

Ўзбекистон Республикаси Олий ва ўрта махсус таълим вазирлиги

Наманган муҳандислик-технология институтини

«Кимёвий технология» кафедраси



«Ноорганик моддалар кимёвий технологияси»

фанидан бакалаврлар учун амалий машғулотларни бажариш
бўйича услубий қўлланма.

I – қисм

Наманган-2016 й

«Ноорганик моддалар кимёвий технологияси» фанидан амалий машғулотларни бажариш тартиби бўйича услубий қўлланма.

Тузувчи: т.ф.н. Д.Ш. Шеркузиев

Мазкур услубий қўлланмада ноорганик моддалар, яъни сульфат кислота, минерал ўғитлар ва сода ишлаб чиқариш технологияси жараёнларининг баъзи бир асосий элементлари ва аналитик назорати бўйича назарий қисм, лаборатория шароитида аниқлаш учун мўлжалланган қурилмалар ва ускуналарни умумий кўриниши, қисмлари рўйхати, лаборатория ишлари, жараёни аналитик назорати ва ҳисоботларини бажариш тартиби ҳақида маълумотлар берилган.

Мазкур услубий қўлланма Кимёвий технология таълим йўналишида таҳсил олаётган 3 курс талабалари учун мўлжалланган.

Услубий қўлланма Наманган муҳандислик-технология институти илмий-услубий қарорига биноан нашрдан чиқаришга рухсат берилган.

Тақризчилар: Наманган муҳандислик-педагогика институти доценти,
т.ф.н. Тўраев З.

«Кимёвий технология» кафедрасининг 2016 йил 24 февралдаги №7 - сонли йиғилиш баённомаси билан тасдиқланган.

«Кимё-технология» факультетининг ўқув-услубий кенгашининг 2016 йил _____ № _____-сонли баённомаси билан тасдиқланган.

Наманган муҳандислик - технология институтининг 2016 йил _____даги № _____ сонли илмий-услубий кенгаш йиғилишида тасдиқланган.

1-Мавзу: САНОАТ ГАЗЛАРИНИ ОЛТИНГУГУРТЛИ БИРИКМАЛАРИДАН ТОЗАЛАШ

- 1.1. Таркибида водород сулфиди бўлган саноат газларини тозалаш.
- 1.2. Қуруқ усул.
- 1.3. Хўл усул.
- 1.4. Циклик усул билан кучсиз ўчоқ газларини концентрациялаш

1.1. ТАРКИБИДА ВОДОРОД СУЛФИДИ БОР БЎЛГАН САНОАТ ГАЗЛАРИНИ ТОЗАЛАШ.

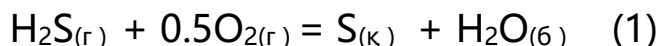
Бундай газлар таркибига табиий газ, кокс гази, йулдош газ, нефтни қайта ишлаш газлари ва хоказолар киради. Булар таркибида водород сулфид газини бўлиши мутлоқ мумкин эмас, чунки бундай газлар боғланган азот бирикмалари ишлаб чиқариш санотида қулланадиган барча катализаторларни қайтмас захарлайди. Шунинг учун, бундай газлар водород сулфид газидан тозаланиши керак. Тозалаш 2 хил:

1. Қуруқ,
2. Хўл усулга булинади.

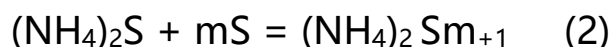
1.2. ҚУРУҚ УСУЛ

Бу усул ҳам икки турга булинади:

а) Активлаштирилган кумир иштирокида тозалаш:



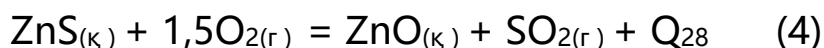
Бу ерда ҳосил булган S куп олтингугуртлик аммоний эритмаси билан экстракция қилинади, қуйидаги реакция бўйича:



б) ГИАП-10 катализатори иштирокида ютиш:



ZnS шу вақтга қадар заводларда ташландиқ сифатида ташланган. Бу эса атроф-муҳитни ифлослайди ва ишлаб чиқарилаётган боғланган азот маҳсулотларининг таннархини оширишга олиб келади. Бунинг олдини олиш учун ZnS ларни бир жойга туплаб, яъни сульфат кислота бор заводларда туплаб, уни кичик ўчоқларда қуйидаги реакция бўйича ёқиб:



Бу ZnO азот уғитлари заводларига олиб келиниб, яна қайта ишлатилиши мумкин. Ҳосил булган SO₂ дан арзон сульфат кислота олиш мумкин.

1.3. ХЎЛ УСУЛ.

У ҳам 2 турдан иборатдир;

а) Нейтраллаш ёки поташли усул:



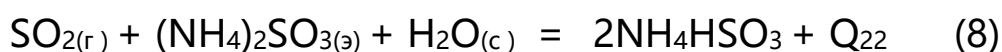
б) Оксидлаш усули, яъни тиосулфомишъякли кислотанинг натрийли тузи эритмаси билан тозалаш:



Бу реакциялар бўйича S пуфакча ҳолатида олиниб, бу пуфакчалар йиғиштирилиб, нам ҳолда олинади. Улар қуритилиб булингач, исьтемомолчига юборилади.

1.4. ЦИКЛИК УСУЛ БИЛАН КУЧСИЗ ЎЧОҚ ГАЗЛАРИНИ КОНЦЕНТРАЦИЯЛАШ.

у ерда таркибида 0,3-2,5% SO₂ гази булган чикинди газларидан SO₂ газини аммоний бисульфитнинг сувдаги эритмаси орқали қуйидаги реакция бўйича:



юқори бўлмаган температураларда абсорбциялаб, ҳосил бўлган эритмани юқори температурада десорбциялаб, деярли 100% га яқин, юқори концентраланган SO₂ гази олинади.

Бу эритма SO₂ гази билан кучсиз бирикма бермоғи керак.

SO₂га нисбатан ютиш қобилияти юқори булмоғи керак.

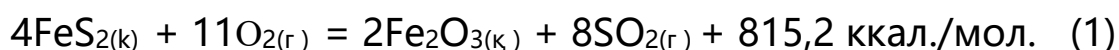
Бу ҳосил булган бирикма кимёвий жихатдан газ таркибидаги аралашмаларга инерт булмоғи керак.

Ҳосил булган бирикма температуранинг оз миқдорда узгаришидан парчаланиб кетиши керак.

Охирги вақтда аммоний сулфити эритмаси ўрнига аммофос пулпасини ишлатиш мумкинлиги маълум бўлди. Бу катта аҳамият касб этди. Бу эритма ундан ташқари, яна арзон бўлиши керак.

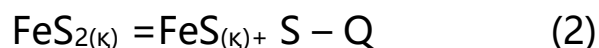
2-Мавзу: ТЕМИР СУЛФИДИ ВА БОШҚА ОЛТИНГУГУРТЛИ ХОМ АШЁЛАРНИ ЁҚИШНИНГ ФИЗИК КИМЁВИЙ АСОСЛАРИ.

Хозирги вақтда МДҲ давлатларида, Африкада сульфат кислота ишлаб чиқариш учун асосий хомашё темир сульфидидир. Шу муносабат билан темир сульфиди ёқишнинг айрим физик – кимёвий асослари билан танишамиз. Темир сульфиди оксидланиши умуман куйидаги гетероген, амалий қайтмас ва экзотермик реакция бўйича амалга оширилади:

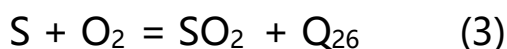


Бу реакция кўп молекулярли бўлганлиги учун назарий жихатдан тўғридан-тўғри амалга ошмайди ва у қуйидаги босқичдан иборат:

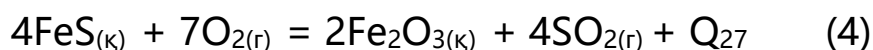
а) Аввалом бор FeS_2 диссоциацияга учрайди:



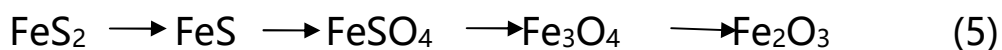
б) Сўнг олтингугурт хаводаги кислород билан осон реакцияга киради:



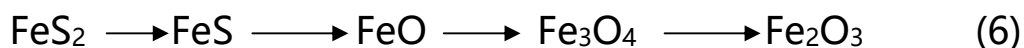
в) Аммо, FeS қийинлик билан оксидланади:



Бу ердаги (4) реакция ҳам амалга тўлиқ ошмайди, чунки реакция кўп молекулали реакциядир ва бу реакциянинг амалга оширишда қуйидаги босқичлар гипотезаси бордир. Агарда бу реакция нисбатан паст хароратларда амалга оширилса, қуйидаги босқичлар гипотезаси бордир:



паст температурада. Акс ҳолда:



яъни юкори температурада.

СИ системасига кўра, бу ерда ҳосил бўлувчи темир занглари:

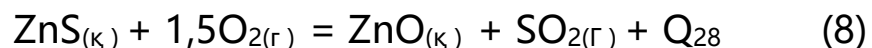
FeO-темир монооксиди

Fe₂O₃-темир 3-оксиди; Fe₃O₄-темир 4-оксиди дейилади.

Агарда жараён юкори температурада ва олинаётган ўчоқ газы SO₂ нинг миқдори юқорироқ бўлса, у вактда FeS₂ ни оксидланиши қуйидаги реакция бўйича кетади:

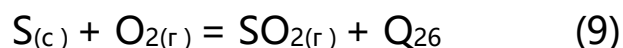


Шундай қилиб, FeS₂ ёнганда, натижада, таркибида SO₂ ва ундан ташқари бир қатор аралашмалари бўлган ўчоқ газы ва темир занглари, металллар сульфатлари, оксидлари, қум ва бошқалардан иборат қаттиқ, чангсимон чиқинди, ҳосил бўлар экан. Колчедан таркибидаги карбонатлар колчеданни ёниш жараёнида термик диссоциацияга учрайди ва натижада металл оксиди ва CO₂ газы ажралиб чиқади. Бу газнинг чикиши ўчоқ газы таркибидаги SO₂ нинг миқдорини сийраклаштиради. Бу эса ёмон, чунки инерт газлар кўпайиб кетган бўлади. Кўмирли колчеданлар ёқилганда эса ўчоқ газы таркибида SO₂ газы билан бирга яна қўшимча CO₂ пайдо булади. Бу ҳам ёмон. Агарда колчедан таркибидаги рух алдами (ZnS) бўлса, қуйидаги реакция бўйича ёнади:

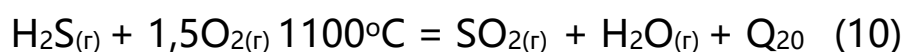


Натижада темир зангы таркибида рух оксиди пайдо бўлади. Агарда S ёндирса. Қуйидаги реакция бўйича боради:

Бу реакция 1100°Сда амалга оширилади;



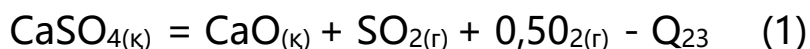
Агарда хомашё сифатида H_2S гази ишлатилса, у қуйидагича ёнади:



Бу ердан кўриниб турибдики, хомашё сифатида S ва H_2S ишлатилса, фақат ўчоқ гази олиниб, қаттиқ чиқинди ҳосил бўлмас экан. Бу эса ўчоқ газини тозалашни ва олинаётган H_2SO_4 таннархини арзонлаштиради.

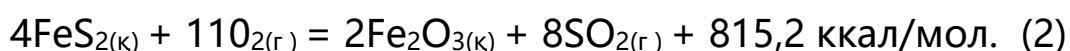
3-Мавзу: ОЛТИНГУГУРТЛИ ХОМАШЁЛАРНИ ЁҚИШ ИССИҚЛИГИ.

Умуман барча S ли хомашёларни ёниш реакцияси юқорида кўриб ўтилганидек, экзотермик бўлиб, иссиқлик чиқиши билан кетади. Фақат сульфатларнинг диссоцияциясигина эндотермик бўлиб, катта иссиқлик ютиш билан кетади.



Шунинг учун, табиий сульфатлар ва гипслар ҳозирги вақтда хом-ашё сифатида ишлатилмайди. Бундан фосфогипс мустаснодир, чунки фосфогипс жуда кўплаб миқдорда ҳар йили саноат миқёсида ажралиб чиқиб, кўплаб гектар майдонларни ва атроф муҳитни ифлослантираяпти.

Шунинг учун, у келажакда хом-ашё сифатида ишлатилади. Ҳар қандай олтингугуртли хом-ашёни ёқиш иссиқлигини билиш учун уни ёқиш реакциясини ёзмок керак, яъни термохимик тенгламасини тузмок керак:



$$4*120 \quad 11*32 \quad 2*160 \quad 8*64$$

Хомашёни ёниш иссиқлиги икки хил бўлади.

1. Назарий.- Q наз.

2. Амалий ёниш иссиқлиги .-q амалий,

1. Назарий ёниш иссиқлиги;

$$Q_{\text{назарий}} = \frac{815.2 \times 1000 \text{ грамм}}{53,46} = 1700 \text{ кал/кг FeS}_2 \quad (3)$$

Яъни, 1кг кимёвий тоза FeS₂ ёқишда ажралиб чиқадиган иссиқлик миқдори назарий ёқиш иссиқлик миқдоридир.

2. Юқоридаги реакция гетероген бўлгани учун ва унинг кетиши бир қатор омилларга боғлиқ бўлгани учун амалиётда бу реакция тўлиқ кетмайди.

Шунинг учун, қўпроқ амалий ёниш иссиқлигидан фойдаланилади. Бунинг учун, биз қуйидаги тенгламани ечамиз:

$$q_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{1700 * P_{s(\text{ё})} \%}{53,46} = 31,8 P_{s(\text{ё})} \text{ ккал/кг FeS}_2 \quad (4)$$

Бу ерда – P_{s(ё)} – ёнган олтингургуртни проценти. Бу келтирилган тенглама FeS₂ ни ёнишдаги ҳосил бўлаётган темир зангининг қандай турда ҳосил бўлишига боғлиқдир. Агарда темир занги сифатида Fe₃O₄ ҳосил бўладиган бўлса, ёниш иссиқлиги қуйидагича белгиланади:

$$q_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 30,2 * P_{s(\text{ё})} \text{ ккал/кг FeS}_2 \quad (5)$$

Агарда олтингургурт рудаси ишлатилса:

$$Q_S = 22,11 \cdot P_{S(\text{ё})} \text{ ккал/кг S рудаси.} \quad (6)$$

Агарда рух алдами ишлатилса

$$Q_{ZnS} = 35 \cdot P_{S(\text{ё})} \text{ ккал/кг ZnS} \quad (7)$$

$P_{S(\text{ё})}$ қуйидагича топилади:

$$P_{S(e)} = P_{S(a)} - X \cdot P_{S(3)} = \% \quad (8)$$

$P_{S(A)}$ - Сли хомашёдаги S нинг амалий миқдори, % хисобида.

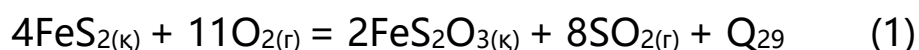
$P_{S(3)}$ - ҳосил булаётган занг (чиқинди) таркибидаги S миқдори, %да

X - темир зангини ёки бирон - бир қаттиқ оксидни амалий чиқими, бирлик улушда хисобланади.

Ҳосил булаётган иссиқлик миқдорларининг бир қисми аввало сульфат кислота ишлаб чиқариш жараёнида, қолган қисми қўшни корхоналарга берилади.

4-Мавзу: КОЛЧЕДАН ВА БОШҚА ОЛТИНГУГУРТЛИ МОДДАЛАРНИ ЁҚҚАНДА ҲОСИЛ БЎЛАДИГАН ЗАНГНИНГ ЧИКИШИ.

FeS_2 ни ёнганда ҳосил бўлувчи занг қуйидаги реакция:



бўйича ҳосил бўлиб, унинг таркибида асосан Fe_2O_3 бўлиб, ундан ташқари юқоридаги реакциянинг тўлиқ кетмаслиги

натижасида FeS_2 нинг бир қисми ва FeS_2 нинг таркибида бўлган ёнмайдиган аралашмалар ҳам бутунлай ўтади. FeS_2 ёнганда ҳосил бўлувчи зангнинг чиқишини топиш учун унинг кимёвий реакциясидан фойдаланамиз ва унда қатнашувчи моддаларнинг молекуляр оғирликларидан ҳам фойдаланамиз; Fe занги чиқиши 2 хил бўлади:

а) назарий чиқиши

б) амалий чиқиши

Темир зангининг назарий чиқишини топиш учун кимёвий реакция бўйича ҳосил бўлаётган темир зангининг миқдорини темир бисулфиди миқдорига бўламиз:

$$a = \frac{2 \cdot 160 \text{ г}}{4 \cdot 120 \text{ г}} = 0,666 \text{ б. у.} \quad (2)$$

Бу ерда юқорида келтирилган кимёвий реакция идеал равишда тўлиқ кетади, деб фараз қилинади, ҳамда колчедан ва темир занглари тоза, деб фараз қилинади. Аммо, амалиётда бундай шароит ҳеч қачон бўлмайди, чунки таркибида доимо қандайдир аралашмалар бўлади ва унинг ёниш реакцияси ҳеч қачон тўлиқ кетмайди. Шунинг учун, колчеданларнинг амалий чиқишини – «X» деб белгилаб, куйидаги умумий тенглама орқали аниқланади:

$$X = \frac{P_s(n) - (1-a) P_s(a)}{P_s(n) - (1-a) P_s(3)} = \text{бирлик улушларда} \quad (3)$$

Бу ерда:

$P_{s(3)}$ - ҳосил бўлаётган зангдаги олтингургуртнинг % миқдори

$P_s(a)$ - колчедандаги олтингургуртнинг амалий % миқдори;

$P_s(n)$ -колчедандаги олтингургуртнинг назарий % миқдори;

$$P_s(n) = 53,46\% S$$

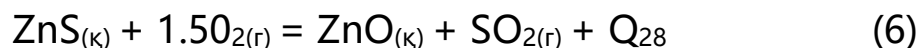
а) зангнинг назарий чиқиши, бирлик улушида. Бу ерда зангнинг амалий чиқишини аниклаш, юқорида келтирилган кимёвий реакциялар турига боғлиқ ва ундан занг ёки чиқинди қандай ҳолатда бўляпти- шуларга боғлиқ. Агарда занг Fe_2SO_3 ҳолида бўлса, бу тенглама қуйидагича булади:

$$X = \frac{160 - P_{s(a)}}{160 - P_{s(3)}} = \text{бирлик улушда} \quad (4)$$

Агарда занг Fe_3O_4 ҳолида бўлса:

$$X(Fe_3O_4) = \frac{148 - P_{s(a)}}{148 - P_{s(3)}} = \text{бирлик улушда} \quad (5)$$

Агарда ZnS дан олинганда:



$$X(ZnO) = \frac{195 - P_{s(a)}}{195 - P_{s(3)}} = \text{бирлик улушда} \quad (7)$$

Кўмирли колчедан ёндирилганда; (Fe_2O_3 га нисбатан):

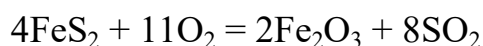
$$X(Fe_2O_3) = \frac{160 - P_{s(a)} - 1,6P_c}{160 - P_{s(3)}} = \text{бирлик улушда} \quad (8)$$

P_c - кўмирли колчеданда углероднинг % миқдори.

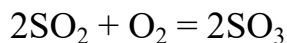
5-Мавзу: Колчеданни куйдириб сульфат кислотасини олиш

Ишни мақсади: Олтингугурт колчеданини куйдириш орқали сульфат кислота олиш. Ҳарорат ва ортиқча ҳавони, сульфид рудаларидаги олтингугурт миқдорини, ҳамда заррачалар ўлчамининг вақт бўйича печь газ таркибидаги SO_2 концентрациясини ёки печнинг ишлаб чиқариш қувватини ўзгаришини ифодаловчи куйдириш тезлигига таъсирини ўрганиш.

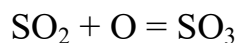
Сульфат кислота олиш тавсифи. H_2SO_4 ишлаб чиқаришда SO_2 ни олиш учун сульфид рудалари куйдирилади. Олтингугурт колчеданини (FeS_2) куйдириш қонуниятларини, қолган барча сульфидларни куйдириш учун қўлласа бўлади. Сульфид рудаларининг умумий куйдириш тезлиги, бошқа юқори ҳароратли жараёнлар каби ҳаво кислородини диффузияси ва SO_2 нинг реакцион зонадан олиб чиқиб кетиш билан белгиланади. Колчеданни куйдиришнинг умумий кимёвий реакцияси қуйидагича:



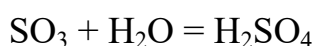
Масса узатиш коэффицентини, печдаги ҳароратни ва интенсив юқори гидродинамик режимни кўтариш билан амалга ошириш мумкин. H_2SO_4 олиш учун SO_2 ни SO_3 гача оксидлаш керак. Саноатда бу жараён контакт аппаратда ванадий катализатори ёрдамида амалга оширилади:



Моделлаштирилган жиҳозда эса бу жараён абсорбцион колонкада олиб борилади, бу колонкага 50 мл 9% ли H_2O_2 эритмаси қуйилади. H_2O_2 беқарор модда бўлиб, у H_2O ва кислородга парчаланади. Парчаланиш вақтида сониянинг юздан бир улушида кислород атомар ҳолда бўлади, бу атомар кислород жуда фаол бўлиб SO_2 -ни SO_3 -га қадар оксидлайди:



SO_3 сув билан реакцияга киришиб H_2SO_4 ни ҳосил қилади:



Бу ҳосил бўлган кислота миқдорини 0,5н NaOH эритмаси билан титрлаб аниқланади.

Жиҳознинг баёни ва ишни ўтказиш усули.

Колчедан ёки сульфид рудасини куйдириш учун электр иситгич (1) билан жиҳозланган горизонтал ҳолдаги қувурли печь (2) ишлатилади. Печь ток манбаига ЛАТР (10) ва амперметр (9) орқали уланади. Лаборатория автотрансформатори билан электрпечни иситиш бошқарилади. Ҳарорат термopара (4) билан ўлчанади ва кўрсатувчи потенциометр (5) билан назорат қилинади. Колчедан ёки сульфид рудасини куйдириш учун керак бўлган ҳаво печь ва бутун жиҳоз орқали сувли-оқим насоси ёрдамида ҳаракат қилади. Олдиндан хона ҳароратида ҳисобланган градировка қилинган реометр (1) ёрдамида ҳавонинг ҳажмий тезлиги ўлчанади. Электрпечга ўрнатилган кварц идишда колчедан ёки сульфид рудасини ёниш реакцияси амалга оширилади. Най иккала томонидан резина тиқин орқали зич қилиб ёпилган бўлиб, биринчиси орқали термopара (4), иккинчиси орқали эса кварц най ўтказилган. Кварц най икки қават бўлиб, кичик ва катта диаметрлидир. Куйдириш ҳароратига етгандан сўнг сульфид рудаси ёки колчедан намунаси (1-2 г) фарфорли идишга (3) солиниб, реакторга (11) жойланади. Ҳаво катта диаметрли кварц най орқали ва найлараро бўшлиқ орқали реакция зонасига келади. Кичик диаметрли кварц най орқали сув-орим насоси ёрдамида SO₂ реакция зонасидан кучсиз H₂O₂ эритмаси солинган абсорберга (7) юборилади.

Ҳосил бўлган сульфат кислота миқдорини NaOH нинг титрлашга кетган миқдори билан аниқланади.

$$\text{Гр.экв } \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Гр.экв } \text{NaOH} = \text{П} \cdot 0,005 \cdot \Phi.$$

Колчедандаги S-ни аниқлаш учун 1 г колчедан 550-600⁰С-да ярим соат давомида куйдирилади ва қуйидаги формула ёрдамида ҳисобланади.

$$S(\%) = (\text{П} \cdot 0,0005 \cdot \Phi \cdot 16 \cdot 100) / a = 0,8 \cdot \text{П} \cdot \Phi.$$

П-титрлашга сарфланган 0,5н NaOH эритмасининг миқдори, мл;

Φ -0,5н NaOH нинг фактори, яъни 0,5 NaOH нормаллигини тўғирлаш коэффициенти.

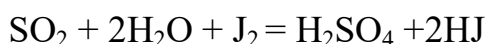
0,0005-1мл эритмадаги NaOH эквивалентининг грамм миқдори.

a-колчедан ёки сульфид рудаси намунасининг оғирлиги, г;

16- 1 г.экв H_2SO_4 га тўғри келувчи S-нинг миқдори.

Ҳар хил ҳарорат ёки ҳавонинг ҳажмий тезликларида колчедан ёки сульфид рудаларининг куйиш тезлигини аниқлаш учун юқорида келтирилган жиҳозга 2 та абсорбцион колонка қўшилади ва уларга маълум миқдорда крахмал билан рангли ҳолатга келтирилган 0,1н J_2 эритмаси қўйилади, ҳамда 1-нчи абсорбер билан параллел равишда ўлчанади. Ҳар бир абсорбер орқали кетма-кет равишда, эритма рангсизлангунча газ ўтказилади. Ҳар бир рангсизланишга кетган вақт ўлчанади. Ҳар бир тажриба аниқ белгиланган ҳарорат ва ҳавонинг ҳажмий тезлигида ўтказилади.

Эритмадаги J_2 билан қуйидаги реакция кетади:



Тажриба натижалари асосида ҳар хил ҳароратда ёнган олтингугурт миқдорнинг вақтга боғлиқлик кўринишидаги кинетик эгри чизирларини графиклари чизилади.

$$G = 0,0016 \cdot \Pi \cdot \Phi.$$

G – ёнган олтингугуртнинг миқдор, г;

0,0016 – 1 мл 0,1н J_2 эритмасига тўғри келувчи ёнган олтингугуртнинг миқдор;

Π - йод эритмасининг миқдор, мл;

Φ – йод эритмасининг фактори, яъни нормал концентрациясини тўғирлаш коэффициенти.

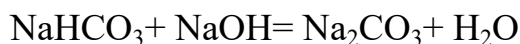
Назорат саволлари:

1. Саноатда H_2SO_4 ишлаб чиқаришда қандай хом-ашёлар ишлатилади?.
2. H_2S , S ва сульфид рудаларининг ёниш реакцияларини ёзинг.
3. SO_2 ни SO_3 га радар оксидлашнинг саноат усуллари.

4. SO_2 ни йод билан реакциясини ёзинг.
5. Сульфидли рудаларнинг ёниш тезлиги қандай аниқланади?.
6. Ҳосил бўлган сульфат кислота миқдор қандай аниқланади? Формуласини ёзинг.
7. Колчедандаги олтингугурт миқдор қандай аниқланади?. Формуласини ёзинг.
8. Куйдириш натижасида ёнган олтингугурт миқдори қандай аниқланади? Формуласини ёзинг.

6-Мавзу: ХОМ БИКАРБОНАТДАГИ NaHCO_3 ВА Na_2CO_3 МИҚДОРНИ АНИҚЛАШ.

Хом бикарбонатдан Na_2CO_3 ва NaHCO_3 миқдорларини алоҳида аниқлаш қуйидаги реакцияларга мувофиқ. Уларнинг умумий ишқорийликларини бир намунада аниқлаб ва иккинчи намунада натрий ва аммоний бикарбонатларини NaOH эритмаси билан карбонатларга қуйидаги реакция асосида ўтказишга асосланган:



Намуна таркибида олдиндан бор ва реакция натижасида ҳосил бўлган натрий карбонат барий хлорид билан чўктирилади. NaOH нинг ортиқчаси (HCO_3 билан реакцияга кирмай қолган қисми) ва ҳосил бўлган NH_4OH кислота билан фенолфтаелин индикатори иштирокида титрланади. Боғланган NaOH нинг миқдorigа қараб эритмадаги HCO_3 ионларининг миқдори ҳисоблаб топилади. Эритманинг умумий ишқорийлиги ва бикарбонат ионлари миқдори айирмаси Na_2CO_3 миқдорини беради. Натрий бикарбонат миқдори HCO_3 ионининг умумий миқдори NH_4HCO_3 нинг айирмаси деб ҳисобланади.

Реактивлар

Туз кислотаси 0,1н

Ўювчи натрий, 1н

Метил оранж- индикатор 0,1%

Барий хлорид, 10%

Фенолфтаелин индикатор 1% ли спиртли эритма.

Тахлил тартиби. 5-10 г. Хом бикарбонат эритилган 100мл хажмли ўлчов колбасидан эритманинг умумий ишқорийлиги 1н HCl билан метил оранж индикатори титрлаб аниқланади. Иккинчи колбага бюреткада 20мл 1н NaOH эритмаси ва 40мл 10%ли BaCl₂ эритмаси қўшилади ҳамда 2-3 томчи фенолфтаелин индикатори томизилади ва NaOH ни ортиқчаси 1Н NaOH билан титрланади.

Хисоб-китоб

NaHCO₃ ва Na₂CO₃ г-экв/г да хисобланади:

$$C_{\text{ум.ишқ.}} = \frac{V_1 K_1 H \cdot 100}{m \cdot 20 \cdot 1000}$$

$$C_{\text{HCO}_3} = \frac{(V_2 K_2 - V_3 V_3)}{m \cdot 20 \cdot 1000}$$

$$G_{\text{NaHCO}_3} = G_{\text{ум.ишқ.}} - G_{\text{HCO}_3^-}$$

Ёки оғирлик микдори фоизларда.

$$G_{\text{NaHCO}_3} = G_{\text{ум.ишқ.}} - G_{\text{HCO}_3^-} \cdot 53 \cdot 100$$

$$G_{\text{NaHCO}_3} = \frac{(V_2 K_2 - V_3 V_3) \cdot H \cdot 100}{m \cdot 20 \cdot 1000} \cdot 84 \cdot 100 - \% \text{NH}_4\text{HCO}_3 \cdot 1,06$$

Бу ерда:

V_1 - намунанинг умумий ишқорлилигини аниқлашга сарфланган HCl миқдори, мл;

K_1 - метил оранж билан титрлашда HCl эритмасининг нормаллигини тўғрилаш коэффициенти;

М-кислота ва ишқорнинг нормалиги;

М-хом бикарбонатнинг миқдори;

$\Gamma \cdot 1000$ эритманинг концентрациясининг г экв/г да ифодалаш коэффициенти;

V_2 -бикарбонатдан карбонатга ўтказиш учун олинган NaOH миқдори, мл;

K_2 -фенолфтаелин билан титрлашда NaOH эритмасини нормаллаштириш коэффициенти;

V_3 - NaOH эритмасининг ортиқчасини титрлаш учун сарфланган миқдори, мл;

K_3 - фенолфтаелин билан титрланганда HCl эритмасининг нормаллилигини тўғирлаш коэффициенти;

$1,06 = \text{Na}_4\text{HCO}_3$ ни NaHCO_3 га айлантириб хисоблаш коэффициенти.

Хом бикарбонатнинг намлиги қуйидаги айирма орқали хисоблаб аниқланади:

$W = (100 - \% \text{NaHCO}_3 - \% \text{Na}_4\text{HCO}_3 - \% \text{NaCl}) \text{ вес.}\%$

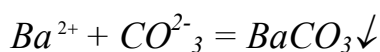
Бикарбонатдан қанча сода олиш қуйидагича аниқланади:

$\text{Na}_2\text{HCO}_3 = \% \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NH}_4\text{HCO}_3 \cdot 53/84 \text{ вес}\%$

7-Мавзу: Ўювчи натрий ишлаб чиқаришда олинган щелокларни анализи

Умумий ишқорлиликни аниқлаш. Анализ қилинаётган эритма намунасидаги $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ йиғиндиси метилсарик иштирокида HCl билан титрлаб топилади. Бунинг учун текшириляётган эритмадан 10 мл эритма пипетка ёрдамида 250 мл хажмли конуссимон колбага олинади, 50 мл дистилланган сув солинади, 2-3 томчи метилсарик индикатори томизилади ва эритмани рангини сарикдан пушти ранггача ўзгаргунча 1н HCl нинг хажми (мл) умумий ишқорлиликка, NaOH ва Na_2CO_3 нинг умумий йиғиндисига жавоб беради.

NaOH нинг миқдорни аниқлаш. NaOH ва Na_2CO_3 тутган эритмага BaCl_2 қўшилса, CO_3^{2-} иони BaCO_3 кўринишида чўкмага тушади:



Намунадаги бошланғич NaOH га эквивалент бўлган OH^- ионларини миқдорни мана шу чўкмали эритмадан фенолфталеин орқали HCl билан титрлаб аниқлаш мумкин. NaOH ни аниқлаш учун текшириляётган эритмадан пипетка орқали колбага 10 мл олинади ва 50 мл сув қуйилади, ҳамда ортиқча (30-40 мл) миқдорда BaCl_2 нинг 10%-ли эритмаси қуйилади. BaCO_3 чўккандан кейин намунага 3-4 томчи фенолфталеин томизилади ва 1н HCl эритмаси билан эҳтиёткорлик билан аралаштирилган ҳолда титрланади. Қуйидаги сабабларга кўра бу титрлашни эҳтиёткорлик билан олиб бориш керак (эритмани очик ҳавода узоқ қолдирмаслик ва эритмани чайкатмаслик):

1. Эритмадаги Ba^{2+} ва OH^- ионлари ҳаводан CO_2 ни ютиши, бунинг натижасида эса аниқланаётган NaOH нинг миқдор камайиши мумкин.
2. BaCO_3 қисман HCl билан реакцияга киришиши мумкин.

Намунани титрлашга сарфланган HCl нинг хажми, шу намунадаги NaOH нинг миқдорга тўғри келади:

$$G_{\text{NaOH}} = v \cdot 0,04 \cdot 100 / 10$$

G_{NaOH} - эритмадаги NaOH нинг миқдор, г/л;

0,04 – 1 мл 1н HCl эритмасига тўғри келувчи NaOH нинг массаси;

Na_2CO_3 миқдори аниқлаш. Намунадаги Na_2CO_3 ни аниқлаш учун, умумий ишқорлик ва NaOH миқдорлариорасидаги фарқни ҳисоблаш керак:

$$G_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = ((a-b) \cdot 0,053 \cdot 1000) / 10 \frac{(a-b) \cdot 0,053 \cdot 1000}{10}$$

$G_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$ - эритмадаги Na_2CO_3 нининг миқдор, г/л;

0,053 – 1 мл 1н HCl га тўғри келувчи Na_2CO_3 нинг массаси.

Эслатма: 1. Концентраланган ишқор эритмаларини (масалан, техник каустик сода) олдиндан суюлтиқилиши керак. Бунинг учун анализ қилинаётган эритмадан 50 мл олинади ва 1 л ҳажмли колбага солиб суюлтирилади. Ҳисоб-китоб вақтида суюлтириш ҳисобга олинади.

2. Кучсиз, суюлтирилган ишқорий эритмалар (чиқинди сувлар) намунаси HCl нинг 1н эритмаси билан титрланади.

Назарий саволлар.

1. Номакобнинг умумий ишқорлигини аниқлаш усуллари.
2. Номакобдаги карбонатни аниқлаш усули.
3. Умумий ишқорийликни ҳисоблаш формуласини ёзинг.
4. Эритмадаги натрий карбонат миқдор қандай ҳисобланади.

9-Мавзу: Нитрозанинг таркибидаги азот оксидларини аниқлаш

Ишнинг мақсади — нитрозадаги азот оксидларини аниқлаш усуллари амалий ўрганиш.

Нитрозадаги азот оксидларин аниқлаш усуллари.

Нитрозадаги азот оксидларини аниқлашнинг бир неча усуллари-перманганометрик, нитрометрик ва газ ҳажмини ўлчаш усуллари мавжуд.

Перманганометрик усул анча оддий, шунинг учун бу усул кенг тарқалган. Аммо, анализ пайтида азот оксидларини оксидланиш жараёнида уларнинг йўқолиши бўлмаса, KMnO_4 билан нитроза эритмасини титрлаш натижаси тўғри бўлади.

Нитрозилсулфат кислотанинг гидролизи, кислотани суюлтиришда ажралиб чиқаётган иссиқлик ҳисобига эритма ҳарорати кўтарилиши туфайли, титрлаш вақтида азот оксидлари учиб чиқиб кетиши мумкин. 0,5н KMnO_4 эритмаси билан титрлаш усули ҳар доим ҳам ишончли эмас, шунинг учун бу усул тез ва таркибий ҳисоблаш усули сифатида ишлатилади. Бу ҳолатни шундай тушунтириш мумкин: титрлаш жараёнида KMnO_4 концентрациясини камайиши натижасида азот оксидларининг оксидланиш жараёни секинлашади ва уларнинг бир қисми KMnO_4 қолдиқ қисми билан реакцияга киришмай эритмадан чиқиб кетиши мумкин.

Анча аниқ натижалар Бесков ва Слизковский усули бўйича бажарилганда олинади. Бу усулнинг моҳияти қуйидагича: маълум намунадаги нитроза ортиқча KMnO_4 билан таъсирлаштирилади ва азот оксидларини барчаси реакцияга киришгандан сўнг, ортиб қолган KMnO_4 ни Мор тузи $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ билан титрланади. KMnO_4 ёрдамида нитрозадаги N^{+3} бирикмаларини аниқлаш мумкин ва буларга N_2O_3 , HNO_2 ва кўп ҳолларда минорали системаларда айланиб юрувчи нитрозилсулфат кислотаси киради.

Аммо, бир неча ҳолатларда, масалан азот кислотаси концентраторидан чиқаётган кислоталарда, кучсиз кислоталарда, азот оксидлари HNO_3 кўринишида бўлиши мумкин. У ёки бу сабабларга кўра газ фазада ортиқча NO_2 бўлганда минорали системалардаги айланиб юрувчи кислоталарда HNO_3 бўлиши мумкин. Бундай ҳолларда перманганометрик усул тўғри келмайди ва нитрозадаги азот оксидларининг умумий миқдор азот оксиди кўринишидаги нитрометр ёрдамида аниқланади. Нитрометр усул билан аниқланган азот

оксиди ва KMnO_4 билан титрлаб аниқланган азот оксидлари миқдор орасидаги фарқдан эритмадаги HNO_3 -нинг миқдори аниқлаш мумкин. HNO_3 -ни миқдори тўғридан-тўғри оксидиметрик усул билан ҳам аниқлаш мумкин.

Перманганотометрик усул билан N_2O_3 ни аниқлаш.

N_2O_3 ни эриган ҳолда ёки HNO_2 ёки бўлмаса NOHSO_4 кўринишида KMnO_4 билан кислотали муҳитда таъсирлашганда азот кислотасигача оксидланиши кузатилади:



ёки



Юқорида таъкидланганидек, азот оксидларини учувчанлигини йўқотиш мақсадида кислота билан ўлчанган ҳажмдаги KMnO_4 эритмаси тескари титрланади ёки намуна KMnO_4 нинг ортиқча миқдор билан ишланади, ортиб қолган KMnO_4 эса Мор тузи эритмаси билан титрланади. Бу усулда N_2O_3 ни аниқлаш анча тўғри бўлади. Шунинг учун бу усул кенг қўлланилади.

Ишни бажариш тартиби.

Бесков ва Слизковский усули. Шиша амплитуда ёки катта бўлмаган 3-5 см³ ли махсус пробиркада 1-1,5 гр нитрозаа намунаси олинади. Намунаси бор пробирка 250-300 см³ ли шиша банкага туширилади ва тиқин билан зич ёпилади. Банкага олдиндан 0,1н KMnO_4 эритмасидан маълум ҳажмда қуйилади ва 100 см³ дисстилланган сув билан суюлтирилади. KMnO_4 ни ортиқча миқдорда олиш керак, масалан, 6% атрофида азот оксидлари (HNO_3 га ҳисоблаганда) бўлган 1 нитроза намунасига 0,1н 25 см³ KMnO_4 эритмаси олинади. Пробиркани банкага тушурилгандан кейин, банка оғзи зич ёпилади ва эритма яхшилаб аралаштирилади. Агар ортиқча KMnO_4 Мор тузини эритмаси билан титрлаш давом эттирилса, эритмани қизил рангини рангиз ҳолатга ўтишини билиш одатда анча қийин ва аксинча рангсиздан қизил

рангга ўтишини ортиқча бир томчи KMnO_4 қўшиш билан аниқлаш осон. Шунинг учун эритмасга 0,1н Мор тузини ортиқча миқдор қўшилади ва унинг ортиқча миқдор 0,1н KMnO_4 эритмаси билан титрланади. Кислотадаги N_2O_3 нинг фоиз миқдор қуйидаги формуладан аниқланади:

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

ёки HNO_3 га ҳисоблаганда:

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

Бу ерда: 0,0019 – 0,1н 1 cm^3 KMnO_4 эритмасига тўғри келувчи N_2O_3 нинг миқдор, г;

a- анализда ишлатилган KMnO_4 нинг умумий ҳажми, cm^3 ;

в- 0,1н Мор тузи эритмасининг (KMnO_4 бўйича) ҳажми, cm^3 ;

g- намуна оғирлиги, г;

0,00315 – 0,1н 1 cm^3 KMnO_4 эритмасига тўғри келувчи HNO_3 нинг миқдор, г.

Тескари титрлаш усули. Баъзи ҳолларда, масалан ўта аниқлик талаб қилинмайдиган ҳолларда, KMnO_4 эритмаси нитрозаа билан тескари титрлаш усулини қўллаш мумкин.

Азот оксидларини аниқлаш учун ҳажми 500 cm^3 бўлган конуссимон колбага 50 cm^3 0,5 н KMnO_4 эритмаси қуйилади ва 150 cm^3 иссиқ дистилланган сув билан суюлтирилади. Текширилаётган нитроза эритмаси билан суюлтирилган KMnO_4 эритмаси бинафша ранг тугагунча титрланади. N_2O_3 нинг миқдор қуйидаги формуладан ҳисоблаб топилади:

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

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

Бу ерда, 0,0095 – 1 cm^3 0,1н KMnO_4 эритмасига тўғри келувчи N_2O_3 нинг миқдор, г;

$V=0,0095 - 50 \text{ см}^3$ $0,5\text{н}$ KMnO_4 эритмасини титрлашга сарфланган нитрозаанинг ҳажми, см^3 ;

Агар анализ учун 50 см^3 KMnO_4 эритмаси эмас, балки бошқа ҳажм олинса формулага ўзгартириш киритилади. Кислота анализида эса 10 см^3 $0,1\text{н}$ KMnO_4 эритмаси олинади. N_2O_3 нинг миқдорни фоизларда аниқлашда эса нитрозанинг зичлиги(ρ) ареометр ёки маълум ҳажмдаги нитрозаанинг оғирлигини тортиш ёрдамида аниқлаш керак ва унинг миқдор қуйидаги формуладан аниқланади:

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

Азот кислотасининг миқдори қуйидаги формула ёрдамида ҳисобланади:

$$X_{\text{HNO}_3} = \frac{0,0095 \cdot 50 \cdot 100 \cdot 126}{V \cdot \rho \cdot 76}$$

Оғирлик анализларида ҳисоб-китобларни енгиллаштириш учун 1-жадвалда ҳар хил зичликдаги кислоталар учун KMnO_4 ни титрлашга сарфланган нитрозаанинг миқдорларини N_2O_3 нинг HNO_3 га қайта ҳисоблангандаги қийматлари, 2-жадвалда эса 10 см^3 $0,1\text{н}$ KMnO_4 эритмасини титрлашга кетган ҳар хил кислоталардаги N_2O_3 нинг HNO_3 га қайта ҳисоблангандаги қийматлари келтирилган. 1 ва 2 жадвалдаги қийматлардан, асосан шу жадвалда келтирилган зичликлар бўйича ҳисоблаш керак, акс ҳолда тегишли формулалардан фойдаланиш шарт.

Назорат саволлари.

1. Нитрозадаги азот оксидларини аниқлаш усуллари.

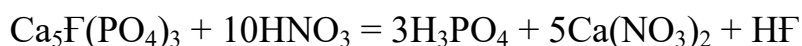
2. Азот оксидларини аниқлашни Бесков ва Слизковский усулини тушунтиринг. Хисоблаш формуласини ёзинг.
3. Нитрозадаги азот оксидларни аниқлашнинг нитрометрик усули.
4. Азот оксидларини аниқлашни перманганометрик усулини тушунтиринг.
5. Азот оксидларини аниқлашни тескари титрлаш усулини тушунтиринг. Хисоблаш формуласини ёзинг.
6. Азот оксидларини перманганометрик усулда аниқлашдаги кимёвий реакцияни ёзинг.

10-Мавзу: Фосфатларни нитрат кислота билан парчалаш

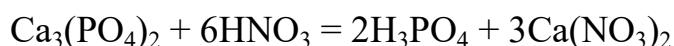
Ишнинг мақсади – фосфатларни нитрат кислота билан парчалашни амалий ўрганиш.

Фосфатларни нитрат кислота билан қайта ишлаш усули.

Фосфатларни нитрат кислота билан парчалаш нафақат кислотанинг кимёвий энергиясидан фойдаланиш, балки кислота таркибида озиқа элементи бўлган азотнинг борлиги билан характерланади. Бундан ташқари, парчаланиш вақтида ҳосил бўлган маҳсулотларнинг кристалланиш (чўкмалар ҳосил бўлиши) жараёнлари содир бўлмайди. Бу эса технологик жараёнларни амалга оширишни осонлаштиради. Юқорида таъкидлаб ўтилганидек, фосфатларни нитрат кислота билан тўла парчаланишидан фосфор кислотаси ва кальций нитратдан иборат бўлган бир жинсли эритма ҳосил бўлади:



ёки



Нитрат кислотасини миқдор кам бўлганда фосфатларни парчаланиши охиригача бормайди. Бунда эритмада кальций нитрат, фосфор кислотаси, монокальцийфосфат ҳосил бўлади, қаттиқ фазада эса парчаланмай қолган

фосфатнинг бир қисми бўлади. Фторapatитни нитрат кислота билан таъсирлашувидан ҳосил бўлган водород фторид гази эса фосфат таркибидаги кремнезем (SiO_2) билан таъсирлашиб, SiF_4 ва H_2SiF_6 ларни ҳосил қилади.

Хом - ашёдаги бошқа қўшимчалар, масалан, нефелин, эгирин, камёб элементларнинг уч валентли оксидлари ҳам нитрат кислота билан реакцияга киришиб, тегишли тузларни ҳосил қилади ва кремний кислоталари ажралиб чиқади. Фосфатларни парчаланиш тезлиги фосфатнинг табиатига (унинг тузилиши ва ғоваклилиги), фосфат зарраларининг ўлчамига, қўлланиладиган кислотанинг концентрациясига ва меъёрига, ҳамда аралаштириш тезлигига боғлиқ. Нитрат кислотасининг қулай концентрацияси фосфат табиатига боғлиқ бўлиб, апатит концентрати учун у 45-50% га, Қоратоғ фосфорити учун эса 30-40% га тенг. Фосфатга нисбатан олинган кислотанинг меъёри реакция тезлигига, парчаланиш даражасига, ҳамда жараённинг механизмига таъсир қилади. Бизнингча, стехиометрик нисбатларга қараганда кам миқдорда HNO_3 олинганда, юқоридаги келтирилган реакция тенгламаларига кўра, жараён икки босқичда кетади. Биринчи босқичда барча нитрат кислота эквивалент миқдордаги фосфатни парчалаб, фосфат кислота ва кальций эквивалент миқдордаги фосфатни парчалаб, фосфат кислота ва кальций нитратини ҳосил қилади. Иккинчи босқичда эса ҳосил бўлган фосфор кислотаси эса ортиқча фосфорит билан реакцияга киришиб, монокальцийфосфатни ҳосил қилади. Иккинчи босқичнинг тезлиги ҳосил бўлган фосфор кислотасининг (ёки дастлабки нитрат кислотанинг) концентрациясига боғлиқ. Энг юқори тезлик ва парчаланиш, хом ашёдаги кальций оксидининг миқдорга нисбатан стехиометрик ҳисобланган 105-110% меъёрдаги нитрат кислота ишлатилганда содир бўлади. Ҳароратнинг кўтарилиши билан қуйқанинг қовушқоқлиги камаяди ва фосфат сиртига кислотанинг диффузияланиш шароити яхшиланади, бунинг натижасида эса жараённинг тезлиги ортади. Аммо бу жараённи 50-60⁰С дан юқорида олиб бориш мақсадга мувофиқ эмас, чунки бунда жиҳозларнинг коррозияси кучаяди ва қуйқани қиздиришга тўғри келади. Бундай шароитларда апатит

концентратининг 98-100% га парчаланиши 1-2 соатда содир бўлади. Фосфатни нитрат кислота билан парчалаш тезлиги фосфат заррасинини ўлчамли камайиши билан, ҳамда қуйқани аралаштириш тезлигини ортиши билан ортади. Одатда фосфат хом - ашёси стандарт майдаланган ҳолда (апатит концентрати ёки фосфорит уни кўринишида) ишлатилади. Жараён аралаштиргич ёрдамида 500 айл/мин тезликда айлангани ҳолда олиб борилади.

Ишни бажариш тартиби.

Фосфатни нитрат кислота билан парчалаш 400-500 см³ ҳажмга эга бўлган реакцион идишда, қийин суюқланадиган шишадан тайёрланган стаканда ёки уч бўғинли шиша идишда олиб борилади. Реакцион идиш аралаштиргич, тескари совутгич ва намуна олувчи мослама билан жиҳозланган. Реакцион идишда доимий ҳарорат бўлиши учун, у маълум ҳароратга келтирилувчи термостатга ўрнатилагн. Тажрибани бажариш учун чашкага таркиби маълум бўлган 50 г фосфат ва ўлчов цилиндрида ўлчанган етарли миқдордаги нитрат кислота олинади. Кислотанинг миқдор апатит учун СаО миқдорга, фосфорит учун СаО дан ташқари MgO ва элементларнинг уч валентли оксидларининг миқдорга қараб ҳисобланади. Ўлчанган кислота реакцион идишга солинади ва 15-20 дақиқа давомида термостатда тегишли ҳароратга келгунча ушлаб турилади. Бу вақтда кейинги тажриба учун апатит, кислота ва реакцион идиш тайёрланади ёки олдинги тажрибадаги пульпани қайта ишланади. Реакцион идишдаги кислотанинг ҳарорати белгиланган ҳароратга етгандан сўнг, идишга апатит солинади ва бир вақтнинг ўзида айланттиргич ва сония ўлчовчи секундомер ишга туширилади, ҳамда кўрсатилган шароитда апатитнинг парчаланиши олиб борилади. Тажрибалар ҳар хил концентрацияли кислоталар билан, кислотанинг ҳар хил меъёрларида, ҳар хил ҳароратларда, ҳамда жараённинг ҳар хил давомийлигида олиб борилади ва ҳар бир тажрибаларда тажриба шароитлари ўзлаштирилмасдан доимий сақланади.

Масалан, апатитни парчаланиш даражасига кислотанинг концентрацияси таъсирини ўрганишда камида 3-5 та тажриба ўтказилади ва ҳарорат 50⁰С, реакциянинг давомийлиги 15-20 дақиқа мобайнида 25,30,40,50 ва 55% ли кислоталар ишлатилади. Парчаланиш даражасига вақтнинг таъсирини ўрганишда эса 50⁰С да 45-50% ли нитрат кислота (кислотанинг меъёри 105%) билан 10, 30, 60, 90 ва 120 дақиқаларда олиб борилади. Реакция тугагач, реакцион идиш термостатдан олинади ва тезда 2-3 марта дистилланган сув билан суюлтирилади ва катта диаметрли (15-20 см ли) Бюхнер воронкасига қуйилади ва вакуум остида қисқа вақт ичида филтрланади. Бунда суюқ фаза қаттиқ фазадан тезда ажралади ва кислотанинг фосфат билан таъсири тўхтатилади. Суюлтириш вақтида пульпанинг ҳарорати пасаяди ва кислотанинг концентрацияси ҳам камаяди, бу ҳолат эса реакциянинг секинлашишига олиб келади. Филтрлаш давомида (15-20 сония) реакцияни кетишини ҳисобга олмаса ҳам бўлади. Филтрация тугагач, чўкма метилсарик бўйича нейтрал муҳитгача иссиқ дистилланган сув билан ювилади. Бундан кейин суюлтирилган филтрат 500 ёки 1000 см³ ҳажмли ўлчов колбасига ўтказилади, сўнгра эса колбани ўлчов белгисигача сув билан тўлдирилади ва маълум усулларда аниқлаш учун 25-30 см³ дан 2-3 та намуна олинади. Олинган намуналардан апатитнинг Р₂О₅ бўйичава СаО бўйича K_{CaO} парчаланиш даражаси қуйидагича ҳисобланади:

$$K_{P_{2O_5}} = \frac{G_{P_{2O_5}} \cdot V}{0,01 \cdot Bg \cdot 1000} \cdot 100$$

Бу ерда: $G_{P_{2O_5}}$ - олинган эритмадаги Р₂О₅ миқдор, г/дм³;

V – эритма ҳажми (филтрдан утган эритма ва филтрда ювилган сув миқдори), см³;

B – дастлабки хом-ашёдаги Р₂О₅ миқдори, %;

g – тажрибани бажариш учун улчаб олинган фосфат намунаси, г.

$$K_{CaO} = \frac{G_{CaO} \cdot V}{0,01 \cdot Cg \cdot 1000} \cdot 100$$

Бу ерда: G_{CaO} - олинган эритмадаги CaO миқдор, г/дм³;

C – дастлабки фосфатдаги CaO миқдори, %;

V – дастлабки хом-ашёдаги P_2O_5 миқдори, %;

g – намуна миқдори, г.

Худди шундай йўл билан бошқа тажрибаларнинг ҳисоб – китоблари ҳам қилинади. Қолган тажрибалар ҳам юқорида келтирилганидек олиб борилади.

Бу усул анча вақтни олади, аммо бунда аниқ натижалар олинади ва фосфатларни нитрат ва сульфат кислота аралашмаси ёки нитрат кислота билан аммоний ёки калий сульфат иштирокида парчаланиш тезлигини ўрганиш мумкин. Аммо маълум бир шароитларда (кислотанинг меъёри ва концентрацияси, ҳарорат) апатитни парчаланиш тезлигини ўрганиш учун пульпани иккита индикатор билан титрлашга асосланган тезкор усулларни қўллаш мумкин. Бу усул суперфосфатли пульпадаги парчаланиш даражасини аниқлашга ўхшаш бўлиб, пульпадаги нитрат ва фосфат кислоталарга нисбатан пачаланиш коэффициентини (P_2O_5 бўйича) аниқлашга асосланган. Бу ҳолда апатитнинг нитрат кислота бўйича парчаланиш даражаси қуйидаги формуладан ҳисобланади

$$K=0,476 \cdot H \cdot 100 / (0,476 \cdot A + 1) \cdot 1,38 \cdot B$$

Бу ерда H - 100 г фосфатга тўғри келувчи 100% ли HNO_3 нинг меъёри;

A - пульпадаги HNO_3 ва H_3PO_4 нинг оғирлик нисбатлари;

B - фосфатдаги P_2O_5 нинг миқдор, %;

Апатитда $B \approx 39,4\%$ бўлганда, формула қуйидагича кўринишга эга бўлади:

$$K=0,858 \cdot H / 1 + 0,476 \cdot A$$

Бу усул билан фосфатнинг парчаланиш даражасини аниқлаш учун реакцион идишдан даврий равишда (масалан, ҳар 15-30 дақиқада) пульпа намунаси олиб турилади ва суперфосфат пульпаси каби нитрат ва фосфат кислоталарнинг нисбатлари иккита индикатор- метилсариқ (ёки бромкрезолкўк) ва фенолфталеин билан титрланади. Бунда титрлашдаги хатони олдини олиш учун эритмага барча кальцийни чўктиришга етарли миқдорда калий ёки натрий оксалатни киритиш керак. Назарий жиҳатдан етарли бўлмаган калий ёки натрий оксалатидан кўпроқ, яъни олинган натижалар янада тўғри бўлиши учун бу миқдорни 1,5-2 марта оттириш мумкин. Пульпани титрлаш қийматларига қараб нитрат ва фосфат кислоталарнинг нисбатларини миқдор (А) қуйидагича ҳисобланади:

$$A = \frac{0,063 \cdot a - (v' - a)}{0,098 \cdot (v' - a)}$$

$$A = 0,063 \cdot a - (v - a) / 0,098 \cdot (v - a) = 0,642(a / (v - a) - 1) \quad 0,642 \cdot \left(\frac{a}{v' - a} - 1 \right)$$

Бу ерда a ва v' - нитрат кислотали пульпани 1-нчи ва 2-нчи индикатор ёрдамида 0,1н NaOH эритмаси билан титрлангандаги ҳажм сарфланган.

Назарий саволлар

1. Фосфоритларни нитрат кислота билин парчалаш реакциясини ёзинг?
2. Фосфоритларни парчалаш учун нитрат кислота хажми қанча бўлиш керак?
3. Фосфоритларни нитрат кислота билан парчаланишига ҳароратнинг таъсири.

Адабиётлар.

1. Технический анализ и контроль производства неорганических веществ. 2-издание Под ред. Торочешникова М. М., Высшая школа 1976 г. с. 241 – 248, 256 – 258.
2. Горошев А.П. Технический анализ, стр. 362-371, Госхимиздат,1953.
3. Шрайбан С.С Контроль производства хлора и каустика, стр. 57-66, ОНТИ,1934.
4. Исматов А.А. ва бошқалар. Ноорганик материаллар кимёвий технологияси,-Т: Ўзбекистон, 2002, 336 б.