

Східноєвропейський національний університет імені Лесі Українки
Хімічний факультет

**“ЗАГАЛЬНА ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ.
ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ”**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ВИВЧЕННЯ КУРСУ**

галузі знань **0513 хімічна технологія та інженерія**
напрямок підготовки **6.051301 хімічна технологія**

Частина 2

Навчально-методичне видання

2016

УДК [54:66](072)
ББК 24я73·9+35я73·9
М 54

*Рекомендовано до друку методичною радою
Східноєвропейського національного університету імені Лесі Українки
(протокол № 2 від 19.10.2016 р.)*

Рецензенти:

Л. Д. Гулай – доктор хімічних наук, доцент Східноєвропейського національного університету імені Лесі Українки;

В. І. Федорчук-Мороз – кандидат технічних наук, доцент кафедри туризму та цивільної безпеки Луцького національного технічного університету

М 54 Загальна хімічна технологія: Метод. вказівки до вивчення курсу для студ. хімічн. ф-ту (напрямок підготовки: 6.051301 – “Хімічна технологія”). Ч. 2/ І. А. Іващенко.

Методичний посібник містить план лабораторного практикуму, методичні розробки лабораторних робіт, що виконуються в другому семестрі. Для самоконтролю при підготовці до лабораторних занять подаються окремі теоретичні питання та ряд вправ для самостійного розв’язування.

Для студентів хімічного факультету (напрямок підготовки: 6.051301 – “Хімічна технологія”) денної форми навчання, викладачів та лаборантів, які проводять лабораторні й семінарські заняття.

© Іващенко І. А., 2016

© Східноєвропейський національний університет імені Лесі Українки, 2016

Лабораторна робота №5 Визначення мінеральних добрив

Питання для самопідготовки по темі “Технологія солей та мінеральних добрив”:

1. Назвіть основні групи азотних добрив.
2. Охарактеризуйте властивості та особливості застосування аміачної селітри і сечовини.
3. На які групи поділяють фосфатні добрива за їх розчинністю? Наведіть приклади добрив кожної групи.
4. Що є сировиною для виробництва фосфатних добрив?
5. У чому перевага подвійного суперфосфату перед простим?
6. Назвіть мінерали, з яких виробляють калійні добрива.
7. Які ви знаєте сульфатні форми калійних добрив?
8. Що таке комплексні добрива, на які групи їх поділяють і в чому їх переваги перед простими добривами?

Прилади та реактиви: 2 н. розчини кислот (HCl , CH_3COOH , HNO_3), 2 н. розчин лугу, 5% розчини солей (AgNO_3 , BaCl_2), набір мінеральних добрив, фарфорові чашки, щипці, вугілля, стакани 200-250 мл, фільтри, набори для титрування, мірні колби на 250 мл, конічні колби на 200-250 мл, метиловий червоний, 0,1 н. розчин NaOH , 25% розчин формаліну.

Хід роботи

Дослід 1. Визначення мінеральних добрив методами аналітичної хімії

Визначення катіонно-аніонного складу добрива зробіть за схемою визначника (цифра - так, 0- ні):

1	Добриво у воді повністю або майже повністю розчиняються	2
0	Добриво у воді не розчиняється або мало розчиняється	12
2	Розчин добрива під час нагрівання з лугом виділяє аміак	3
0	Аміак із розчину добрива після додавання розчину лугу не виділяється	6
3	Розчин добрива з розчином нітрату аргентуму (I) утворює осад, нерозчинний у слабкій нітратній кислоті	4
0	Розчин добрива з розчином нітрату аргентуму (I) осад не утворює, хоча може спостерігатись невелике каламучення	5
4	Осад білого кольору. Сухе добриво білого або жовтуватого кольору	Амоній хлорид
0	Осад жовтий	Амофос І діамфос
5	Розчин добрива з розчином хлориду барію утворює білий осад. Сухе добриво на розжареному вугіллі пахне аміаком, не плавиться, не спалахує	Амоній сульфат
0	Розчин добрива з розчином хлориду барію осаду не утворює, хоча може утворюватись каламуть, на розжареному вугіллі плавиться, кипить, відчувається запах аміаку	Аміачна селітра
6	Розчин добрива з розчином аргентум (I) нітрату утворює білий сирнистий осад, нерозчинний у слабкій нітратній кислоті	7
0	Розчин добрива осаду не утворює, хоча може давати каламуть	8
7	Добриво сухе; кристали дрібні білого або оранжевого кольору	Калій хлорид
0	Кристали білого або рожевого кольору	Калійна сіль

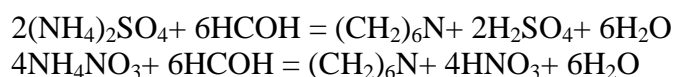
0	Добриво - суміш білих, рожевих і синіх кристалів; містить інші домішки	Сильвініт
8	Розчин добрива з розчином оксалату амонію утворює білий осад	Кальцієва селітра
0	Розчин добрива осаду не утворює, але може давати каламуть	9
9	Сухе добриво на розжареному вугіллі виділяє аміак	Карбамід, сечовина
0	Сухе добриво під час нагрівання аміаку не виділяє	10
10	Розчин добрива з розчином хлориду барію утворює білий осад, нерозчинний в оцтовій або слабкій хлоридній кислоті	Калій сульфат
0	Розчин добрива осаду не утворює	11
11	Кристали добрива дрібні, сухі ; на розжареному вугіллі спалахують і з шипінням згоряють, колір полум'я фіолетовий	Калійна селітра
0	Кристали добрива вологі, під час горіння на розжареному вугіллі колір полум'я жовтий	Натрієва селітра
12	У разі добавлення до сухого добрива (в пробірці) хлоридної або оцтової кислоти вміст пробірки спінюється і "скипає"	13
0	Вміст пробірки не скипає і не піниться, або скипає і трохи піниться	14
13	Добриво має вигляд білого або бруднуватого порошку	Вапняк або мергель
14	Колір сухого добрива білий	15
0	Добриво іншого кольору	16
15	У разі добавлення до розчину аргентум (I) нітрату верхній шар осаду жовтіє	Преципітат
0	Верхній шар осаду не жовтіє	Гіпс
16	Добриво блідо-сірого або сірого кольору, порошковате або гранульоване, має кислу реакцію (проба на лакмус)	Суперфосфат
0	Добриво має вигляд сіро-коричневого землистого порошку	Фосфористе борошно

Результати якісного аналізу добрив (властивості, склад, реакції тощо) запишіть у таблицю:

№ пробірки	Колір	Вологість	Розчинність у воді	Наявність аміаку	Наявність Cl ⁻	Наявність SO ₄ ²⁻	Наявність Ca ²⁺	Наявність CO ₃ ²⁻	Інші реакції	Склад, формула	Назва добрива
------------	-------	-----------	--------------------	------------------	---------------------------	---	----------------------------	---	--------------	----------------	---------------

Дослід 2. Визначення вмісту Нітрогену в азотних добривах формаліновим методом

Визначення Нітрогену базується на кількісному зв'язуванні аміаку формаліном в органічну сполуку гексаметилентетрамін (CH₂)₆N. Аміачні добрива під час взаємодії з формаліном у нейтральному водному розчині гексаметилентетрамін і мінеральну кислоту в кількості, еквівалентній вмісту аміаку в розчині добрива:



Утворену кислоту титрують лугом. За кількістю утвореної і відтитрованої кислоти визначають вміст Нітрогену в добриві.

Виготовлення розчину добрива для аналізу.

1. Наважку подрібненого добрива (аміачної селітри 2 г, амоній сульфату 5 г) помістіть у стакан місткістю 200-250 мл і розчиніть у 50 мл дистильованої води. Розчин відфільтруйте в мірну колбу на 250 мл. Стакан кілька разів ополосніть дистильованою водою, зливаючи промивні води через фільтр у ту саму колбу. Об'єм розчину в мірній колбі доведіть дистильованою водою до мітки і добре перемішайте.

2. Фільтрат об'ємом 12,5 мл помістіть у конічну колбу місткістю 200-250 мл і нейтралізуйте за наявності двох крапель метилового червоного 0,1 н. розчином NaOH до переходу рожевого забарвлення в золотисто-червоне.

3. Додайте 10 мл 25%-го розчину формаліну в іншу колбу. Додайте до нього 2 краплі метилового червоного і теж нейтралізуйте 0,1 н. розчином NaOH, не допускаючи його надлишку.

4. Після цього розчин формаліну влийте в нейтралізований розчин добрива, що аналізується, і добре перемішайте. Чому розчин порожевів?

5. До добутого розчину додайте дві краплі фенолфталеїну і відтитруйте кислоту, що утворилась, 0,1 н. розчином NaOH. У зв'язку з тим, що в розчині є два індикатори, під час титрування забарвлення спочатку переходить в блідо-жовте (при зміні кольору індикатору метилового червоного за $pH = 6,2$), а потім стає блідо-рожевим (за фенолфталеїном при $pH = 8,2$). Поява блідо-рожевого забарвлення свідчить про кінець титрування.

Обчислення результатів аналізу.

За кількістю лугу, витраченого на титрування досліджуваної порції розчину (12,5 мл) добрива, обчислюють вміст Нітрогену:

$$X = (A \cdot 0,0014 \cdot 20 \cdot 100) / N,$$

де X – вміст Нітрогену в добриві, %; A – кількість мілілітрів 0,1 н розчину NaOH, витраченого на титрування; N – наважка добрива, г; 0,0014 – кількість Нітрогену в грамах, що відповідає 1 мл 0,1 н розчину NaOH; 20 – коефіцієнт для перерахунку результатів на всю наважку добрива; 100 – коефіцієнт для вираження результату у відсотках.

При аналізі аміачної селітри результат (вміст Нітрогену у відсотках) потрібно помножити на 2, оскільки визначили лише Нітроген амонію; Нітроген кислотної групи (NO_3^-) формаліновим методом не враховувався.

Результати роботи запишіть у таблицю:

Назва добрива	Наважка, г	Об'єм 0,1 н розчину NaOH, витраченого на титрування	Вміст Нітрогену, %
---------------	------------	---	--------------------

Лабораторна робота № 6 Електроліз розчину натрій хлориду

Питання для самопідготовки по темі “Електрохімічні та електротермічні виробництва”:

1. Основні електрохімічні виробництва.
2. Будова промислових електролізерів.
3. Основні електротермічні виробництва.
4. Чому при електролізі розчину натрію хлориду на залізному або графітовому електроді виділяється водень, а при електролізі з ртутним катодом виділяється натрій.
5. Чому при електролізі гарячого розчину натрію хлориду без розділення анодного і катодного просторів в основному одержується бертолетова сіль, а при електролізі холодного розчину одержується розчин натрію гіпохлориту.

Прилади і реактиви: електролізер, кулономір, мірний циліндр (100-200 мл), кристалізатор, хлоркальцієва трубка, джерело постійного струму, бюретка, піпетка, колби для титрування, ваги, штатив з набором муфт, лапок, кілець, насичений розчин NaCl, кальцій гідроксид (сухий), розчин сульфату міді (конц.) (для кулономіра), розчин HCl (0,01 н.) для титрування, фенолфталеїн.

Хід роботи

Електролізер (3), зібраний згідно схеми (рис. 3), заповнюють розчином NaCl. На технохімічних вагах з точністю до 0,01 г зважують хлоркальцієву трубку (7), заповнену гашеним вапном, а також центральну пластину кулономіра (2). Збирають кулономір, заповнюють його розчином CuSO₄, закріплюють хлоркальцієву трубку на штативі. Перевіривши герметичність установки, підключають електроди (4) до відповідних полюсів джерела струму (1).

Через деякий час, коли водень заповнить більшу частину мірного циліндра (5), опущеного в кристалізатор з водою (6), електроліз припиняють. Зважують хлоркальцієву трубку, центральну пластину кулономіра та замірюють об'єм виділеного водню. Розчин з електролізера кількісно переливають у мірний циліндр для визначення об'єму. Пробу розчину з електролізера титрують (3 рази) для встановлення концентрації отриманого NaOH.

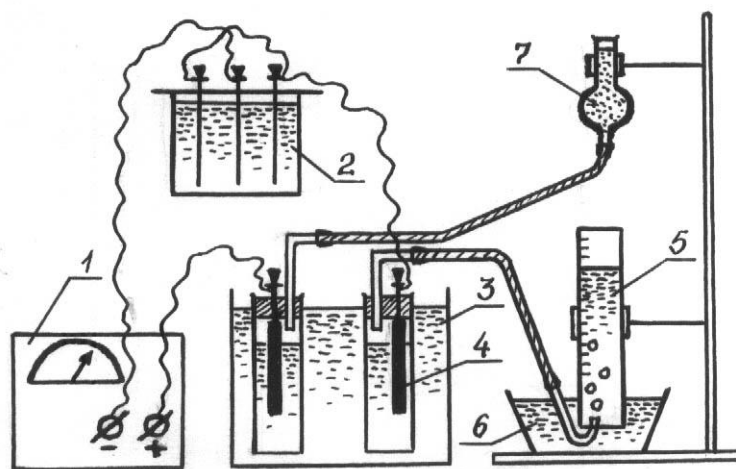


Рис. 3. Схема установки для проведення електролізу

За цими даними розраховують вихід за струмом для хлору, водню та лугу. Необхідну для розрахунків фактичну кількість електрики ($Q_{\text{факт}}$), яка пройшла через коло, визначають за зміною маси пластини кулономіра:

$$Q_{\text{факт}} = 3015,6 (m_2 - m_1) [\text{Кл}],$$

де m_2 і m_1 – кінцева та початкова маси пластини (г).

Вихід за струмом для водню :

$$\mu(H_2) = 0,0232 \frac{(P - p_b) \cdot V_{H_2}}{(273 + t) \cdot Q_{факт.}} \cdot 100[\%],$$

де P - тиск у приміщенні (Па); p_b – тиск водяної пари при температурі досліду (Па); V_{H_2} – об'єм водню (мл); t – температура в приміщенні ($^{\circ}C$).

Вихід за струмом для хлору:

$$\mu(Cl_2) = 2718,3 \frac{m_k - m_n}{Q_{факт.}} \cdot 100[\%],$$

де m_k і m_n – кінцева і початкова маси хлоркальцієвої трубки (г).

Вихід за струмом для лугу:

$$\mu(NaOH) = 96500 \frac{N_{HCl} \cdot V_{HCl} \cdot V_{ел}}{V_o \cdot Q_{факт.}} \cdot 100[\%],$$

де N_{HCl} – нормальність кислоти (г-екв/л); V_{HCl} – об'єм кислоти, яка витрачена на титрування (мл); $V_{ел}$ – об'єм розчину в електролізері після завершення електролізу (л); V_o – об'єм аліквоти лугу (мл).

Задачі для самостійного розв'язування

1. З хлорного електролізера діафрагменого типу навантаженням 40 кА за добу отримано митель об'ємом $10,6 \text{ м}^3$, що містить 130 кг/м^3 їдкого натру. Визначте вихід лугу за струмом. (96,4 %)
2. Визначте вихід за струмом та напругу розкладання в алюмінієвому електролізері, якщо за десять діб він видав метал масою 5 т, а коефіцієнт використання енергії становить 50 %. Електролізер працює під навантаженням 70 кА та напругою 4,6 В. ($\eta=88,8 \%$, $E_{розкл.}=2,6 \text{ В}$)
3. Теоретична напруга розкладу ($E_{розк.}$) в діафрагменому електролізері рівна 2,3 В, вихід за струмом хлору та їдкого натру становить 95 %, а вихід за енергією 57,5 %. Визначте: а) теоретичну та практичну витрату електроенергії на 1 т їдкого натру та 1 т хлору; б) робочу напругу на електролізері. ($W_T = 1643 \text{ (кВт}\cdot\text{год/т NaOH)}$, $W_T = 1742 \text{ (кВт}\cdot\text{год/т Cl}_2)$; $W_{пр} = 2684 \text{ (кВт}\cdot\text{год/т NaOH)}$, $W_{пр} = 3248 \text{ (кВт}\cdot\text{год/т Cl}_2)$; $v = 3,8 \text{ В}$)
4. Розрахуйте коефіцієнт використання енергії в електролізері, якщо при електролізі водного розчину NaCl при струмі 25 кА за добу був отриманий об'єм електролітичного мителя $7,19 \text{ м}^3$ з вмістом їдкого натру 120 кг/м^3 . Потенціали аноду і катоду рівні відповідно 1,32 та 0,82 В, перенапруга виділення хлору 0,17 В, а водню 0,42 В. Втрати напруги в підвідних шинах, розчині електроліту та інші оммічні втрати 1,1 В. (53,86 %)
5. Через електролізер протягом 6 год проходив електричний струм силою 10 А. Скільки водню виділилося за масою та об'ємом? (25,4 л; 2,28 г.)

Лабораторна робота №7 Синтез тіоколу

Питання для самопідготовки по темі “Виробництво пластмас, хімічних волокон та каучуків”:

1. Види природних та синтетичних каучуків.
2. Основні фізичні та хімічні властивості каучуків.
3. Методи отримання синтетичних полімерів.
4. Будова апаратів для проведення полімеризації та поліконденсації.
5. Процеси вулканізації каучуків.

Прилади і реактиви: круглодонна колба, водяна баня, мішалка, крапельна лійка, зворотній холодильник, термометр, фарфорова чашка, сірка, натрій гідроксид, дихлоретан, магній оксид.

Хід роботи.

Установка для отримання тіоколів складається з круглодонної колби (1), водяної бані (2), мішалки (3), крапельної лійки (4), зворотнього холодильника (5), термометра (6). Перший етап роботи полягає у приготуванні розчину чотирьохсірчастого натрію. Він утворюється при нагріванні сірки з концентрованим розчином їдкою натру за реакцією:

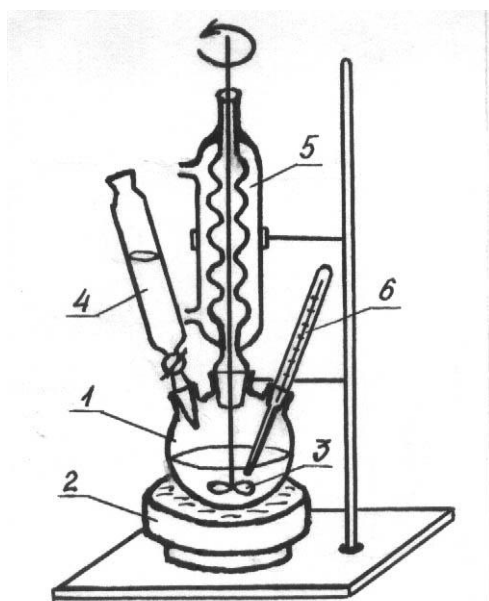


Рис. 6 Схема установки для отримання тіоколу.

Для цього у фарфоровій чашці швидко доводять до кипіння 48-52 мл води, потім обережно додають 15,5 г їдкою натру. До одержаного розчину порціями додають розраховану кількість сірки (110%), помішуючи суміш до розчинення сірки. Реакція протікає енергійно з майже кількісним виходом. Прозорий розчин бурого кольору, що утворився, після охолодження до 30-40°C фільтрують через гігроскопічну вату, поміщену у лійку із вкороченим носиком. Профільтрований розчин переливають у круглодонну колбу і нагрівають до 70°C (на водяній бані).

Після досягнення вказаної температури у колбу через один з отворів вводять у якості диспергатора MgO (2% від усієї реакційної маси) і при енергійному помішуванні додають 10 мл дихлоретану ($t_{\text{кип}} = 83^\circ\text{C}$). Для збільшення виходу тіоколу можна використовувати 10-25%-ий спиртовий розчин дихлоретану. Подача здійснюється із швидкістю 8-10 крапель за хвилину при температурі близько 70°C (якщо необхідно, у водяну баню додають холодної води).

Після закінчення процесу все, що міститься у колбі виливають у чисту фарфорову чашку, верхній шар зливають і тіокол, що залишився, промивають декілька разів теплою водою (40-50°C), 20 мл 2-3%-го розчину соляної кислоти (до нейтральної реакції за лакмусом) і потім знову 3-4 рази теплою водою. Отриманий тіокол висушують при 18-20°C, зважують і визначають вихід тіоколу.

Задачі для самостійного розв'язування

1. На прикладі полімерізації вінільного мономера $\text{CH}_2=\text{CHX}$ (де X – галоген), написати схему зародження, передачі, розвитку та обриву ланцюга. Чому в результаті такої реакції утворюється суміш полімерів з великим набором довжин основного ланцюга?
2. Латекс гевеї бразильської містить (мас. часткі): каучуку 34; білків та цукру 4,5; води та інших інгредієнтів 61,5. Перед коагуляцією його розчиняють водою (1:1). Розрахуйте масу сирого товарного каучука з вмістом 92% основної речовини, який може бути теоретично отриманий з 50 т розчину латекса. (9,24 т)
3. Яка маса 1,4-диметилбензолу потрібна для отримання 5 кг бензол-1,4-дикарбонової (терефталевої) кислоти, якщо вихід продукту становить 90% від теоретичного. Написати графічно-структурну формулу елементарної ланки полімеру, утвореного поліконденсацією її з етиленгліколем.
4. Розрахуйте витрату солі NaCl та 98%-ної сульфатної кислоти на 1 т каучуку, який виділяється при коагуляції латекса СКС-30, якщо вміст полімеру в ньому 60% (по масі). Коагуляцію проводять насиченим розчином NaCl та 5%-ним розчином H_2SO_4 , а лабораторний аналіз показав, що на 10 г латексу необхідно 2,69 г NaCl та 5,38 мл 5%-ного розчину H_2SO_4 . (449 кг NaCl та 28,77 кг H_2SO_4)
5. В якості регулятора молекулярної маси полікапроаміду використовують оцтову кислоту. Розрахуйте витрату технічної (99%-ної) кислоти на 1 кг полікапроаміду, якщо в реакцію вступає 65% її мас. часток, а на 1 моль полімеру витрачається 1 моль кислоти. Молекулярна маса полікапроаміду 22000. (4,24 т)

Лабораторна робота №8

Одержання нікелевих покриттів хімічним способом

Питання для самопідготовки по темі “Кольорова металургія. Виробництво рідкісних металів”:

1. Виробництво міді.
2. Виробництво свинцю.
3. Виробництво цинку.
4. Виробництво алюмінію.
5. Класифікація рідкісних металів та їх значення в промисловості.
6. Виробництво вольфраму, його мінерали, способи переробки вольфрамових концентратів, виділення вольфрамової кислоти та відновлення її до металу, способи переробки порошків на ковкий метал, порошкова металургія.
7. Виробництво молібдену, його мінерали, пірометалургійні та гідрометалургійні способи переробки молібденових концентратів, виділення молібденової кислоти та переробка її на метал і феромолібден.

Прилади і реактиви: мідні і сталеві пластинки з отворами і сталевими підвісками, склянка на 150 – 200 мл, термометр на 150°C, гіпофосфіт натрію, сода кальцинована, дихромат калію або натрію, сірчана, соляна і нітратна кислоти, силікат натрію, гідроксид натрію (калію), ефір, ацетат і цитрат натрію, натрій фосфат. Приготування розчинів описане в кінці роботи.

Хід роботи

Робота складається з підготовки зразків, приготування розчинів для нікелювання, отримання нікелевого покриття та вивчення деяких властивостей покриття. Сталеві або мідні зразки у вигляді пластинок площею 15-20 см² шліфують і полірують, як це описано в роботі 7. Проводять знежирення, опускаючи зразки на сталевих або скляних крючках на 5 хв у відповідні розчини. Попередньо треба виміряти довжину, ширину і товщину зразків. Після цього їх промивають у проточній воді і опускають на 1-2 хв у ванну декапірування. При цьому відбувається розчинення оксидних плівок і деяке виявлення мікрорельєфу поверхні. Потім зразки промивають проточною водою, опускають в ефір чи спирт, за допомогою пінцету знімають з крючків і для висушування поміщають на фільтрувальний папір на 10-15 хв. Сушку краще проводити в сушильній шафі при 30-35 °С. За допомогою пінцета зразки поміщають на аналітичні терези і зважують. Для нікелювання зразки за допомогою пінцета надягають на крючки і поміщають на 60 хв в розчин для нікелювання. Мідні зразки перед нікелюванням опускають в розчин хлориди паладію PdCl₂ для активації.

Після нанесення покриття зразки промивають водою, опускають в склянку з ефіром або спиртом і сушать в сушильній шафі на фільтрувальному папері протягом 5-10 хв при 50-60°C. Зразки повторно зважують, визначаючи по величині маси масу осажденного нікелю. Товщину покриття в мікронах визначають за формулою:

$$l = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 1000}{S \cdot \rho},$$

де m_1 і m_2 – маса зразка до і після нікелювання; S – поверхня зразка (в см²); ρ – густина металу покриття (ρ нікелю 8 г/см³). Для визначення адгезії (зчеплення) спрощеним методом поверхня прорізається бритвою (до основного металу) у вигляді сітки. Відстань між лініями повинна складати близько 1,0 мм. Нарізані квадратики не повинні відшаровуватися, якщо адгезія покриття до основного металу хороша.

Знежирення сталевих деталей

I. Розчини для знежирювання (в г/л) і їх робоча температура.

А. Сода кальцинована	20
Дихромат калію	1
Температура	80 °С
Б. Тринатрійфосфат	20
Сода кальцинована	15
Гідроксид натрію (калію)	10
Температура	80 °С

Знежирення мідних деталей

Тринатрійфосфат	30
Сода кальцинована	20
Силікат натрію	5

Декапірування сталевих і мідних деталей

II. Розчини для декапірування

А. Сірчана кислота	5-10%
Температура	20-25°С
Б. Соляна кислота	5-10%
Температура	20-25°С

Декапірування мідних деталей

Нітратна кислота (конц.)	100 мл
Сірчана кислота (конц.)	100 мл
Соляна кислота (конц.)	1 мл
Сажа газова	1 г
Вода	до 1 л

Сажу попередньо змішують з нітратною кислотою і додають в травильний розчин.

Лабораторна робота №9 Визначення кремнію в сталі

Питання для самопідготовки по темі “Чорна металургія”:

1. Основи металургійних процесів.
2. Руди та відновники металів, роль флюсів і шлаків у металургійних процесах.
3. Доменний процес, виробництво чавунів та феросплавів.
4. Виробництво сталей: мартенівський, бесемерівський, томасівський способи.
5. Виробництво сталей: киснево-конвертний та електрометалургійний процеси.
6. Класифікація сталей. Термічна обробка металів.

Для визначення кремнію в сталях і чавунах застосовують солянокислий, хлорнокислий, калориметричний, спектральний та інші методи. Нижче описується солянокислий метод – один з найбільш простих за виконанням і достатньо точний.

Кремній присутній в сталі головним чином у вигляді твердого розчину. При його вмісті вище 14% в сталі утворюються різноманітні силіциди: FeSi , Fe_3Si_2 і т.д. Наважку сталі спочатку розчиняють в соляній кислоті. При розчиненні сталі кремній переходить в кремнієву кислоту. Проміжні продукти, які утворюються – силан SiH_4 , тетрахлорид кремнію SiCl_4 – є нестійкими речовинами і також дають кремнієву кислоту. Втрати кремнію при розчиненні сталі в кислоті не відбувається. Кремнієва кислота отримується в колоїдному стані і при фільтруванні може проходити через фільтр. Тому розчин випарюють досуха. При цьому кремнієва кислота збезводнюється і переходить в силікагель. Одержані оксиди заліза і оксихлориди розчиняють в соляній кислоті, а силікагель відфільтровують і прожарюють. За масою одержаного оксиду кремнію (IV) розраховують вміст кремнію в сталі.

Прилади і реактиви: фарфорова чашка діаметром 10-12 см, соляна кислота ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$), нітратна кислота ($\rho = 1,4 \text{ г/см}^3$), беззольні фільтри з червоною стрічкою, воронка для фільтрування, промивалка, тигель, скляна паличка з гумовим наконечником, 5%-ний розчин роданіду калію або роданіду амонію, годинникове скло.

Хід роботи

2 г сталі або 0,2 г чавунної стружки поміщають в фарфорову чашку і розчиняють при нагріванні в 30-40 мл соляної кислоти. Чашку закривають годинниковим склом. Після розчинення сталі на дні чашки залишається залишок карбідів і графіту (якщо був взятий чавун). Для їх окиснення до гарячого розчину додають 2-3 мл нітратної кислоти, розчин випарюють досуха і злегка підсушують (біля $130 \text{ }^\circ\text{C}$) на азбестованій сітці до розкладу хлоридів і появи світло-бурого забарвлення, яке залежить від наявності гідратованих оксидів заліза. Після охолодження годинникове скло обмивають з промивалки водою і до осаду приливають 10-15 мл соляної кислоти і 100 мл гарячої води. Розчин нагрівають до повного розчинення оксидів і солей. Теплий розчин фільтрують через беззольний фільтр, зливаючи його на фільтр по паличці.

Чашку з промивалки обмивають окремими порціями гарячої води, підкисленою соляною кислотою (1:20), протирають оплавленою скляною паличкою з гумовим наконечником, зливаючи воду на фільтр. Осад на фільтрі (зазвичай невидимий) треба добре промити гарячою водою, підкисленою соляною кислотою. Промивати осад треба до тих пір, поки промивні води з розчином роданіду калію або амонію не перестануть давати рожевого забарвлення. Фільтр з осадом поміщають в фарфоровий тигель і після підсушування прокалюють в муфельній печі при температурі $900\text{-}1000^\circ\text{C}$ до повного згоряння фільтра. Тигель охолоджують в ексикаторі, після чого знову тигель зважують з осадом на аналітичних терезах. Потім зважують пустий тигель. При правильно

проведеному аналізі осад оксиду кремнію (IV) повинен бути білого кольору. Поява червонуватого забарвлення вказує на наявність в ньому оксидів заліза. Процентний вміст кремнію в сталі розраховується за формулою:

$$\%Si = \frac{m_1 \cdot 0,4672 \cdot 100}{m_2},$$

де m_1 - маса оксиду кремнію в грамах; m_2 - наважка сталі (або чавуну); 0,4672 – фактор перерахунку оксиду кремнію (IV) на кремній.

Цифрові дані оформити у вигляді таблиці.

Наважка сталі (в г)	Маса оксиду кремнію (IV) (в г)	Вміст кремнію в сталі (в %)
------------------------	-----------------------------------	--------------------------------