

УДК 661.25

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКСИДОВ АЗОТА В СЕРНОЙ КИСЛОТЕ

В.Е. Вылетялова, Е.Э. Коротина, В.Э. Суровая

Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева

Массовая доля оксидов азота в серной кислоте является важным метрическим показателем, который используется при производстве и контроле качества этой кислоты. Оксиды азота, представляют собой важные компоненты серной кислоты, которые влияют на ее различные физико-химические свойства и устойчивость к хранению. Оксиды азота также влияют на окружающую среду и могут быть причиной загрязнения воздуха. Поэтому, определение массовой доли оксидов азота является необходимым этапом при производстве данной кислоты. Точное определение массовой доли оксидов азота в продукционной серной кислоте позволяет не только гарантировать ее качество, но и защищать окружающую среду от возможного негативного воздействия [1-4].

Для анализа серной кислоты и для определения концентрации тех или иных веществ в составе серной кислоты применяются методы [5-6]:

1) Спектрофотометрический метод основан на измерении интенсивности поглощения света определенной длины волны оксидами азота. Зная поглощение и концентрацию оксидов, можно рассчитать их массовую долю в серной кислоте.

2) Хроматографический метод.

Суть метода заключается в разделении оксидов азота и серной кислоты с использованием хроматографической колонки. Затем оксиды определяются с помощью детектора, который измеряет их концентрацию.

3) Перманганатометрическое титрование.

Это метод окислительно-восстановительного титрования, который используется для определения содержания различных веществ, способных окисляться перманганатом калия. При его реакции с оксидами азота происходит окисление последних, и количество затраченного окислителя эквивалентно количеству определяемого оксида азота.

4) Гравиметрический метод.

Этот метод включает осаждение оксидов азотов, содержащихся в серной кислоте, с помощью щелочи или аммиака. После осаждения и отделения осадка, его сушат и взвешивают для определения массы оксидов азота.

Каждый из этих методов имеет свои преимущества и недостатки, но это не делает анализ менее точным.

Целью исследования является определение массовой доли оксидов азота в серной кислоте спектрофотометрическим методом.

Спектрофотометрический метод основан на взаимодействии оксидов азота с сульфаниламидом и получении азосоединения, образующего с гидробромидом N-этил-1-нафтиламина азокраситель малинового цвета, интенсивность которого пропорциональна содержанию оксидов азота.

Для приготовления стандартного раствора нитрита натрия 0,1816 г NaNO_2 взвешивали с погрешностью не более 0,0002 г, переносили в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивали (раствор А). 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг N_2O_3 .

5 см³ раствора А разбавляли водой до объема 500 см³ и тщательно перемешивали (раствор Б). 1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг N_2O_3 . Раствор Б готовили в день его применения.

Для построения градуировочного графика в шесть колб вместимостью 25 см³ наливали по 5 см³ воды, 1 см³ соляной кислоты, 5 см³ раствора сульфаниламида, 1 см³ раствора N-этил-1-нафтиламина гидробромид и 0; 2; 4; 6; 8; 10 см³ раствора Б, что соответствует содержанию в них 0; 2; 4; 6; 8; 10 мкг оксидов азота.

Содержимое колб доливали водой до метки, перемешивали и оставляли стоять 45 мин до полного развития окраски.

Оптическую плотность полученных растворов относительно «холостой» пробы измеряли на спектрофотометре при $\lambda = 490$ нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм. По полученным данным строили градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу оксидов азота в микрограммах, а на оси ординат – соответствующие им оптические плотности.

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

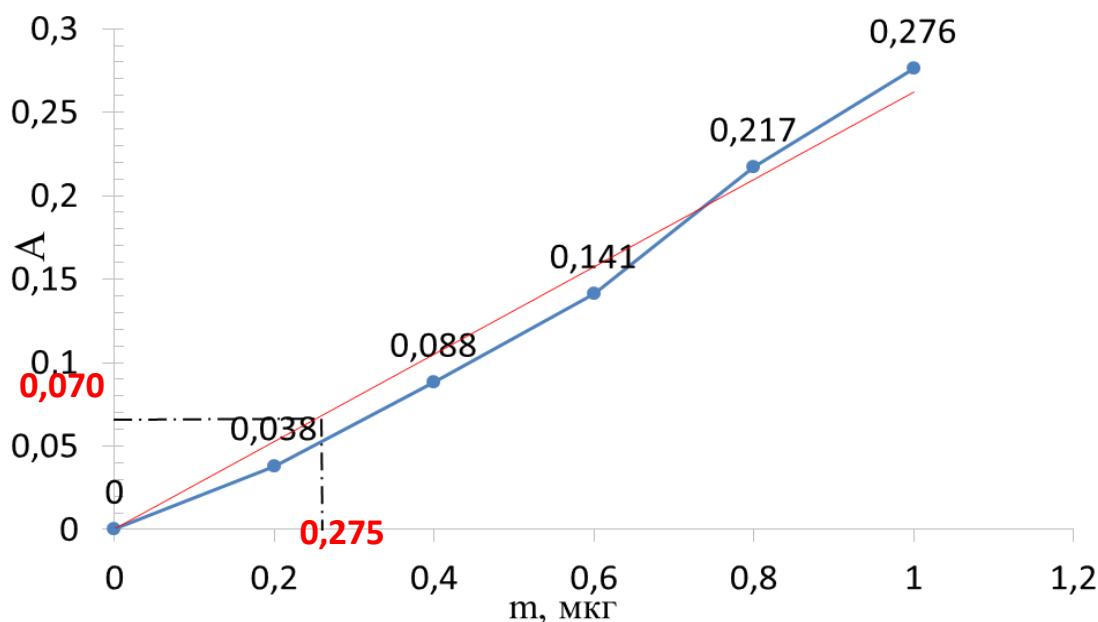


Рис.1 Градуировочный график

Перед анализом отдували диоксид серы из пробы серной кислоты. Для этого 50–70 см³ анализируемой серной кислоты помещали в склянку Дрекслея и продували в течение 30 мин воздухом, который предварительно пропускали через два поглотителя, заполненных серной кислотой и смесью оксида фосфора (V) с асбестом.

Для анализа пробы серной кислоты в мерную колбу вместимостью 500 см³ наливали 300–400 см³ воды и пипеткой вносили анализируемую серную кислоту: улучшенной кислоты – 10 см³, башенной – 1 см³, регенерированной – 5 см³. Раствор доливали водой до метки и перемешивали. Кислоту разбавляли непосредственно перед определением.

В мерную колбу вместимостью 25 см³ наливали все реактивы, которые при построении градуировочного графика, затем вносили раствор анализируемой серной кислоты: контактной улучшенной – 10 см³, башенной и регенерированной – 5 см³. Содержимое колбы доливали водой до метки, тщательно перемешивали и оставляли стоять до полного развития окраски (45 мин), после чего фотометрировали относительно «холостого» раствора, как описано при построении градуировочного графика.

В результате спектрофотометрических исследований установили, что оптическая плотность анализируемой пробы серной кислоты составляет 0,07, что соответствует массе оксидов азота в пробе серной кислоты 0,275 мкг.

Расчет массовой доли оксидов азота (ω_N) в процентах проводили по формуле:

$$\omega_N = \frac{m \cdot 500 \cdot 10^{-6} \cdot 100}{V_1 \cdot V_2 \cdot \rho},$$

где m – масса оксидов азота, найденная по градуировочному графику, мкг; V_1 – объем пробы, взятой для фотометрирования, см³; V_2 – объем пробы, взятой для анализа, см³; ρ – плотность анализируемой кислоты, г / см³.

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

В результате расчетов выявили, что массовая доля оксидов азота в серной кислоте составила 0,00003%.

Сопоставив полученное значение с нормами ГОСТ 2184-2013 к различным сортам серной кислоты установили, что этому значению удовлетворительно совпадает серная кислота улучшенная высший 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.
5. Аликберова Л.Ю. Серная кислота [Электронный ресурс] — URL: <https://bigenc.ru/c/sernaia-kislota-40f7eb>
6. Морозов Л.Н., Смирнов Н.Н. Аналитический контроль в технологии неорганических веществ. — Иваново: ИГХТУ, 2019. —105 с.