

Ўзбекистон Республикаси Олий ва ўрта махсус таълим вазирлиги

Тошкент кимё-технология институти

«Ноорганик моддалар технологияси» кафедраси



«Ноорганик моддалар технологияси»

фанидан бакалаврлар учун лаборатория ишларини бажариш бўйича
услубий қўлланма. 1 – қисм

Тошкент-20 й

«Ноорганик моддалар кимёвий технологияси» фанидан лаборатория ишларини бажариш тартиби бўйича услубий қўлланма.

Тузувчилар: д.т.н. Эркаев А.У., к.т.н. Мирзакулов Х.Ч., к.т.н. Шарипова Х.Т.

Мазкур услубий рўлланмада ноорганик моддалар, яъни сульфат кислота, минерал ўғитлар ва сода ишлаб чиқариш технологияси жараёнларининг баъзи бир асосий элементлари ва аналитик назорати бўйича назарий рисм, лаборатория шароитида аниқлаш учун мўлжалланган рурилмалар ва ускуналарни умумий кўриниши, рисмлари рўйхати, лаборатория ишлари, жараёни аналитик назорати ва ҳисоботларини бажариш тартиби ҳарида маълумотлар берилган.

Мазкур услубий қўлланма Қунғирот сода заводидаги мақсадли тайёрлов махсус сиртки бўлими учун мулжалланган.

Услубий кулланма Тошкент кимё-технология институти илмий-услубий карорига биноан нашрдан чикаришга рухсат берилган

Тарризчи: УзР ФА Умумий ва ноорганик кимё институтининг
етакчи илмий ходими, т.ф.д. Кучаров Х

«Ноорганик моддалар технологияси» кафедрасининг 20 йил _____
№_____-сонли йигилиш баённомаси билан тасдирланган.

«Ноонганик моддалар ишлаб чиқариш» факультетининг уқув-услубий
кенгашининг 20 йил _____ №_____-сонли баённомаси билан тасдиқланган.

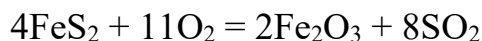
Тошкент киме - технология институтининг 2005 йил -----
----- даги № - сонли илмий-услубий кенгаш йиғилишида тасдиқланган ва куп
тиражда чоп этишга рухсат берилган.

Лаборатория иши №1

Сульфат кислотасини олиш.

Ишни мақсади: Олтингугурт колчеданини куйдириш орқали сульфат кислота олиш. Ҳарорат ва ортирча ҳавони, сульфид рудаларидаги олтингугурт микдорини, ҳамда заррачалар ўлчамининг вақт бўйича печь газы таркибидаги SO_2 концентрациясини ёки печьнинг ишлаб чиқариш рувватини ўзгаришини ифодаловчи куйдириш тезлигига таъсирини ўрганиш.

Сульфат кислота олиш тавсифи. H_2SO_4 ишлаб чиқаришда SO_2 ни олиш учун сульфид рудалари куйдирилади. Олтингугурт колчеданини (FeS_2) куйдириш ронуниятларини қолган барча сульфидларни куйдириш учун рўлласа бўлади. Сульфид рудаларининг умумий куйдириш тезлиги, бошра юқори ҳароратли жараёнлар каби ҳаво кислородини диффузияси ва SO_2 нинг реакцион зонадан олиб чиқиб кетиш билан белгиланади. Колчеданни куйдиришнинг умумий кимёвий реакцияси куйидагича:



Масса узатиш коэффициентини, печдаги ҳароратни ва интенсив юқори гидродинамик режимни кўтариш билан амалга ошириш мумкин. H_2SO_4 олиш учун SO_2 ни SO_3 гача оксидлаш керак. Саноатда бу жараён контакт аппаратда ванадий катализатори ёрдамида амалга оширилади:



Моделлаштирилган жиҳозда эса бу жараён абсорбцион колонкада олиб борилади, бу колонкага 50 мл 9% ли H_2O_2 эритмаси куйилади. H_2O_2 беқарор модда бўлиб, у H_2O ва кислородга парчаланади. Парчаланиш вақтида сониянинг юздан бир улушида кислород атомар ҳолда бўлади, бу атомар кислород жуда фаол бўлиб SO_2 -ни SO_3 -га радар оксидлайди:



SO_3 сув билан реакцияга киришиб H_2SO_4 ни ҳосил қилади:



Бу ҳосил бўлган кислота микдорини 0,5н NaOH эритмаси билан титрлаб аниқланади.

Жиҳознинг баёни ва ишни ўтказиш усули.

Колчедан ёки сульфид рудасини куйдириш учун электр иситгич (1) билан жиҳозланган горизонтал ҳолдаги қувурли печь (2) ишлатилади. Печь ток манбаига ЛАТР (10) ва амперметр (9) орқали уланади. Лаборатория автотрансформатори билан электрпечни иситиш бошқарилади. Ҳарорат термометра (4) билан ўлчанади ва кўрсатувчи потенциометр (5) билан назорат рилинади. Колчедан ёки сульфид рудасини куйдириш учун керак бўлган ҳаво печь ва бутун жиҳоз орқали сувли-оқим насоси ёрдамида ҳаракат рилади. Олдиндан хона ҳароратида ҳисобланган градировка қилинган реометр (1) ёрдамида ҳавонинг ҳажмий тезлиги ўлчанади. Электрпечга ўрнатилган кварц идишда колчедан ёки сульфид рудасини ёниш реакцияси амалга оширилади. Най иккала томонидан резина тирин орқали зич рилиб ёпилган бўлиб, биринчиси орқали термометра (4), иккинчиси орқали эса кварц най ўтказилган. Кварц най икки қават бўлиб, кичик ва катта диаметрлидир. Куйдириш ҳароратига етгандан сўнг сульфид рудаси ёки колчедан намунаси (1-2 г) фарфорли идишга (3) солиниб,

реакторга (11) жойланади. Ҳаво катта диаметрли кварц най орқали ва найлараро бўшлиқ орқали реакция зонасига келади. Кичик диаметрли кварц най орқали суворим насоси ёрдамида SO_2 реакция зонасидан кучсиз H_2O_2 эритмаси солинган абсорберга (7) юборилади.

Ҳосил бўлган сульфат кислота миқдорини NaOH нинг титрлашга кетган миқдори билан аниқланади.

$$\text{Гр.экв } \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Гр.экв } \text{NaOH} = \text{П} \cdot 0,0005 \cdot \Phi.$$

Колчедандаги S-ни аниқлаш учун 1 г колчедан $550\text{--}600^\circ\text{C}$ -да ярим соат давомида қуйдирилади ва қуйидаги формула ёрдамида ҳисобланади.

$$S(\%) = (\text{П} \cdot 0,0005 \cdot \Phi \cdot 16 \cdot 100) / a = 0,8 \cdot \text{П} \cdot \Phi.$$

П-титрлашга сарфланган 0,5н NaOH эритмасининг миқдори, мл;

Φ -0,5н NaOH нинг фактори, яъни 0,5 NaOH нормаллигини тўғирлаш коэффициенти.

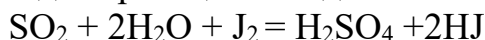
0,0005-1мл эритмадаги NaOH эквивалентининг грамм миқдори.

a-колчедан ёки сульфид рудаси намунасининг оғирлиги, г;

16- 1 г.экв H_2SO_4 га тўғри келувчи S-нинг миқдори.

Ҳар хил ҳарорат ёки ҳавонинг ҳажмий тезликларида колчедан ёки сульфид рудаларининг қуйиш тезлигини аниқлаш учун юқорида келтирилган жиҳозга 2 та абсорбцион колонка рўшилади ва уларга маълум миқдорда крахмал билан рангли ҳолатга келтирилган 0,1н J_2 эритмаси руйилади, ҳамда 1-нчи абсорбер билан параллел равишда ўлчанади. Ҳар бир абсорбер орқали кетма-кет равишда, эритма рангсизлангунча газ ўтказилади. Ҳар бир рангсизланишга кетган вақт ўлчанади. Ҳар бир тажриба аниқ белгиланган ҳарорат ва ҳавонинг ҳажмий тезлигида ўтказилади.

Эритмадаги J_2 билан қуйидаги реакция кетади:



Тажриба натижалари асосида ҳар хил ҳароратда ёнган олтингугурт миқдорнинг вақтга боғлиқлик қўринишидаги кинетик эгри чизирларини графиклари чизилади.

$$G = 0,0016 \cdot \text{П} \cdot \Phi.$$

G – ёнган олтингугуртнинг миқдор, г;

0,0016 – 1 мл 0,1н J_2 эритмасига тўғри келувчи ёнган олтингугуртнинг миқдор;

П - йод эритмасининг миқдор, мл;

Φ – йод эритмасининг фактори, яъни нормал концентрациясини тўғирлаш коэффициенти.

Назорат саволлари:

1. Саноатда H_2SO_4 ишлаб чиқаришда қандай хом-ашёлар ишлатилади?.
2. H_2S , S ва сульфид рудаларининг ёниш реакцияларини ёзинг.
3. SO_2 ни SO_3 га радар оксидлашнинг саноат усуллари.
4. SO_2 ни йод билан реакциясини ёзинг.
5. Сульфидли рудаларнинг ёниш тезлиги қандай аниқланади?.
6. Ҳосил бўлган сульфат кислота миқдор қандай аниқланади? Формуласини ёзинг.
7. Колчедандаги олтингугурт миқдор қандай аниқланади? Формуласини ёзинг.
8. Қуйдириш натижасида ёнган олтингугурт миқдори қандай аниқланади? Формуласини ёзинг.

Адабиётлар рўйхати.

1. Мухленов И.П. Практикум по общей химической технологии. М: Высшая школа, 1973. с.82-90.
2. Амелин А.Г. производство серной кислоты. М.-Л: Химия, 1967. С.67-99.
3. Позин М.Е руководство к практическим занятиям по технологии неорганических веществ. М: Химия, 1986. С.177-181
4. Исмаилов А.А. ва бошқалар. Ноорганик материаллар кимёвий технологияси, -Т: Ўзбекистон, 2002, 336 б.

Лаборатория иши №2

Техник сульфат кислота анализи

Ишнинг мақсади: техник сульфат кислотаси анализ усулларини ўзлаштириш.

Техник сульфат кислотани анализ қилиш усуллари.

Ишлатилган кислотани регенерация қилиш натижасида олинган сульфат кислота, олеум, купорос мойи ва минора кислотасини техник сульфат кислота дейилади.

Сульфат кислотасининг алоҳида навлари ундаги сувсиз кислотанинг (моногидрат), олеумдаги эркин ҳолдаги олтингургут (VI) оксидининг, азот оксидларининг (N_2O_3 га ҳисоблаганда), эрмайдиган қўшимчалар, темир ва нитробирикмаларнинг (регенерация рилинган кислотадаги) миқдорга қараб ажратилади.

Саноат шароитларида олеум, моногидрат, рурутувчи ва юувчи кислоталарнинг концентрациясини ўлчаш учун кондуктометрик (электр утказувчанлик бўйича) усулда ишлайдиган КСО-3 типдаги автоматик концентратомерлар рўлланилади. Бу автоматик концентратомер қуйидаги оралик концентрацияси қийматларни аниқлайди: 15-25% SO_3 (эркин); 93-97% H_2SO_4 ; 95-99% H_2SO_4 ; 70-75% H_2SO_4 .

Суперфосфат ишлаб чиқаришда суюлтирилган сульфат кислота («риём»ни) концентрацияси автоматик зичлик ўлчовчи (ЗЎ) жиҳоз ёрдамида назорат рилинади.

Бу иш олуемдан ташрари барча турдаги сульфат кислота анализларини рабраб олади .

Баъзи ҳолларда H_2SO_4 - нинг миқдор зичлик бўйича ҳам аниқланади. Агар зичлик 20^0C - да ўлчанмаган бўлса, у ҳолда 20^0C - да келтирилган жадвал қийматларига ҳарорат бўйича тузатмалар киритиш керак. Аммо шуни таъкидлаб ўтиш керакки, жадвалда келтирилган зичлик бўйича концентрацияни аниқлаш қийматлари фаратгина кимёвий тоза кислота бўлгандагина ўринлидир.

Зичлик ва концентрациянинг ўзаро боғлирлиги сульфат кислота концентрацияси 94,6% - гача бўлганда тўғри бўлади. Ундан юқори концентрациларда эса бу боғланишлардан четланиш кузатилади. Масалан, 1,84 г/см³ зичликка 95,60 ва 98,72% - ли концентрациялар тўғри келади.

Шу сабабли H_2SO_4 - нинг миқдор қийматини аниқлаш учун ҳар доимо ишқор эритмаси билан титрлаш орқали амалга оширилади. Бунда техник сульфат кислота таркибида ҳисобга олинмаган бошра эркин кислоталар ҳам аниқланади.

SO_4^{2-} ионини $BaSO_4$ кўринишида чўктириш пайтида бошра эркин кислоталар анализ натижаларига киритилмайди. Аммо бу усул билан SO_4^{2-} аниқлашга кўп вақт кетади, бундан ташрари эркин кислота билан биргаликда боғланган кислотани миқдор ҳам аниқланади.

H_2SO_4 - ни сув билан суюлтирганда ҳароратни ортишига асосланган калориметрик усул, ҳамда $BaCl_2$ – нинг 1% - ли эритмаси билан титрлаш усуллари ёрдамида ҳам сульфат кислотасини концентрациясини аниқлаш мумкин..Бу усуллар алоҳида рулайлиги билан ажралмайди, ҳамда бу усуллар одатда H_2SO_4 - нинг концентрациясини кичик оралирларда аниқлаш учун қўлланилади.

Сульфат кислота эритмасида нитрит кислотанинг миқдор катта бўлганда, бу кислота миқдори калий перманганат эритмаси билан титрлаб аниқлаш мумкин.

Мышьяк бирикмалари билан ифлосланган кислоталарда эса, азот оксидларини нитрометрик усул билан аниқлаш анча тўғри қийматларга эга, чунки перманганотометрик усулда эса мышьяк (III) оксидининг калий перманганатни райтариши ҳисобига анализ натижалари хато бўлиши мумкин. Аммо бунда олинган натижага нитрат азоти, яъни нитрат кислота ҳам киради.

Ҳар хил турдаги техник сульфат кислота таркибидаги оз миқдордаги нитрит кислотани аниқлаш учун турли колориметрик усулларни қўллаш мумкин. Булардан кулайроғи, бу нитрит кислотани сульфанил кислота ва α -нафтиламин билан таъсирлашиб пушти рангли азобўёр ҳосил қилишига асосланган усулдир. Аниқлашда ҳосил бўлган эритманинг рангини, азот оксидларини концентрацияси аниқ бўлганда олинган эталон қийматли ранглар билан солиштирилади.

Азот кислотасини аниқлаш анча мураккабдир. Аввалги рўлланилган бевосита усуллар анча узор давом этадиган, катта харажатли, ҳамда ҳар доим анализ натижаси тўғри бўлавермайди. Буларга умумий кислоталик ва сульфат ҳамда нитрат кислоталарининг умумий йиғиндисини ёки азот оксидлари ва нитрит кислотаси умумий миқдор йиғиндиси фаридан азот кислотасини миқдорини аниқлаш мумкин.

Ҳозирги кунда НИУИФ томонидан мукамаллаштирилган ва кенг тарралаётган усул, нитрат кислотани оксидиметрик усулда аниқлаш усули рўлланилморда. Бу усул нитрат кислотани темир (II) сульфат билан райтариш асосида эквивалент нуртада $\text{FeSO}_4 \cdot \text{NO}$ комплексини ҳосил қилишга асосланган ва $\text{FeSO}_4 \cdot \text{NO}$ комплекси ок-пушти рангга эга.(бледноразового окраска). Кислота таркибидаги темир миқдори аниқлашда, агарда темир миқдори куп булса, аввало темир темир (II) оксиди ҳолатига қайтарилиди ва перманганометрия усулида аниқланади. Райтариш ҳар хил усуллар билан – тоза рух, водород сульфиди, олтингургут (VI) оксиди ва бошралар ёрдамида амалга оширилади, аммо бу жараён секин кетади ва кўпинча охирига етмайди. Жуда кам миқдордаги темирни аниқлашни яхши усули, бу темир роданид ҳосил қилишга асосланган колориметрик усулдир.

Сульфат кислота таркибидаги мышьяк миқдор аввал мышьяк бирикмалари AsH_3 гача райтарилади, сўнгра сулема эритмаси шимдирилган роғозни оч сарир рангдан, тўр рўнғир ранггача бўяшига асосланган колориметрик усулда аниқланади. Текширилаётган эритма рангини стандарт эритмалар ранги билан солиштириб, эритмадаги мышьякни миқдор аниқланади.

Органика ишлаб чиқариш саноатида регенерация рилинган кислоталардаги нитробирикмаларнинг миқдори, кислоталарни эритувчилар билан экстракция қилиб, сўнгра эритувчини ҳайдаб аниқлаш рулайдир. Эритувчи сифатида кўпинча этил эфир рўлланилади.

Техник сульфат кислотадаги моногидрат миқдори аниқлаш.

Иш бажариш тартиби. Кислота намунасидаги H_2SO_4 (моногидрат) миқдори ишқор эритмаси билан титрлаб аниқланади. 5 гр атрофида «купорос мойи» ёки 7 гр атрофида минора кислотасини бюксда иложи бўлса, H_2SO_4 нам ютиб олмаслиги учун амплитуда тортиб олинади. Бу миқдори олдиндан 150 см³ дистиллинган сув солилган 250 см³ ҳажмдаги колбага ўтказилади. Сўнгра кислота ролдиғи бўлган бюкс

яна тортилади. Намунанинг оғирлиги бюкслар оғирликларини орасидаги фаррдан топилади. Намунани ампулада тортилганда эса, олдиндан 100-150 см³ дистилланган сув солинган банкага ампулани синдириб, ундаги кислота банкага ўтказилади, кейин аралаштирилиб 250 см³ - ли ўлчов колбасига ўтказилади. Банка 2-3 марта ювилади ва сувлар ҳам ўлчов колбасига ўтказилади. Колбадаги эритма диррат билан аралаштирилади, 20⁰С - гача совитилади ва белгисигача дистилланган сув қуйилади. Ҳосил бўлган эритмадан пипетка ёрдамида 50 см³ эритма олинади ва 250 см³ ҳажмдаги конуссимон колбага ўтказилади. Колбага бир неча томчи метилоранж томизилади ва 0,5н NaOH эритмаси билан пушти ранггача киргунча титрланади. Кислотанинг миқдор (% ларда) қуйидаги формуладан ҳисобланади:

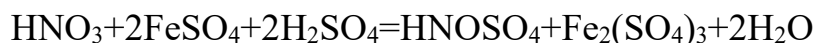
$$X = (a \cdot 0,02452 \cdot 250 \cdot 100) / g \cdot 50 = (12,26 \cdot a) \cdot g$$

Бу ерда **a**- титрлашга сарфланган 0,5н NaOH эритмасининг ҳажми, см³;
0,02452- 1 см³ 0,5н NaOH эритмасига тўғри келувчи H₂SO₄ нинг миқдор, г;
g- намунанинг оғирлиги, г;

Техник сульфат кислотаси таркибидаги нитрат кислотаси миқдорни бевосита аниқлаш.

Ишдан мақсад - Техник сульфат кислотаси таркибидаги нитрат кислотаси миқдорни аниқлашдан иборат.

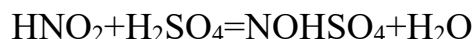
Бу усул техник сульфат кислотаси таркибидаги нитрат кислотасини темир сульфат тузи ёрдамида қайтариш оркали аниқлашга асосланган ва реакция қуйидаги қуринишда боради:



Нитрат кислотаси тулик сарфланганда FeSO₄ нинг охириги бир томчиси беқилиши билан олдиндан рангсиз булган эритма FeSO₄*NO комплекс бирикма ҳосил булиши ҳисобига пушти розовой рангга утади.

Эритма ҳиздирилганда FeSO₄*NO комплексини парчаланиши сабабли рангги йуролиб рангсиз эритмага айланади. Шунинг учун реакция совур шароитда олиб борилади.

Техник сульфат кислотаси таркибида таркибида нитрит кислотаси кам булганда, нитрит кислотаси тезда нитразилсульфат кислотасига утиши сабабли реакция боришига ва нитрат кислотаси миқдорини аниқлашга халарит бермайди. Реакция қуйидаги қуринишда боради.



Агар эритма таркибида купрор миқдорда (5 – 10%) нитрит кислотаси булса, у ҳолда улчаб олинган наъмунага кимевий тоза булган юқори концентрацияли (р – 1,84 г\см³) сульфат кислотаси рушилади.

Ишни бажариш тартиби. Техник сульфат кислотаси таркибидаги нитрат кислотаси миқдор қуйидагича аниқланади. 200 г. сульфат кислотаси 0,01 г. аниқликда тартиб олинади ва ҳажми 400 – 500 см³ булган стаканга ўтказилади.

Сўнгра стакан совур аралашмага солинади ёки музлатгичга рўйилади. Аниқланадиган наъмуна харорати 0 С-га совутилгач стакан олиниб совур сув солинган шиша идиш ичига жойлаштирилади ва наъмуна FeSO_4 эритмаси ёрдамида то оч пушти рангга келгунча титрланади.

Сульфат кислотаси таркибидаги нитрат кислотаси миқдор қуйидаги формула ёрдамида ҳисобланади, %;

$$X_{\text{NO}_3} = \frac{a \cdot T}{g} \cdot 100$$

Бу ерда: а – титрлаш учун сарфланган FeSO_4 эритмаси миқдор;

T – 1 см³ FeSO_4 эритмасига туғри келадиган HNO_3 ;

g – сульфат кислотаси миқдори, г.

Назорат саволлари.

1. Техник сульфат кислотаси деб нимага айтилади?.
2. Сульфат кислотасидаги моногидратни аниқлашни қандай усуллари биласиз .
3. Сульфат кислотаси таркибидаги мишьяк миқдор қандай аниқланади.
4. Сульфат кислотадаги нитробирикмалар қандай аниқланади?
5. Сульфат кислотаси моногидрат миқдор қандай формула ёрдамида ҳисобланади. Формулани ёзинг.
6. Сульфат кислотаси таркибидаги HNO_3 миқдор райси формула ёрдамида ҳисобланади. Формулани ёзинг.
7. Ишни бажариш тартибини тушунтириб беринг.

Адабиётлар.

1. Алексеевский Е.В. Гольц Р.К. Мусакин А.П. Количественный анализ, Госхимиздат, 1957
2. ГОСТ 2184-43. Кислота серная техническая.
3. Грошев А.П. Технический анализ, стр. 320-322, Госхимиздат, 1953.
4. Исмамов А.А. ва бошқалар. Ноорганик материаллар кимёвий технологияси,- Т: Ўзбекистон, 2002, 336 б.

Лаборатория иши №3

Нитроздаги азот оксидларини аниқлаш.

Ишнинг мақсади – нитроздаги азот оксидларини аниқлаш усуллари амалий ўрганиш.

Нитроздаги азот оксидларини аниқлаш усуллари.

Нитроздаги азот оксидларини аниқлашнинг бир неча усуллари-перманганометрик, нитрометрик ва газ ҳажмини ўлчаш усуллари мавжуд.

Перманганометрик усул анча оддий, шунинг учун бу усул кенг тарқалган. Аммо, анализ пайтида азот оксидларини оксидланиш жараёнида уларнинг йўқолиши бўлмаса, KMnO_4 билан нитроз эритмасини титрлаш натижаси тўғри бўлади.

Нитрозилсульфат кислотанинг гидролизи, кислотани суюлтиришда ажралиб чиқаётган иссиқлик ҳисобига эритма ҳарорати кўтақилиши туфайли, титрлаш вақтида азот оксидлари учиб чиқиб кетиши мумкин. 0,5н KMnO_4 эритмаси билан титрлаш усули ҳар доим ҳам ишончли эмас, шунинг учун бу усул тез ва таркибий ҳисоблаш усули сифатида ишлатилади. Бу ҳолатни шундай тушунтириш мумкин: титрлаш жараёнида KMnO_4 концентрациясини камайиши натажасида азот оксидларининг оксидланиш жараёни секинлашади ва уларнинг бир қисми KMnO_4 қолдиқ қисми билан реакцияга киришмай эритмадан чиқиб кетиши мумкин.

Анча аниқ натижалар Бесков ва Слизковский усули бўйича бажарилганда олинади. Бу усулнинг моҳияти қуйидагича: маълум намунадаги нитроз ортиқча KMnO_4 билан таъсирлаштирилади ва азот оксидларини барчаси реакцияга киришгандан сўнг, ортиб қолган KMnO_4 ни Мор тузи $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ билан титрланади. KMnO_4 ёрдамида нитроздаги N^{+3} бирикмаларини аниқлаш мумкин ва буларга N_2O_3 , HNO_2 ва кўп ҳолларда минорали системаларда айланиб юрувчи нитрозилсульфат кислотаси киради.

Аммо, бир неча ҳолатларда, масалан азот кислотаси концентраторидан чиқаётган кислоталарда, кучсиз кислоталарда, азот оксидлари HNO_3 кўринишида бўлиши мумкин. У ёки бу сабабларга кўра газ фазада ортиқча NO_2 бўлганда минорали системалардаги айланиб юрувчи кислоталарда HNO_3 бўлиши мумкин. Бундай ҳолларда перманганометрик усул тўғри келмайди ва нитроздаги азот оксидларининг умумий миқдор азот оксиди кўринишидаги нитрометр ёрдамида аниқланади. Нитрометр усул билан аниқланган азот оксиди ва KMnO_4 билан титрлаб аниқланган азот оксидлари миқдор орасидаги фарқдан эритмадаги HNO_3 -нинг миқдорни аниқлаш мумкин. HNO_3 -ни миқдорни тўғридан-тўғри оксидиметрик усул билан ҳам аниқлаш мумкин.

Перманганометрик усул билан N_2O_3 ни аниқлаш.

N_2O_3 ни эриган ҳолда ёки HNO_2 ёки бўлмаса NOHSO_4 кўринишида KMnO_4 билан кислотали муҳитда таъсирлашганда азот кислотасигача оксидланиши кузатилади:



ёки



Юқорида таъкидланганидек, азот оксидларини учувчангини йўқотиш мақсадида кислота билан ўлчанган ҳажмдаги KMnO_4 эритмаси тескари титрланади ёки намуна KMnO_4 нинг ортирча миқдор билан ишланади, ортиб қолган KMnO_4 эса Мор тузи эритмаси билан титрланади. Бу усулда N_2O_3 ни аниқлаш анча тўғри бўлади. Шунинг учун бу усул кенг рўлланилади.

Ишни бажариш тартиби.

Бесков ва Слизковский усули. Шиша амплитуда ёки катта бўлмаган 3-5 см³ ли махсус пробиркада 1-1,5 гр нитроза намунаси олинади. Намунаси бор пробирка 250-300 см³ ли шиша банкага туширилади ва тиқин билан зич ёпилади. Банкага олдиндан 0,1н KMnO_4 эритмасидан маълум ҳажмда руйилади ва 100 см³ дистилланган сув билан суюлтирилади. KMnO_4 ни ортиқча миқдорда олиш керак, масалан, 6% атрофида азот оксидлари (HNO_3 га ҳисоблаганда) бўлган 1 нитроза намунасига 0,1н 25 см³ KMnO_4 эритмаси олинади. Пробиркани банкага тушурилгандан кейин, банка оғзи зич ёпилади ва эритма яхшилаб аралаштирилади. Агар ортиқча KMnO_4 Мор тузини эритмаси билан титрлаш давом эттирилса, эритмани қизил рангини рангиз ҳолатга ўтишини билиш одатда анча қийин ва аксинча рангсиздан қизил рангга ўтишини ортиқча бир томчи KMnO_4 қўшиш билан аниқлаш осон. Шунинг учун эритмасга 0,1н Мор тузини ортиқча миқдор қўшилади ва унинг ортиқча миқдор 0,1н KMnO_4 эритмаси билан титрланади. Кислотадаги N_2O_3 нинг фоиз миқдор қуйидаги формуладан аниқланади:

$$X_{\text{N}_2\text{O}_3} = \frac{0,0019 \cdot (a - e) \cdot 100}{g}$$

ёки HNO_3 га ҳисоблаганда:

$$X_{\text{HNO}_3} = \frac{0,00315 \cdot (a - e) \cdot 100}{g}$$

Бу ерда: 0,0019 – 0,1н 1 см³ KMnO_4 эритмасига тўғри келувчи N_2O_3 нинг миқдор, г;

a- анализда ишлатилган KMnO_4 нинг умумий ҳажми, см³;

в- 0,1н Мор тузи эритмасининг (KMnO_4 бўйича) ҳажми, см³;

g- намуна оғирлиги, г;

0,00315 – 0,1н 1 см³ KMnO_4 эритмасига тўғри келувчи HNO_3 нинг миқдор, г.

Тескари титрлаш усули. Баъзи ҳолларда, масалан ўта аниқлик талаб қилинмайдиган ҳолларда, KMnO_4 эритмаси нитроза билан тескари титрлаш усулини қўллаш мумкин.

Азот оксидларини аниқлаш учун ҳажми 500 см³ бўлган конуссимон колбага 50см³ 0,5 н KMnO_4 эритмаси қуйилади ва 150 см³ иссиқ дистилланган сув билан суюлтирилади. Текшириладиган нитроза эритмаси билан суюлтирилган KMnO_4 эритмаси бинафша ранг тугагунча титрланади. N_2O_3 нинг миқдор қуйидаги формуладан ҳисоблаб топилади:

$$G_{\text{N}_2\text{O}_3} = \frac{0,0095 \cdot 50 \cdot 100}{V \cdot \rho}$$

$$V = \frac{0,0095 \cdot 50 \cdot 1000}{V}$$

Бу ерда, 0,0095 – 1 см³ 0,1н KMnO₄ эритмасига тўғри келувчи N₂O₃ нинг миқдор, г;

V-0,0095 – 50 см³ 0,5н KMnO₄ эритмасини титрлашга сарфланган нитрозанинг ҳажми, см³;

Агар анализ учун 50 см³ KMnO₄ эритмаси эмас, балки бошқа ҳажм олинса формулага ўзгартириш киритилади. Кислота анализида эса 10 см³ 0,1н KMnO₄ эритмаси олинади. N₂O₃ нинг миқдорни фоизларда аниқлашда эса нитрозанинг зичлиги(ρ) ареометр ёки маълум ҳажмдаги нитрозанинг оғирлигини тортиш ёрдамида аниқлаш керак ва унинг миқдор қуйидаги формуладан аниқланади:

$$X_{N_2O_3} = \frac{0,0095 \cdot 50 \cdot 100}{V \cdot \rho}$$

Азот кислотасининг миқдори қуйидаги формула ёрдамида ҳисобланади:

$$X_{HNO_3} = \frac{0,0095 \cdot 50 \cdot 100 \cdot 126}{V \cdot \rho \cdot 76}$$

Оғирлик анализларида ҳисоб-китобларни енгиллаштириш учун 1-жадвалда ҳар хил зичликдаги кислоталар учун KMnO₄ ни титрлашга сарфланган нитрозанинг миқдорларини N₂O₃ нинг HNO₃ га қайта ҳисоблангандаги қийматлари, 2-жадвалда эса 10 см³ 0,1н KMnO₄ эритмасини титрлашга кетган ҳар хил кислоталардаги N₂O₃ нинг HNO₃ га қайта ҳисоблангандаги қийматлари келтирилган. 1 ва 2 жадвалдаги қийматлардан, асосан шу жадвалда келтирилган зичликлар бўйича ҳисоблаш керак, акс ҳолда тегишли формулалардан фойдаланиш шарт.

Назорат саволлари.

1. Нитрозадаги азот оксидларини аниқлаш усуллари.
2. Азот оксидларини аниқлашни Бесков ва Слизковский усулини тушунтиринг. Ҳисоблаш формуласини ёзинг.
3. Нитрозадаги азот оксидларни аниқлашнинг нитрометриқ усули.
4. Азот оксидларини аниқлашни перманганометриқ усулини тушунтиринг.
5. Азот оксидларини аниқлашни тескари титрлаш усулини тушунтиринг. Ҳисоблаш формуласини ёзинг.
6. Азот оксидларини перманганометриқ усулда аниқлашдаги кимёвий реакцияни ёзинг.

Адабиётлар.

1. Грошев А.П. Технический анализ, стр. 315-320. Госхимиздат, 1953
2. Лабораторный практикум по общей химической технологии. Под ред. С.И. Вольфовича, стр. 38-53, 1940.
3. Исмамов А.А. ва бошқалар. Ноорганик материаллар кимёвий технологияси, -Т: Ўзбекистон, 2002, 336 б.

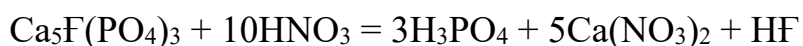
Лаборатория иши №4

Фосфатларни нитрат кислота билан парчалаш.

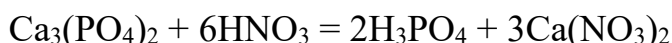
Ишнинг мақсади – фосфатларни нитрат кислота билан парчалашни амалий ўрганиш.

Фосфатларни нитрат кислота билан қайта ишлаш усули.

Фосфатларни нитрат кислота билан парчалаш нафақат кислотанинг кимёвий энергиясидан фойдаланиш, балки кислота таркибида озика элементи бўлган азотнинг борлиги билан характерланади. Бундан ташқари, парчаланиш вақтида ҳосил бўлган маҳсулотларнинг кристалланиш (чўкмалар ҳосил бўлиши) жараёнлари содир бўлмайди. Бу эса технологик жараёнларни амалга оширишни осонлаштиради. Юқорида таъкидлаб ўтилганидек, фосфатларни нитрат кислота билан тўла парчаланишидан фосфор кислотаси ва кальций нитратдан иборат бўлган бир жинсли эритма ҳосил бўлади:



ёки



Нитрат кислотасини миқдор кам бўлганда фосфатларни парчаланиши охиригача бормайди. Бунда эритмада кальций нитрат, фосфор кислотаси, монокальцийфосфат ҳосил бўлади, қаттиқ фазада эса парчаланмай қолган фосфатнинг бир қисми бўлади. Фторапатитни нитрат кислота билан таъсирлашуvidан ҳосил бўлган водород фторид гази эса фосфат таркибидаги кремнезем (SiO_2) билан таъсирлашиб, SiF_4 ва H_2SiF_6 ларни ҳосил қилади.

Хом - ашёдаги бошқа кўшимчалар, масалан, нефелин, эгирин, камёб элементларнинг уч валентли оксидлари ҳам нитрат кислота билан реакцияга киришиб, тегишли тузларни ҳосил қилади ва кремний кислоталари ажралиб чиқади. Фосфатларни парчаланиш тезлиги фосфатнинг табиатига (унинг тузилиши ва ғоваклилиги), фосфат зарраларининг ўлчамига, қўлланиладиган кислотанинг концентрациясига ва меъёрига, ҳамда аралаштириш тезлигига боғлиқ. Нитрат кислотасининг қулай концентрацияси фосфат табиатига боғлиқ бўлиб, апатит концентрати учун у 45-50% га, Қоратоғ фосфорити учун эса 30-40% га тенг. Фосфатга нисбатан олинган кислотанинг меъёри реакция тезлигига, парчаланиш даражасига, ҳамда жараённинг механизмига таъсир қилади. Бизнингча, стехиометрик нисбатларга қараганда кам миқдорда HNO_3 олинганда, юқоридаги келтирилган реакция тенгламаларига кўра, жараён икки босқичда кетади. Биринчи босқичда барча нитрат кислота эквивалент миқдордаги фосфатни парчалаб, фосфат кислота ва кальций эквивалент миқдордаги фосфатни парчалаб, фосфат кислота ва кальций нитратини ҳосил қилади. Иккинчи босқичда эса ҳосил бўлган фосфор кислотаси эса ортиқча фосфорит билан реакцияга киришиб, монокальцийфосфатни ҳосил қилади. Иккинчи босқичнинг тезлиги ҳосил бўлган фосфор кислотасининг (ёки дастлабки нитрат кислотанинг) концентрациясига боғлиқ. Энг юқори тезлик ва парчаланиш,

хом ашёдаги кальций оксидининг миқдорга нисбатан стехиометрик ҳисобланган 105-110% меъёردаги нитрат кислота ишлатилганда содир бўлади. Ҳароратнинг кўтарилиши билан қуйқанинг қовушқоқлиги камаяди ва фосфат сиртига кислотанинг диффузияланиш шароити яхшиланади, бунинг натижасида эса жараённинг тезлиги ортади. Аммо бу жараёни 50-60°C дан юқорида олиб бориш мақсадга мувофиқ эмас, чунки бунда жиҳозларнинг коррозияси кучаяди ва қуйқани қиздиришга тўғри келади. Бундай шароитларда апатит концентратининг 98-100% га парчаланиши 1-2 соатда содир бўлади. Фосфатни нитрат кислота билан парчалаш тезлиги фосфат заррасинининг ўлчами камайиши билан, ҳамда қуйқани аралаштириш тезлигини ортиши билан ортади. Одатда фосфат хом - ашёси стандарт майдаланган ҳолда (апатит концентрати ёки фосфорит уни кўринишида) ишлатилади. Жараён аралаштиргич ёрдамида 500 айл/мин тезликда айлангани ҳолда олиб борилади.

Ишни бажариш тартиби.

Фосфатни нитрат кислота билан парчалаш 400-500 см³ ҳажмга эга бўлган реакцион идишда, қийин суюқланадиган шишадан тайёрланган стаканда ёки уч бўғинли шиша идишда олиб борилади. Реакцион идиш аралаштиргич, тескари совутгич ва намуна олувчи мослама билан жиҳозланган. Реакцион идишда доимий ҳарорат бўлиши учун, у маълум ҳароратга келтирилувчи термостатга ўрнатилаган. Тажрибани бажариш учун чашкага таркиби маълум бўлган 50 г фосфат ва ўлчов цилиндрда ўлчанган етарли миқдордаги нитрат кислота олинади. Кислотанинг миқдор апатит учун СаО миқдорга, фосфорит учун СаО дан ташқари MgO ва элементларнинг уч валентли оксидларининг миқдорга қараб ҳисобланади. Ўлчанган кислота реакцион идишга солинади ва 15-20 дақиқа давомида термостатда тегишли ҳароратга келгунча ушлаб турилади. Бу вақтда кейинги тажриба учун апатит, кислота ва реакцион идиш тайёрланади ёки олдинги тажрибадаги пульпани қайта ишланади. Реакцион идишдаги кислотанинг ҳарорати белгиланган ҳароратга етгандан сўнг, идишга апатит солинади ва бир вақтнинг ўзида айланттиргич ва сония ўлчовчи секундомер ишга туширилади, ҳамда кўрсатилган шароитда апатитнинг парчаланиши олиб борилади. Тажрибалар ҳар хил концентрацияли кислоталар билан, кислотанинг ҳар хил меъёрларида, ҳар хил ҳароратларда, ҳамда жараённинг ҳар хил давомийлигида олиб борилади ва ҳар бир тажрибаларда тажриба шароитлари ўзлаштирилмасдан доимий сақланади.

Масалан, апатитни парчаланиш даражасига кислотанинг концентрацияси таъсирини ўрганишда камида 3-5 та тажриба ўтказилади ва ҳарорат 50°C, реакциянинг давомийлиги 15-20 дақиқа мобайнида 25,30,40,50 ва 55% ли кислоталар ишлатилади. Парчаланиш даражасига вақтнинг таъсирини ўрганишда эса 50°C да 45-50% ли нитрат кислота (кислотанинг меъёри 105%) билан 10, 30, 60, 90 ва 120 дақиқаларда олиб борилади. Реакция тугагач, реакцион идиш термостатдан олинади ва тезда 2-3 марта дистилланган сув билан суюлтирилади ва катта диаметрли (15-20 см ли) Бюхнер воронкасига қуйилади ва вакуум остида қисқа вақт ичида филтрланади. Бунда суюқ фаза каттик фазадан тезда ажралади ва кислотанинг фосфат билан таъсири тўхтатилади. Суюлтириш вақтида пульпанинг ҳарорати пасаяди ва кислотанинг концентрацияси ҳам камаяди, бу ҳолат эса реакциянинг секинлашишига олиб келади. Филтрлаш давомида (15-20 сония) реакцияни кетишини ҳисобга олмаса ҳам бўлади. Филтрация тугагач, чўкма метилсарик бўйича

нейтрал муҳитгача иссиқ дистилланган сув билан ювилади. Бундан кейин суюлтирилган филтрат 500 ёки 1000 см³ ҳажмли ўлчов колбасига ўтказилади, сўнгра эса колбани ўлчов белгисигача сув билан тўлдирилади ва маълум усулларда аниқлаш учун 25-30 см³ дан 2-3 та намуна олинади. Олинган намуналардан апатитнинг Р₂О₅ бўйичава СаО бўйича K_{CaO} парчаланиш даражаси қуйидагича ҳисобланади:

$$K_{P_2O_5} = \frac{G_{P_2O_5} \cdot V}{0,01 \cdot Bg \cdot 1000} \cdot 100$$

Бу ерда: $G_{P_2O_5}$ - олинган эритмадаги Р₂О₅ миқдор, г\дм³;

V – эритма ҳажми (филтрдан утган эритма ва филтлда ювилган сув миқдори), см³;

B – дастлабки хом-ашёдаги Р₂О₅ миқдори, %;

g – тажрибани бажариш учун улчаб олинган фосфат намунаси, г.

$$K_{CaO} = \frac{G_{CaO} \cdot V}{0,01 \cdot Cg \cdot 1000} \cdot 100$$

Бу ерда: G_{CaO} - олинган эритмадаги СаО миқдор, г\дм³;

C – дастлабки фосфатдаги СаО миқдори, %;

V – дастлабки хом-ашёдаги Р₂О₅ миқдори, %;

g – намуна миқдори, г.

Худди шундай йўл билан бошқа тажрибаларнинг ҳисоб – китоблари ҳам қилинади. Қолган тажрибалар ҳам юқорида келтирилганидек олиб борилади.

Бу усул анча вақтни олади, аммо бунда аниқ натижалар олинади ва фосфатларни нитрат ва сульфат кислота аралашмаси ёки нитрат кислота билан аммоний ёки калий сульфат иштирокида парчаланиш тезлигини ўрганиш мумкин. Аммо маълум бир шароитларда (кислотанинг меъёри ва концентрацияси, ҳарорат) апатитни парчаланиш тезлигини ўрганиш учун пульпани иккита индикатор билан титрлашга асоланган тезкор усулларни қўллаш мумкин. Бу усул суперфосфатли пульпадаги парчаланиш даражасини аниқлашга ўхшаш бўлиб, пульпадаги нитрат ва фосфат кислоталарга нисбатан пачаланиш коэффицентини (Р₂О₅ бўйича) аниқлашга асосланган. Бу ҳолда апатитнинг нитрат кислота бўйича парчаланиш даражаси қуйидаги формуладан ҳисобланади

$$K=0,476 \cdot H \cdot 100 / (0,476 \cdot A + 1) \cdot 1,38 \cdot B$$

Бу ерда H H -100 г фосфатга тўғри келувчи 100% ли HNO₃ нинг меъёри;

A A - пульпадаги HNO₃ ва Н₃РО₄ нинг оғирлик нисбатлари;

B B - фосфатдаги Р₂О₅ нинг миқдор, %;

Апатитда B B ≈ 39,4% бўлганда, формула қуйидагича кўринишга эга бўлади:

$$K=0,858 \cdot H / 1 + 0,476 \cdot A$$

Бу усул билан фосфатнинг парчаланиш даражасини аниқлаш учун реакцион идишдан даврий равишда (масалан, ҳар 15-30 дақиқада) пульпа намунаси олиб турилади ва суперфосфат пульпаси каби нитрат ва фосфат кислоталарнинг нисбатлари иккита индикатор- метилсарик (ёки бромкрезолжўк) ва фенолфталеин билан титрланади. Бунда титрлашдаги хатони олдини олиш учун эритмага барча кальцийни чўктиришга етарли миқдорда калий ёки натрий оксалатни киритиш керак. Назарий жиҳатдан етарли бўлмаган калий ёки натрий оксалатидан кўпроқ, яъни олинган натижалар янада тўғри бўлиши учун бу миқдорни 1,5-2 марта оттириш мумкин. Пульпани титрлаш қийматларига қараб нитрат ва фосфат кислоталарнинг нисбатларини миқдор (А) қуйидагича ҳисобланади:

$$A = \frac{0,063 \cdot a - (v' - a)}{0,098 \cdot (v' - a)}$$

$$A = 0,063 \cdot a - (v - a) / 0,098 \cdot (v - a) = 0,642(a / (v - a) - 1) \quad 0,642 \cdot \left(\frac{a}{v' - a} - 1 \right)$$

Бу ерда a ва v' - нитрат кислотали пульпани 1-нчи ва 2-нчи индикатор ёрдамида 0,1н NaOH эритмаси билан титрлангандаги ҳажм сарфланган.

Назарий саволлар.

1. Фосфоритларни нитрат кислота билин парчалаш реакциясини ёзинг?
2. Фосфоритларни парчалаш учун нитрат кислота Хажми қанча бўлиш керак?
3. Фосфоритларни нитрат кислота билан парчаланишига ҳароратнинг таъсири.

Адабиётлар.

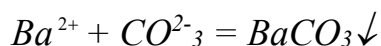
1. Клевке В.А поляков Н.Н. Арсеньева Л.З. Технология азотных удобрений, стр.263-277. 283-293, Госхимиздат, 1956.
2. Набиев М.А. Азотнокислотное разложение фосфатов, стр.45-63. Изд. АНУзССР, 1958.
3. Исмамов А.А. ва бошқалар. Ноорганик материаллар кимёвий технологияси, -Т: Ўзбекистон, 2002, 336 б.

Лаборатория иши №5

Ўювчи натрий ишлаб чиқаришда олинган щелокларни анализи.

Умумий ишқорлиликни аниқлаш. Анализ қилинаётган эритма намунасидаги $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ йиғиндиси метилсарик иштирокида HCl билан титрлаб топилади. Бунинг учун текшириляётган эритмадан 10 мл эритма пипетка ёрдамида 250 мл хажмли конуссимон колбага олинади, 50 мл дистилланган сув солинади, 2-3 томчи метилсарик индикатори томизилади ва эритмани рангини сарикдан пушти ранггача ўзгаргунча 1н HCl нинг хажми (мл) умумий ишқорлиликка, NaOH ва Na_2CO_3 нинг умумий йиғиндисига жавоб беради.

NaOH нинг миқдорни аниқлаш. NaOH ва Na_2CO_3 тутган эритмага BaCl_2 қўшилса, CO_3^{2-} иони BaCO_3 кўринишида чўкмага тушади:



Намунадаги бошланғич NaOH га эквивалент бўлган OH^- ионларини миқдорни мана шу чўкмали эритмадан фенолфталеин орқали HCl билан титрлаб аниқлаш мумкин. NaOH ни аниқлаш учун текшириляётган эритмадан пипетка орқали колбага 10 мл олинади ва 50 мл сув қуйилади, ҳамда ортиқча (30-40 мл) миқдорда BaCl_2 нинг 10%-ли эритмаси қуйилади. BaCO_3 чўккандан кейин намунага 3-4 томчи фенолфталеин томизилади ва 1н HCl эритмаси билан эҳтиёткорлик билан аралаштирилган ҳолда титрланади. Қуйидаги сабабларга кўра бу титрлашни эҳтиёткорлик билан олиб бориш керак (эритмани очиқ ҳавода узок қолдирмаслик ва эритмани чайқатмаслик):

1. Эритмадаги Ba^{2+} ва OH^- ионлари ҳаводан CO_2 ни ютиши, бунинг натижасида эса аниқланаётган NaOH нинг миқдор камайиши мумкин.
 2. BaCO_3 қисман HCl билан реакцияга киришиши мумкин.
- Намунани титрлашга сарфланган HCl нинг хажми, шу намунадаги NaOH нинг миқдорга тўғри келади:

$$G_{\text{NaOH}} = V \cdot 0,04 \cdot 100 / 10$$

G_{NaOH} - эритмадаги NaOH нинг миқдор, г/л;

0,04 – 1 мл 1н HCl эритмасига тўғри келувчи NaOH нинг массаси;

Na_2CO_3 миқдорни аниқлаш. Намунадаги Na_2CO_3 ни аниқлаш учун, умумий ишқорлик ва NaOH миқдорлари орасидаги фарқни ҳисоблаш керак:

$$G_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = ((a - b) \cdot 0,053 \cdot 1000) / 10 \frac{(a - b) \cdot 0,053 \cdot 1000}{10}$$

$G_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$ - эритмадаги Na_2CO_3 ниниг миқдор, г/л;

0,053 – 1 мл 1н HCl га тўғри келувчи Na_2CO_3 нинг массаси.

Эслатма: 1. Концентраланган ишқор эритмаларини (масалан, техник каустик сода) олдиндан суюлтиқилиши керак. Бунинг учун анализ қилинаётган эритмадан 50 мл

олинади ва 1 л ҳажмли колбага солиб суюлтирилади. Ҳисоб-китоб вақтида суюлтириш ҳисобга олинади.

2. Кучсиз, суюлтирилган ишқорий эритмалар (чиқинди сувлар) намунаси HCl нинг 1н эритмаси билан титрланади.

Назарий саволлар.

1. Номакобнинг умумий ишқорлигини аниқлаш усуллари.
2. Номакобдаги карбонатни аниқлаш усули.
3. Умумий ишқорийликни ҳисоблаш формуласини ёзинг.
4. Эритмадаги натрий карбонат миқдор қандай ҳисобланади.

Адабиётлар.

1. Технический анализ и контроль производства неорганических веществ. 2-издание Под ред. Торочешникова М. М., Высшая школа 1976 г. с. 241 – 248, 256 – 258.
2. Горошев А.П. Технический анализ, стр. 362-371, Госхимиздат, 1953.
3. Шрайбан С.С Контроль производства хлора и каустика, стр.57-66, ОНТИ, 1934.
4. Исмамов А.А. ва бошқалар. Неорганик материаллар кимёвий технологияси, -Т: Ўзбекистон, 2002, 336 б.

Лаборатория иши №6

Эритмадаги углерод (II) оксидининг миқдорни газҳажмли усулда аниқлаш

Углерод (II) оксидини бу метод билан аниқлашда тортиб олинган модда ёки маълум ҳажмдаги аниқланувчи эритмани кислота билан қайта ишланади. Ва ажралиб чиққан углерод (II) оксидининг ҳажми ўлчанади.

Иш бажариш тартиби. Реякция идиши 5 қўлланма -шиша банка уни ичига стакан (6) уланган. Намунани HCL кислотаси билан қайта ишлаш учун хизмат қилади. Ажралиб чиққан углерод (II) оксидини ҳажмини ўлчаш учун реякция идиши бюретка 3(220-250 мл) билан қўшилади. Тўдирувчи трубка 2 ва тенглаштирувчи склянка 1 тўйинган натрий хлор билан тўлдирилади. Тўйинган NaCl га бир томчи кислота ва метилоранж қўшилади. Анализ бошладан олдин жихознинг герметиклиги текширилади. Бунинг учун 3 йўлли кранни 4 ёпиқ ҳолда тенглаштирувчи склянка шиша идишни 1 юКорига кўтарилади. Шунда бюреткадаги суюқлик тенглиги ва склянка бир хил баландликда бўлиши керак. Бюреткадаги ҳаво ҳажми белгилаб олинади, ва склянкани 1 тўлдиради. 10-15 мин ўлчангандан кейин ҳаво ҳажми яна ўлчанади, агарда у ўзгармаса прибор герметик (зич) бўлади. Ишни бошладан олдин Улчовли бюреткани (3) NaCl эритмаси билан скалянка (1) ёрдамида тўлдирилади. Кейин кран (4) ёпилади ва склянкани (1) столга қўйилади. Реякция анализни ўтказиш учун унга аниқ ҳажмдаги аниқланувчи эритма қўйилади. Таркибида кўп миқдорли углерод (II) оксиди бўлган эритмаларни анализ қилишда, анализ учун 1-2 мл эритма олинади, углерод (II) оксидининг миқдор кўп бўлса 510 мл эритма олинади. Реакцион ўрнатилган стаканга (6) пипетка билан 510 мл 10% HCL эритмаси қўйилади. Кейин реакцион (5) ёпилади кранни (4) очилади ва бюретка (3) шундай буриладики, ундаги кислота ички стакан (6) га қўйилсин ва аниқланувчи намуна эритмаси билан аралашсин. Бундан Хосил бўлаётган (ажралаётган) углерод (II) оксиди Учинчи (3) бюреткага ўтади.

Реякция тугагандан кейин (пуфакчаларнинг ажралишидан кўриниб туради) реякция бир неча марта иссиқ сувли сув ҳаммомига тушириб қиздирилади ва 30-40 мин давомида совутилади. Ўлчаш бюреткасидаги газ атроф ҳаво температурасига тенглашгандан кейин (склянкага 910 термометр тушириб температура ўлчанади.). Тенглаштирувчи склянка (1) ёрдамида бюреткаси (3) ва компенсацион трубка (2) бир хил тенглаштирилади ва ҳақиқий ҳажми белгиланади.

Ажралиб чиққан углерод (II) оксидини V куруқ газ ҳажмига V_0 0°C ва $P=102325$ Па хисобланади.

$$V_0 = V \cdot 3273 \cdot (P - p) / 101325 \cdot (273 + t)$$

P ва p-барометр ва ўлчанган температурадаги сув буғларининг босими.
Па; 101325-нормал босим; t-температура, °C;

Кейин G_{CO_2} миқдор г/л да аниқланади.

$$G_{CO_2}=1000 \cdot V_0 \cdot 44 / 22410 \cdot 5$$

5-аниқланувчи эритма ҳажми, мл.

Тўйинган натрий хлор эритмаларини устидаги сув бугларининг ҳархил температурадаги босим кўрсаткичини «Справочник химика» қўлланмасидан олинади.

Назорат саволлари.

1. Газлар таркибида углерод икки оксидини аниқлаш усуллари.
2. Газҳажмли усулни олиб бориш тартиби.
3. Бу усулни тушунтириш. Ҳисоблаш формуласини ёзинг.
4. Бу усулда аниқлашдаги кимёвий реакцияни ёзинг.

Адабиётлар.

1. Технический анализ и контроль производства неорганических веществ. 2-издание Под ред. Торочешникова М. М., Высшая школа 1976 г. с. 241 – 248, 256 – 258.
2. Горошев А.П. Технический анализ, стр. 362-371, Госхимиздат, 1953.
3. Лабораторный практикум по общей химической технологии. Под ред. С.И. Вольфовича, стр. 38-53, 1940.
4. Исмамов А.А. ва бошқалар. Неорганик материаллар кимёвий технологияси, -Т: Ўзбекистон, 2002, 336 б.

М у н д а р и ж а.

1. Лаборатория иши №1. Сульфат кислотасини олиш.....	3
2. Лаборатория иши №2. Техник сульфат кислота анализи.....	6
3. Лаборатория иши №3. Нитрозадаги азот оксидларини аниқлаш.....	10
4. Лаборатория иши №4. Фосфатларни нитрат кислота билан парчалаш.....	13
5. Лаборатория иши №5. Ўювчи натрий ишлаб чиқаришда олинган щелокларни анализи.....	17
6. Лаборатория иши №6. Эритмадаги углерод (II) оксидининг миқдорни газхажмли усулда аниқлаш.....	18