

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

**ПРАКТИКУМ  
ПО ОБЩЕЙ ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

Составители:

П.О. Кущев, В.А. Кузнецов,  
А.С. Шестаков

Воронеж  
Издательский дом ВГУ  
2017

## СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ САХАРА В КОРНЕПЛОДАХ И ФРУКТАХ МЕТОДОМ ЭКСТРАКЦИИ .....	4
Лабораторная работа 2. АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	8
Лабораторная работа 3. АНАЛИЗ СИНТЕТИЧЕСКИХ ЛАТЕКСОВ .....	19
Лабораторная работа 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЫ В МЕТАЛЛАХ И УГЛЕ .	22
Лабораторная работа 5. ПРОТОЧНЫЙ РЕАКТОР ИДЕАЛЬНОГО СМЕШЕНИЯ И КАСКАД РЕАКТОРОВ .....	26
Лабораторная работа 6. ПОЛУЧЕНИЕ СЕРНИСТОГО НАТРИЯ.....	32
Лабораторная работа 7. КИНЕТИКА ГЕТЕРОГЕННОЙ РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ СУЛЬФИТА НАТРИЯ .....	37
Лабораторная работа 8. ПОЛУЧЕНИЕ ВИНИЛИДЕНХЛОРИДЩЕЛОЧНЫМ ДЕГИДРОХЛОРИРОВАНИЕМ 1,1,2-ТРИХЛОРЭТАНА .....	43
Лабораторная работа 9. РЕАКТОРЫ В РЕЖИМАХ ИДЕАЛЬНОГО СМЕШЕНИЯ И ИДЕАЛЬНОГО ВЫТЕСНЕНИЯ.....	47
Лабораторная работа 10. ОКИСЛЕНИЕ ДИОКСИДА СЕРЫ (ПРОЦЕССЫ И РЕАКТОРЫ) .....	56

## Порядок проведения работы

Корнеплод очищают от загрязнений, моют при помощи щетки, тщательно промывают водой, насухо вытирают и подвергают измельчению, используя для этого кухонную терку. *Необходимо помнить:* сахар распределён по длине корнеплода неравномерно, поэтому для анализа нужно измельчать корень вдоль.

Сахар из навески свёклы экстрагируют изопропиловым спиртом. Навеску свекольной стружки (в пределах 25г) упаковывают в пакетик из фильтровальной бумаги и помещают в экстрактор.

В открытый конец пакетика приливают 6 мл раствора уксуснокислого свинца. Это делается для того, чтобы связать в нерастворимые свинцовые соли, содержащиеся в свёкле многочисленные двух- и трёхосновные органические кислоты и оксикислоты (прежде всего щавелевую, яблочную и лимонную). В противном случае эти кислоты экстрагируются из свёклы вместе с сахарозой и искажают результаты определения. Затем свекольную стружку в экстракторе слегка уплотняют с таким расчётом, чтобы её уровень был ниже верхнего перегиба сифонной трубки, и запаковывают выступающими краями бумажного пакета. В колбу наливают 100-120 мл изопропилового спирта и помещают туда же несколько фарфоровых кипелок.

Прибор собирают и нагревают колбонагревателем или электроплиткой. При этом изопропанол (пары) проходит из колбы по обводной трубке (5) в холодильник, конденсируется в нём и стекает в экстрактор, постепенно заполняя его и сифон (6), соединённый с нижней частью экстрактора. Изопропанол контактирует при этом со свекольной стружкой, в результате чего в экстракторе образуется спиртовой раствор сахара. Как только уровень раствора достигнет верхней точки колена сифона, сахарный раствор переливается через сифон из экстрактора в колбу и цикл возобновляется. Скорость испарения изопропанола регулируют таким образом, чтобы экстрактор опоражнивался каждые 10-15 минут. В результате за 4-5 циклов сахар полностью экстрагируется из навески и перемещается в колбу.

После окончания экстракции содержимое колбы, представляющее собой спиртовой раствор сахарозы, помещают в установку для отгонки спирта и полностью его удаляют, используя баню с насыщенным раствором поваренной соли. Оставшийся в кубе водный раствор сахарозы фильтруют от хлопьев и мути на складчатом или мятом фильтре и разбавляют до 100 мл дистиллированной водой в мерной колбе.

Содержание сахара в полученном растворе определяют с помощью пищевого лабораторного рефрактометра типа РПЛ-3. Этот прибор предназначен для определения показателя преломления жидкости ( $n_D^{20}$ ) и содержания сухих веществ по сахарозе в продуктах сахарной,

кондитерской, консервной, крахмалопаточной и других отраслей промышленности.

Величина показателя преломления раствора, определяемая рефрактометрически, зависит от температуры и количества растворенного вещества, т.е. от концентрации раствора - чем выше концентрация раствора (при одной и той же температуре), тем больше его показатель преломления.

При проведении измерений открывают верхнюю камеру рефрактометра, промывают и вытирают досуха фильтровальной бумагой соприкасающиеся плоскости камер и наносят оплавленным концом стеклянной палочки 2-3 капли исследуемого раствора на поверхность измерительной призмы. Верхнюю камеру плавно закрывают. Наблюдая в окуляр, вводят в поле зрения, границу светотени перемещением рукоятки окуляра. Осветителем добиваются наибольшей контрастности поля зрения и, совместив визирную линию сетки с границей светотени, отсчитывают по шкале величину показателя преломления (слева) и соответствующее ему процентное содержание сахара в растворе (справа).

#### **4. Обработка результатов экспериментов**

На основании полученных результатов рассчитывают содержание сахара в навеске свёклы в %.

##### **Контрольные вопросы**

1. Что такое экстаркция? Какие требования предъявляются к экстаргентам?
2. Для чего добавляют ацетат свинца? Напишите уравнение реакции.
3. Что такое показатель преломления? Какова погрешность измерения содержания сахара в исследуемом образце?

##### ***Литература***

1. Силин П.М. Технология сахара / П.М. Силин. – М.: Пищевая промышленность, 1967. – 624 с.
2. Приймак В.М. Технология и технологический контроль сахарного производства / В.М. Приймак. – М.: Пищевая промышленность, 1981. – 240 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2

### АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ

#### 1. Цель работы

Освоение важнейших методов анализа продуктов нефтепереработки – моторного топлива, растворителей и смазочных масел.

#### 2. Теоретическая часть

Основным источником получения различных углеводородных продуктов (моторного топлива, смазочных масел и растворителей) является нефть, представляющая собой жидкую смесь различных углеводородов. Помимо углеводородов в нефти присутствуют небольшие количества кислородных, сернистых и азотистых соединений.

Под анализом нефтепродуктов понимают определение их важнейших характеристик, играющих большую роль в процессе хранения и использования нефтепродуктов в качестве топлива, растворителей или смазочных материалов. Основными характеристиками нефти и нефтепродуктов являются: состав, плотность, вязкость, испаряемость, температура вспышки, температура воспламенения, содержание смолистых веществ, влаги и серы. При исследовании бензинов определяют также их октановое число, характеризующее стойкость карбюраторного топлива к детонации.

*Влажность нефтепродукта.* Вода является вредной примесью в нефти и нефтепродуктах, т.к. снижает их теплотворную способность, вызывает коррозию двигателей, механизмов и прочего. Одним из наиболее удобных методов определения воды в нефти и нефтепродуктах является метод Дина и Старка. Этот метод основан на отгонке воды из испытуемой навески с парами растворителя, который образует с водой азеотропную смесь, облегчая тем самым ее удаление. В качестве такого растворителя обычно используют толуол, который почти не растворяет воду и легче ее.

*Температура вспышки.* Температура, при которой нефтепродукт, нагреваемый в строго определенных условиях, испаряется так быстро, что образует с окружающим воздухом смесь, которая при поднесении к ней пламени вспыхивает с лёгким взрывом, называется температурой вспышки данного нефтепродукта:

*Температурой воспламенения* называется температура, при которой продукт загорается при поднесении к нему пламени и продолжает спокойно гореть в течение определённого отрезка времени.

Очевидно, что температура воспламенения выше температуры вспышки.

Температура вспышки является мерой огнеопасности при

хранении и транспортировке топлива. В тех случаях, когда топливо предназначается для двигателей внутреннего сгорания, низкая температура вспышки не вредна и даже желательна, но в случае сжигания его в форсунках такое топливо является неудобным, т.к. при неосторожном зажигании возможны взрывы в топочном пространстве.

Температура вспышки, как и температура воспламенения, находится в тесной связи с другими термическими характеристиками нефтепродукта: температурой кипения, упругостью паров и испаряемостью.

Однако, для нефти и нефтепродуктов, представляющих собой в основном сложные углеводородные смеси и не имеющих фиксированной температуры кипения, нельзя установить точную количественную связь между температурой вспышки и температурой кипения или упругостью паров. На практике эта связь выражается в том, что с повышением температуры, кипения нефтепродукта повышается его температура вспышки и температура воспламенения.

Из внешних факторов некоторое влияние на температуру вспышки оказывает атмосферное давление: с его увеличением температура вспышки повышается с уменьшением – понижается.

Температуры вспышек смесей нефтепродуктов не подчиняются закону аддитивности. Наблюдаемая температура вспышки смеси всегда оказывается ниже, чем вычисленная из температур вспышек компонентов по правилу средневзвешенного. Расхождение получается тем выше, чем резче различаются между собой температуры вспышек смешиваемых продуктов. Это явление объясняется тем, что температура вспышки смеси зависит прежде всего от упругости пара лёгкой примеси. Отсюда следует, что примесь компонента с низкой температурой вспышки к нефтепродукту с высокой температурой вспышки оказывает более сильное влияние, чем примесь тяжёлого нефтепродукта к лёгкому.

Для определения температуры вспышки и воспламенения нефтепродуктов предложен ряд приборов, различных как по конструкции, так и по условиям в которых проводится определение. Необходимо иметь в виду, что величины температур вспышки и воспламенения нефтепродукта существенно зависят от устройства прибора. Поэтому, приводя температуру вспышки, необходимо указывать на каком приборе она определена.

Ниже приводятся методики некоторых стандартных определений.

### **3. Экспериментальная часть**

#### **а) Определение содержания воды (определение влажности)**

**Оборудование и реактивы:** прибор Дина-Старка, колбонагреватель, толуол.

### Описание установки

Прибор Дина и Старка (рис. 2.1) состоит из колбы (1), приёмника (ловушки) Дина-Старка (2) и обратного холодильника (3).

### Порядок проведения работы

В колбу на 250 мл отвешивают на технических весах 100 г испытуемого нефтепродукта, добавляют к ним 100 мл толуола, после чего смесь тщательно перемешивают. После этого в колбу для равномерного кипения смеси бросают кипелки. Колбу помещают в колбонагреватель, закрепляют её на штативе и с помощью пробки присоединяют к ней приёмник Дина-Старка, а к последнему – обратный холодильник. Затем включают колбонагреватель и постепенно во избежание перебросов нагревают смесь до кипения. Кипятят массу с таким расчетом, чтобы из холодильника стекало в ловушку 2-4 капли в секунду. В ходе определения из колбы отгоняется азеотропная смесь толуола с водой, которая, охлаждаясь в холодильнике, разделяется на составные части (толуол и воду) и стекает в ловушку Дина и Старка. При этом вода собирается в нижней ее части, а толуол возвращается в колбу. Если в холодильнике или, в верхней части ловушки оседают капли воды, необходимо усилить кипение, чтобы толуол смыл эту воду. Нагревание продолжают до тех пор, пока объём воды в приёмнике не перестанет увеличиваться. Верхний слой растворителя при этом должен быть совершенно прозрачен. По окончании перегонки дают прибору остыть до комнатной температуры и определяют объём собравшейся в приёмнике воды.

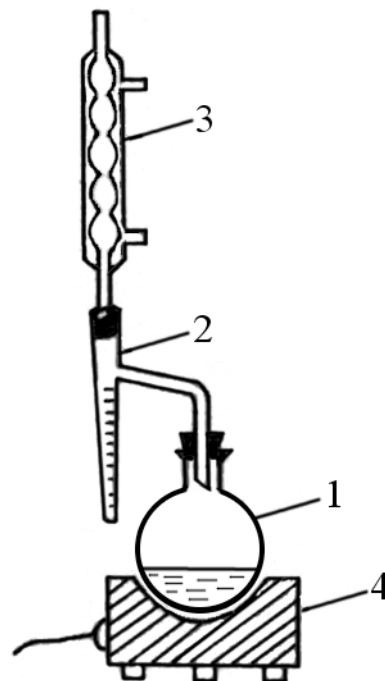


Рис.2.1. Прибор Дина-Старка

1 – колба; 2 - приёмник Дина-Старка; 3 – обратный холодильник 4 – колбонагреватель или электроплитка

### б) Определение температуры вспышки

**Оборудование и реактивы:** ТВЗ-ЛАБ-01, образец нефти.

### Описание установки

Одним из стандартных приборов определения температуры вспышки нефтепродуктов является прибор ТВЗ-ЛАБ-01. Аппарат выполнен в настольном исполнении в виде единого блока, в котором размещены панель управления (1), испытательный модуль (2), подставка под тигель (3) и держатель для датчика температуры (4). Общий вид аппарата показан на рис.