

УДК 661.25

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ МОНОГИДРАТА В ПРОДУКЦИОННОЙ СЕРНОЙ КИСЛОТЕ

**В.В. Котов, В.Э. Суровая, Е.Э. Коротина**

Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева

В современном аналитическом химическом анализе титриметрические методы имеют важное значение для определения массовой доли различных компонентов в растворах. Один из таких методов - титриметрический метод определения массовой доли моногидрата в серной кислоте.

Титриметрический метод определения массовой доли моногидрата в серной кислоте является одним из классических методов анализа, который основан на реакции между гидроксидом натрия и щавелевой (янтарной) кислотой. Этот метод позволяет точно определить содержание моногидрата серной кислоты в образце.

Серная кислота является из самых широко используемых химических веществ в промышленности. Важно точно контролировать содержание моногидрата в серной кислоте, так как это влияет на её свойства и качество.

В работе приведены результаты исследований определения моногидрата в производственной серной кислоте.

Метод определения массовой доли моногидрата основан на титровании пробы серной кислоты раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора метилового красного.

Перед проведением анализа устанавливали точную концентрацию раствора гидроксида натрия по навеске перекристаллизованной янтарной или щавелевой кислоты.

Перекристаллизацию янтарной кислоты проводили следующим образом: 100 г янтарной или щавелевой кислоты взвешивали с точностью до первого десятичного знака и растворяли при кипячении в 170 см<sup>3</sup> воды. Горячий раствор быстро отфильтровывали через фильтровальную бумагу и охлаждали при непрерывном помешивании. Выделившиеся кристаллы отфильтровывали на воронке Бюхнера и повторно перекристаллизовывали, растворяя при кипячении в 140 см<sup>3</sup> воды. Полученные кристаллы кислоты высушивали в сушильном шкафу при температуре 100 ± 25 °C до постоянной массы.

Перекристаллизацию щавелевой кислоты проводили следующим образом: 50 г щавелевой кислоты взвешивали с точностью до первого десятичного знака и растворяли при кипячении в 85 см<sup>3</sup> воды. Горячий

раствор быстро фильтровали на воронке через фильтровальную бумагу и охлаждали, непрерывно перемешивая. Выделившиеся кристаллы отфильтровывали на воронке Бюхнера, после чего повторно перекристаллизовывали, растворяя при кипячении в 70 см<sup>3</sup> воды. Затем раствор охлаждают, непрерывно перемешивая. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают в воронке Бюхнера, отжимают между листами фильтровальной бумаги и высушивают на воздухе в течение 30 мин. Кристаллы щавелевой кислоты переносят, рассыпая тонким слоем в чашку Петри, помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре 100 ± 2,5 °C в течение 3 часов, периодически перемешивая. Далее чашку Петри с кристаллами щавелевой кислоты помещают в эксикатор с водой, где выдерживают не менее двух суток. Полученные кристаллы гидрата щавелевой кислоты хранят в стеклянной банке с притертой пробкой. Препарат устойчив в течение месяца.

Для установления точной концентрации раствора гидроксида натрия навеску янтарной или щавелевой кислоты массой 0,5 г, взятую с точностью до 0,0002 г, растворяли, нагревая до кипения в 25 см<sup>3</sup> воды, не содержащей углекислоты (с этой целью воду предварительно подвергали кипячению). Полученный раствор титровали в горячем состоянии раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина до неисчезающего в течение 50–60 с розового окрашивания.

Для установления точной концентрации щелочи вычисляли поправочный коэффициент ( $K$ ) 0,5 н. раствора гидроксида натрия по формуле (1):

$$K = \frac{m}{V \cdot a}$$

где  $m$  – масса навески янтарной или щавелевой кислоты, г;  $V$  – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного при титровании, см<sup>3</sup>;  $a$  – масса кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно 0,5 н. раствора гидроксида натрия, г.

Для янтарной кислоты –  $a$  = 0,0295 г.

Для щавелевой кислоты –  $a$  = 0,0315 г.

Поправочный коэффициент рассчитывали как среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0010.

В результате измерений поправочный коэффициент составил 0,9968.

Для проведения анализа навеску пробы серной кислоты массой 0,5–0,6 г взвешивали в бюксе или в стаканчике с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, в которую предварительно наливали 25 см<sup>3</sup> воды нейтрализованной по метиловому красному.

Раствор серной кислоты титровали раствором гидроксида натрия в присутствии метилового красного до перехода красной окраски в желтую.

Массовую долю моногидрата ( $\omega_0$ ) в процентах вычисляли по формуле (2):

$$\omega_0 = \frac{V \cdot K \cdot 0,0242 \cdot 100}{m}$$

где  $V$  – объем 0,5 н. раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>; 0,02452 – масса серной кислоты соответствующая 1 см<sup>3</sup> 0,5 н. раствора гидроксида натрия, г;  $m$  – масса анализируемой серной кислоты, г;  $K$  – поправочный коэффициент 0,5 н. раствора гидроксида натрия.

За результат анализа принимали среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4 %.

По формуле (2) массовая доля моногидрата исследуемой кислоты составила 99,7%, что соответствует улучшенной серной кислоте (Табл. 1).

Таблица 1  
Норма массовой доли моногидрата продукции серной кислоты

Наименование показателей	Серная кислота			
	улучшенная		техническая	
	высший сорт	I сорт	I сорт	II сорт
Массовая доля моногидрата (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), %	92,5-94,0	92,5-94,0	Не менее 92,5	

### 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.