

УДК 661.25

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В СЕРНОЙ КИСЛОТЕ

Маслова А.С., Демахина Е.А., студентки I курса гр. ТХт-221,
Суровая В.Э., к.х.н., преподаватель

Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева
г. Кемерово

Высокая химическая активность и относительно небольшая стоимость производства серной кислоты предопределяют широчайшее применение H_2SO_4 почти во всех промышленных отраслях: нефтяной, металлургической, металлообрабатывающей, текстильной, кожевенной и других отраслях производства, используется при получении минеральных удобрений, кислот и солей, пластических масс и для многих других целей [1].

Сырьевая база производства серной кислоты – это серосодержащие соединения, из которых с помощью обжига можно получить диоксид серы. Около 80 % серной кислоты получают из природной серы. Иногда в качестве сырья используют отходящие газы цветной металлургии, получаемые при обжиге сульфидов цветных металлов и содержащие диоксид серы, а в некоторых производствах применяют сероводород, образуемый при сероочистке в нефтепереработке [1-2].

Крупнейшим производителям серной кислоты в России являются: Аммофос, Балаковские минеральные удобрения, Воскресенские минеральные удобрения, ПГ «Фосфорит», ЕвроХим–Белореченские Минудобрения, Среднеуральский медеплавильный завод, Рязанская нефтеперерабатывающая компания, Азот, Бийский олеумный завод, Челябинский цинковый завод, Медногорский медно-серный комбинат [2].

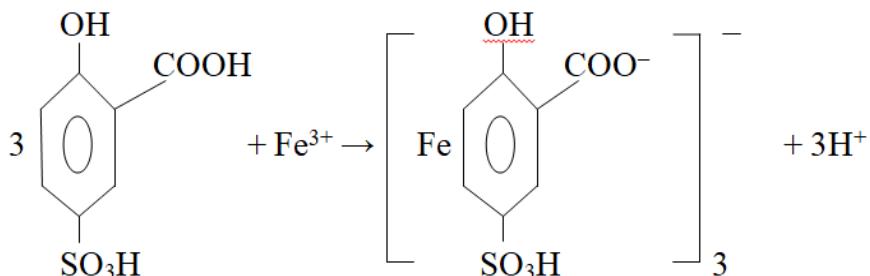
Большие масштабы производства серной кислоты (около 170–173 млн. т в год) особенно остро ставят проблему его совершенствования.

За последние пять лет прирост производства составил около 9 %. Лидирующее место в производстве серной кислоты принадлежит США и Китаю, на их долю приходится по 18 % мирового производства в целом. Далее следуют Марокко и Россия примерно с одинаковым объемом выпуска – 8,4–8,7 млн. т и соответствующим удельным весом в 5 %. В России производство серной кислоты за последние пять лет увеличилось на 22 %. Объем мировой торговли серной кислотой невелик и составляет порядка 6 % от произведенного продукта [3].

С расширением потребности в серной кислоте в ряде производств быстро повышается спрос на улучшенные ее сорта, возрастают требования к допустимому содержанию примесей, особенно в отношении содержания остатка после прокаливания, железа, оксидов азота, мышьяка, селена, металлов II группы [4].

В зависимости от особенностей получаемых продуктов к товарной серной кислоте предъявляют разные требования в отношении ее концентрации и допустимого содержания примесей. Важно также, чтобы концентрация серной кислоты по возможности соответствовала низким температурам замерзания кислоты.

Известно, что ионы железа (III) образуют с сульфосалициловой кислотой окрашенный комплекс в соответствии с уравнением реакции:



Интенсивность окраски растворов комплекса связана с их оптической плотностью, что позволяет определять концентрацию ионов железа (III) колориметрическим методом.

Для приготовления стандартного раствора **А** содержащего 1 мг Fe^{3+} в 1 см³ раствора, навеску железоаммонийных квасцов массой 0,8607 г количественно переносили в мерную колбу объемом 100 см³; растворяли в 50 см³ дистиллированной воды, добавляли 25 см³ 10 %-го раствора H_2SO_4 и доводили водой объем раствора в колбе до метки.

Рабочий стандартный раствор **Б**, содержащий 0,05 мг Fe^{3+} в 1 см³ готовили из раствора **А** в день его применения. Для этого 5 см³ раствора **А** помещали в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводили объем раствора в колбе до метки 0,1 н. раствором серной кислоты и перемешивали.

Построение градиуровочного графика проводили следующим образом: в пять мерных колб вместимостью 100 см³ наливали с помощью пипеток 1, 2, 3, 4 и 5 см³ раствора **Б**, что соответствует содержанию в них 0,05, 0,10, 0,15, 0,20 и 0,25 мг железа. В колбы приливали по 2 см³ 30 %-го раствора сульфосалициловой кислоты и 15 см³ раствора аммиака с массовой долей 10 %.

Растворы в колбах доливали до меток водой и перемешивали. После разбавления получались стандартные растворы с содержанием соответственно 0,0005, 0,0010, 0,0015, 0,0020 и 0,0025 мг Fe^{3+} в 1 см³ раствора. После этого измеряли оптическую плотность стандартных растворов на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм при синем светофильтре ($\lambda = 440$ нм), используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду.

На рисунке 1 представлен градиуровочный график, построенный на основании полученных данных.

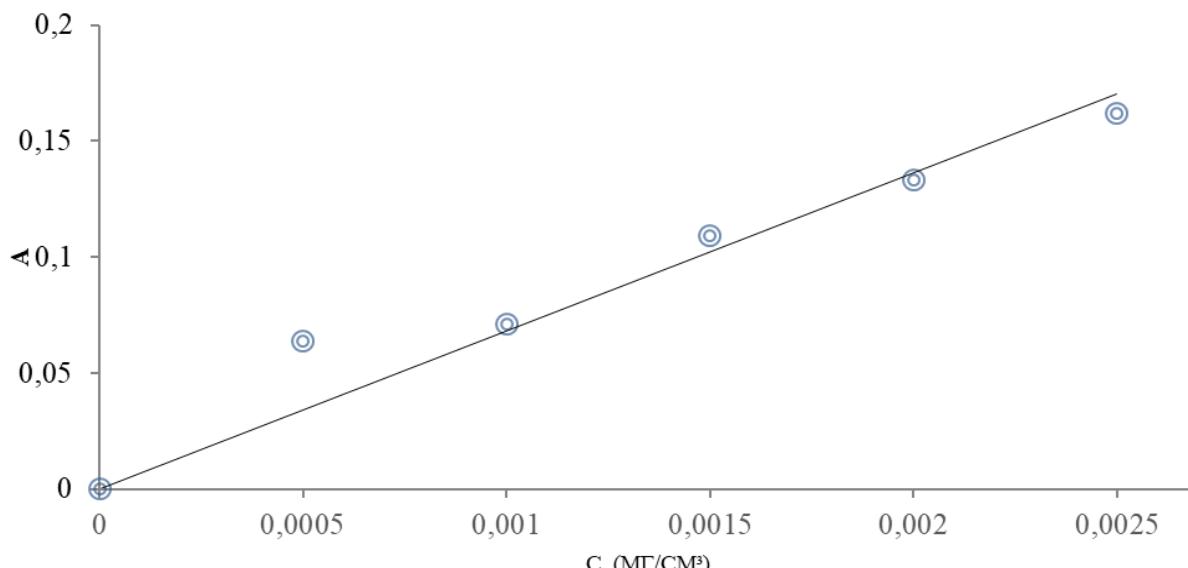


Рис.1 Градуировочный график

В результате проведения анализа с помощью ареометров измеряли плотность анализируемой серной кислоты ($\text{г} / \text{см}^3$) отбирали пробу технической серной кислоты пипеткой объемом 1 см^3 и переносили в мерную колбу вместимостью 200 см^3 предварительно куда цилиндром наливали 50 см^3 воды. В колбу приливали 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и 15 см^3 (при анализе улучшенных сортов серной кислоты – 100 см^3) $10\%-\text{го}$ раствора аммиака (аммиак должен быть в избытке, поэтому его количество можно было увеличить до появления запаха). После прибавления достаточного количества аммиака раствор в колбе приобретал желтую окраску.

Раствор охлаждали до комнатной температуры, доливали водой до метки и перемешивали.

Измеряли оптическую плотность исследуемого раствора на спектрофотометре в тех же условиях, что и для построения градуировочного графика.

В результате анализа оптической плотности анализируемой пробы серной кислоты получили значение $A = 0,026$. Этому значению соответствует $0,00048 \text{ мг железа в } 1 \text{ см}^3 \text{ кислоты}$.

Массовую долю железа (ω_{Fe}) в процентах вычисляли по формуле

$$\omega_{Fe} = \frac{a \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot \rho \cdot 1000},$$

где a – количество железа, найденное по градуировочному графику, $\text{мг} / \text{см}^3$; V – объем мерной колбы, в которую отбирали пробу серной кислоты для анализа, см^3 ; V_1 – объем пипетки для отбора серной кислоты, см^3 ; ρ – плотность анализируемой серной кислоты, $\text{г} / \text{см}^3$.

За результат анализа принимали среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не превышают $0,001\%$.

В результате исследований массовая доля железа в продукции кислоте составила 0,0026 %. Сопоставив полученное значение с нормами ГОСТ 2184-2013 к различным сортам серной кислоты установили, что этому значению удовлетворительно совпадает серная кислота техническая II сорт.

Список литературы

1. Ахметов Н. С. Общая и неорганическая химия / Н. С. Ахметов. — 13-е изд., стер. — Санкт-Петербург: Лань, 2023. — 744 с.
2. Химическая технология серной кислоты: учебное пособие / Р. Т. Ахметова, Т. Г. Ахметов, А. А. Юсупова [и др.]. — Казань: КНИТУ, 2019. — 140 с.
3. Чернышев А. К. Серная кислота: свойства, производство, применение. Т. 1 / А. К. Чернышев, Б. В. Левин, А. А. Туголуков. — Москва: ИНФОХИМ, 2014. — 654 с.
4. Островский С. В. Новые технологические решения в технологии серы и серной кислоты: учебное пособие / С. В. Островский, М. В. Черепанова, А. Г. Старостин. — Пермь: ПНИПУ, 2020. — 93 с.