

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
«УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ»**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНИХ ЗАНЯТЬ № 3
«ВИРОБНИЦТВО СОЛЯНОЇ КИСЛОТИ СУЛЬФАТНИМ МЕТОДОМ»
З ДИСЦИПЛІНИ «ЗАГАЛЬНА ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ»
ЗА ОСВІТНІМ РІВНЕМ «БАКАЛАВР»
ДЛЯ СТУДЕНТІВ СПЕЦІАЛЬНОСТЕЙ
«015 ПРОФЕСІЙНА ОСВІТА»
«161 ХІМІЧНІ ТЕХНОЛОГІЇ ТА ІНЖЕНЕРІЯ»,
«226 ФАРМАЦІЯ, ПРОМИСЛОВА ФАРМАЦІЯ»
«151 АВТОМАТИЗАЦІЯ ТА КОМП'ЮТЕРНО-ІНТЕГРОВАНІ
ТЕХНОЛОГІЇ»**

Дніпро 2024

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
«УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ»

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНИХ ЗАНЯТЬ № 3
«ВИРОБНИЦТВО СОЛЯНОЇ КИСЛОТИ СУЛЬФАТНИМ МЕТОДОМ»
З ДИСЦИПЛІНИ «ЗАГАЛЬНА ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ»
ЗА ОСВІТНІМ РІВНЕМ «БАКАЛАВР»
ДЛЯ СТУДЕНТІВ СПЕЦІАЛЬНОСТЕЙ
«015 ПРОФЕСІЙНА ОСВІТА»
«161 ХІМІЧНІ ТЕХНОЛОГІЇ ТА ІНЖЕНЕРІЯ»,
«226 ФАРМАЦІЯ, ПРОМИСЛОВА ФАРМАЦІЯ»
«151 АВТОМАТИЗАЦІЯ ТА КОМП'ЮТЕРНО-ІНТЕГРОВАНІ ТЕХНОЛОГІЇ»

Затверджено на засіданні
кафедри процеси, апарати та загальна
хімічна технологія.
Протокол № 8 від 19.05.2023р.

Дніпро 2024

Методичні вказівки до лабораторних занять № 3 «Виробництво соляної кислоти сульфатним методом» з дисципліни «Загальна хімічна технологія» за освітнім рівнем «Бакалавр» для студентів спеціальностей «015 Професійна освіта», «161 Хімічні технології та інженерія», «226 Фармація, промислова фармація», «151 Автоматизація та комп'ютерно-інтегровані технології» / Укл.: І. В. Скар, В. А. Коток, Ю. Є. Скар – Дніпро : ДВНЗ УДХТУ, 2024. – 21 с.

Укладачі: І. В. Скар, канд. хім. наук
В. А. Коток, канд. техн. наук
Ю. Є. Скар, д-р хім. наук

Відповідальний за випуск Ю. Є. Скар, д-р хім. наук

Вказівки містять теоретичні основи процесу виробництва соляної кислоти сульфатним методом, опис технологічної схеми процесу, експериментальної лабораторної установки, яка моделює розглядане виробництво. Наведено порядок проведення роботи на лабораторній установці, необхідні методики аналізів та обробки експериментальних даних, вимоги щодо звіту з лабораторної роботи, перелік контрольних запитань та навчальних посібників, які рекомендуються для поглибленого вивчення матеріалу.

Навчальне видання

Методичні вказівки до лабораторних занять № 3 «Виробництво соляної кислоти сульфатним методом» з дисципліни «Загальна хімічна технологія» за освітнім рівнем «Бакалавр» для студентів спеціальностей «015 Професійна освіта», «161 Хімічні технології та інженерія», «226 Фармація, промислова фармація», «151 Автоматизація та комп'ютерно-інтегровані технології»

Укладачі: СКАР Ірина Володимирівна
КОТОК Валерій Анатолійович
СКАР Юрій Євгенович

Авторська редакція

Підписано до друку 22.02.24. Формат 60×84/16. Папір ксерокс. Друк різнограф. Умов. друк. арк. 1,01 Обл.-вид. арк. 1,06. Тираж 100 прим. Зам. № 250.

Свідоцтво ДК № 5026 від 16.12.2015

ДВНЗ УДХТУ, просп. Гагаріна, 8, м. Дніпро, 49005

Редакційно-видавничий відділ

ВСТУП

Хлоридна кислота (також соляна кислота, хлороводнева кислота) є однією з найважливіших неорганічних кислот. Її тривіальна назва «соляна кислота», пов'язана з тим, що в основі одного із перших способів синтезу хлоридної кислоти лежить реакція взаємодії сульфатної кислоти і кухонної солі.

Соляна кислота представляє собою розчин хлороводню у воді. Гідроген хлорид (хлороводень) – безбарвний газ, який добре розчиняється у воді, причому його розчинність залежить від температури. При тиску газу 760 мм рт. ст. 1 л води при 0°C розчиняє 52,5 л HCl, при 18°C – 451,2 л HCl.

Гідроген хлорид та соляна кислота використовуються в різноманітних галузях виробництва в якості хлорвмісної сировини для одержання хлору, як реагенти для одержання різних органічних і неорганічних сполук та каталізatori технологічних процесів. За об'ємом виробництва серед інших кислот займає третє місце (після сульфатної та азотної).

В хімічній промисловості соляна кислота використовується у виробництві пластмас, ядохімікатів, органічних барвників, хлористих солей, активованого вугілля, преципітату, синтетичного каучуку та ін.

Соляна кислота і гідроген хлорид широко використовують в реакціях нейтралізації, гідрохлорування мінеральної сировини з одержанням хлоридів металів. Так, кальцій хлорид одержують при нейтралізації стічних вод вапняним молоком. Перспективним є також використання соляної кислоти для розкладання алюмосилікатів при одержанні основних алюміній хлоридів, які застосовуються для коагуляційної очистки стічних вод. Шляхом гідрохлорування етилену в промислових умовах одержують хлоретан, який використовується при виробництві етилцелюлози.

В металургійній промисловості соляна кислота використовується при одержанні мангана, заліза та інших металів.

В гальванотехніці соляна кислота застосовується в якості активного середовища при травленні та декапіюванні. Соляна кислота використовується для очистки металів при лудінні та пайці.

В медичній практиці розведену соляну кислоту використовують в краплях та препаратах в комбінації з пепсином при захворюваннях, які супроводжуються недостатньою кислотністю шлункового соку (наприклад, гастриті), а також гіпохромній анемії (сумісно з препаратами заліза для покращення її всмоктування).

Хлоридна кислота використовується в харчовій промисловості для регулювання pH, консервації продуктів та виробництва певних харчових добавок.

Каталітичні властивості гідроген хлориду помітно проявляються в процесі алкілювання бензолу та його гомологів в присутності алюміній хлориду.

1. ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ВИРОБНИЦТВА СОЛЯНОЇ КИСЛОТИ

1.1. Одержання хлороводню

Виробництво соляної кислоти складається з двох стадій: одержання гідроген хлориду і поглинання (абсорбція) хлороводню водою. Різні способи відрізняються один від одного методами одержання гідроген хлориду.

Основну кількість безводного гідроген хлориду і соляної кислоти одержують в якості побічного продукту:

1) у процесах заміщувального хлорування вуглеводнів



(наприклад, хлорування CH_4 з метою одержання CH_3Cl , CH_2Cl_2 , $CHCl_3$ та CCl_4 , хлорування бензолу з одержанням C_6H_5Cl);

2) у процесах піролізу хлорпохідних вуглеводнів



(наприклад, одержання вінілхлориду піролізом дихлоретану);

3) у процесах гідрофторування хлорпохідних вуглеводнів



(наприклад, одержання фреонів та фторопластів).

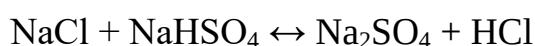
Крім того, деяку кількість хлороводню одержують при його прямому синтезі з елементів:



та сульфатним методом.

Сульфатний метод є найбільш старим методом одержання гідроген хлориду (І. А. Лоурі, 1934 р.).

Сульфатний метод базується на взаємодії натрій (або калій) хлориду з концентрованою сульфатною кислотою:



В залежності від температури реакційної суміші утворюваний натрій сульфат може повністю залишатися в рідкій фазі або частково кристалізуватись із неї у вигляді кислих солей. Для запобігання передчасного затвердіння реакційної маси необхідно, щоб температура була достатньо високою. При застосуванні NaCl реакцію проводять при $\sim 500^{\circ}\text{C}$.

Сульфатний спосіб, як найбільш простий та безпечний, рекомендується для одержання соляної кислоти в лабораторних умовах. До переваг цього способу слід віднести також утворення в якості цільового продукту натрій сульфату, заради виробництва якого, власне, він і був розроблений. Основним недоліком цього способу є невисока концентрація і недостатня чистота хлороводню. Сульфатним способом одержують технічну соляну кислоту, яка містить не більше 28–32 % HCl, забруднену миш'яком, залізом та іншими домішками. Однак, не зважаючи на його недоліки, сульфатний спосіб знайшов широке розповсюдження в регіонах, які не мають природних родовищ натрій сульфату.

Сировиною для одержання хлороводню сульфатним методом є подрібнена поварена сіль і 92–93 %-на сульфатна кислота.

Розкладання повареної солі сульфатною кислотою здійснюється в безупинно діючих печах. У промисловості застосовуються муфельні та обертові механічні сульфатні печі.

Механічна сульфатна піч це муфель, який складений із вогнестійкої та кислотоупорної шамотної цегли або чавунний. В муфельних печах обігрівальні топкові гази безпосередньо не стикаються з реагуючими речовинами, а передають своє тепло через стінку муфеля. У центрі муфеля розташований чавунний вал із гребками, на яких закріплені чавунні зуби з керамічними чи карборундовими наконечниками. Гребки з зубами розташовані таким чином, що при обертанні валу здійснюється тісний контакт сульфатної кислоти з повареною сіллю і пересування реакційної маси від центра до периферії. Для обігріву муфеля в топці спалюють генераторний газ. Усередині муфеля підтримують температуру $500\text{--}550^{\circ}\text{C}$, температура обігрівальних топкових газів складає $950\text{--}1000^{\circ}\text{C}$.

При розкладанні повареної солі 93 %-ною сульфатною кислотою теоретично повинен утворюватися газ, який містить 83 % HCl і 17 % H_2O , а сухий газ повинен складатися лише з HCl. Однак практичний вміст HCl у сухому газі складає 30–50 %, що пояснюється підсмоктуванням у муфель повітря і димових газів, які розбавляють хлороводень (усередині муфеля підтримується невеликий вакуум 1–2 мм вод. ст. щоб уникнути проникнення газу в навколишнє середовище).

Перевагою муфельних печей є порівняно висока концентрація HCl і відсутність його забруднення топковими газами. До недоліків муфельних печей слід віднести складність конструкції і підвищені порівняно з обертовими механічними печами експлуатаційні витрати.

В обертових механічних печах нагрів реагентів здійснюється безпосередньо гарячими газами. Для обігріву таких печей застосовується низькосортне рідке паливо чи генераторний газ. Перевагою механічних обертових печей є їх велика продуктивність і, як наслідок, менші (у 3–3,5 рази при рівній продуктивності) порівняно з муфельними печами виробничі площі для їх розміщення. Основними недоліками обертових печей є низький вміст HCl у газі (близько 5 %), забруднення його продуктами згоряння палива та утворення на стінках печі твердого шару $\text{Na}_2\text{H}(\text{SO}_4)_2$.

Також запропоновано проводити процес в реакторах з киплячим шаром [3]. До реактора подають нагрітий NaCl та потік гарячих газів, які містять пари або дрібні краплини H_2SO_4 . Натрій сульфат, який утворюється на поверхні кристалів повареної солі, подається разом з газовим потоком до реактору з киплячим шаром. Тут за рахунок тертя він відокремлюється від кристалів NaCl . Концентрація HCl у реакційній зоні невелика (не більше 5 %).

1.2. Абсорбція хлороводню

Хлоридна кислота утворюється внаслідок абсорбції хлороводню водою. Розчинення гідроген хлориду у воді – дуже екзотермічний процес, сумарна теплота розчинення гідроген хлориду для нескінченного розчинення при 0°C складає 69,9 кДж/моль HCl . Таким чином, при одержанні соляної кислоти необхідно відводити значну кількість тепла. За способами відводу тепла методи абсорбції поділяють на ізотермічний, адіабатичний та комбінований.

При ізотермічній абсорбції процес здійснюється з відводом тепла і температура кислоти підтримується постійною за рахунок безпосереднього охолодження абсорбера або завдяки охолодженню циркулюючої кислоти у виносному холодильнику.

При адіабатичній абсорбції процес здійснюється без відведення та підводу теплоти зовні. Цей спосіб, названий за прізвиськом автора способом Гаспаряна, є простішим та ефективнішим, тому він переважно і використовується в промисловості для одержання кислоти різних гатунків. Спосіб ґрунтується на тому, що внаслідок виділення великої кількості теплоти абсорбції, яка не відводиться теплообмінними пристроями, температура кислоти підвищується і кислота закипає. Унаслідок кипіння з кислоти випаровується вода. В адіабатичних умовах випаровування викликає зниження температури кислоти, оскільки на випаровування потрібно витратити певну кількість теплової енергії, яка за відсутності підведення теплоти зовні, відбирається від кислоти. Зниження температури кислоти обумовлює абсорбцію нових порцій газоподібного гідроген хлориду. Максимальна концентрація кислоти, одержаної в таких умовах дорівнює 35 % HCl .

Комбінована схема абсорбції складається з двох ступенів – адіабатичної та ізотермічної.

2. СТИСЛА ХАРАКТЕРИСТИКА ПРОМИСЛОВОЇ ТЕХНОЛОГІЧНОЇ СХЕМИ

На рис. 2.1 наведена технологічна схема виробництва соляної кислоти сульфатним способом із застосуванням принципу адіабатичної абсорбції.

Хлороводень, який виходить з муфельної печі 1 і має температуру 425–450°C, піддається спочатку очистці від домішок (дрібні частинки сульфату, туман сульфатної кислоти) в очисній башті 2, а потім охолоджується до температури 200–250°C в сталевому газоході.

Очисна башта 2 зазвичай виготовляється з плит пісковика чи граніту і насаджена коксом або керамічними кільцями. Брудна соляна кислота, що витікає з башти 2, містить 8–10 % сульфатної кислоти і є відходом виробництва.

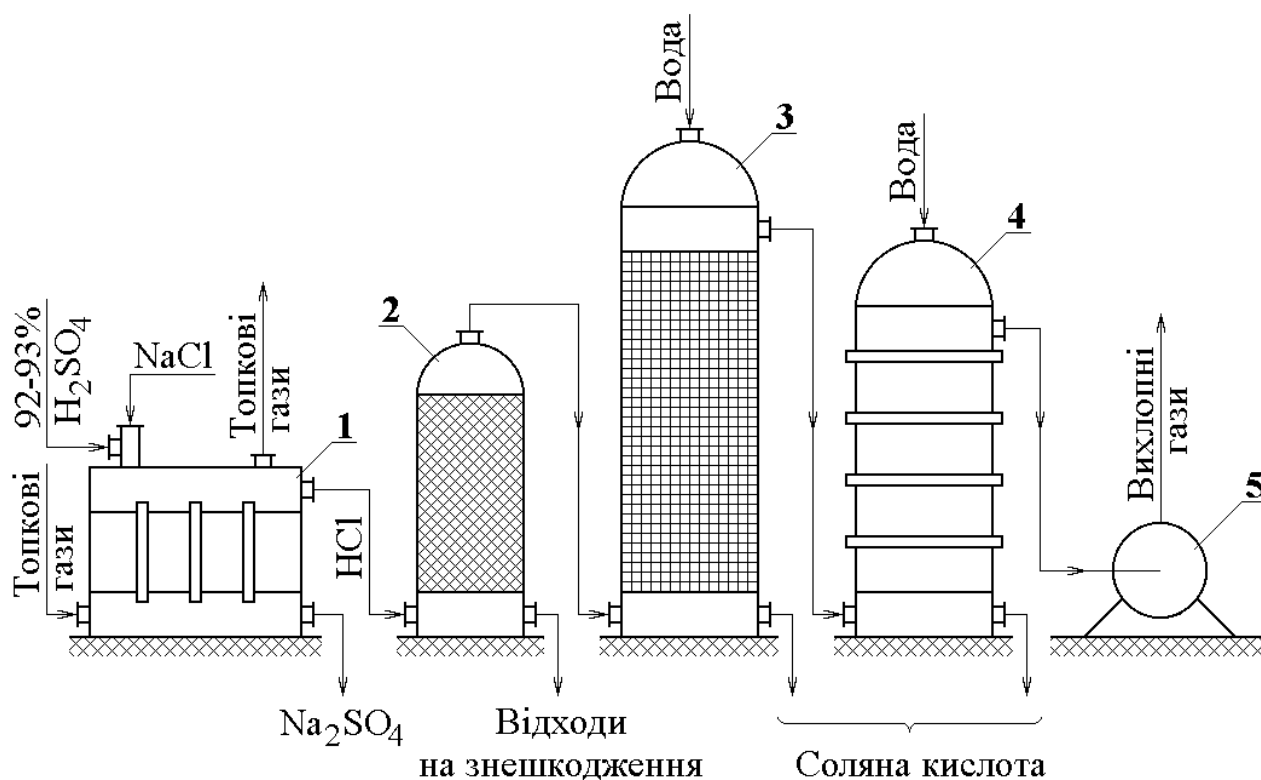


Рис. 2.1. Технологічна схема виробництва соляної кислоти із застосуванням принципу адіабатичної абсорбції:

- 1 – муфельна піч; 2 – очисна башта; 3 – абсорбер;
4 – промивальник хвостових газів; 5 – відсмоктувач вихлопних газів

З очисної башти газ надходить знизу в абсорбер 3, заповнений керамічними кільцями, та взаємодіє з водою, яка рухається назустріч. Соляна кислота, яка утворюється у верхній частині абсорбера 3, стікаючи по насадці донасичується хлороводнем. За мірою руху газу вверх концентрація стікаючої кислоти зменшується, посилюється абсорбція хлороводню, а кількість тепла, що виділяється, безупинно зростає. В середній частині абсорбера 3 кислота кипить при температурі 110°C , а концентрація її складає 20 %, що відповідає складу азеотропної суміші.

Внаслідок випаровування азеотропної суміші відбувається охолодження кислоти у верхній частині абсорбера і поглинання хлороводню водою, що надходить в верхню частину колони. Гази, які відходять з абсорбера, містять 1,0–1,5 % HCl і спрямовуються в промивальник хвостових газів 4, який зрошується водою або вапняним молоком. Рідина, яка виходить з нього, містить 0,2–0,5 % HCl і спрямовується в каналізацію кислих стоків, а гази, практично звільнені від хлороводню, через відсмоктувач вихлопних газів 5 викидаються в атмосферу. Готова соляна кислота з температурою $70\text{--}75^{\circ}\text{C}$ і концентрацією 31,0–31,5 % відбирається з нижньої частини абсорбера 3 і надходить до сховища, де вона охолоджується до звичайної температури.

3. МЕТА РОБОТИ

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

4. ОПИС ЛАБОРАТОРНОЇ УСТАНОВКИ

Лабораторна установка для виробництва соляної кислоти сульфатним методом, наведена на рис. 4.1, складається з колбонагрівача 1, краплинної лійки 2, реакційної колби 4, холодильника-сепаратора 5 та абсорберів 6.

Краплинна лійка 2 обладнана краном 3 для зливу сульфатної 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 одержаної соляної кислоти після завершення досліду.

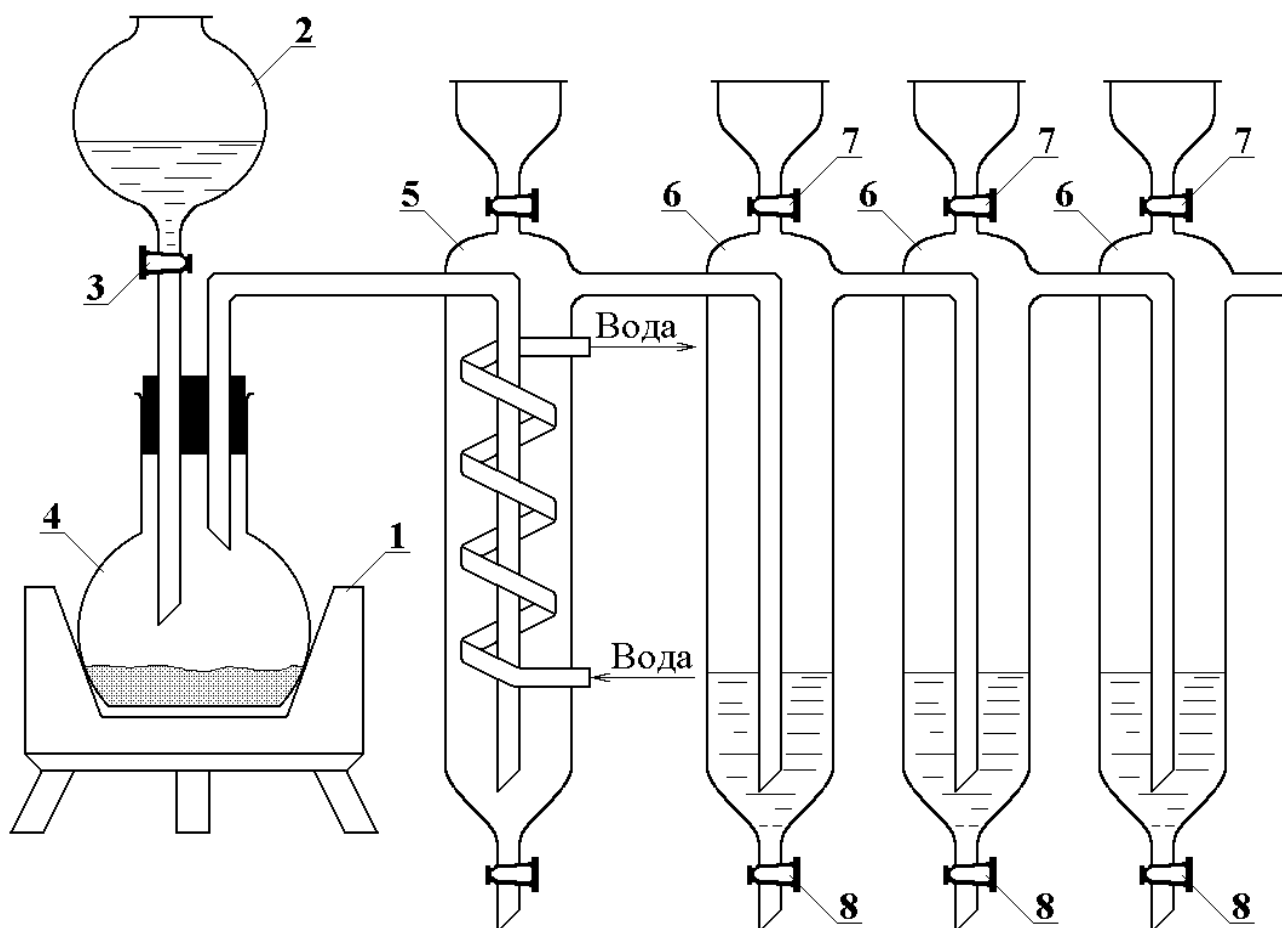


Рис. 4.1. Схема лабораторної установки
для виробництва соляної кислоти сульфатним методом:
1 – колбонагрівач; 2 – краплинна лійка; 3, 7, 8 – крани;
4 – реакційна колба; 5 – холодильник-сепаратор; 6 – абсорбери

5. ПИТАННЯ ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ

При виконанні даної роботи забороняється:

- приступати до досліду без дозволу викладача;
- вмикати та вимикати колбонагрівач вологими руками;
- вести дослід при закритому випускному крані 7 на останньому абсорбері, бо зростання тиску в системі може призвести до вибуху;
- залишати без нагляду включену установку.

Кожну рідину належить відбирати за допомогою окремого вимірювального посуду, на якому зазначена назва відповідної рідини – сульфатна кислота для досліду відміряється мірним циліндром, аліквоти одержаних розчинів соляної кислоти для визначення їх концентрацій відбираються піпетками, на яких зазначений номер абсорбера.

Особливої обережності слід дотримуватися при роботі з сульфатною кислотою та концентрованою соляною кислотою з першого абсорбера. При попаданні цих рідин на відкриті ділянки шкіри невідкладно промити їх рясним струменем води та обробити содовим розчином.

6. ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

6.1. Попередні зауваження

При виконанні роботи необхідно:

- а) уважно ознайомитися із завданням;
- б) не захарашувати своє робоче місце сторонніми предметами, які не стосуються виконуваної роботи;
- в) не відволікатися та не заважати товаришам, нічого не брати з іншого столу – все необхідне для виконання роботи наявне на вашому робочому місці;
- г) при виникненні будь-яких ускладнень звертатися за роз'ясненням до викладача;
- д) по закінченні роботи навести порядок на робочому місці;
- е) одержану концентровану соляну кислоту з першого абсорбера, після досліду та виконання аналізів, вилити в склянку-збірник концентрованої соляної кислоти (ні в якому разі не зливати у раковину!).

Обов'язковим є виконання наведених вище вимог техніки безпеки.

6.2. Розрахунок об'єму розчину сульфатної кислоти для досліду

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

Таблиця 6.1

Розрахунок об'єму розчину сульфатної кислоти для досліду

Вихідні дані		Розрахункові дані	
Маса NaCl, г		Теоретична маса H ₂ SO ₄ , г	
Концентрація H ₂ SO ₄ , %		Практична маса H ₂ SO ₄ , г	
Надлишок H ₂ SO ₄ , %		Маса розчину H ₂ SO ₄ , г	
		Об'єм розчину H ₂ SO ₄ , мл	

Теоретичну масу сульфатної кислоти з урахуванням реакції (1.5) розраховують за формулою, г:

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

де m_{NaCl} – задана маса NaCl, г;

$M_{H_2SO_4}$ і M_{NaCl} – молярні маси відповідно сульфатної кислоти і натрій хлориду, г/моль.

Практичну масу сульфатної кислоти розраховують за формулою, г:

$$m_{H_2SO_4}^{п\text{ракт.}} = m_{H_2SO_4}^{теор.} \cdot \frac{(100 + k_{надл.})}{100}, \quad (6.2)$$

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

Масу розчину сульфатної кислоти розраховують за формулою, г:

$$m_{H_2SO_4}^{розч.} = \frac{m_{H_2SO_4}^{п\text{ракт.}}}{C_{H_2SO_4}} \cdot 100, \quad (6.3)$$

де $C_{H_2SO_4}$ – концентрація розчину H_2SO_4 , %.

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

$$V_{H_2SO_4} = \frac{m_{H_2SO_4}^{розч.}}{\rho_{H_2SO_4}^{розч.}} \quad (6.4)$$

де $\rho_{H_2SO_4}^{розч.}$ – густина розчину сульфатної кислоти, г/см³.

Значення $\rho_{H_2SO_4}$ визначають за допомогою табл. 6.2.

Таблиця 6.2

Густина розчинів сульфатної кислоти в залежності від їх концентрації

$C_{H_2SO_4}, \%$	$\rho_{H_2SO_4}^{розч.}, \text{г/см}^3$	$C_{H_2SO_4}, \%$	$\rho_{H_2SO_4}^{розч.}, \text{г/см}^3$	$C_{H_2SO_4}, \%$	$\rho_{H_2SO_4}^{розч.}, \text{г/см}^3$
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

6.3. Виконання роботи

При підготовці установки до досліду необхідно:

- 1) засипати в колбу 4 задану викладачем кількість натрій хлориду;
- 2) залити в абсорбери 6 заданий викладачем об'єм дистильованої води;
- 3) зібрати лабораторну установку відповідно до рис. 4.1;
- 4) подати охолоджуючу воду в холодильник-сепаратор 5;
- 5) звільнити холодильник-сепаратор 5 від рідини, яка 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 сульфатної кислоти.

При запуску установки, який здійснюється обов'язково в присутності викладача, за рахунок вакууму, який створюється насосом Комовського, кислота з краплинної лійки 2 при відкритому крані 3 подається в реакційну колбу 4. Хлороводень, який утворюється в результаті взаємодії натрій хлориду з сульфатною 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 хлороводню в атмосферу.

При помітному уповільненні виділення хлороводню, 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 хлороводню 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 одержану соляну кислоту з кожного абсорбера у відповідно підписані скляні стаканчики.

Мірним циліндром, починаючи з третього абсорбера, вимірюють об'єм одержаних розчинів і з кожного розчину відбирають проби для визначення концентрації соляної кислоти (див. підрозд. 7.1). За результатами титрування розраховують практичну масу хлороводню (табл. 7.1).

Також для складання матеріального балансу процесу одержання хлороводню визначають масу натрій хлориду, який не вступив у реакцію (див. підрозд. 7.2).

7. МЕТОДИКИ АНАЛІЗІВ І ВИЗНАЧЕНЬ

7.1. Визначення концентрації одержаної соляної кислоти

Визначення концентрації одержаної соляної кислоти виконується для кожного абсорбера окремо і проводиться за допомогою основної формули об'ємного аналізу ($N_1V_1 = N_2V_2$), яка для даного випадку має вигляд:

$$N_{\text{HCl}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}}}{V_{\text{HCl}}}, \quad (7.1)$$

де V_{HCl} і V_{NaOH} – об'єм соляної кислоти, взятої для аналізу, та об'єм лугу, який витратився на титрування, відповідно, мл;

N_{HCl} і N_{NaOH} – нормальності соляної кислоти та лугу, відповідно, г-екв/л.

Для визначення концентрації кислоти, одержаної 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 проводять титрування розчинами лугу з використанням у якості індикатора фенолфталеїну або метилоранжу. Титрування з першого абсорбера проводять 1 н. розчином лугу, з другого та третього абсорберів – 0,1 н. розчином лугу.

Отримані дані заносять до табл. 7.1.

Таблиця 7.1

Визначення концентрації одержаної соляної кислоти

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

Практичну масу хлороводню в кожному абсорбері визначають за формулою, г:

$$m_{\text{HCl}, i} = \frac{N_{\text{HCl}, i} \cdot E_{\text{HCl}}}{1000} \cdot V_{\text{розч., } i}, \quad (7.2)$$

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/екв.

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

$$m_{\text{HCl}} = \sum_{i=1}^3 m_{\text{HCl}, i}. \quad (7.3)$$

Теоретичну масу хлороводню і відносний вихід хлороводню розраховують у підрозд. 8.1.

7.2. Визначення маси натрій хлориду, який не вступив у реакцію

Масу натрій хлориду, який не вступив у реакцію, визначають через масу залишкової сульфатної кислоти.

Для цього після остигання колби 4 в неї до половини об'єму заливають дистильовану воду і 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 сульфатної кислоти розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{залишк.}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot 0,049 \cdot 250}{25}, \quad (7.4)$$

де V_{NaOH} – об'єм лугу, який витратився на титрування, мл;

0,049 – маса сульфатної кислоти, яка відповідає 1 мл 1 н. розчину лугу, г.

Масу натрій хлориду, який не вступив у реакцію, розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{NaCl}}^{\text{залишк.}} = \left[m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{залишк.}} - \left(m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} - m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}} \right) \right] \cdot \frac{2 \cdot M_{\text{NaCl}}}{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}}, \quad (7.5)$$

де M_{NaCl} і $M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ – молярні маси натрій хлориду та сульфатної кислоти, відповідно, г/моль;

$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}}$ і $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}}$ – теоретична та практична маса сульфатної кислоти для досліду (див. підрозд. 6.2), г.

Всі дані з визначення маси натрій хлориду, який не вступив у реакцію, заносять до табл. 7.2.

Таблиця 7.2

Визначення маси натрій хлориду, який не вступив у реакцію

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

8. ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ЕКСПЕРИМЕНТУ

8.1. Визначення відносного виходу хлороводню

Відносний вихід хлороводню визначають за формулою, %

$$\Phi_{\text{HCl}} = \frac{m_{\text{HCl}}}{m_{\text{HCl}}^{\text{теор.}}} \cdot 100, \quad (8.1)$$

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

Загальна практична маса хлороводню визначена раніше – див. табл. 7.1.

Теоретичну масу хлороводню визначають за реакцією (1.5) при умові, що реакція пройшла до кінця (для цього потрібно постійно виводити з зони реакції хлороводень, так як рівновага розгляданої реакції визначається тільки його парціальним тиском), за формулою, г

$$m_{\text{HCl}}^{\text{теор.}} = m_{\text{NaCl}} \cdot \frac{M_{\text{HCl}}}{M_{\text{NaCl}}}, \quad (8.2)$$

де M_{HCl} – молярна маса HCl , г/моль;

m_{NaCl} – маса натрій хлориду, взятого для дослід, г.

Розраховані значення теоретичної маси та відносного виходу хлороводню заносять до табл. 7.1.

8.2. Складання матеріального балансу процесу одержання хлороводню

Матеріальний баланс (МБ) складається на основі матеріального розрахунку, як при проектуванні, так і при аналізі роботи підприємства або якоїсь його частини, цеху, установки. Завершенням розрахункової частини роботи є складання МБ реактора (реакційної колби) лабораторної установки.

Рівняння матеріального балансу (РМБ) в загальному випадку має такий вигляд:

$$\sum m_{\text{приб.}} = \sum m_{\text{витр.}}, \quad (8.3)$$

де $m_{\text{приб.}}$ і $m_{\text{витр.}}$ – маси прибуткової і витратної частин МБ, відповідно.

Для реакційної колби лабораторної установки РМБ має вигляд:

$$m_{\text{NaCl}} + m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб.}} = m_{\text{HCl}} + m_{\text{Na}_2\text{SO}_4} + m_{\text{NaCl}}^{\text{витр.}} + m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{витр.}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр.}} + m_{\text{HCl}}^{\text{втр.}}, \quad (8.4)$$

де m_{NaCl} , $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}}$, $m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб.}}$ – маси натрій хлориду, сульфатної кислоти та води в прибутковій частині МБ, відповідно;

m_{HCl} – маса одержаного хлороводню;

$m_{\text{NaCl}}^{\text{витр.}}$, $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{витр.}}$, $m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр.}}$ – маси натрій хлориду, сульфатної кислоти та води у витратній частині МБ, відповідно;

$m_{\text{HCl}}^{\text{втр.}}$ – маса непоглинутого хлороводню.

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

При складанні матеріального балансу реакційної колби використовуються дані з табл. 6.1, 7.1. і 7.2.

Матеріальний баланс оформляється в табличній формі (табл. 8.1).

8.2.1. Складання прибуткової частини матеріального балансу

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

Маса H_2SO_4 розрахована раніше (див. табл. 6.1).

Масу H_2O у складі сульфатної кислоти розраховують з використанням даних табл. 6.1 за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{приб.}} = m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{розч.}} - m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} \quad (8.5)$$

8.2.2. Складання витратної частини матеріального балансу

Практична маса HCl розрахована раніше (див. табл. 7.1).

Масу Na₂SO₄ визначають за формулою, г:

$$m_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = (m_{\text{NaCl}} - m_{\text{NaCl}}^{\text{випр.}}) \cdot \frac{M_{\text{Na}_2\text{SO}_4}}{2 \cdot M_{\text{NaCl}}} \quad (8.6)$$

Маси NaCl та H₂SO₄ після досліду розраховані раніше (див. табл. 7.2).

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:

$$m_{\text{HCl}}^{\text{втр.}} = (m_{\text{NaCl}} - m_{\text{NaCl}}^{\text{випр.}}) \cdot \frac{M_{\text{HCl}}}{M_{\text{NaCl}}} - m_{\text{HCl}} \quad (8.7)$$

Таблиця 8.1

Матеріальний баланс процесу одержання хлороводню

ПРИБУТОК			ВИТРАТИ		
Статті прибутку	г	%	Статті витрат	г	%
NaCl			HCl		
Сульфатна кислота:			Na ₂ SO ₄		
H ₂ SO ₄			NaCl		
H ₂ O			H ₂ SO ₄		
			H ₂ O		
			Непоглинутий HCl		
Всього:			Всього:		

Нев'язка матеріального балансу, %:

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

$$X = \frac{|m_{\text{приб.}} - m_{\text{випр.}}|}{\max(m_{\text{приб.}}, m_{\text{випр.}})} \cdot 100. \quad (8.8)$$

9. ВИМОГИ ДО УПОРЯДКУВАННЯ ЗВІТУ

Звіт про роботу повинен бути написаний охайно і грамотно, містити дані усіх визначень, розрахунки, схему лабораторної установки.

Рекомендований план звіту:

- мета роботи;
- стислий опис фізико-хімічних основ одержання соляної кислоти сульфатним методом (одержання хлороводню, його абсорбція);
- стислий опис лабораторної експериментальної установки;
- порядок проведення роботи;
- методики і результати аналізів (визначення концентрації одержаних розчинів соляної кислоти, кількості залишкових сульфатної кислоти і натрій хлориду);
- розрахунки до роботи (визначення об'єму сульфатної кислоти для досліду, відносного виходу хлороводню);
- матеріальний баланс процесу одержання хлороводню;
- висновки про роботу.

Всі експериментальні дані і результати розрахунків повинні бути оформлені у вигляді відповідних таблиць.

10. ПЕРЕЛІК ПИТАНЬ ДО ЗАХИСТУ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

1. Які області застосування соляної кислоти Ви знаєте?
2. Яке місце займає соляна кислота за об'ємом виробництва порівняно з сульфатною та азотними кислотами?
3. З яких стадій складається виробництво соляної кислоти будь-яким методом?
4. Назвіть способи промислового одержання хлороводню.
5. Зробіть коротку порівняльну характеристику існуючих хімічних схем виробництва хлороводню.
6. Як на Вашу думку, за якою хімічною схемою можна одержати найчистіший гідроген хлорид?
7. Розкажіть, як функціонує технологічна схема виробництва хлороводню сульфатним методом.
8. Які реактори використовуються в промисловості для одержання хлороводню?
9. Зробіть коротку порівняльну характеристику промислових реакторів.
10. В чому полягає принцип адіабатичної абсорбції у виробництві соляної кислоти?
11. Вкажіть тип розгляданого ХТП за характером хімічного перетворення та за фазовим станом реагентів.
12. Особливості кінетики гетерогенного ХТП на прикладі розкладання натрій хлориду сульфатною кислотою.
13. Чому при виробництві соляної кислоти використовують концентровану сульфатну кислоту.

14. Дайте визначення відносного Φ_R та практичного виходу (наведіть приклад з лабораторної роботи).
15. Дайте визначення поняття “ступінь перетворення”.
16. Дайте визначення поняття “селективність процесу”.
17. Підрахуйте, який об’єм 5 н. соляної кислоти можна одержати з 1 кг повареної солі, яка містить 98 % натрій хлориду, якщо ступінь його перетворення складає 95 %.
18. Сформулюйте принцип Ле Шательє.
19. Поясніть вплив на рівноважний ступінь перетворення X_A^* : зміни температури, зміни тиску, зміни концентрації реагенту, зміни концентрації продукту реакції.
20. При припиненні виділення хлороводню у лабораторній роботі через реакційну колбу прокачувалося повітря, після чого процес протікав значно більш інтенсивно. Як на Вашу думку, чому?
21. Дайте визначення поняття “азеотропна суміш”.
22. В чому полягає принцип складання матеріального балансу хімічного реактору?
23. В чому полягає принцип складання теплового балансу хімічного реактору?

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Яворський В. Т., Перекупко Т. В., Знак З. О., Савчук Л. В. Загальна хімічна технологія : підручник. – Львів. : Львівська політехніка, 2009. – 552 с.
2. Рудницький А.Г. Виробництво соляної кислоти сульфатним методом : методичні вказівки. – Дніпропетровськ: УДХТУ, 2004. –17 с.
3. Скнар І.В., Мізін В.А., Коток В.А. Виробництво соляної кислоти сульфатним методом : методичні вказівки. – Дніпро: УДХТУ, 2017. – 19 с.
4. Янушевська О.І., Літинська М.І., Кримець Г.В., Лапінський А.В. Загальна хімічна технологія. Практикум. Частина 1 : навч.посібник. – К.: КПІ ім.Ігоря Сікорського, 2023. – 147 с.
5. Гончаров А. І., Серeda І. П. Хімічна технологія : підручник. Ч.1.– К.: Вища школа, 1979. – 288с.
6. Гончаров А., Серeda І. Хімічна технологія : підручник. Ч.2 – К.: Вища школа, 1980. – 281 с.

ЗМІСТ

Вступ	3
1. Теоретичні основи виробництва соляної кислоти	4
1.1. Одержання хлороводню	4
1.2. Абсорбція хлороводню	6
2. Стисла характеристика промислової технологічної схеми	7
3. Мета роботи	8
4. Опис лабораторної установки	8
5. Питання техніки безпеки	9
6. Порядок виконання роботи	10
6.1. Попередні зауваження	10
6.2. Розрахунок об'єму розчину сульфатної кислоти для дослідження	10
6.3. Виконання роботи	12
7. Методики аналізів і визначень	13
7.1. Визначення концентрації одержаної соляної кислоти	13
7.2. Визначення маси натрій хлориду, який не вступив у реакцію	14
8. Обробка результатів експерименту	15
8.1. Визначення відносного виходу хлороводню	15
8.2. Складання матеріального балансу процесу одержання хлороводню	16
8.2.1. Складання прибуткової частини матеріального балансу	16
8.2.2. Складання витратної частини матеріального балансу	17
9. Вимоги до упорядкування звіту	18
10. Перелік питань до захисту лабораторної роботи	18
Список використаної літератури	20