

УДК 661.25

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

В.Е. Вылетялова, В.В. Котов, студенты гр. ТХТ-231 (КузГТУ),

В.Э. Суровая, к.х.н., преподаватель (КузГТУ)

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева», г. Кемерово

Аннотация: В работе представлен контроль качества физико-химических показателей серной кислоты, проведенный в соответствии с ГОСТ 2184-2013. Установлено, что массовая доля моногидрата в производственной серной кислоте составила 99,7, также показано, что массовая доля оксидов азота и железа в серной кислоте составила 0,00003% и 0,0026 % соответственно. Сопоставив полученные значения с нормами ГОСТ 2184-2013 к различным сортам серной кислоты установили, что этим значениям удовлетворительно совпадает серная кислота улучшенная I сорт.

Ключевые слова: Серная кислота, контроль качества, физико-химические показатели.

Abstract: The paper presents the quality control of physico-chemical parameters of sulfuric acid, carried out in accordance with GOST 2184-2013. It was found that the mass fraction of monohydrate in the production sulfuric acid was 99.7, and it was also shown that the mass fraction of nitrogen and iron oxides in sulfuric acid was 0.00003% and 0.0026%, respectively. Comparing the obtained values with the norms of GOST 2184-2013 for various grades of sulfuric acid, it was found that these values satisfactorily coincide with improved grade I sulfuric acid.

Keywords: Sulfuric acid, quality control, physico-chemical parameters.

Основой контроля качества физико-химических показателей является анализ, который выступает главным средством контроля за загрязненностью окружающей среды. Проблема обеспечения качества производственной серной кислоты всегда была и остается одной из самых сложных задач, с которыми приходится сталкиваться при производстве и проведении химического анализа в надлежащей лабораторной практике [1].

Необходимо отметить, что «качество» не всегда предусматривает получение максимально точных результатов анализа. Цель достигается получением результатов, которые соответствуют специфическим требованиям заказчика; вызывают доверие у заказчика и прочих лиц, использующих предоставленные результаты; обоснованы с точки зрения затраченных средств.

Эти характеристики обозначают как «соответствие целевому назначению»

Важным метрическим показателем, который используется при производстве и контроле качества серной кислоты, является массовая доля оксидов азота, моногидрата и железа в серной кислоте. Оксиды азота, представляют собой важные компоненты серной кислоты, которые влияют на ее различные физико-химические свойства и устойчивость к хранению. Кроме того оксиды азота влияют на окружающую среду и могут быть причиной загрязнения воздуха. Точное определение массовой доли оксидов азота в производственной серной кислоте позволяет гарантировать ее качество и защищать окружающую среду от возможного негативного воздействия [2-5].

Определение массовой доли оксидов азота и массовой доли железа проводили спектрофотометрическим методом.

Для приготовления стандартного раствора нитрита натрия взвешивали с погрешностью не более 0,0002 г, переносили в мерную колбу. 1 см³ этого раствора содержит 0,1 мг N₂O₃.

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 гидробромида и 0; 2; 4; 6; 8; 10 см³ раствора, 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.

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.

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.

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

Определение массовой доли железа готовили стандартный раствор А содержащий 1 мг Fe³⁺ в 1 см³. Рабочий стандартный раствор, содержащий 0,05 мг Fe³⁺ в 1 см³ готовили из раствора А в день его применения.

Построение градуировочного 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 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.

В результате проведения анализа с помощью ареометров измеряли плотность анализируемой серной кислоты (г / см³) отбирали пробу технической серной кислоты пипеткой объемом 1 см³ и переносили в мерную колбу вместимостью 200 см³ предварительно куда цилиндром наливали 50 см³ воды. В колбу приливали 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и 15 см³ (при анализе улучшенных сортов серной кислоты – 100 см³) 10 %-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.

В результате анализа оптической плотности анализируемой пробы серной кислоты получили значение $A = 0,026$. Этому значению соответствует 0,00048 мг железа в 1 см³ кислоты.

Массовую долю железа (ω_{Fe}) в процентах вычисляли по формуле (2):

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

где a – количество железа, найденное по градуировочному графику, мг / см³; V – объем мерной колбы, в которую отбирали пробу серной кислоты для анализа, см³; V_1 – объем пипетки для отбора серной кислоты, см³; ρ – плотность анализируемой серной кислоты, г / см³.

В результате исследований массовая доля железа в продукционной кислоте составила 0,0026 %.

Определение массовой доли моногидрата в продукционной серной кислоте проводили титриметрическим методом.

Титриметрический метод - один из классических методов анализа, который основан на реакции между гидроксидом натрия и щавелевой (янтарной)

кислотой является титриметрический метод. Этот метод позволяет точно определить содержание моногидрата серной кислоты в образце [2-3].

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 см³ воды, не содержащей углекислоты (с этой целью воду предварительно подвергали кипячению). Полученный раствор титровали в горячем состоянии раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина до не исчезающего 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, см³; a – масса кислоты, соответствующая 1 см³ точно 0,5 н. раствора гидроксида натрия, г.

Для янтарной кислоты – a = 0,0295 г.

Для щавелевой кислоты – a = 0,0315 г.

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, переносили в коническую колбу вместимостью 250 см³, в которую предварительно наливали 25 см³ 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 (ω_o) в процентах вычисляли по формуле (3):

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

где V – объем 0,5 н. раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см³; 0,02452 – масса серной кислоты соответствующая 1 см³ 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 (3) массовая доля моногидрата исследуемой кислоты составила 99,7%, что соответствует улучшенной серной кислоте

Сопоставив полученные значения с нормами ГОСТ 2184-2013 к различным сортам серной кислоты установили, что этим значениям удовлетворительно совпадает серная кислота улучшенная I сорт.

Список литературы

1. Суровая, В.Э. Контроль качества материалов в химической технологии: учебное пособие / В.Э. Суровая, Е.В. Черкасова. — Кемерово: КузГТУ имени Т.Ф. Горбачева, 2021.
2. Ахметов Н. С. Общая и неорганическая химия / Н. С. Ахметов. — 13-е изд., стер. — Санкт-Петербург: Лань, 2023. — 744 с.
3. Химическая технология серной кислоты: учебное пособие / Р. Т. Ахметова, Т. Г. Ахметов, А. А. Юсупова [и др.]. — Казань: КНИТУ, 2019. — 140 с.
4. Чернышев А. К. Серная кислота: свойства, производство, применение. Т. 1 / А. К. Чернышев, Б. В. Левин, А. А. Туголуков. — Москва: ИНФОХИМ, 2014. — 654 с.
5. 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.
6. Аликберова Л.Ю. Серная кислота [Электронный ресурс] — URL: <https://bigenc.ru/c/sernaia-kislota-40f7eb>
7. Морозов Л.Н., Смирнов Н.Н. Аналитический контроль в технологии неорганических веществ. — Иваново: ИГХТУ, 2019. — 105 с.