серной кислоты до интенсивно розового окрашивания, затем раствор нагревают до кипения и кипятят 1 минуту.

Если проба остается розовой, то для расчета принимают полученный результат. Если же она становится после кипячения и охлаждения желтой, то

снова титруют 0,1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> до розовой окраски и берут для расчета конечные результаты титрования.

Расчет производят по формуле

$$\text{МЭА} = \frac{a \cdot H \cdot 0,0061 \cdot 100}{d} = \frac{a \cdot H \cdot 0,61}{d}, \%$$

Где  $a$  – количество миллилитров 0,1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>;

$H$  – поправка к нормальности раствора 0,1N серной кислоты;

0,0061 – количество моноэтаноламина, эквивалентное 1мл 0,1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, в г;

$d$  – удельный вес раствора моноэтаноламина.

Так как удельный вес раствора моноэтаноламина близок к единице, можно в заводских условиях не вводить поправки на удельный вес.

Если анализируют исходный неразбавленный этаноламин, то для титрования пользуются 0,5 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Для приготовления смешанного индикатора растворяют 0,125 г метилового красного в 50 мл спирта и 0,083 г метиленового голубого в 50 мл спирта, полученные растворы смешивают (1:1).

## **Опыт 2**

### **Определение содержания моноэтаноламина в присутствии соды в растворе**

Метод основан на осаждении карбоната и бикарбоната нагретым этиловым спиртом и титровании спиртового раствора моноэтаноламина 0,1 N раствором серной или соляной кислоты.

#### **Химическая посуда**

*Коническая колба емкостью 25 мл*

*Коническая колба емкостью 250 мл*

*Микропипетка на 1 мл*

*Цилиндр мерный на 10 мл*

*Воронка диаметром 5-6 см*

#### **Реактивы**

*0,1N раствор H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>*

*Смешанный индикатор*

*Фильтры плотные диаметром 9 см*

#### **Порядок выполнения работы.**

В чистую сухую коническую колбу емкостью 25 мл микропипеткой вносят 1 мл испытуемого раствора. Добавляют 10 мл 96% - ного этилового спирта. Содержимое колбы взбалтывают, закрывают, стеклянной или резиновой пробкой и оставляют в покое на 7 – 10 минут, затем раствор из колбы выливают на сухой фильтр в воронку. Фильтрат без потерь собирают в чистую коническую колбу (приемник) на 250 мл.

Когда фильтрат полностью стечет в приемник, колбу, а затем фильтр промывают 10 мл 96% -ного спирта. После полного стекания второй порции

спирта колбу и фильтр еще раз промывают 10 мл спирта. Когда фильтрование закончится, воронку встряхивают, чтобы последняя капля фильтрата упала в приемник. После этого в приемник к фильтру добавляют 70 мл дистиллированной воды, 3 капли смешанного индикатора и титруют 0,1N серной кислоты; затем записывают количество миллилитров пошедшей на титрование кислоты. Процентное содержание моноэтаноламина в растворе вычисляют по формуле

$$\% \text{ МЭА} = a * N * 0,0061 * 100 - 1,6$$

Где: а – количество миллилитров кислоты, израсходованное на титрование;

Н – поправка в нормальности раствора кислоты;

0,0061 – количество моноэтаноламина соответствующее 1 мл 0,1N кислоты, в г;

1,6 – поправка на растворимость бикарбоната натрия в 30 мл спирта.

Спирт, взятый для анализа, должен иметь крепость не менее 96 %.

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8** **ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА СЛАБОЙ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ**

**Цель работы:** *Определение количества NO<sub>3</sub> в составе слабой азотной кислоты методом титрования и определением плотности.*

#### **Определение плотности азотной кислоты.**

Плотность определяется при помощи ареометра, а концентрацию определяем по таблице.

**Выполнение работы:** 200-250 мл пробы наливаем в цилиндр. Температура кислоты измеряется при помощи термометра. Затем погружаем ареометр в цилиндр с кислотой. По полученным значениям при помощи таблицы определяем концентрацию кислоты. В таблице приведены значения кислоты при 20 °С. Если температура раствора кислоты окажется меньше 20 °С, то умноженный на разницу поправочный коэффициент отнимается от данного в таблице значения. Если же температура кислоты выше 20 °С, то умноженный на разницу прибавляется к значению найденному по таблице.

Например, плотность кислоты при 16 °С равна 1,318, а поправочный коэффициент равен 0,0011 \*(20-16) = 0,0044, тогда плотность кислоты при 20 °С будет равна 1,318-0,0044=1,314

#### **Значения поправочных коэффициентов на 1 °С:**

<b>Плотность:</b>	<b>попр. коэфф.</b>
1,240-1,250.....	0,0010
1,251-1,320.....	0,0011
1,321-1,342.....	0,0012
1,343-1,370.....	0,0013
1,371-1,406.....	0,0014

Определить  $\text{NO}_3$  в составе слабой кислоты можно также методом титрования.

**Порядок выполнения работы:**

На предварительно взвешенном бюксе при помощи аналитических весов взвешиваем 5 г азотной кислоты. Затем наливаем кислоту в 250 мл мерную колбу с 150 мл дистиллированной воды. Остатки кислоты с бюкса промываем дистиллированной водой и заливаем в ту же колбу. Наливаем в колбу дистиллированную воду до метки. Отбираем 50 мл пробы для титрования и наливаем 250 мл коническую колбу. Затем титруется 0,1 Н раствором щёлочи. В качестве индикатора используется метиловый красный.

Моногидрат в составе кислоты определяется формулой:

$$X = Y * 0,0063 * 250 * 100/g * 50$$

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА  $\text{N}_2\text{O}_4$  В СОСТАВЕ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ И ТВЁРДОГО ОСТАТКА ПОСЛЕ ОБЖИГА**

**Цель работы:** Определение количества  $\text{N}_2\text{O}_4$  в составе азотной кислоты при помощи раствора перманганата калия.

**Необходимые приборы и реактивы:**

- 150 или 200 мл коническая колба;
- прибор для титрования;
- термометр;
- электрическая плитка;
- дистиллированная вода;
- 0,1 Н раствор калия перманганата;
- разбавленная серная кислота (1:4).

**Порядок выполнения работы.**

150-200 мл коническую колбу наливаем 100 мл дистиллированной воды, 10 мл 0,1 Н раствора перманганата калия, 100 мл разбавленной серной кислоты (1:4). Нагреваем до 40 °С и титруем раствором азотной кислоты до исчезновения окраски.

Количество  $\text{N}_2\text{O}_4$  в составе слабой азотной кислоты определяется следующей формулой:

$$C_{\text{N}_2\text{O}_4} = \frac{10 * 0,0046 * 100}{V * d}, \%$$

Здесь: V- объём азотной кислоты , мл;

d- плотность азотной кислоты;

0,0046-эквивалентное количество  $\text{N}_2\text{O}_4$  (г) для 1 мл 0,1Н  $\text{KMnO}_4$

**Цель работы:** Определение количества твёрдого вещества после обжига азотной кислоты.

**Необходимые приборы и реактивы:**

- аналитические весы;
- муфельная печь;
- водяная баня;
- эксикатор;
- фарфоровая чашка;
- азотная кислота.

#### **Порядок выполнения работы.**

При помощи аналитических весов взвешиваем 100 гр. азотной кислоты налитую в фарфоровую чашку. Затем при помощи водяной бани высушиваем раствор. Высушенное вещество обжигаем в муфельной печи при 800 °С до постоянной массы. После фарфоровую чашку оставляем в эксикаторе, чтобы охладить затем взвешиваем на аналитических весах.

Количество твёрдых веществ в составе азотной кислоты определяем по следующей формуле:

$$C = \frac{m_1 \cdot 100}{m} * 100 \%$$

Здесь:

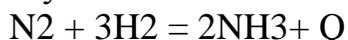
$m_1$ - масса вещества после обжига;

$m$ - масса кислоты

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №10 АНАЛИЗ АМИАЧНО-ВОЗДУШНОЙ СМЕСИ.**

**Цель работы:** Изучение способов определения аммиака в составе газа.

В промышленности аммиак получают из азота и водорода:



Выход аммиака увеличивается при понижении температуры и повышении давления. Так как низкие температуры снижают скорость прямой реакции, то для ускорения процесса образования аммиака применяют катализаторы. В качестве катализатора используют восстановленное железо, активированное добавками оксидов алюминия и калия. Этот катализатор позволяет получить наибольший выход аммиака в интервале температур 723-823 К и давлений  $2 \cdot 10^8$ - $2 \cdot 10^9$  Па. В промышленности процесс проводят с большой объемной скоростью —  $30 \cdot 10^3$ -  $50 \cdot 10^3$  м<sup>3</sup>/ч и циркуляцией азото-водородной смеси, что позволяет увеличить конечный выход продукта и повышает производительность аппаратов.

**Определение содержания аммиака в газе методом поглощения** заключается в пропускании анализируемого газа через поглотительную склянку, содержащую известный объём титрованного раствора кислоты и несколько капель индикатора метилового оранжевого. При этом аммиак поглощается кислотой, а объём не поглощённого газа измеряют при помощи аспиратора.

**Работу можно выполнять в двух вариантах:**

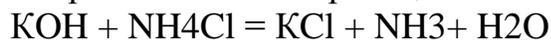
**вариант 1** - газ пропускают через поглотительную склянку с раствором кислоты до перехода розовой окраски раствора в жёлтую; в этом случае содержание аммиака в газовой смеси эквивалентно содержанию кислоты в поглотительной склянке;

**вариант 2** - пропускают строго определённый объём газа через поглотительную склянку с раствором кислоты, после чего избыточное количество кислоты оттитровывают щёлочью.

**Приборы и реактивы:** установка для получения аммиачно-воздушной смеси и определения содержания аммиака методом поглощения; установка для титрования; мерные пипетки на 25 и 100 см<sup>3</sup>; мерные цилиндры на 100 и 1000 см<sup>3</sup>; весы теххимические; барометр; термометр; секундомер, воронка для сыпучих веществ. Реактивы: гидроксид калия (крист.); хлорид аммония (насыщ. р-р); соляная кислота (20%-й р-р); соляная кислота (0,1н.); гидроксид натрия(0,1н.); метиловый оранжевый.

**Лабораторная установка:** лабораторная установка состоит из системы получения аммиачно-воздушной смеси и системы отбора пробы (см. рисунок 1).

Аммиак получают в трехгорлой колбе 1 по реакции:



Для этого в колбу 1 помещают гранулированный гидроксид калия, а из делительной воронки 2 добавляют насыщенный раствор хлорида аммония. Воздух в систему нагнетается компрессором 3 через реометр 4. Для установления режима работы системы получения аммиачно-воздушной смеси используют две поглотительные склянки 5 и 6, которые заполняют раствором кислоты.

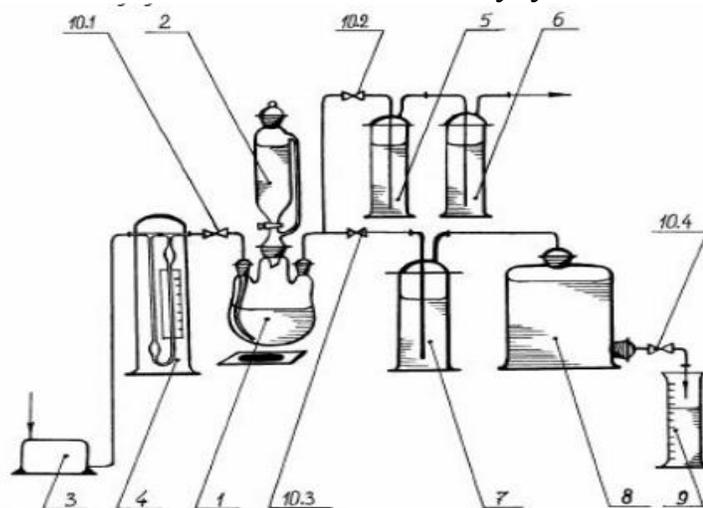
Система для отбора пробы аммиачно-воздушной смеси состоит из поглотительной склянки Дрекселя 7, заполненной титрованным раствором соляной кислоты, аспиратора 8 и мерного цилиндра 9. Отбор пробы аммиачно-воздушной смеси производят при помощи крана 10. Аммиак, содержащийся в аммиачно-воздушной смеси, поглощается раствором соляной кислоты, а воздух засасывается в аспиратор 8, и его объём определяют по количеству вытесненной воды, для чего используется мерный цилиндр 9. Кроме того, для выполнения работы необходима установка для титрования.

#### ***Порядок выполнения работы:***

К выполнению работы можно приступать только после того, как ознакомились с методическими указаниями и получили допуск к работе у преподавателя.

1. Соберите лабораторную установку для получения газовой смеси и отбора пробы для анализа (см. рисунок). Все краны в системе должны быть закрыты. Взвесьте на теххимических весах 70 г гранулированного гидроксида калия и

поместите в трехгорлую колбу 1, используя воронку для сыпучих веществ. В делительную воронку 2 налейте 100 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлорида аммония. Поглотительные склянки 5 и 6 заполните примерно на 1/3 объёма 20%-м раствором соляной кислоты. В поглотительную склянку Дрекслея 7 с помощью мерной пипетки поместите 100 см<sup>3</sup> титрованного 0,1н. раствора соляной кислоты и 2-3 капли индикатора метилового оранжевого. Аспиратор 8 заполните водой и герметично закройте пробкой. Испытайте систему получения аммиака, для чего при всех закрытых кранах откройте кран 10.2 и в колбу 1 небольшими порциями добавляйте из делительной воронки 2 насыщенный раствор хлорида аммония. В склянках 5 и 6 наблюдайте пробулькивание выделяющегося газа. Отметьте скорость выделения аммиака по количеству пузырьков, пробулькивающих в склянках за минуту.



1 - колба трёхгорлая; 2 - капельная воронка; 3 - компрессор; 4 - реометр; 5, 6 - поглотительные склянки; 7 - поглотительная склянка Дрекслея; 8 - аспиратор; 9 - мерный цилиндр; 10.1-10.4 - регулировочные краны

**Рисунок 1 - Схема лабораторной установки для получения аммиачно-воздушной смеси и определения содержания аммиака методом поглощения**

2. Для приготовления аммиачно-воздушной смеси откройте кран 10.1, включите компрессор 3 для подачи воздуха в систему и отрегулируйте подачу воздуха краном 10.1 так, чтобы можно было считать пузырьки газа в склянках 5 и 6. Отметьте количество пузырьков газа, пробулькивающих в склянках за минуту. Пропускайте газовую смесь на выхлоп через склянки в течение 2-3 минут для достижения постоянства состава смеси. Время выдержки используйте для подготовки системы к отбору пробы для анализа на содержание аммиака, для чего при закрытом кране 10.3 откройте кран 10.4 до тех пор, пока не прекратится вытекание воды из аспиратора 8, и не закрывайте до окончания отбора пробы. Воду вылейте в раковину, а пустой цилиндр поставьте для замера объёма воды при отборе пробы.

3. Отбор пробы газа на анализ начинают, медленно открывая кран 10.3 при открытом кране 10.4. Скорость подачи газовой смеси устанавливают кранами 10.3 и 10.2 по количеству пузырьков в минуту в поглотительной склянке Дрекслея 7. Если работа выполняется по варианту 1, сигналом к окончанию отбора пробы является изменение розовой окраски раствора на жёлтую в поглотительной склянке Дрекслея 7. В этот момент кран 10.3 закройте. Кран 10.4 ещё некоторое время должен быть открыт для выравнивания давления внутри аспиратора с атмосферным. Во время отбора пробы замерьте объём воды, вытекшей из аспиратора 8 от момента начала отбора пробы до прекращения её вытекания. После прекращения вытекания воды из аспиратора кран 10.4 закройте. Если работа выполняется по варианту 2, через систему пропускают определённый объём аммиачно-воздушной смеси, например 400, 500, 1000 см<sup>3</sup> и т. д., и закрывают кран 10.3. Кран 10.4 должен быть открыт до прекращения вытекания воды из аспиратора 8. В этом случае после отбора пробы и измерения объёма пропущенного воздуха содержимое поглотительной склянки сливают в коническую колбу и титруют избыток кислоты 0,1N раствором NaOH до перехода розовой окраски в желтую. Либо из поглотительной склянки Дрекслея 7 пипеткой отбирают в коническую колбу аликвотную часть раствора, например 25 см<sup>3</sup>, и также титруют 0,1N раствором гидроксида натрия до перехода розовой окраски в жёлтую.

*Вариант работы определяется преподавателем в задании.*

**Правило отбора пробы газа.** Отбор пробы можно начинать только после того, как при закрытом кране 10.3 и открытом 10.4 полностью прекратится вытекание воды из аспиратора, а заканчивать – также только тогда, когда при закрытом кране 10.3 и открытом кране 10.4 вода из аспиратора перестанет вытекать! По количеству вытекшей воды определяют объём инертной составляющей (воздух) анализируемой газовой смеси.

**Полученные экспериментальные результаты занесите в табл.1.**

Таблица 1 – Условия эксперимента

№ опыта	Условия окружающей среды			Объём				Скорость выделения пузырьков	
	P	P <sub>H2O</sub>	t	a <sub>1</sub>	a	b	V <sub>воды</sub>	υ <sub>ННЗ</sub>	υ <sub>см</sub>
	Па		°C	дм <sup>3</sup>				пузырьков, мин	
1									
2									

Здесь P и P<sub>H2O</sub> - атмосферное давление (показания барометра) и давление насыщенного водяного пара при температуре помещения (справочные данные), Па; t - температура в помещении, °C; a<sub>1</sub>- объём 0,1N раствора NaOH, пошедшего на титрование аликвотной части, дм<sup>3</sup>; a - объём 0,1N раствора

NaOH, пошедшего на титрование непрореагировавшей кислоты,  $\text{дм}^3$  (вариант 2);  $b$  - объём 0,1N раствора HCl, налитый в поглотительную склянку Дрекслея,  $\text{дм}^3$ ;  $V_{\text{воды}}$  - объём воды, вытекшей из аспиратора,  $\text{дм}^3$ ;  $v_{\text{NH}_3}$  и  $v_{\text{см}}$  - скорость подачи аммиака и аммиачно-воздушной смеси, соответственно, выраженная количеством пузырьков газа в минуту. Если выполняли работу по варианту 2 и титровали аликвотную часть раствора, то полученное количество NaOH необходимо пересчитать на весь объём анализируемого раствора HCl.

$$a = (a_1 \cdot C_{\text{NaOH}} \cdot b) / (C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{ал}})$$

где  $V_{\text{ал}}$  - объём аликвотной части раствора,  $\text{дм}^3$ .

**Обработка результатов опыта.** В склянке Дрекслея 7 аммиак взаимодействует с соляной кислотой по уравнению химической реакции



Количество аммиака в аммиачно-воздушной смеси соответствует количеству кислоты, прореагировавшей с аммиаком.

Объём аммиака  $V_{(\text{NH}_3)}$  ( $\text{дм}^3$ ) в исследуемой газовой смеси рассчитывают, используя закон эквивалентов:

$$N_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} = n_{\text{ЭК}(\text{HCl})};$$

$$V_{(\text{NH}_3)} = V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} \cdot n_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)};$$

$$\text{вариант 1: } n_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} = C_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} \cdot b;$$

$$V_{(\text{NH}_3)} = V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} \cdot C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} \cdot b;$$

$$\text{вариант 2: } n_{\text{ЭК}(\text{HCl})} = C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} \cdot b - C_{\text{ЭК}(\text{NaOH})} \cdot a$$

$$V_{(\text{NH}_3)} = V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} \cdot C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} \cdot b - C_{\text{ЭК}(\text{NaOH})} \cdot a,$$

где  $n_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)}$  - количество вещества эквивалентов аммиака, моль;

$V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)}$  - эквивалентный объём аммиака,  $\text{дм}^3/\text{моль}$ ;

$V_{\text{ЭК}(\text{NH}_3)} = 22,4 \text{ дм}^3/\text{моль}$ ;  $C_{\text{ЭК}(\text{HCl})}$  и  $C_{\text{ЭК}(\text{NaOH})}$  - эквивалентная концентрация растворов соляной кислоты и гидроксида натрия, соответственно, моль/ $\text{дм}^3$ ;  
 $C_{\text{ЭК}(\text{HCl})} = C_{\text{ЭК}(\text{NaOH})} = 0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$ .

Объём воздуха в условиях проведения опыта равен объёму вытекшей из аспиратора воды:

$$V_{\text{возд}} = V_{\text{воды}}$$

Так как объём аммиака рассчитан для нормальных условий, объём воздуха также необходимо привести к нормальным условиям

$$V_{\text{возд(н.у.)}} = (V_{\text{возд}} \cdot 273 \cdot (P - P_{\text{H}_2\text{O}})) / ((t+273) \cdot 101325)$$

Объёмную долю аммиака  $\varphi_{(\text{NH}_3)}$  в аммиачно-воздушной смеси (% (об.)) определяют по формуле

$$\varphi_{(\text{NH}_3)} = (V_{(\text{NH}_3)} / (V_{(\text{NH}_3)} + V_{\text{возд(н.у.)}})) \cdot 100$$

где  $V_{\text{возд(н.у.)}}$  - объём воздуха в аммиачно-воздушной смеси при нормальных условиях,  $\text{дм}^3$ ;  $V_{(\text{NH}_3)}$  - вычисленный объём аммиака,  $\text{дм}^3$ .

**Полученные результаты занесите в табл. 2.**

№ опыта	$C_{\text{ЭК(НСI)}}$	$C_{\text{ЭК(NaOH)}}$	$V_{\text{возд(н.у.)}}$	$V_{(\text{NH}_3)}$	$\varphi_{(\text{NH}_3)}$
	моль/ $\text{дм}^3$		$\text{дм}^3$		% (об.)
1					
2					

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ.

**Цель работы:** Определение эквивалента серной кислоты методом объёмного анализа.

**Оборудование и материалы:**

1. Раствор кислоты ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
2. Штатив.
3. Бurette.
4. Раствор щёлочи
5. колбы (100мл, 250мл)
6. Индикатор (метиловый оранжевый).
7. Мерный цилиндр.

Объёмный анализ основан на измерении объёмов растворов взаимодействующих веществ, концентрация одного из которых известна. Изменение объёма производится с помощью титрования. Титрование – это процесс постепенного прибавления одного раствора к другому до окончания реакции.

$$E_{\text{кислоты}} = (V_{\text{щёлочн}} \cdot E_{\text{щёлочн}}) / V_{\text{кислоты}}, \quad \text{где}$$

$E_{\text{кислоты}}$  - концентрация кислоты;  
 $V_{\text{щелочи}}$  - объём щёлочи расходуемый на титрование;  
 $E_{\text{щелочи}}$  – концентрация щелочи;  
 $V_{\text{кислоты}}$ - объём титруемой кислоты.

### **Выполнение работы.**

В чистую коническую колбу налить 10мл раствора кислоты ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Колбу с раствором кислоты, к которой добавляют 1-2 капли индикатора, ставят под бюретку на лист белой бумаги. В колбу из бюретки выливают небольшими порциями раствор щелочи до появления светло-розовой окраски, не исчезающей при перемешивании. Появление окраски означает, кислота полностью нейтрализована щелочью. Титрование произвести ещё 2-3 раза. Подставив полученные данные в вышеуказанную формулу определяем концентрацию кислоты ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

### **Оформление результатов работы:**

Полученные результаты записать в таблицу.

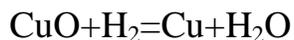
Титрование	Объем взятого раствора кислоты	Объем раствора щелочи, пошедшего на титрование	Среднее значение
1			
2			
3			

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №12 ПОЛУЧЕНИЕ ВОДОРОДА**

*Цель работы – практическое изучение процесса получения водорода в лабораторных условиях*

В природе водород не встречается в чистом виде. В основном он встречается в виде соединений. При н.у. водород является газом без цвета и запаха. А при температуре минус  $240^\circ\text{C}$  и под давлением переходит в жидкое состояние. При температуре минус  $259,2^\circ\text{C}$  начинает кипеть. При быстром выпаривании образуется твёрдый водород в виде кристаллов, которые при  $259,2^\circ\text{C}$  плавятся. При высоких температурах из многих соединений, например, из оксидов металлов вытесняет металлы присоединяя к себе кислород

Если пропустить водород через сильно нагретый оксид меди :

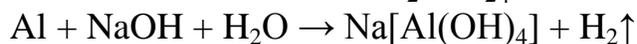
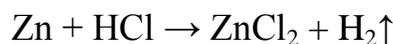


Присоединение водорода с каким либо веществом называется восстановлением или гидрогенизацией .

В промышленности водород получается двумя способами:



В лаборатории водород получается следующими реакциями:



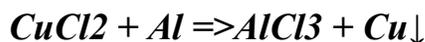
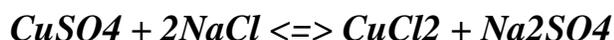
### **Опыт № 1**

**Необходимые приборы и реактивы:**

- $\text{CuSO}_4$  –сульфат меди
- $\text{NaCl}$  –поваренная соль
- $\text{H}_2\text{O}$  - воды
- $\text{Al}$  –алюминий
- Цилиндр
- 500 мл колба (2 шт)
- перчатка

### **Порядок выполнения работы**

Растворяем водой в колбах соли  $\text{CuSO}_4$  ,  $\text{NaCl}$  и наливаем полученные растворы в цилиндр. Затем в полученную смесь растворов кладём алюминий (алюминиевую фольгу). После надеваем перчатку на цилиндр и наблюдаем за её наполнением водородом. В цилиндре идут следующие реакции:

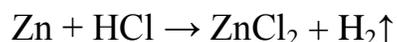


## **Опыт №2**

**Необходимые приборы и реактивы:** пробирка с отводом, резиновые пробки и шланги, стакан, стеклянные трубки, раствор соляной кислоты, заранее взвешенные кусочки цинка.

### **Порядок выполнения работы**

Надеваем шланг на отвод пробирки. На другой конец шланга закрепляем стеклянную трубку. В пробирку наливаем 15 мл 45 %ного раствора **HCl** и кладём кусок цинка. Затем закрываем пробирку резиновой пробкой. В стакан с 50 мл воды опускаем стеклянную трубку соединённую с пробиркой. После мы можем наблюдать за тем как протекает реакция. В стакане начнут выделяться пузырьки водорода



### **Оформление результатов работы:**

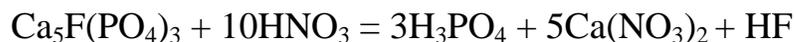
*По взятому соотношению реагирующих веществ рассчитать теоретический выход водорода.*

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №13 АЗОТНОКИСЛОЕ РАЗЛОЖЕНИЕ ФОСФАТОВ**

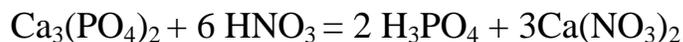
*Цель работы:* практическое изучение процесса разложения фосфатов азотной кислотой.

### **Метод переработки фосфатов азотной кислотой**

Разложение фосфатов азотной кислотой характеризуется использованием не только химической энергии кислоты, но и её составной части – азота, представляющего собой питательный элемент в удобрении. Помимо этого, при разложении фосфатов азотной кислотой не происходит кристаллизации образующихся продуктов реакции. Это облегчает осуществление технологического процесса. При полном разложении фосфатов азотной кислотой образуется гомогенный раствор фосфорной кислоты и нитрата кальция:



или



При меньшем количестве азотной кислоты разложение фосфата протекает неполностью. При этом в растворе образуется нитрат кальция, фосфорная кислота, монокальцийфосфат, а в твёрдой фазе остаётся часть неразложенного фосфата. Выделяющийся в результате взаимодействия фторапатита с азотной кислотой фтористый водород реагирует с содержащимся в фосфате кремнезёмом, образуя четырёхфтористый кремний и

кремнефтористоводородную кислоту. Другие примеси, содержащиеся в сырье, например нефелин, эгирин, соединения полуторных окислов редких земель, также реагируют с азотной кислотой, образуя соответствующие азотнокислые соли с выделением  $\text{SiO}_2$ . Скорость разложения фосфата азотной кислотой зависит от природы фосфата (его структуры и пористости), величины частиц (тонины помола), концентрации и нормы применяемой кислоты, температуры и интенсивности перемешивания. Оптимальная концентрация азотной кислоты зависит от природы фосфата и равна  $45\div 50\%$   $\text{HNO}_3$  при разложении апатитового концентрата и  $30\div 40\%$   $\text{HNO}_3$  при разложении фосфоритов Каратау. Количество взятой кислоты по отношению к фосфату (норма кислоты) влияет как на скорость, так и на полноту разложения, а также на механизм процесса. По-видимому, при недостатке кислоты по сравнению со стехиометрическими соотношениями, указанными в приведённых ниже уравнениях, процесс протекает в две стадии. Вначале вся азотная кислота используется для разложения эквивалентного количества фосфата с образованием фосфорной кислоты и нитрата кальция. Затем фосфорная кислота взаимодействует с непрореагировавшим фосфатом, образуя монокальцийфосфат. Скорость второй стадии зависит от концентрации образующегося раствора фосфорной (или исходной азотной) кислоты. Наивысшая степень и скорость разложения достигаются при использовании  $105\div 110\%$  кислоты от стехиометрического количества, рассчитанного по содержанию окиси кальция в сырье. С повышением температуры уменьшается вязкость пульпы, и улучшаются условия диффузии кислоты к поверхности фосфата. Соответственно возрастает скорость процесса. Однако осуществление процесса при температуре выше  $50\div 60^\circ \text{C}$  считают нецелесообразным вследствие усиления коррозии аппаратуры и необходимости нагревать пульпу. Длительность разложения апатитового концентрата на  $98\div 100\%$  в этих условиях составляет  $1\div 2$  часа. Скорость разложения фосфата азотной кислотой возрастает с увеличением тонины помола фосфата и интенсивности перемешивания пульпы. Фосфатное сырьё применяют обычно стандартного помола (в виде апатитового концентрата или фосфоритной муки). Процесс осуществляют при интенсивном перемешивании, достигаемом при помощи мешалки, вращающейся со скоростью  $\sim 500$  об/мин.

#### **Порядок выполнения работы**

Разложение фосфатов азотной кислотой проводят в реакционных сосудах, представляющих собой либо стаканы из тугоплавкого стекла (рис 4.1.), либо трёхгорлые стеклянные пробирки ёмкостью  $400\div 500 \text{ см}^3$ . Реакционный сосуд снабжён мешалкой, капельной воронкой и отводом для отбора проб пульпы. Для поддержания постоянной температуры процесса сосуд устанавливают в термостат, отрегулированный на требуемую температуру.

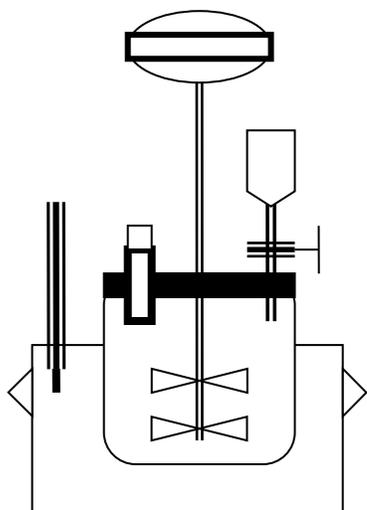


Рис. .1. Прибор для разложения апатита азотной кислотой.

нагревания до нужной температуры. За это время подготавливают апатит, кислоту и реакционный сосуд для следующего опыта или обрабатывают пульпу предыдущего опыта. После того, как кислота в реакционном сосуде нагреется до температуры термостата, в сосуд засыпают отвешенное количество апатита, одновременно включают мешалку и секундомер и проводят разложение апатита при условиях, указанных в задании.

Опыты проводят или с применением кислоты разной концентрации, или различной нормы кислоты, или при разных температурах, или при разной продолжительности процесса. В каждом случае все другие условия опытов сохраняют постоянными. Например, при исследовании степени разложения апатита в зависимости от концентрации азотной кислоты проводят 3÷5 опытов при 50° С продолжительностью каждый 15÷20 мин. с применением в различных опытах кислоты с содержанием 25, 30, 40, 50 и 55%  $\text{HNO}_3$ . При изучении изменения степени разложения фосфата во времени опыты проводят при 50° С с применением 40÷50%-ной азотной кислоты (105% стехиометрического количества) в течении 10, 30, 60, 90 и 120 мин.

По истечении заданного времени реакционный сосуд удаляют из термостата, содержимое его быстро разбавляют в 2÷3 раза дистиллированной водой и переносят на большую воронку Брюхнера (диаметром 15÷20 см.), соединенную с отсосной колбой. Фильтрацию пульпы проводят под вакуумом в течение короткого времени. Это необходимо для того, чтобы как можно быстрее отделить жидкую фазу от твёрдой и тем самым прекратить взаимодействие между кислотой и фосфатом. Последнему способствует также разбавление пульпы сразу после окончания опыта. Понижение при этом температуры пульпы и уменьшение концентрации кислоты приводит к существенному замедлению реакции. Практически можно пренебречь дополнительным

Для проведения опыта берут в чашку 50 г. фосфата известного состава и отмеряют в мерный цилиндр потребное количество азотной кислоты заданной концентрации. Количество кислоты устанавливают для апатитового концентрата из расчёта на содержащуюся в нём окись кальция, а для фосфата – с учётом содержания в нём также окиси магния и полторных окислов. Отмеренное количество кислоты наливают в реакционный сосуд и выдерживают её в термостате в течение 15÷20 мин. при включенной мешалке для

протеканием реакции в процессе разделения пульпы, если фильтрацию заканчивать в течении 15÷20 сек. По окончании фильтрации оставшийся на фильтре осадок промывают тёплой водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. После этого фильтрат (разбавленный промывными водами) переносят в мерную колбу ёмкостью 500 или 1000 см<sup>3</sup> (в зависимости от взятой навески апатита и количества промывных вод). Раствор в колбе доводят водой до метки. Затем отбирают из колбы 2÷3 пробы раствора по 25÷30 см<sup>3</sup> для определения содержания HNO<sub>3</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, и CaO титрованием. По полученным данным вычисляют степень разложения апатита (в %) K<sub>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></sub> по P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и K<sub>CaO</sub> по окиси кальция следующим образом:

$$K_{P_2O_5} = [G_{P_2O_5} \cdot V] / (0,01 \cdot B \cdot g \cdot 1000) \cdot 100$$

где G<sub>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></sub> – содержание P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в полученном растворе, г/л;  
 V – объём раствора (фильтрата и промывных вод), см<sup>3</sup>;  
 B – содержание P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в исходном фосфате, %;  
 g – навеска фосфата, взятая для опыта, г;

$$K_{CaO} = [(G_{CaO} \cdot V) / (0,01C \cdot g \cdot 1000)] \cdot 100$$

где G<sub>CaO</sub> – содержание CaO в полученном растворе, г/л;  
 C – содержание CaO в исходном фосфате, %.

Аналогичным способом проводят опыты по определению влияния температуры или нормы кислоты на степень и скорость разложения сырья.

Полученные результаты оформляют в виде таблиц:

### 1. Условия опыта

№	Навеска фосфата, г	Состав фосфата, %				Азотная кислота				t, °С	Длительность опыта, мин.
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	MgO	R <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Кол-во, см <sup>3</sup>	% HNO <sub>3</sub>	плотность, г/см <sup>3</sup>	норма на 100 г. фосфата, г		

### 2. Результаты опытов

№	Получено азотнокислотной вытяжки, см <sup>3</sup>	Состав раствора, г/л			Перешло в раствор, г			HNO <sub>3</sub> / H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Степень разложения, %	
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	HNO <sub>3</sub>	CaO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	HNO <sub>3</sub>	CaO		K <sub>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></sub>	K <sub>CaO</sub>

**Оформление результатов работы:**  
*описать выполненную работу, привести вычисления по цифровым данным опыта, заполнить таблицы.*

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 14** **АНАЛИЗ СМЕСИ СЕРНОЙ И ФОСФОРНОЙ КИСЛОТ**

*Цель работы – практическое определение массы  $H_2SO_4$  и  $H_3PO_4$  в смеси методом потенциометрического титрования.*

### **Необходимые приборы и реактивы:**

- стандартный 0,1 М раствор щелочи (NaOH или KOH);
- смесь серной и азотной кислоты;
- бюретка;
- стаканы вместимостью 100–150 мл;
- рН-метр или иономер любой марки;
- индикаторный электрод – стеклянный;
- электрод сравнения – хлоридсеребряный;
- магнитная мешалка;
- стержень магнитной мешалки.

### **Порядок выполнения работы.**

#### **Подготовка иономера и электродов к работе.**

Включить иономер и прогреть в течение 10–15 минут.  
Промыть электроды: для этого наполнить стакан дистиллированной водой, опустить в него стержень магнитной мешалки и погрузить электроды в воду на глубину не менее 1–1,5 см. Включить магнитную мешалку. Через 1–2 минуты отметить значение рН. Вынуть электроды из стакана и заменить дистиллированную воду в стакане. Повторять промывание электродов до показаний рН дистиллированной воды 5,0–5,5.

#### **Проведение титрования.**

Заполнить бюретку стандартным раствором щелочи (не забыть удалить пузырек воздуха из нижней части бюретки!).  
Получить анализируемый раствор в стакан для титрования, добавить ~70–100 мл дистиллированной воды, опустить в стакан стержень магнитной мешалки и погрузить электроды в раствор на глубину не менее 1–1,5 см. Включить магнитную мешалку.

Дождаться установления постоянного значения рН (в этот момент на границе «электрод – раствор» устанавливается равновесие) и записать значение в нижеследующую таблицу.

Затем добавить в анализируемый раствор 0,5 мл стандартного раствора щелочи из бюретки, дождаться установления постоянного значения рН и записать значение в таблицу с указанием добавленного объема титранта.

Продолжить титрование, добавляя по 0,2–0,5 мл стандартного раствора щелочи и фиксируя значение рН после добавления каждой порции титранта. Обычно время установления постоянного значения рН не превышает 1 минуты, но вблизи точек эквивалентности возможно более медленное установление равновесия, поэтому следует не спешить отмечать показания прибора, а ожидать установления постоянных значений в течение 2–3 минут.

Титрование прекращается после второго скачка, когда значение рН раствора практически не меняется или изменение небольшое и равномерное. После окончания титрования электроды промыть дистиллированной водой и погрузить в стакан с дистиллированной водой для хранения.

***Оформление результатов работы:  
описать выполненную работу***

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 15.**

### ***ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА АЗОТА В СОСТАВЕ УДОБРЕНИЯ***

***Цель работы:*** Определение концентрации азота в составе  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ .

#### ***Оборудования:***

1. Штатив
2. Плоскодонная колба
3. Электроплитка.

***Реактивы :***  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ;  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;  $\text{NaOH}$  0.5н раствор.

#### ***Порядок выполнения работы.***

В колбу кладут 1гр  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  и добавляют 3 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Содержимое колбы нагревают до интенсивного выхода  $\text{CO}$ . Затем кипятят до образования желтой окраски. После к раствору по каплям добавляют 0,5н раствор  $\text{H}_2\text{SO}_4$  до образования желтой окраски, а после добавляют по каплям 0,5н раствор  $\text{NaOH}$  до образования розовой окраски. К нейтрализованному раствору добавляют 40мл 25% формалина и 5 капель смеси индикатора. Выделившуюся кислоту титруют до розового цвета 1н раствором  $\text{NaOH}$ . Из полученных данных анализа определяем концентрацию азота.

$$x = \frac{a \cdot k \cdot 0.3003 \cdot 100 \cdot 0.4664 \cdot 100}{m(100-y)},$$

где  $a$ - количество 1н раствора NaOH;  $k$  -рабочий коэффициент титрования;  
0,3003 – концентрация 1н раствора NaOH в 1см  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ;  $m$  – масса  
 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  в гр.; 0,4664 – пересчет на азот;  $y$  – влажность, %.

***Определение влажности.***

Взяв 5гр вещества, его сушат , нагревая в бюксе при  $t = 65-70^\circ\text{C}$  2 часа. Потеря в весе есть влажность вещества, оно измеряется в %.

***Приготовление смеси индикатора.***

В 100мл  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  растворяют 0,5гр фенолфталеина и 0,5гр лималфталеина

***Оформление результатов работы.***

*Описать проведённый опыт и произвести расчёт по данной формуле.*

## ЛИТЕРАТУРА:

1. *Руководство к практическим занятиям по технологии неорганических веществ / М.Е. Позин [и др.] - Л. : Химия, 1968. - 380 с.*
2. *Атрощенко, В.И. Технология связанного азота / В.И. Атрощенко. - Киев: Высш.шк., 1985. - 327 с.*
3. *Семёнов, В.П. Производство аммиака / В.П. Семёнов. - М. : Химия, 1985. - 368 с.*
4. *Жаворонков Н.М. Справочник азотчика / Н.М. Жаворонков - М. : Химия, 1987. - 491 с.*
5. *Позин, М.Е. Технология минеральных солей / М.Е. Позин. – Л. : Химия, 1970. – Ч. 1. – 792 с.*
6. *Ахметов, Т.Г. Химическая технология неорганических веществ / Т.Г. Ахметов. – М. : Высш.шк., 2002. – 688 с.*
7. *Дыбина, П.В. Расчёты по технологии неорганических веществ / П.В. Дыбина. – М. : Высш. шк., 1987. – 523 с.*

## СОДЕРЖАНИЕ

1. Правила техники безопасности при работе в лаборатории и первая помощь при несчастных случаях.....	6
2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 <b>Производство серной кислоты обжигом серного колчедана.....</b>	<b>10</b>
3. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 <b>Анализ технической серной кислоты.....</b>	<b>13</b>
4.ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 <b>Определение оксидов азота в составе нитрозных газов.....</b>	<b>17</b>
5. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 <b>Получение экстракционной фосфорной кислоты разложением фосфатов.....</b>	<b>19</b>
6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 <b>Анализ сырого рассола при производстве едкого натра.....</b>	<b>24</b>
7. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 <b>Газометрическое определение углекислого газа в растворе моноэтаноламина.....</b>	<b>26</b>
8. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7 <b>Определение содержания моноэтаноламина в растворе.....</b>	<b>28</b>
9. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8 <b>Определение состава слабой азотной кислоты .....</b>	<b>30</b>
10. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9 <b>Определение количества <math>N_2O_4</math> в составе азотной кислоты и твёрдого остатка после обжига .....</b>	<b>31</b>
11. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №10 <b>Анализ аммиачно-воздушной смеси.....</b>	<b>32</b>
12. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 11 <b>Определение концентрации серной кислоты.....</b>	<b>37</b>
13. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 12 <b>Получение водорода.....</b>	<b>38</b>
14. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 13 <b>Азотнокислое разложение фосфатов.....</b>	<b>39</b>
15 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 14 <b>Анализ смеси серной и фосфорной кислот.....</b>	<b>43</b>
16. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 15 <b>Определение количества азота в составе удобрения.....</b>	<b>45</b>
17. ЛИТЕРАТУРА.....	47

