

Автор: кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология и товароведение продуктов питания» ФГБОУ ВПО «Госуниверситет-УНПК» Е.В. Климова.

Рецензент: кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология и товароведение продуктов питания» ФГБОУ ВПО «Госуниверситет-УНПК» А.П. Симоненкова.

В методических указаниях приведены лабораторные работы, посвященные изучению общей химической технологии.

Позволит студентам получить навыки практического определения жесткости воды и проведения водоподготовки, определения плотности твердых сыпучих и жидких веществ, определения вязкости технологических жидкостей, получения различных неорганических веществ (полимеров, смол, красителей) и научиться определять основные характеристики материалов химической промышленности.

Предназначены студентам, специальности 240902 «Пищевая биотехнология», изучающим дисциплину «Общая химическая технология».

Редактор <Кособокова Н.Н.>

Технический редактор <Новикова Е.В.>

Федеральное государственное образовательное учреждение
Высшего профессионального образования
«Государственный университет – учебно-научно-
производственный комплекс»
Лицензия ИД №00670 от 05.01.2000 г.

Подписано к печати <дата>. Формат 60x84 1/16.

Уч. печ. л. <__>. Тираж <число> экз.

Заказ № <число>

Отпечатано с готового оригинал-макета
на полиграфической базе ОрелГТУ,
г. Орел, ул. Московская, 65.

© ФГБОУ ВПО «Госуниверситет-УНПК», 2011

Автор: кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология и товароведение продуктов питания» ФГБОУ ВПО «Госуниверситет-УНПК» Е.В. Климова.

Рецензент: кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология и товароведение продуктов питания» ФГБОУ ВПО «Госуниверситет-УНПК» А.П. Симоненкова.

В методических указаниях приведены лабораторные работы, посвященные изучению общей химической технологии.

Позволит студентам получить навыки практического определения жесткости воды и проведения водоподготовки, определения плотности твердых сыпучих и жидких веществ, определения вязкости нологических жидкостей, получения различных неорганических веществ (полимеров, смол, красителей) и научиться определять основные характеристики материалов химической промышленности.

Предназначены студентам, специальности 240902 «Пищевая технология», изучающим дисциплину «Общая химическая технология».

Редактор <Кособокова Н.Н.>

Технический редактор <Новикова Е.В.>

Федеральное государственное образовательное учреждение
Высшего профессионального образования
«Государственный университет – учебно-научно-
производственный комплекс»
Лицензия ИД №00670 от 05.01.2000 г.

Подписано к печати <дата>. Формат 60x84 1/16.
Уч. печ. л. <__>. Тираж <число> экз.
Заказ № <число>

Отпечатано с готового оригинал-макета
на полиграфической базе ОрелГТУ,
г. Орел, ул. Московская, 65.

© ФГБОУ ВПО «Госуниверситет-УНПК», 2

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 1. Подготовка воды.....	4
Лабораторная работа № 2. Определение плотности и вязкости жидкостей.....	11
Лабораторная работа № 3. Получение аммиачной селитры...	18
Лабораторная работа № 4. Получение фенолформальдегидных смол.....	24
Лабораторная работа № 5. Получение анилинового красителя	27
Лабораторная работа № 6 Качественный анализ полимеров...	32
Лабораторная работа № 7 Получение осажденных сиккативов.....	37
Список литературы.....	41

Лабораторная работа № 1 Подготовка воды

1 Цель работы:

– ознакомиться со стандартными методами определения жесткости воды и способами ее умягчения.

2 Общие теоретические сведения

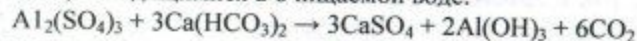
Поскольку вода является хорошим растворителем, то природные воды обычно содержат разнообразные примеси. К воде, применяемой для технологических и для теплотехнических целей, предъявляют жесткие требования в отношении содержания в ней растворенных веществ, механических примесей, микроорганизмов и т.п.

В зависимости от целевого назначения воды ее физические, химические и бактериологические показатели должны отвечать определенным требованиям: хозяйственно-питьевая вода и вода, применяемая в пищевой и бродильной промышленности, должна быть безвредна для организма и иметь соответствующие показатели по запаху, вкусу, цвету, прозрачности, жесткости, содержанию свинца, мышьяка, железа и т.п.

Использованию воды в производстве предшествует соответствующая подготовка, зависящая от наличия в ней примесей и требований производства. Применяемая в производственных процессах вода не должна содержать вредных для реакции веществ, корродировать аппаратуру и образовывать в аппаратах и трубах накипь и шлам. Примеси обычно содержатся в воде в виде растворов, коллоидных или механических взвесей. К основным операциям водоподготовки относятся очистка от взвешенных примесей и умягчение, а в некоторых случаях - нейтрализация, обессоливание, дегазация, обеззараживание. От механических примесей вода освобождается отстаиванием или фильтрованием через слой песка или гравия.

Осветление воды, или коагуляцию коллоидных примесей, производят добавкой коагулянтов $Al_2(SO_4)_3$, $FeSO_4$, $NaAlO_2$ или флокулянтов (ускорители образования хлопьев) - коллоидной кремниевой кислоты, природных и синтетических полимеров. Коагулирующее действие одного из распространенных коагулянтов $Al_2(SO_4)_3$ основано на образовании гидроокиси алюминия при взаимодействии с

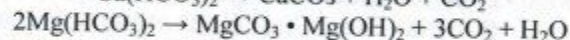
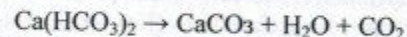
бикарбонатами, находящимися в очищаемой воде:



При отсутствии растворенных бикарбонатов в воде специально добавляют известь для смещения равновесия реакции гидролиза $Al_2(SO_4)_3$ в сторону образования молекул $Al(OH)_3$, обладающих большим положительным зарядом, что способствует коагуляции частиц. При этом частицы коллоидных примесей укрупняются вследствие агрегации (слипания) гидроокиси алюминия и увлекаются хлопьями вместе с органическими примесями и бактериями в осадок. Осадок после отстаивания отфильтровывают.

Одним из основных факторов, определяющих качество воды, является ее жесткость, обуславливаемая содержанием растворенных в ней солей магния и кальция. Жесткость воды подразделяется на временную, постоянную и общую.

Временная (карбонатная) жесткость характеризуется содержанием в воде растворенных бикарбонатов $Ca(HCO_3)_2$ и $Mg(HCO_3)_2$ которые при кипячении переходят в средние или основные соли и выпадают в осадок:



Постоянная жесткость создается нитратами, хлоридами, сульфатами магния и кальция, не выпадающими в осадок при кипячении.

Общая жесткость - сумма временной и постоянной жесткостей. Природная вода классифицируется по жесткости, которая определяется содержанием ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} (ммоль) в 1 dm^3 воды:

Очень мягкая.....0 - 0,75

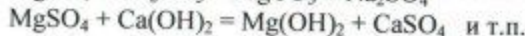
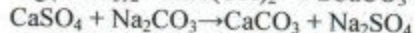
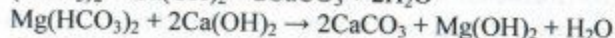
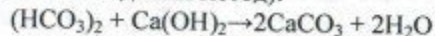
Мягкая.....0,75 - 1,5

Умеренно жесткая.....1,5-3

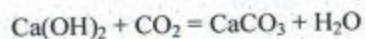
Жесткая.....3 - 5

Очень жесткая.....5

Умягчением воды называют полное или частичное удаление солей кальция и магния. Грубое умягчение воды (приблизительно до 0,3 ммоль/ dm^3) производят добавлением извести, едкого натра или соды (известково-содовый метод):

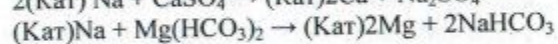
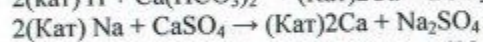
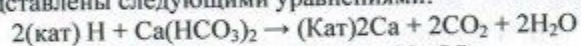


Растворенная в воде двуокись углерода реагирует с гашеной известью:

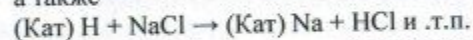


Применяя в качестве умягчителя тринатрийфосфат Na_3PO_4 , устраняющий временную и постоянную жесткость, можно получить более полное умягчение (до $0,015$ ммоль/дм³).

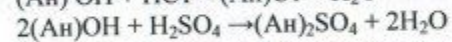
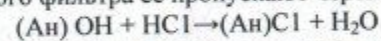
Природная вода с небольшой жесткостью или после грубого умягчения наиболее эффективно может быть умягчена и также обессолена методом ионного обмена. Сущность этого метода заключается в том, что некоторые твердые труднорастворимые минеральные и органические вещества способны извлекать из растворов одни катионы или анионы в обмен на содержащиеся в них другие. Для поглощения из воды ионов Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} применяют катиониты - сульфоуголь или высокомолекулярные смолы, содержащие активные группы с ионами H^+ , Na^+ или NH_4^+ . Процессы катионного обмена могут быть представлены следующими уравнениями:



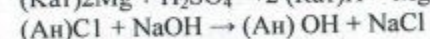
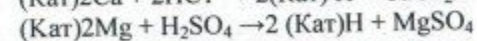
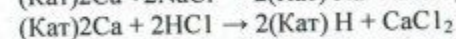
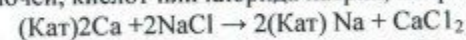
а также



Для полного обессоливания (деионизации) воды после катионитового фильтра ее пропускают через анионитовый:



Катионит и анионит регенерируют, обрабатывая их растворами щелочей, кислот или хлорида натрия, например:



Смешивая зерна катионита и анионита, можно производить одновременное извлечение катионов и анионов из воды. В качестве анионитов используются смолы, полученные в результате взаимодействия аминов с формальдегидом или полиэтиленполиаминов с эпихлоргидрином.

Обеззараживание воды производится хлором или хлорной известью, реже - озоном.

Дегазация - освобождение воды от растворенных в ней кислорода и двуокиси углерода, корродирующих котельную сталь; CO_2 поглощается Ca(OH)_2 , для связывания кислорода применяют железные опилки или стружки.

Разработка современных методов очистки воды основана на классификации загрязнений. Все загрязнения природных и промышленных вод могут быть разделены на четыре группы, причем примеси каждой группы обладают специфическими особенностями и требуют для удаления определенных технологических приемов. Учитывая особенности этих групп, можно для каждой из них найти совокупность эффективных мер воздействия приводящих к изменению фазово-дисперсного состояния примесей воды в желаемом направлении.

3 Материальное обеспечение занятия

Оборудование и материалы:

Реактивы: известь, сода, $0,1\text{н}$ HCl , трилон Б, дистиллированная вода, аммиачный буферный раствор, насыщенный раствор Ca(OH)_2 .

Индикаторы: хромоген - синий или черный, метиловый оранжевый, фенолфталеин.

Посуда: конические колбы на 250 см^3 , мерные колбы на 200 см^3 , круглодонные колбы.

Материалы: фильтровальная бумага.

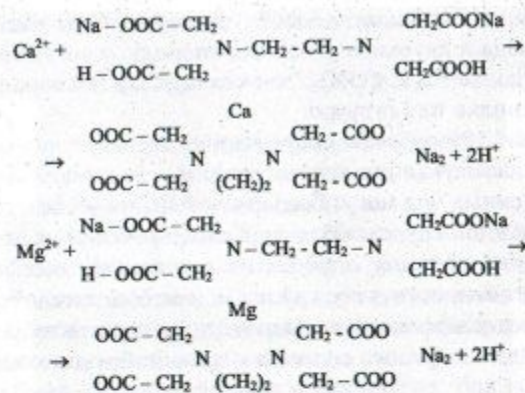
Оборудование: водяная баня, бюретки.

4 Порядок проведения работы

4.1 Определение карбонатной, некарбонатной и магниевой жесткости и количества двуокиси углерода

Общая жесткость воды может быть определена комплексонометрическим методом - титрование раствором трилона Б в присутствии индикаторов хромогенов - синего или черного в аммиачной среде (рН 9-10).

Этот метод основан на том, что ионы кальция и магния связываются трилоном Б в комплексные соединения. При этом протекают следующие реакции:



О конце реакции судят по изменению цвета индикатора хромогена черного от розово-малинового до синевато-серого. Появление синевато-серого окрашивания свидетельствует об отсутствии ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} в растворе, т.е. о полном связывании их трилоном Б.

Для выполнения анализа в коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают 100-150 см³ исследуемой воды, добавляют 5 см³ аммиачного буферного раствора, 6-7 капель индикатора хромогена и медленно титруют раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода красной окраски в серовато-синюю (фиолетовую). Общую жесткость воды J_0 (ммоль/дм³) вычисляют по формуле:

$$J_0 = \frac{0,5 \cdot v_1 \cdot k \cdot 1000}{v} \quad (1.1)$$

где v_1 - объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование пробы, см³; k - коэффициент нормальности раствора трилона Б, $k = n_{\text{факт}} / 0,1$ н; v - объем исследуемой пробы воды, см³.

Карбонатная жесткость. Титруют 100 см³ анализируемой воды 0,1н НСl с индикатором метиловым оранжевым до перехода окраски в розовую. Карбонатную жесткость (ммоль/дм³) рассчитывают по формуле

$$J_k = \frac{0,5 \cdot N \cdot v_1 \cdot 1000}{v_2} \quad (1.2)$$

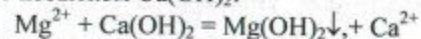
где N - нормальность НСl; v_1 - объем НСl, затраченный на титрование, см³; v_2 - объем воды, взятый для анализа, см³.

Некарбонатная жесткость определяется по разности между общей и карбонатной жесткостью:

$$J_{\text{н}} = J_0 - J_k \quad (1.3)$$

Магниева жесткость. Магний определяют объемным

аналитическим методом. Для этого имеющиеся в воде бикарбонаты и карбонаты переводят титрованием соляной кислотой в хлориды. Образующуюся двуокись углерода удаляют кипячением. Магний осаждают избытком $\text{Ca}(\text{OH})_2$:



Осадок отфильтровывают, а избыток окиси кальция оттитровывают 0,1 н НСl.

Для выполнения анализа к 100см³ воды добавляют три капли метилового оранжевого и оттитровывают 0,1 н НСl до оранжевой окраски и также оттитровывают холостую пробу, содержащую 100см³ дистиллированной воды. Обе колбы с растворами нагревают до кипения и переносят в мерные колбы на 200см³, добавляют по 50см³ насыщенного раствора $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и доливают водой до нижней части горлышка. Содержимое колб перемешивают и ставят на водяную баню на 30 мин. После охлаждения колбы доводят объем раствора до метки, перемешивают и отфильтровывают осадок гидроокиси магния. По 100см³ фильтрата из каждой пробы титруют 0,1 н НСl с фенолфталеином, связывая избыток гидроокиси кальция. Количество магния рассчитывается по формуле:

$$C_{\text{Mg}} = 2(N \cdot v_1 - N \cdot v_2) \cdot 10, \quad (1.4)$$

где N - нормальность соляной кислоты; v_1 - количество соляной кислоты, израсходованное на титрование холостой пробы, см³; v_2 - количество соляной кислоты, израсходованное на титрование пробы, см³.

При определении содержания двуокиси углерода в круглодонную колбу отмеряют 200 см³ анализируемой воды, добавляют 0,2 см 1%-ного раствора фенолфталеина и перемешивают. Если вода приобрела окраску, более интенсивную по сравнению с окраской эталонного раствора, то в ней нет растворенной двуокиси углерода. Отсутствие окраски или более слабая окраска свидетельствует об обратном. В этом случае пробу титруют 0,1 н NaOH до окраски эталонного раствора.

Концентрацию двуокиси углерода определяют по формуле

$$C_{\text{CO}_2} = \frac{N \cdot v \cdot 1000}{200}, \quad (1.5)$$

где N - нормальность NaOH; v - объем NaOH, израсходованной на титрование, см³.

4.2 Подсчитать необходимое количество извести и соды для умягчения воды и провести умягчение воды известково-содовым методом

Количество извести для умягчения воды рассчитывается по формуле:

$$M_{\text{Ca(OH)}_2} = (Ж_{\text{к}} + C_{\text{Mg}^{2+}} + C_{\text{CO}_2}) \cdot 74 \text{ (мг/дм}^3\text{)} \quad (1.6)$$

Количество соды рассчитывается по формуле:

$$M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = Ж_{\text{н}} \cdot 106 \text{ (мг/дм}^3\text{)} \quad (1.7)$$

Рассчитанное количество извести и соды отвешивают с точностью до 0.01 г и растворяют в 1 дм³ умягчаемой воды. Содержимое колбы взбалтывают 3-5 мин, дают отстояться и фильтруют через складчатый фильтр. Первые порции фильтрата выбрасывают. Отбрав от фильтрата 200 см³, проводят определение в умягченной воде общей жесткости.

Эффективность применяемых для умягчения методов характеризуется степенью умягчения воды, определяемой отношением жесткости воды (общей, карбонатной, некарбонатной) после умягчения к жесткости исходной воды:

$$\eta_{\text{о}} = \frac{Ж_{\text{о.у.}}}{Ж_{\text{о.исх}}} \quad (1.8)$$

или

$$\eta_{\text{к}} = \frac{Ж_{\text{к.у.}}}{Ж_{\text{к.исх}}} \quad (1.9)$$

или

$$\eta_{\text{н}} = \frac{Ж_{\text{н.у.}}}{Ж_{\text{н.исх}}} \quad (1.10)$$

где $\eta_{\text{о.у.}}$, $\eta_{\text{к.у.}}$, $\eta_{\text{н.у.}}$ - степени умягчения для общей, карбонатной и некарбонатной жесткости воды соответственно.

5 Отчет о работе

Отчет о работе должен содержать:

- название работы;
- цель работы;
- конспект кратких теоретических сведений;
- результаты определения жесткости воды.

6 Контрольные вопросы

1. Какие требования предъявляются к воде используемой на технические нужды?

2. Как осуществляется осветление воды?
3. Чем обусловлена жесткость воды? Дайте понятия общей, постоянной и временной жесткости.
4. Назовите методы умягчения воды. Какие принципы лежат в основе этих методов?
5. Как производится обеззараживание и дегазация воды?

Лабораторная работа №2

Определение плотности и вязкости жидкостей

1 Цель работы:

- определить плотность жидкости;
- определить вязкость жидкости.

2 Общие теоретические сведения

Жидкие реагенты, продукты реакции, теплоносители, хладагенты, катализаторы и другие широко распространены в химической промышленности. Это растворы газообразных, жидких и твердых веществ в воде и других растворителях, жидкофазные органические и неорганические соединения, эмульсии, суспензии, многокомпонентные системы - такие, например, как нефть и продукты ее переработки и т. п. Важнейшими физическими величинами, характеризующими свойства жидких веществ, являются плотность и вязкость.

2.1 Определение плотности жидкостей

Плотность жидкости ρ (г/см³) определяется массой вещества в единице объема:

$$\rho = \frac{G}{V} \quad 2.1$$

Относительная плотность d представляет собой отношение плотности данного вещества к плотности другого вещества при определенных стандартных условиях, обычно к плотности дистиллированной воды:

$$d = \frac{\rho}{\rho_{\text{к}}} \quad 2.2$$

При условии равенства объемов испытуемого вещества и воды

плотность равна отношению их масс:

$$d = \frac{G}{G_A} \quad 2.3$$

В настоящее время относительную плотность принято выражать отношением плотности вещества при нормальной температуре (20 °С) к плотности дистиллированной воды при 4 °С и обозначать d_4^{20} .

К основным методам измерения плотности жидкостей относятся наиболее простой – ареометрический и наиболее точный (самый трудоемкий) – пикнометрический.

Ареометрический метод. Приборы для измерения плотности жидкостей – ареометры – по своему назначению делятся на две группы: 1) ареометры (денсиметры), имеющие шкалу в единицах плотности; 2) ареометры для измерения концентрации раствора, шкала которых отградуирована в объемных или массовых процентах.

К денсиметрам относятся денсиметры для измерения плотности различных жидкостей легче и тяжелее воды: нефтденсиметры, лактоденсиметры, аккумуляторные денсиметры и т.д. К ареометрам второй группы относятся спиртомеры, сахаромеры, клеомеры, гидрометры.

Стеклянный ареометр состоит из полого корпуса цилиндрической или веретенообразной формы и припаянного к нему в верхней части стержня – цилиндрической тонкостенной трубки с запаянным концом. Нижняя часть ареометра заполнена балластом для обеспечения устойчивости при погружении в жидкость. К внутренней поверхности стержня приклеена градуировочная шкала. Некоторые типы ареометров (нефтденсиметры и др.) изготавливаются со встроенным термометром, позволяющим одновременно с плотностью (концентрацией) измерять и температуру жидкости. При определении плотности жидкости или концентрации раствора необходимо прежде всего выбрать тип ареометра и его пределы измерений.

Пикнометрический метод. Пикнометрический способ – один из наиболее точных (до 0,0002 г) и позволяет производить определение даже с весьма незначительным количеством продукта (1 – 2 см³). Этот способ основан на изменении массы жидкости, взятой в определенном объеме, и отнесении ее к массе воды того же объема и при той же температуре.

При помощи пикнометра можно определять плотность самых разнообразных жидкостей. Наибольшее распространение на практике получили пикнометры: пипеткообразный пикнометр вместимостью

около 1 см³, пикнометр с меткой и пикнометр с капилляром в крышке. Пикнометр с меткой и пикнометр с капилляром в крышке приняты в качестве стандартных; их вместимость для определения плотности нефтепродуктов, может быть 5,0; 10,0; 25,0 см³.

Выбор вместимости того или иного пикнометра определяется количеством жидкости и требуемой точности измерения. Если количество жидкости не ограничено, следует пользоваться самым большим пикнометром, что обеспечит наиболее точные результаты.

2.2 Определение вязкости

Вязкостью или внутренним трением называют свойство жидкости сопротивляться взаимному перемещению ее частиц (скольжению или сдвигу) под влиянием действующих сил. Вязкость – очень важное свойство жидкостей; особенно это относится к нефтепродуктам и в первую очередь к смазочным маслам. Вязкость характеризуется коэффициентом вязкости. Различают динамический, кинематический и относительный (условный) коэффициенты вязкости.

Динамический коэффициент вязкости характеризует вязкость потока жидкости, в которой линейная скорость под воздействием давления сдвига 1 Па имеет градиент 1 м/с на 1 м расстояния (grad u), перпендикулярного плоскости сдвига. Для ламинарного потока жидкости динамический коэффициент вязкости рассчитывают по формуле Ньютона:

$$\mu = \frac{F}{S} \text{ grad } u \quad 2.4$$

где $F/S = \tau_c$ – напряжение сдвига, Па. Динамический коэффициент вязкости чаще всего выражают в пуазах (Пз):

$$1 \text{ Пуаз} = 1 \text{ дин } \text{с} / \text{см}^2 = 1 \text{ г} / (\text{см} \cdot \text{с}).$$

Динамический коэффициент вязкости воды при 4 °С составляет $1,005 \cdot 10^{-3} \text{ Па} / \text{м}^2 = 1,005 \text{ мПа} / \text{м}^2 = 1 \text{ с} \cdot \text{Пз}$.

Кинематический коэффициент вязкости равен отношению динамического коэффициента вязкости жидкости или газа при данной температуре к их плотности при той же температуре:

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad 2.5$$

В системе единиц СИ кинематический коэффициент вязкости имеет размерность м²/с, т.е. кинематическая вязкость потока, имеющего динамическую вязкость 1 Па/м² и плотность 1 кг/м³.

В системе CGS кинематическую вязкость выражают в стоксах (Ст). Стокс представляет собой вязкость жидкости, плотность кото-

рой равна 1 г/см^3 и которая оказывает сопротивление силой в 1 дину, взаимному перемещению двух слоев жидкости площадью в 1 см^2 , находящихся на расстоянии 1 см один от другого и перемещающихся один относительно другого со скоростью 1 м/с :

$$1 \text{ Ст} = 100 \text{ сСт} = 1000 \text{ мСт}.$$

Относительный (условный) коэффициент вязкости ВУ используется главным образом для практической характеристики нефтепродуктов. Среди относительных понятий наиболее распространено понятие удельной вязкости, показывающей, насколько динамическая вязкость данной жидкости больше или меньше динамической вязкости стандартной жидкости (обычно воды) при условно выбранной температуре, т.е.

$$\lambda \text{ в} = \frac{\mu_t}{\mu_{\text{вн}}} \quad 2.6$$

где μ_t — динамическая вязкость нефтепродукта при температуре t ; $\mu_{\text{вн}}$ — динамическая вязкость воды при температуре t_1 . Относительную вязкость выражают в условных единицах — градусах или секундах. Эти единицы представляют собой отношение времени истечения данного продукта в соответствующем приборе при температуре испытания t к времени истечения стандартной жидкости при установленной температуре. Иногда условную вязкость определяют как время истечения определенного объема жидкости в стандартных условиях.

Вискозиметр капиллярный типа ВПЖ-1 представляет собой U-образную трубку, в колено которой впаян капилляр.

Измерение вязкости при помощи капиллярного вискозиметра основано на определении времени истечения через капилляр определенного объема жидкости из измерительного резервуара.

В работе измеряется кинематический коэффициент вязкости трансформаторного масла с помощью стеклянного капиллярного вискозиметра типа ВЖП -1, изображенного на рис.2.1.

Вискозиметр капиллярный стеклянный типа ВПЖ-1 с висячим уровнем состоит из измерительного резервуара (3), ограниченного двумя кольцевыми отметками M_1 и M_2 , резервуар переходит в капилляр (2) и резервуар (1), который соединен с изогнутой трубкой (5) и трубкой (7).

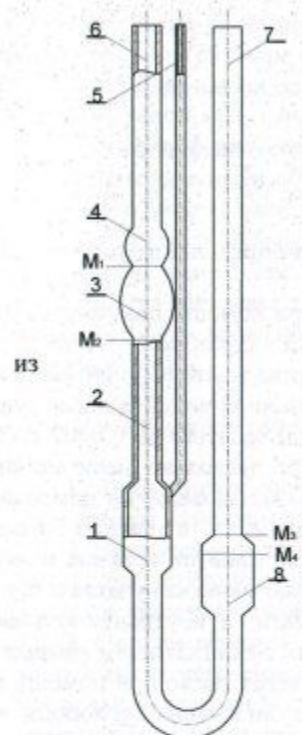


Рис. 2.1.

из секундомер.

Последняя имеет резервуар (8) с двумя отметками M_3 и M_4 , указывающими пределы наполнения вискозиметра жидкостью. Жидкость из резервуара (3) по капилляру (2) стекает в резервуар (1) по стенкам последнего, образуя у нижнего конца капилляра "висячий уровень". Измерение вязкости при помощи капиллярного вискозиметра основано на определении времени истечения через капилляр определенного объема жидкости измерительного резервуара.

3 Материальное обеспечение занятия

Оборудование и материалы:

Посуда: стеклянный цилиндр

Материалы: испытуемая жидкость (вода, спирт этиловый, спирт, изоамиловый спирт, уксусная кислота), минеральные масла

Оборудование: ареометры, пикнометр, вискозиметр ВПЖ-2, термостат, термометр, весы аналитические,

4 Порядок проведения работы

4.1 Ареометрический метод определения плотности

Испытуемую жидкость наливают в стеклянный цилиндр, внутренний диаметр которого превышает диаметр корпуса ареометра не менее чем в два раза, а высота несколько превышает высоту ареометра. Разница в температуре продукта и окружающей среды не должна превышать + 5 %.

Чистый сухой ареометр погружают в цилиндр с испытуемой жидкостью, держа его за верхний конец. После прекращения колеба-

ний и установления ареометра производят отсчет по верхнему краю мениска (глаз находится на уровне мениска). Одновременно измеряют температуру жидкости. Отсчет по шкале ареометра соответствует плотности при температуре испытания. Для приведения этой плотности к плотности d_{20} (при 20 °С) используют формулу:

$$d_4^{20} = d_4^t + \alpha (t - 20) \quad 2.7$$

4.2 Пикнометрический метод определения плотности

Для определения плотности при помощи пикнометра необходимо взять "водное число" (масса воды в его объеме при 20 °С). Для установления водного числа пикнометры тщательно промывают хромовой смесью и спиртом, дистиллированной водой и после сушки взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0002 г. Затем наполняют их дистиллированной водой несколько выше метки (пикнометр с капилляром в крышке заполняют доверху) и помещают в термостат, в котором выдерживают при 20 °С в течение 30 мин. Когда уровень воды перестанет изменяться, избыток ее выше метки на горлышке пикнометра (по верхнему краю мениска) удаляют при помощи пипетки или фильтровальной бумаги, а внутреннюю поверхность горлышка вытирают. В пикнометрах с капилляром в крышке избыток воды выходит из капилляра и удаляется также при помощи фильтровальной бумаги. Закрытый пробкой или крышкой и хорошо вытертый снаружи пикнометр взвешивают с точностью до 0,0002 г. Водное число пикнометра M определяют как разность между массой пикнометра с водой G_2 и массой пустого пикнометра G_1 (г), т.е.

$$M = G_2 - G_1 \quad 2.8$$

Для определения плотности испытуемую жидкость наливают в чистый сухой сосуд (почти доверху), плотно закрывают пробкой и выдерживают в термостате при 20 °С. Затем при помощи пипетки продукт переносят в чистый, сухой, предварительно взвешенный пикнометр с установленным водным числом, после чего проводят в той же последовательности все операции, описанные при определении водного числа.

4.3 Определение вязкости

4.3.1 Подготовка вискозиметра к работе

Перед определением вязкости жидкости вискозиметр должен быть тщательно промыт и высушен.

Вискозиметр вначале необходимо промыть несколько раз бензолом, затем петролейным эфиром. После растворителя промыть водой и залить не менее, чем на 5-6 часов хромовой смесью. После этого вискозиметр промывают дистиллированной водой и сушат. Для более быстрой сушки вискозиметр можно промыть спиртом ректификатом или ацетоном.

4.3.2 Порядок работы на вискозиметре ВПЖ-1

1. Термостатом устанавливается требуемый температурный режим работы. Измерения проводятся при нескольких температурах.

2. Вискозиметр устанавливается вертикально в жидкостный термостат так, чтобы уровень воды находился на несколько сантиметров выше расширения резервуара (4).

3. При температуре измерения выдерживают прибор не менее 5 минут, после чего засасывают грушей при закрытой трубке (6) жидкость выше отметки M_1 примерно до половины резервуара (4) и перекрывают кран, соединенный с трубкой (5).

4. Открыть кран на трубке (5) и освободить зажим на трубке (6).

5. Измерить время понижения уровня в трубке (5) от отметки M_1 до отметки M_2 . Необходимо при этом обращать внимание на то, чтобы к моменту подхода уровня жидкости к отметке M_1 в резервуаре (1) образовался висячий уровень, а в капилляре не было бы пузырьков воздуха.

5. Измерения произвести 3 раза.

6. Увеличить температуру жидкости. Выполнить измерения в соответствии с пп. 3-5.

Вязкость вычисляют по формуле по среднему времени истечения жидкости.

$$V = \frac{g}{980.7} \cdot \tau \cdot k \quad 2.9$$

где V – кинематическая вязкость жидкости (сантистокс), τ – время истечения жидкости (сек.), g – ускорение силы тяжести

(см/сек²), k – расчетный коэффициент (указывается в паспорте вискозиметра).

5 Отчет о работе

Отчет о работе должен содержать:

- название работы;
- цель работы;
- расчетные формулы и полученные данные.

6 Контрольные вопросы

1. Дайте определение «вязкость жидкости».
2. Дайте определение «динамическая вязкость».
3. Дайте определение «кинематическая вязкость».
4. Дайте определение «относительная вязкость».
5. Почему при различных температурах вязкость одной и той же жидкости изменяется?

Лабораторная работа №3 Получение аммиачной селитры

1 Цель работы:

- получить аммиачную селитру в кристаллическом виде,
- определить выход аммиачной селитры по азотной кислоте и содержание в ней аммонийного азота

2 Общие теоретические сведения

Ассортимент минеральных солей, используемых сельским хозяйством, в промышленности и быту, составляет сотни наименований и непрерывно растет. Масштабы добычи и выработки солей чрезвычайно велики; некоторые минеральные соли и удобрения являются многотоннажными продуктами химической промышленности и их добыча и производство выражаются в миллионах, а иногда и десятках миллионов тонн в год. В наибольших количествах вырабатываются и потребляются соединения натрия, фосфора, калия, азота, алюминия,

железа, меди, серы, хлора, фтора, хрома, бария и др.

Минеральные соли классифицируют по их происхождению (природные и синтетические), по составу (соли натрия, фосфора и т. п.), по методам производства, а также по принципу их потребления. Основным потребителем минеральных солей является сельское хозяйство. В наибольших масштабах производятся соли, используемые в качестве минеральных удобрений и пестицидов (препаратов, применяемых для защиты растений). В промышленности используются разнообразные минеральные соли, некоторые из них в больших количествах. Химическая промышленность является не только производителем, но и одним из наиболее крупных потребителей минеральных солей; особенно широко используются соли натрия. Поваренная соль расходуется в громадных количествах как основное сырье для производства хлора, соды, соляной кислоты, едкого натра. Сульфат натрия служит сырьем для производства сульфида натрия и стекла. Сульфид натрия, сульфитные соли (тиосульфат, сульфит и гидросульфит натрия), фториды натрия, бихроматы натрия и калия, фосфаты натрия и многие другие соли, в том числе соли железа, алюминия, бария, применяются в производстве красителей, химических реактивов, катализаторов, искусственного волокна, пластических масс, резины, моющих средств и в других химических производствах.

В металлургической промышленности минеральные соли используются при обогащении и гидрометаллургической переработке Руд, при металлургических плавках в качестве плавней и присадок, при электролитическом получении металлов, при обработке поверхности металлов, при пайке и сварке металлов и сплавов. Стекольная промышленность потребляет в больших масштабах сульфат натрия как основной компонент шихты для варки стекла, и, кроме того, соли и окислы бора, свинца, цинка, бария для придания стеклу специальных свойств. В производстве вяжущих веществ, керамики, огнеупоров минеральные соли являются основным сырьем. Разнообразные минеральные соли потребляют также горнорудная, целлюлозно-бумажная, текстильная, кожевенная, фармацевтическая промышленность. Почти нет ни одной отрасли промышленности, в которой не применялись бы те или иные минеральные соли.

Азотные удобрения подразделяются на следующие классы:

1. аммиачные, содержащие азот в форме катиона (сульфаты аммония и фосфаты аммония).
2. нитратные, содержащие азот в форме аниона (нитрат кальция,

нитрат натрия и нитрат калия).

3. аммиачно-нитратные, содержащие азот в катионе и анионе (аммиачная селитра).

4. амидные, содержащие азот в форме —NH_2 (мочевина). Азот необходим для роста растений и входит в состав всех белков, витаминов и т. д. При взаимодействии аммиака с кислотами или гидроксидами металлов с азотной кислотой образуются азотные удобрения.

Аммиачная селитра получается путем нейтрализации 50-60 %-го раствора азотной кислоты газообразным аммиаком:



В промышленности теплоту реакции используют для испарения воды и концентрирования раствора аммиачной селитры в аппаратах ИТН (использование теплоты нейтрализации).

3 Материальное обеспечение занятия

Оборудование и материалы:

Реактивы: раствор азотной кислоты (48-60 %-ный), раствор аммиака (25 %-ный), 40 %-ный раствор формальдегида

Индикаторы: лакмусовая бумажка, фенолфталеин

Посуда: мерный цилиндр вместимостью 500 мл.

Материалы: фильтровальная бумага, стекловата, измельченной стекло

Оборудование: установка для получения аммиачной селитры (рис. 3.1), песчаная баня, фарфоровая чашка.

4 Порядок проведения работы

4.1 Получение аммиачной селитры

Аммиачную селитру можно получить в приборе, представленном на рисунке 3.1. Здесь реакционным аппаратом служит стеклянная трубка диаметром 50-60 мм и высотой 300-400 мм с припаянными внизу и вверху отводами для присоединения колбы Вюрца. Верхний и нижний конец трубки оттягивают. В нижнюю часть трубки укладывают стекловату и на нее насыпают стеклянную насадку; в верхнюю часть трубки вставляют на пробке капельную воронку. Вместо трубки можно использовать кожух водяного холодильника, но при этом необходимо, чтобы отводы, особенно нижний, были загнуты вверх во

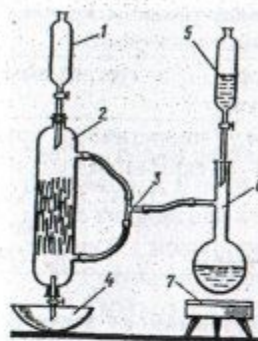


Рисунок 3.1 – Установка для получения аммиачной селитры: 1,6 – капельные воронки; 2 – реактор; 3 – тройник; 4 – фарфоровая чашка; 5 – колба Вюрца; 7 – электроплитка.

белого тумана аммиачная селитра конденсируется и непрерывно стекает в нижнюю часть реактора и оттуда в предварительно взвешенную фарфоровую чашку.

Закончив приливать кислоту, закрывают кран капельной воронки и продолжают еще несколько минут пропускать аммиак. Затем проверяют кислотность раствора аммиачной селитры лакмусовой бумажкой. Если раствор имеет кислую реакцию, то его переливают в капельную воронку и снова пропускают через нейтрализатор, не прекращая подачу аммиака. Эту операцию осуществляют до появления щелочной реакции раствора.

После этого прекращают подачу аммиака из колбы Вюрца, ополаскивают капельную воронку 3-4 раза порциями дистиллированной воды по 5 мл и промывают этими порциями нейтрализатор. Промывные воды присоединяют к раствору аммиачной селитры и ставят фарфоровую чашку с раствором на песчаную баню. Помешивая раствор стеклянной палочкой, упаривают его до появления белых паров; температура плава при этом достигает 433 К.

После охлаждения и кристаллизации аммиачной селитры взвешивают чашку и, высчитав массу полученной селитры, определяют ее выход в процентах, исходя из количества взятой азотной кислоты.

избежание попадания растворов в шланги, по которым поступает аммиак. Аммиак подается из колбы Вюрца, где он образуется либо за счет осторожного нагревания его концентрированного раствора, либо за счет реакции хлорида аммония с гашеной известью.

15-20 мл азотной кислоты наливают в капельную воронку, а в колбу Вюрца – 75-100 мл раствора аммиака. Колбу Вюрца закрывают пробкой и нагревают на закрытой электроплитке. После того как аммиак начинает поступать в нейтрализатор, открывают кран капельной воронки и медленно, по каплям пропускают через нейтрализатор азотную кислоту. Образующаяся в виде

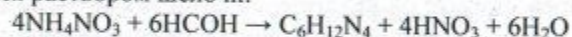
Результаты работы оформляют в виде таблицы 3.1.

Таблица 3.1 – Результаты работы

Азотная кислота			Раствор аммиака	Нитрат аммония		
объем (мл)	концентрация	масса в пересчете на 100 % (г)	объем (мл)	теоретический выход (г)	практический выход (г)	выход (%)

4.2 Определение содержания аммонийного азота в аммиачной селитре

Наиболее удобным, хотя и приблизительным, способом определения аммонийного азота считают формальдегидный метод. При взаимодействии формальдегида с аммиачной селитрой образуется гексаметилентетрамин и выделяется азотная кислота, которая оттитровывается раствором щелочи:



Взвешенную с точностью до 0,0002 г массу навески 1,5-2,0 г соли помещают в мерную колбу на 250 мл и растворяют в дистиллированной воде, доводят раствор до метки и тщательно перемешивают. После этого 50 мл раствора формальдегида (40%-ный) переносят в коническую колбу на 100-150 мл, прибавляют 3-5 капель фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/л до появления розовой окраски.

Раствор соли (25 мл) переносят в коническую колбу на 250 мл, добавляют несколько капель фенолфталеина и, если реакция кислая, нейтрализуют раствором гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/л. К этому раствору соли добавляют 10 мл нейтрализованного раствора формальдегида, 3-5 капель фенолфталеина, перемешивают и после 1-2 мин выдержки оттитровывают раствором гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/л до слабо - розовой окраски.

Определяют содержание NH_3NO_3 в соли по формуле:

$$x_1 = \frac{V \cdot 0,008 \cdot 10}{m}, \quad (3.1)$$

где V – объем раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л, израсходованного на титрование, мл; 0,008 – масса нитрата аммония в г, соответствующая массе гидроксида натрия, содержащейся в 1 мл ее раствора

концентрации 0,1 моль/л; m – масса навески соли, г.

Содержание аммонийного азота (%) определяют по формуле:

$$x_2 = \frac{V - 0,0014 \cdot 10}{m} \cdot 100, \quad (3.2)$$

где V – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, мл; 0,0014 – масса аммонийного азота (г), соответствующая массе гидроксида натрия, содержащейся в 1 мл ее раствора концентрации 0,1 моль/л; m – масса навески соли, г.

Результаты анализа оформляют в виде таблицы 3.2.

Таблица 3.2 – Результаты работы

Масса навески (г)	Объем раствора NaOH, израсходованного на титрование (мл)	Масса нитрата аммония в навеске (г)	Содержание аммонийного азота (%)

5 Отчет о работе

Отчет о работе должен содержать:

- название работы;
- цель работы;
- расчетные формулы и полученные данные.

6 Контрольные вопросы

1. Как классифицируют минеральные соли?
2. Укажите пути использования минеральные солей и удобрений.
3. Классификация азотных удобрений.
4. Значение удобрений для роста производительности сельского хозяйства.
4. Получение аммиачной селитры: особенности процесса, влияние выделяющейся теплоты на ход процесса и ее использование в производстве.

Лабораторная работа №4 Получение фенолформальдегидных смол

1 Цель работы:

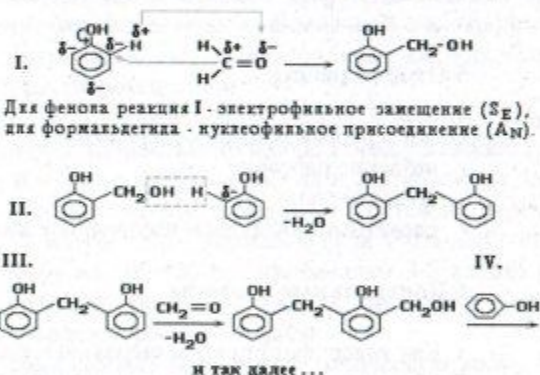
– получить новолачную и резольную смолы и изучить их свойства.

2 Общие теоретические сведения

Фенолформальдегидные смолы $[-C_6H_3(OH)-CH_2-]_n$ – продукты поликонденсации фенола C_6H_5OH с формальдегидом $CH_2=O$.

Взаимодействие фенола с формальдегидом идет по схеме:

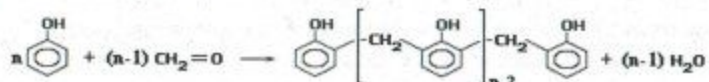
Конденсация фенола с формальдегидом



Роль реакционноспособных функциональных групп в этих соединениях играют:

- в феноле – три С-Н-связи в орто- и пара-положениях (легче идет замещение в двух орто-положениях);
- в формальдегиде – двойная связь $C=O$, способная к присоединению по атомам С и О.

Это определяет возможность образования цепных макромолекул по схеме поликонденсации:

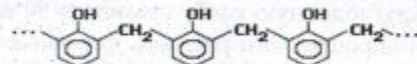


Реакция проводится в присутствии кислых (соляная, серная, ща-

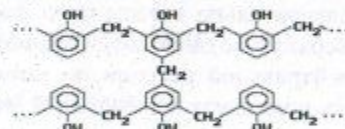
велевая и другие кислоты) или щелочных катализаторов (аммиак, гидроксид натрия, гидроксид бария).

При избытке фенола и кислом катализаторе образуется линейный полимер – **новолак**, цепь которого содержит приблизительно 10 фенольных остатков, соединенных между собой метиленовыми ($-CH_2-$) мостиками.

Новолаки – термопластичные полимеры, которые сами по себе не способны переходить в неплавкое и нерастворимое состояние. Но они могут превращаться в трехмерный полимер при нагревании их с дополнительной порцией формальдегида в щелочной среде. При использовании щелочных катализаторов и избытка альдегида в начальной стадии поликонденсации получают линейные цепи **резолов**:



При дополнительном нагревании эти цепи "сшиваются" между собой за счет групп $-CH_2OH$, находящихся в пара-положении фенольного кольца, с образованием трехмерного полимера – **резита**:



Таким образом, резолы являются **термореактивными** полимерами. Полимеры, которые при повышенной температуре приобретают пространственную (сетчатую) структуру и становятся неплавкими и нерастворимыми, называются **термореактивными**.

Свойства. Отвержденные смолы характеризуются высокими тепло-, водо- и кислотостойкостью, а в сочетании с наполнителями и высокой механической прочностью.

Применение. Из фенолформальдегидного полимера, добавляя различные наполнители, получают фенолформальдегидные пластмассы, т. н. фенопласты. Их применение очень широко. Изготавливают: шарикоподшипники, шестерни и тормозные накладки для машин; хороший электроизоляционный материал в радио- и электротехнике. Изготавливают детали больших размеров, телефонные аппараты, электрические контактные платы. Для склеивания пенополистирольных плит, применяемых для изготовления моделей в литейном производстве.

3 Материальное обеспечение занятия

Оборудование и материалы:

Реактивы: фенол; формальдегид (40-% раствор формалина); концентрированная соляная кислота; уротропин (гексаметилентетрамин); этиловый спирт или ацетон; 40-% раствор едкого натрия

Посуда: круглодонная колба емкостью 50 мл

Оборудование: водяная баня; обратный холодильник; фарфоровая чашка; сушильный шкаф; технические весы; электроплитка.

4 Порядок проведения работы

В круглодонную колбу емкостью 50 мл помещают 7,5 г фенола и 5 мл 40-процентного раствора формальдегида. Смесь взбалтывают до растворения фенола. После этого добавляют 2 – 3 капли концентрированной соляной кислоты, колбу закрывают пробкой с вставленным в нее обратным холодильником и нагревают на водяной бане при 90 – 100 °С до разделения водного и смоляного слоев. Смесь выливают в предварительно взвешенную фарфоровую чашку. После отстаивания верхний водный слой сливают и смолу промывают теплой водой до нейтральной реакции по метилоранжу. Для высушивания смолы чашку помещают в сушильный шкаф и нагревают до 180 – 200 °С. Для определения выхода продукта чашку со смолой взвешивают.

Для установления линейного строения полимера 1 г полученного вещества измельчают, помещают в пробирку, приливают 10 мл этилового спирта или ацетона и нагревают. Смесь взбалтывают через каждые 5 – 10 мин в течение 1 – 1,5 ч. Смолы, имеющие линейную структуру, растворяются.

Для перевода новолачной смолы в полимер, имеющий трехмерное строение, к измельченной смоле добавляют 10 – 15 % (от веса смолы) уротропина и смесь нагревают в пробирке до 160 °С в масляной бане до ее отверждения. После охлаждения пробирку разбивают, полимер измельчают и проверяют его растворимость в спирте или ацетоне.

Для получения резольной смолы в круглодонную колбу на 50 мл помещают 5 г фенола, 10 мл 40-процентного раствора формальдегида и 0,5 мл 40-процентного раствора едкого натра. Колбу закрывают пробиркой с вставленным в нее воздушным холодильником. После встряхивания смесь нагревают на асбестированной сетке, медленно

повышая температуру. Если смесь сильно закипает, то нагревание на некоторое время прекращают, а затем нагревают до кипения.

Нагревание продолжают примерно 1 ч до образования вязкой массы, окрашенной в красный цвет. Горячую вязкую массу выливают во взвешенную фарфоровую чашку или тигель. Для окончания реакции чашку помещают в сушильный шкаф и выдерживают при 100 – 120 °С до отверждения полимера. После охлаждения взвешиванием определяют выход полимера. Для установления наличия пространственной структуры полимера несколько небольших его кусочков помещают в пробирку и изучают растворимость в спирте или ацетоне.

5 Отчет о работе

Отчет о работе должен содержать:

- название работы;
- цель работы;
- краткое описание методики получения новолачной и резольной смол;
- выводы об изученных свойствах смол.

6 Контрольные вопросы

1. Что представляют собой фенолформальдегидные смолы?
2. Какие катализаторы применяются при получении фенолформальдегидных смол?
3. Что представляют собой новолаки?
4. Охарактеризуйте свойства фенолформальдегидных смол.
5. Каково применение фенолформальдегидных смол?
6. Расскажите ход получения полимера.

Лабораторная работа №5 Получение анилинового красителя

1 Цель работы:

– получить анилиновый краситель.

2 Общие теоретические сведения

После установления формулы бензола Кекуле было получено множество искусственных красителей. При синтезах исходили из ароматических веществ, содержащихся в каменноугольной смоле, поэтому их назвали смоляными красителями. На русском языке принят термин анилиновые красители. Производство анилиновых красителей было первым промышленным производством органических соединений, и послужило исходным пунктом химической индустрии после открытия в 1842 году знаменитым русским химиком Н. Н. Зининым способа получения анилина из нитробензола.

Окисляя анилин, восемнадцатилетний англичанин Уильям Перкин случайно получил черное вещество, имеющее свойства красителя и названное мовеином (его можно приготовить, окисляя анилин перманганатом калия в кислой среде). Вслед за тем стали появляться новые красители: хризанилин, анилиновым черный и зеленый, метилрозанилин, дифениламинный синий, желтый Марциуса и многие другие.

Первые синтетические красители – фуксин, мовеин, анилиновый желтый были получены в конце 50-х годов XIX века, а уже в 70-х годах возникает промышленное производство синтетических красителей.

Мировое производство синтетических красителей в настоящее время составляет порядка 1000000 тонн в год.

Возникновение и развитие новых отраслей промышленности, создание новых материалов требует создания новых видов красителей для этих материалов. Появляются новые красители для различных видов полимерных материалов, для новых видов синтетических волокон и т.д.

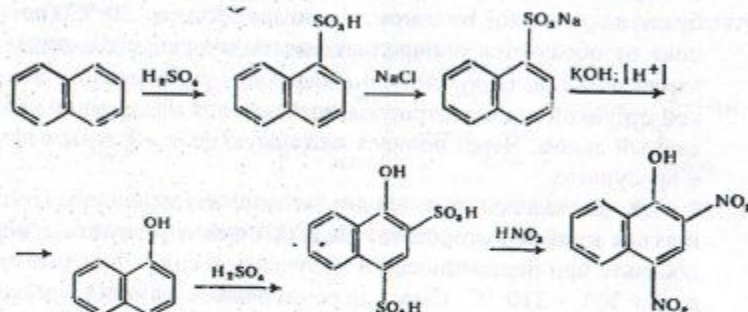
Разрабатываются новые принципы крашения текстильных материалов, например, путём образования химической связи красителя с волокном. В соответствии с этим в технической классификации появляются новые группы, например, активные красители, красители для анодированного алюминия, оптически отбеливающие вещества и прочие.

В химической классификации красители объединены в группы главным образом по сходству химического строения или методов получения.

Органические красители построены очень сложно, и основой объединения их в группы по сходству химического строения служит сходство хромофорной системы. Например, красители, содержащие

нитрозогруппу, объединены в группу нитрозокрасителей, а содержащие азогруппу – в группу азокрасителей. Некоторые красители объединены в группу по способу получения, например сернистые красители. Во многих случаях красители с одинаковыми хромофорными системами получают одинаковыми способами. Например, все азокрасители получают путём диазотирования ароматических аминов и сочетания продуктов диазотирования с фенолами или аминами. Все нитрозокрасители получают нитрозированием фенолов или нафтолов.

Желтый Марциуса (2,4-динитронафтол-1) получают по следующему циклу превращений:



3 Материальное обеспечение занятия

Оборудование и материалы:

Реактивы: концентрированная соляная и азотная кислота; нафталин; концентрированный раствор поваренной соли (19 г NaCl в 62,5 мл воды); едкий калий и натрий; анилин; нитрит натрия; салициловая кислота; сода; ацетилсалициловая кислота

Посуда: колбы на 100-250 мл

Материалы: лёд; фильтровальная бумага; дистиллированная вода

Оборудование: фарфоровая ступка; водяная баня

4 Порядок проведения работы

4.1 Приготовление салициловой кислоты

Чтобы приготовить салициловую кислоту, смешайте 6 – 8 г аце-

тилсалициловой кислоты (аспирина) с 200 мл воды и добавьте 4 мл серной кислоты. Смесь нагрейте, перемешивая, на водяной бане 20 – 25 минут. Горячий раствор профильтруйте и хорошо охладите. Выпавшую в осадок салициловую кислоту отфильтруйте, промойте холодной водой и высушите.

4.2 Получение красителя желтого Марциуса

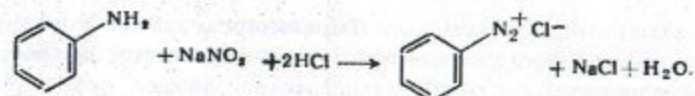
К 5 мл серной кислоты прибавьте 6 г измельченного нафталина и нагрейте смесь при перемешивании на водяной бане. Если реакция будет идти плохо, то смесь можно нагреть до 120 °С (но не выше), пока не образуется однородная масса, что свидетельствует об окончании реакции. Полученную α-нафталинсульфокислоту вылейте тонкой струйкой в концентрированный раствор поваренной соли, охлаждаемый льдом. Через полчаса натриевую соль кислоты отфильтруйте и просушите.

К расплавленному едкому калию, взятому с избытком (**обращаться крайне осторожно! Надеть очки и резиновые перчатки!**), добавьте при перемешивании полученную соль. Доведите температуру до 300 – 310 °С. Смесь перемешивайте до конца реакции – над почти прозрачным слоем щелочи будет находиться коричневый слой α-нафтолята калия. Немного охладите смесь и вылейте ее на кусочки льда. После растворения массы отфильтруйте раствор и добавьте, к нему соляной кислоты до слабокислой реакции. Выпавший осадок α-нафтола отфильтруйте и высушите. Выход – около 3,8 г.

К 3 г α-нафтола добавьте 2,3 мл серной кислоты и немного подогрейте смесь. По окончании реакции прибавьте 2 мл азотной кислоты. Краситель готов. Избыток кислот нейтрализуйте раствором соды.

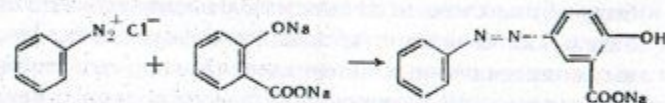
4.3 Получение азокрасителя 4-окси-3-карбоксихазобензола

Растворите 2,6 мл анилина в смеси 6,5 мл соляной кислоты и 6,5 мл воды. Раствор охладите льдом до 0 °С и влейте при перемешивании раствор 2 г нитрита натрия в 5,8 мл воды (температура не выше 2°С). Произойдет реакция:



Спустя четверть часа для удаления избытка кислоты прибавьте небольшими порциями 0,6 г соды; имейте в виду, что реакция раствора должна остаться слабокислой. Если при охлаждении раствора льдом выпадет осадок, добавьте к нему немного ледяной воды и перемешивайте до растворения.

Полученный раствор постепенно и при постоянном размешивании влейте в охлажденный до 0 °С раствор из 4 г салициловой кислоты, 0,3 г соды и 2,2 г едкого натрия в 13,8 мл воды (температура не выше 5 °С). Будет идти такая реакция:



Выпавший оранжевый осадок красителя (натриевую соль) через 1,5 – 2 часа отфильтруйте и высушите.

5 Отчет о работе

Отчет о работе должен содержать:

- название работы;
- цель работы;
- краткое описание методики получения красителей;
- выводы.

6 Контрольные вопросы

1. Как получают салициловую кислоту?
2. Как получают краситель желтый Марциуса?
3. Как получают азокраситель 4-окси-3-карбоксихазобензола?

Лабораторная работа № 6 Качественный анализ полимеров

1 Цель работы:

- определить тип полимера по отношению его к нагреванию, по продуктам пиролиза, по физическим свойствам;
- провести анализ на присутствие азота, серы или галогенов.

2 Общие теоретические сведения

Использование полимеров в различных отраслях техники и в быту обусловлено наличием у них определенного комплекса потребительских свойств и, прежде всего физических. Так, для полимерных композиционных материалов, пленок очень важным является сочетание высокой механической прочности и сохранение ее в условиях внешних воздействий. Применение полимеров в качестве электроизоляционных материалов предопределяет наличие у них необходимого комплекса диэлектрических характеристик. Полимерные материалы, которые используются в качестве защитных покрытий и гидроизоляции, должны иметь хорошую атмосферостойкость и водонепроницаемость.

Для решения задач, связанных с переработкой полимеров в изделия, требуется знание физических и физико-химических свойств полимеров в широком диапазоне температур и различных внешних воздействий. Очень важными являются теплофизические характеристики полимеров. Для того, чтобы оценить температурный интервал эксплуатации полимеров и материалов на их основе, необходимо знать температуру стеклования. Температурные режимы переработки полимеров существенно зависят от температуры текучести и термической устойчивости полимера.

Физические свойства полимеров определяются их химическим строением, природой и характером атомов и групп, образующих повторяющиеся звенья цепи, а также порядком соединения этих звеньев, структурой макромолекул. От наличия того или иного типа упорядочения в полимере, надмолекулярной структуры будут зависеть его механические, оптические, диэлектрические и другие характеристики.

Полимеры обладают особыми механическими свойствами,

принципиально отличающими их от низкомолекулярных твердых тел и жидкостей. Эти отличия обусловлены цепным строением и высокой молекулярной массой полимерных молекул. Длинноцепочечное строение макромолекул предопределяет специфику фазовых и агрегатных состояний полимеров, которые во многом отличаются от соответствующих состояний низкомолекулярных соединений.

Полимеры могут существовать в двух фазовых состояниях: аморфном и кристаллическом. Основным критерием для отнесения вещества к тому или иному фазовому состоянию является наличие определенного порядка в расположении частиц (структурных элементов) данного вещества.

Кристаллическое состояние полимеров характеризуется наличием областей с дальним трехмерным порядком в расположении атомов и молекул. Размеры этих областей (кристаллитов) в десятки и сотни раз превышают размеры звена цепи и в то же время меньше контурной длины макромолекулы, одна и та же цепь может проходить через несколько кристаллических областей. Кристаллическая фаза в полимерах никогда не распространяется на весь объем, и степень кристалличности для реальных полимеров составляет, как правило, 20-80 %.

Аморфное состояние характеризуется наличием областей с ближним порядком в расположении отдельных звеньев, размеры которых гораздо меньше контурной длины цепи и в которых упорядоченность по мере удаления от произвольно выбранной точки резко уменьшается.

Агрегатные состояния тел различаются по характеру теплового движения частиц (кинетических элементов), образующих эти тела, и плотностью их упаковки. В отличие от низкомолекулярных соединений, в газообразном состоянии полимер не может находиться, т.к. гораздо легче разорвать цепи макромолекул на отдельные фрагменты, чем преодолеть суммарные силы межмолекулярного взаимодействия.

Полимерные цепи имеют громадную длину и большое количество межмолекулярных связей между соседними цепями, поэтому без разложения полимера перевести его в газообразное состояние не удается.

Качественное определение типа полимера или полимерного материала (пластмасс, волокон) начинают с определения некоторых его свойств: физического состояния, цвета, прозрачности, запаха, температуры размягчения, растворимости в органических растворителях и

др. Одновременно сравнивают свойства образца со свойствами известных полимеров. После этого проводят термическое разложение полимера при обычном горении и пиролизе, а также определяют наличие элементов азота, серы, галогенов.

3 Материальное обеспечение занятия

Оборудование и материалы:

Реактивы: набор растворителей (ацетон, бензол, ксилол, дихлорэтан, этанол); металлический натрий или калий; раствор гидроксида натрия (10%-ный); растворы нитрата серебра и хлорида бария концентрации 0,02 моль/л; раствор брома; растворы сульфата и хлорида железа (III); раствор $KMnO_4$; раствор соляной кислоты (10%-ный); раствор азотной кислоты (10%-ный).

Индикаторы: универсальная индикаторная бумага

Посуда: пробирки

Материалы: образцы полимеров, пластмасс, волокон (в виде мелких кусочков)

Оборудование: спиртовка или горелка; тигельные щипцы; пробирки ($l=75$ мм, $d = 10$ мм) с газоотводными трубками

4 Порядок проведения работы

4.1 Образцы полимеров помещают в растворители и наблюдают.

4.2. Образец полимера вносят в наружную часть пламени горелки и визуально наблюдают. При легком воспламенении его сразу выносят из пламени. Если образец плавится и сжигается, его держат в огне до воспламенения, но не более 10 с. Воспламенившийся материал наблюдают вне пламени горелки в течение первых 2 с. Замечают запах продуктов горения, а затем по запаху и характеру горения определяют тип полимера по таблице 6.1.

4.3 Если по характеру горения трудно определить тип полимера, то проводят пиролиз. Образец помещают в пробирку (длиной 75 мм и диаметром 10 мм), которую закрывают корковой пробкой с вставленной в нее изогнутой стеклянной трубкой. Второй конец трубки опускают в другую пробирку, наполненную водой, для улавливания газообразных продуктов пиролиза. Пробирку с образцом нагревают на пламени горелки в течение 3-5 мин, затем анализируют водный раствор продуктов пиролиза: определяют среду (кислую или щелочную)

раствора, действуют реактивами $AgNO_3$, $BaCl_2$ и др. Тип полимера находят, исходя из анализа продуктов пиролиза, пользуясь таблицей 6.2.

4.4 Проводят качественный анализ полимеров на присутствие азота, серы, галогенов. Образец сплавляют с металлическим натрием или калием (кусочек полимера и горошину металла) в сухой пробирке с небольшим отверстием. (Под тягой в защитных очках проводят всю работу!) Плав обрабатывают водой. (Осторожно! Возможна бурная реакция остатков натрия с водой.) Раствор отфильтровывают, к части фильтрата ($\sim \frac{1}{4}$) приливают раствор солей сульфата железа (II) и хлорида железа (III), нагревают до кипения, охлаждают и подкисляют раствором HCl (10%-ным). При наличии азота раствор окрашивается в синий цвет за счет образования берлинской лазури $Fe_4[Fe(CN)_6]$.

Все результаты качественного определения типов полимеров запишите в таблицу 6.1.

Таблица 6.1 – Результаты качественного определения типов полимеров

№	Цвет	Запах	Растворимость в				Характер горения	Запах	Анализ продуктов пиролиза	Полимер
			ацетоне	бензоле, ксилоле	дихлорэтане	этаноле				

5 Отчет о работе

Отчет о работе должен содержать:

- название работы;
- цель работы;
- результаты работы (таблица 6.1);
- выводы.

Таблица 6.2 – Определение типа полимеров, пластмасс

Название полимера	Характер горения	Запах	Исследование продуктов пиролиза		Действие растворителей на полимеры							
			определенные среды индикатором	KMnO ₄ , Br ₂	AgNO ₃	ацетон	бензол	C ₂ H ₅ Cl ₂	C ₂ H ₅ OH			
Полиэтилен	Горит спелым пламенем, при горении отделяются капли полиэтилена. Горит и вне пламени	Горелой свечи (парафина)	Нейтральный	Обесцвечивается	-	-	-	-	-	-	-	-
Полистирол	Горит (и вне пламени), пламя яркое, желто-белое, коптящее	Сладковатый, цветочный	Нейтральный	Обесцвечивается	-	Набухает	Набухает	Набухает	Набухает	Набухает	-	-
Поливинилхлорид	Горит коптящим пламенем, вне пламени не горит	Цианосный (сладкий)	Кислая	Не обесцвечивается	Выделяется белый осадок	Набухает	Набухает	Набухает	Набухает	Набухает	-	-
Полиэтилметакрилат	Горит голубым пламенем, иногда с небольшой белой верхушкой	Цианосно-плодовый	Кислая	Обесцвечивается (разлагается выше 623 К)	Раствор мутнеет	-	-	-	-	-	-	-
Фторопласт	Не горит	Нет	Кислая	Обесцвечивается	-	-	-	-	-	-	-	Медленно
Фенолформальдегидные смолы	Горит с трудом, вне пламени гаснут	Резкий, фенола	Щелочная или нейтральная	Не исследуются	-	-	-	-	-	-	-	-
Мочевинно-формальдегидные смолы	Не воспламеняются, сохраняют свою форму, обугливаясь	Аммиака, формальдегида	Щелочная	Не исследуются	-	-	-	-	-	-	-	+

36

6 Контрольные вопросы

1. Укажите отрасли использования полимеров.
2. Какими основными свойствами должны обладать полимеры для использования в различных областях промышленности?
3. Для чего необходимо знать температурный интервал использования полимеров?
4. В каких фазовых состояниях могут существовать полимеры? Охарактеризуйте эти состояния.
5. Расскажите порядок исследования полимеров.

Лабораторная работа №7 Получение осажденных сиккативов

1 Цель работы:

– получить осажденный сиккатив.

2 Общие теоретические сведения

Сиккативы - ускорители процесса окислительной радикальной полимеризации представляют собой растворимые в маслах соли некоторых тяжелых металлов и одноосновных кислот общей формулы (RCOO)_xMe, где Me – металл (Co, Mn, Pb, Ca, Zn, Fe и др.), R – алифатический или алициклический радикал.

Известно, что масла 1-ой и 2-ой групп по высыхаемости, нанесенные на поверхность тонким слоем, химически отверждаются за 6 - 7 суток. Однако в присутствии небольшого количества сиккатива процесс отверждения может закончиться за 6 - 7 часов.

Наибольшее распространение в качестве сиккативов получили соли нафтеновых кислот (нафтенаты), жирных кислот льняного масла (линолеаты), смоляных кислот канифоли (резинаты) и др.

Основной частью сиккатива, обуславливающей его каталитическое действие, являются ионы металлов. Анион соли способствует растворению сиккатива в масле, так как его большой алкильный фрагмент обладает большой липофильностью (т.е. большим сродством к жирам, неполярным и малополярным растворителям) и высокой гидрофобностью.

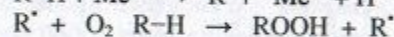
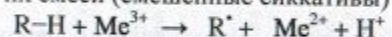
По механизму действия сиккативы можно разделить на две группы: **первичные** (истинные) сиккативы и **вспомогательные**

(промоторы).

К первичным сиккативам относятся соли металлов переменной валентности (Co, Mn, Pb, Fe, V). В процессе окислительной полимеризации присутствие такого сиккатива приводит к образованию окислительно-восстановительной системы «гидропероксид – Me». В таких системах металлы переменной валентности ускоряют распад гидропероксидов, то есть выступают катализаторами и тем самым ускоряют процесс образования радикалов – активных частиц, инициирующих цепной механизм полимеризации.



Помимо ускоряющего действия, направленного на разложение гидропероксидов, сиккативы этой группы могут ускорять и процесс их образования. Они вводятся в систему в небольшом количестве 0,005 - 0,020 (масс. %) металла в расчете на масло. Каталитическая активность ионов металлов переменной валентности к реакциям распада гидроперексидов и их образования различна, поэтому в практике обычно используют их смеси (смешанные сиккативы)



Каталитическая активность ионов металлов переменной валентности к реакциям распада гидроперексидов и их образованию различна, поэтому в практике обычно используют их смеси (смешанные сиккативы)

Вспомогательные сиккативы (промоторы) – соли металлов постоянной валентности (Ca, Zn, Ba) – самостоятельного действия не проявляют, однако повышают эффективность сиккативов первой группы. Механизм их действия пока не установлен. Предполагают, что они обуславливают сохранение первичных сиккативов в активной, легкоподвижной форме, из-за их большей способности к солеобразованию. Это исключает взаимодействие первичных сиккативов с карбоксильными группами (например, в алкидах). Поэтому промоторы вводят в систему в значительном количестве (до 0,6 масс. %).

В зависимости от способа получения различают **плавленные и осажденные** сиккативы.

Плавленные сиккативы получают сплавлением оксидов (PbO, Pb₂O₄, MnO₂, CaO) с соответствующими органическими кислотами или с льняным маслом.

Взаимодействие оксидов с кислотами проводят при температуре 200 – 240 °С согласно следующей реакции:



При использовании масла процесс ведут при более высокой температуре (до 280 °С), причем он сопровождается предварительным расщеплением растительного масла под действием оксидов.

При получении осажденных сиккативов вначале готовят водорастворимые соли соответствующих органических кислот (натриевые мыла), а затем подвергают их обменной реакции с водорастворимыми солями металлов:



Образующийся сиккатив выпадает в осадок; его промывают, сушат и растворяют в уайт-спирите.

Целесообразно последнюю реакцию обменного разложения проводить в присутствии растворителя (уайт-спирита). В этом случае сиккатив в момент образования растворяется в уайт-спирите, его отделение от водной фазы и последующая отмывка облегчаются. Такой способ получения осажденных сиккативов называется **межфазным**.

3 Материальное обеспечение занятия

Оборудование и материалы:

Реактивы: едкий натрий 10 %-й; ацетат свинца; хлорид марганца.

Посуда: фарфоровый стакан или чашка; пипетка для отбора проб; пробирка; воронка Бюхнера

Материалы: льняное масло

Оборудование: стеклянная палочка, термометр, электроплитка,

4 Порядок проведения работы

В фарфоровый стакан или чашку загружают рецептурное количество льняного масла (табл. 7.1) и при постоянном перемешивании нагревают его до 100 °С, после чего добавляют 10 %-й раствор щелочи.

Массу выдерживают при этой температуре до окончания реакции омыления (проба должна растворяться в воде). Затем массу ох-

лаждают до комнатной температуры и вводят в нее 7,5 - 10 %-й водный раствор соли каталитического металла. При этом происходит реакция обменного разложения, и образующийся сиккатив выпадает в осадок, нерастворимый в воде. После отстаивания раствор сливают. Осадок переносят на воронку Бюхнера, несколько раз промывают теплой водой, переносят в фарфоровую чашку и сушат при температуре 70 - 80 °С.

Таблица 7.1 – Рецептуры осажденных сиккативов

Наименование компонентов	Содержание по рецептуре, масс. %	
Льняное масло	66,0	66,3
Едкий натрий	6,7	6,7
Ацетат свинца	27,3	-
Хлорид марганца	-	27,0

5 Отчет о работе

Отчет о работе должен содержать:

- название работы;
- цель работы;
- результаты работы;
- выводы.

6 Контрольные вопросы

1. Сиккативы. Общая характеристика и классификация.
2. Плавленные сиккативы. Их свойства. Достоинства и недостатки метода синтеза.
3. Осажденные сиккативы. Их свойства. Достоинства и недостатки метода синтеза.
4. Роль сиккативов в процессе отверждения масляных композиций.

Список литературы

1. Акаева Т.К., Козлов В.А. Химия и технология пленкообразующих веществ: Лабораторный практикум. Иваново: ГОУ ВПО Ивановский государственный химико-технологический университет, 2008. 100 с.
2. Балдаев Н.С. Лабораторный практикум по общей химической технологии для студентов специальности 070100 «Биотехнология». Улан-Удэ: Восточно-сибирский государственный технологический университет, 2001. 54 с.
3. Ключников Н. Г. Практические занятия по химической технологии. Учеб. пособие для пед. институтов. Изд. 3-е, перераб. М.: «Просвещение», 1972. 296 с.
4. Лабораторный практикум по синтезу промежуточных продуктов и красителей: Учеб. пособие для вузов / Под ред. А. В. Ельцова. – Л.: Химия, 1985. 352 с.
5. Тихвинская М. Ю., Волинский В. Е. Практикум по химической технологии: Учеб. пособие для студентов пед. ин-тов по хим. и биол. спец. М.: Просвещение, 1984. 160 с.
6. Торопцева А. М. Лабораторный практикум по химии и технологии высокомолекулярных соединений / Под ред. проф. А. Ф. Николаева. Л.: «Химия», 1972. 416 с.