

Маси NaCl та H₂SO₄ після досліду розраховані раніше (див. табл. 5.2).

Так як H₂O в даному процесі участі не приймає, її кількість у витратній частині матеріального балансу буде дорівнювати її кількості в прибутковій його частині.

Масу непоглинутого HCl визначають за формулою, г:

$$m_{\text{HCl}}^{\text{втр.}} = (m_{\text{NaCl}} - m_{\text{NaCl}}^{\text{залишк.}}) \cdot \frac{M_{\text{HCl}}}{M_{\text{NaCl}}} - m_{\text{HCl}} = \dots = (6.9)$$

Після складання матеріального балансу розраховують так названу його нев'язку, %:

$$X = \frac{|m_{\text{приб.}} - m_{\text{втр.}}|}{\max(m_{\text{приб.}}, m_{\text{втр.}})} \cdot 100 = \dots = (6.10)$$

Таблиця 6.3 – Матеріальний баланс процесу отримання хлористого водню

ПРИБУТОК			ВИТРАТИ		
Статті прибутку	г	%	Статті витрат	г	%
NaCl			HCl		
Сірчана кислота:			Na ₂ SO ₄		
H ₂ SO ₄			NaCl		
H ₂ O			H ₂ SO ₄		
Разом:			H ₂ O		
			Непоглинутий HCl		
Всього:			Всього:		
Нев'язка матеріального балансу, %:					

Висновки:

Робочий конспект ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ “ВИРОБНИЦТВО СОЛЯНОЇ КИСЛОТИ СУЛЬФАТНИМ МЕТОДОМ”

СТУДЕНТ _____

ГРУПА _____

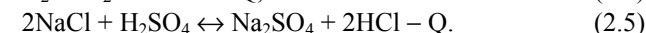
ДАТА ВИКОНАННЯ _____

1. Ціль роботи

Моделювання процесу отримання соляної кислоти сульфатним методом. Визначення основних кількісних характеристик процесу та отриманого продукту.

2. Хімічна схема отримання хлористого водню

Основну кількість безводного хлористого водню і соляної кислоти отримують в результаті протікання наступних процесів:



3. Опис лабораторної установки

Лабораторна установка для виробництва соляної кислоти сульфатним методом складається з колбонагрівача 1, краплинної лійки 2, реакційної колби 4, холодильника-сепаратора 5 та абсорберів 6.

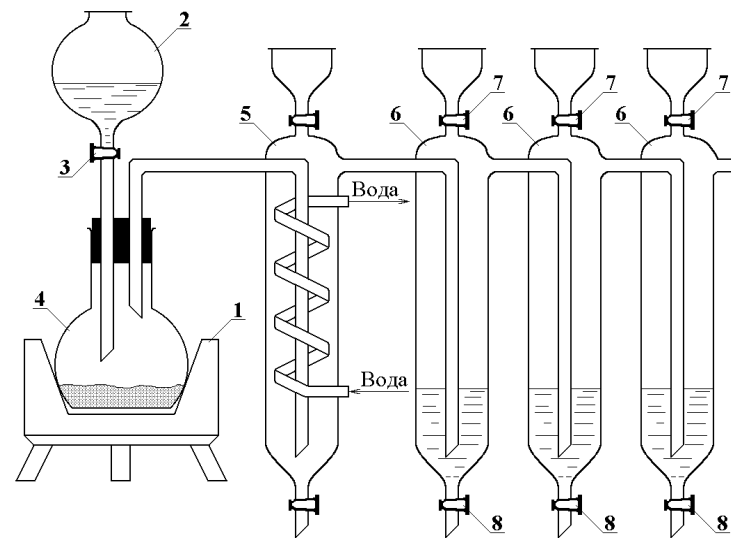


Схема лабораторної установки для виробництва HCl сульфатним методом

Краплинна лійка 2 обладнана краном 3 для зливу сірчаної кислоти до реакційної колби 4 на початку досліду і герметизації установки під час експерименту.

Абсорбери 6 постачені верхніми кранами 7 для введення дистильованої води в абсорбери та нижніми кранами 8 для зливу отриманої соляної кислоти після завершення досліду.

4. Виконання роботи

При підготовці установки до досліду необхідно:

- 1) засипати в колбу 4 задану викладачем кількість хлориду натрію;
- 2) залити в абсорбери 6 заданий викладачем об'єм дистильованої води;
- 3) зібрати лабораторну установку відповідно до рисунку;
- 4) подати охолоджуючу воду в холодильник-сепаратор 5;
- 5) звільнити холодильник-сепаратор 5 від рідини, що могла залишитися в ньому від попереднього досліду;
- 6) ввімкнути колбонагрівач 1;
- 7) у краплинну лійку 2 зібраної установки при закритому крані 3 залити розраховану кількість концентрованої сірчаної кислоти.

При запуску установки, який здійснюється обов'язково в присутності викладача, за рахунок вакууму, що створюється насосом Комовського, кислота з краплинної лійки 2 при відкритому крані 3 подається в реакційну колбу 4. Хлористий водень, що утворюється в результаті взаємодії хлористого натрію з сірчаною кислотою, через холодильник-сепаратор 5 подається в абсорбери 6. При цьому на лабораторній установці повинні бути закриті всі крани окрім крану 7 на останньому абсорбері.

Під час досліду необхідно стежити за герметичністю установки, не допускаючи виходу хлористого водню в атмосферу.

При помітному уповільненні виділення хлористого водню, для його відводу із зони реакції у абсорбери, через реакційну систему за допомогою насоса Комовського слід прокачати атмосферне повітря. Для цього відкривають кран 3, закривають кран 7 на останньому абсорбері і роблять декілька обертів колісного приводу насоса Комовського. Через 5–7 секунд, необхідних для вирівнювання тиску в системі, закривають кран 3 і відкривають кран 7 на останньому абсорбері.

Якщо після чергового прокачування виділення хлористого водню незначне і швидко припиняється, дослід завершують. Для цього вимикають колбонагрівач, відкривають всі верхні крани абсорбційного відділення (крани 6 і кран на холодильнику-сепараторі) і зливають отриману соляну кислоту з кожного абсорбера у відповідно підписані скляні стаканчики.

Мірним циліндром, починаючи з третього абсорбера, вимірюють об'єм отриманих розчинів і з кожного розчину відбирають проби для визначення концентрації соляної кислоти (див. підрозд. 5.1). За результатами титрування розраховують практичну масу хлористого водню (табл. 5.1).

6.2. Визначення відносного виходу хлористого водню

Відносний вихід хлористого водню визначають за формулою, %:

$$\Phi_{\text{HCl}} = \frac{m_{\text{HCl}}}{m_{\text{HCl}}^{\text{теор.}}} \cdot 100 = \dots = \dots \quad (6.5)$$

де m_{HCl} і $m_{\text{HCl}}^{\text{теор.}}$ – загальна практична і теоретична маса хлористого водню, відповідно, г.

Загальна практична маса хлористого водню визначена раніше – див. табл. 5.1.

Теоретичну масу хлористого водню визначають за реакцією (2.5) при умові, що реакція пройшла до кінця (для цього потрібно постійно виводити з зони реакції хлористий водень, так як рівновага розглядаваної реакції визначається тільки його парціальним тиском), за формулою, г:

$$m_{\text{HCl}}^{\text{теор.}} = m_{\text{NaCl}} \cdot \frac{M_{\text{HCl}}}{M_{\text{NaCl}}} = \dots = \dots \quad (6.6)$$

де M_{HCl} – молярна маса HCl, г/моль; m_{NaCl} – маса NaCl, взятого для досліду, г.

Розраховані значення теоретичної маси та відносного виходу хлористого водню заносять до табл. 5.1.

6.3. Складання матеріального балансу процесу отримання хлористого водню

При складанні матеріального балансу реакційної колби використовуються дані з табл. 5.1, 5.2. і 6.1.

Критерієм правильності складання матеріального балансу є однаковість мас його прибуткової і витратної частин.

Матеріальний баланс оформляється в табличній формі (табл. 6.3).

6.3.1. Складання прибуткової частини матеріального балансу

Маса NaCl задається в складі вихідних даних (див. табл. 6.1).

Маса H₂SO₄ розрахована раніше (див. табл. 6.1).

Масу H₂O у складі сірчаної кислоти розраховують з використанням даних табл. 6.1 за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб.}} = m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}} - m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} = \dots = \dots \quad (6.7)$$

6.3.2. Складання витратної частини матеріального балансу

Загальна практична маса HCl розрахована раніше (див. табл. 5.1).

Масу Na₂SO₄ визначають за формулою, г:

$$m_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = \left(m_{\text{NaCl}} - m_{\text{NaCl}}^{\text{залишк.}} \right) \cdot \frac{M_{\text{Na}_2\text{SO}_4}}{2 \cdot M_{\text{NaCl}}} = \dots = \dots \quad (6.8)$$

Практичну масу сірчаної кислоти розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} = m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}} \cdot \frac{(100 + k_{\text{надл.}})}{100} = \dots = \quad (6.2)$$

де $k_{\text{надл.}}$ – надлишок H_2SO_4 , %.

Масу розчину сірчаної кислоти розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}} = \frac{m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}}}{C_{\text{H}_2\text{SO}_4}} \cdot 100 = \dots = \quad (6.3)$$

де $C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ – концентрація розчину H_2SO_4 , %.

Об'єм розчину сірчаної кислоти розраховують за формулою, мл:

$$V_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}}}{\rho_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}}} = \dots = \quad (6.4)$$

де $\rho_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}}$ – густина розчину сірчаної кислоти, г/см³.

Значення $\rho_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}}$ визначають за допомогою табл. 6.2.

Таблиця 6.2 – Густина розчинів сірчаної кислоти в залежності від їх концентрації

$C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$, %	$\rho_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}}$, г/см ³	$C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$, %	$\rho_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}}$, г/см ³	$C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$, %	$\rho_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}}$, г/см ³
74	1,6574	83	1,7594	92	1,8240
75	1,6692	84	1,7693	93	1,8279
76	1,6810	85	1,7786	94	1,8312
77	1,6927	86	1,7872	95	1,8337
78	1,7043	87	1,7951	96	1,8355
79	1,7158	88	1,8022	97	1,8364
80	1,7272	89	1,8087	98	1,8365
81	1,7383	90	1,8144	99	1,8342
82	1,7491	91	1,8195	100	1,8305

Також для складання матеріального балансу процесу отримання хлористого водню визначають масу хлориду натрію, що не вступив у реакцію (див. підрозд. 5.2).

5. Методики аналізів і визначень

5.1. Визначення концентрації отриманої соляної кислоти

Визначення концентрації отриманої соляної кислоти виконується для кожного абсорбера окремо і проводиться за допомогою основної формули об'ємного аналізу:

$$N_{\text{HCl}, 1} = \frac{V_{\text{NaOH}, 1} \cdot N_{\text{NaOH}, 1}}{V_{\text{HCl}, 1}} = \dots = \quad (5.1.1)$$

$$N_{\text{HCl}, 2} = \frac{V_{\text{NaOH}, 2} \cdot N_{\text{NaOH}, 2}}{V_{\text{HCl}, 2}} = \dots = \quad (5.1.2)$$

$$N_{\text{HCl}, 3} = \frac{V_{\text{NaOH}, 3} \cdot N_{\text{NaOH}, 3}}{V_{\text{HCl}, 3}} = \dots = \quad (5.1.3)$$

де $V_{\text{HCl}, i}$ і $V_{\text{NaOH}, i}$ – об'єми соляної кислоти, взятої для аналізу, та об'єми лугу, що витратився на титрування, відповідно, мл; $N_{\text{HCl}, i}$ і $N_{\text{NaOH}, i}$ – нормальності соляної кислоти та лугу, відповідно, г-екв/л.

Для визначення концентрації кислоти, отриманої в кожному абсорбері, з відповідного стаканчика за допомогою піпетки відбирають проби для титрування – з першого абсорбера 5 мл, з другого та третього абсорбера – по 10 мл. Проби переносять у відповідно підписані конічні колби, додають близько 50 мл дистильованої води і титрують кислоту з першого абсорбера, враховуючи її високу концентрацію, 1 н. розчином лугу, а кислоту з другого та третього абсорберів – 0,1 н. розчином лугу з використанням у якості індикатора фенолфталеїну або метилоранжу. Отримані дані заносять до табл. 5.1.

Таблиця 5.1 – Визначення концентрації отриманої соляної кислоти

Величина	Абсорбери		
	1	2	3
Об'єм дистильованої води, залитої у абсорбери, мл			
Об'єм отриманої соляної кислоти, мл			
Об'єм проби кислоти, взятої для аналізу, мл			
Нормальність лугу, взятого для аналізу, г-екв/л			
Об'єм лугу, що витратився на титрування, мл			
Нормальність отриманої соляної кислоти, г-екв/л			
Практична маса хлористого водню, г			
Загальна практична маса хлористого водню, г			
Теоретична маса хлористого водню, г			
Відносний вихід хлористого водню, %			

Практичну масу хлористого водню в кожному абсорбері визначають за формулами, г:

$$m_{\text{HCl}, 1} = \frac{N_{\text{HCl}, 1} \cdot E_{\text{HCl}}}{1000} \cdot V_{\text{розч.}, 1} = \dots = \quad (5.2.1)$$

$$m_{\text{HCl}, 2} = \frac{N_{\text{HCl}, 2} \cdot E_{\text{HCl}}}{1000} \cdot V_{\text{розч.}, 2} = \dots = \quad (5.2.2)$$

$$m_{\text{HCl}, 3} = \frac{N_{\text{HCl}, 3} \cdot E_{\text{HCl}}}{1000} \cdot V_{\text{розч.}, 3} = \dots = \quad (5.2.3)$$

де $N_{\text{HCl}, i}$ – нормальність соляної кислоти в i -тому абсорбері, г-екв/л; $V_{\text{розч.}, i}$ – об'єм соляної кислоти в i -тому абсорбері, мл; E_{HCl} – еквівалентна маса соляної кислоти, г/г-екв.

В подальших розрахунках використовують загальну практичну масу хлористого водню зі всіх абсорберів, г:

$$m_{\text{HCl}} = \sum_{i=1}^3 m_{\text{HCl}, i} = \dots = \quad (5.3)$$

Теоретичну масу хлористого водню і відносний вихід хлористого водню розраховують у підрозд. 6.2.

5.2. Визначення маси хлориду натрію, що не вступив у реакцію

Масу хлориду натрію, що не вступив у реакцію, визначають через масу залишкової сірчаної кислоти.

Для цього після остигання колби 4 в неї до половини об'єму заливають дистильовану воду, після повного розчинення реакційного залишку переносять розчин в мірну колбу на 250 мл, доводять дистильованою водою до мітки і перемішують.

З мірної колби за допомогою бюретки відбирають пробу об'ємом 25 мл і переносять в конічну колбу. Пробу розбавляють дистильованою водою об'ємом близько 50 мл і титрують 0,5 н. розчином лугу в присутності фенолфталеїну або метилоранжу.

Масу залишкової сірчаної кислоти розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{залишк.}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot 0,049 \cdot 250}{25} = \dots = \quad (5.4)$$

де V_{NaOH} – об'єм лугу, що витратився на титрування, мл; 0,049 – маса сірчаної кислоти, що відповідає 1 мл 1 н. розчину лугу, г.

Масу хлориду натрію, що не вступив у реакцію, розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{NaCl}}^{\text{залишк.}} = \left[m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{залишк.}} - \left(m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} - m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}} \right) \right] \cdot \frac{2 \cdot M_{\text{NaCl}}}{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}} = \dots = \quad (7.10)$$

де M_{NaCl} і $M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ – молярні маси хлориду натрію та сірчаної кислоти, відповідно, г/моль; $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}}$ і $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}}$ – практична та теоретична маса сірчаної кислоти для дослідів, відповідно (див. підрозд. 6.1), г.

Всі дані з визначення маси хлориду натрію, що не вступив у реакцію, заносять до табл. 5.2.

Таблиця 5.2 – Визначення маси хлориду натрію, що не вступив у реакцію

Об'єм 0,5 н. лугу, що витратився на титрування, мл	Маса залишкової H_2SO_4 , г	Маса NaCl, що не вступив у реакцію, г

6. Обробка результатів експерименту

6.1. Розрахунок об'єму розчину сірчаної кислоти для дослідів

Перед початком роботи за заданими викладачем вихідними даними розраховують необхідний об'єм розчину сірчаної кислоти. Вихідні дані і результати розрахунків зводять до табл. 6.1.

Таблиця 6.1 – Розрахунок об'єму розчину сірчаної кислоти для дослідів

Вихідні дані		Розрахункові дані	
Маса NaCl, г		Теоретична маса H_2SO_4 , г	
Концентрація H_2SO_4 , %		Практична маса H_2SO_4 , г	
Надлишок H_2SO_4 , %		Маса розчину H_2SO_4 , г	
		Об'єм розчину H_2SO_4 , мл	

Теоретичну масу сірчаної кислоти з урахуванням реакції (2.5) розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}} = m_{\text{NaCl}} \cdot \frac{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{2 \cdot M_{\text{NaCl}}} = \dots = \quad (6.1)$$

де m_{NaCl} – задана маса NaCl, г; $M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ і M_{NaCl} – молярні маси відповідно сірчаної кислоти і хлориду натрію, г/моль.