

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №4

Тема: Визначення якості ацетону технічного.

Мета роботи: Визначити масову долю ацетону в технічному ацетоні.

Після виконання лабораторної роботи студент повинен:

Знати: теоретичні основи методу визначення кетону, як фіксується точка еквівалентності, розрахунки аналізу.

Вміти: виконувати всі операції проведення аналізу, правильно користуватися хімічним посудом, необхідним обладнанням.

Навчитись: визначати якість ацетону по вмісту кетону у відповідності до державного стандарту.

Таблиця 1.- Вимоги до формаліну

| Назва показника | Норма | | |
|---|---------------------------|-------------|-------------|
| | Вищий сорт | 1-й сорт | 2-й сорт |
| 1. Зовнішній вигляд | Безколірна прозора рідина | | |
| 2. Масова доля ацетону, %, не менше | 99,75 | 99,5 | 99,0 |
| 3. Густина, г/см ³ | 0,789-0,791 | 0,789-0,791 | 0,789-0,792 |
| 4. Масова доля води, %, не більше | 0,2 | 0,5 | 0,8 |
| 5. Масова доля метилового спирту, %, не більше | 0,05 | 0,05 | Не нормують |
| 6. Масова доля кислот в перерахунку на оцтову кислоту, %, не більше | 0,001 | 0,002 | 0,003 |
| 7. Стійкість до окиснення калієм марганцевокислим, годин, не менше | 4 | 2 | 0,75 |

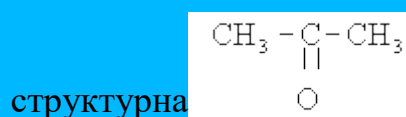
Реактиви та обладнання.

Солянокислий гідроксиламін 20% розчин. Ацетон. Бромфеноловий синій. NaOH 0,5 н, 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) розчин. Вода дистильована. Калій марганцевокислий, розчин з масовою часткою 5%, 0,01 моль/дм³ (0,01 н.). Кислота сірчана згідно, розчин в співвідношенні 3: 1. Кислота ортофосфорна, розчин в співвідношенні 1: 9. Натрію піросульфід технічний, розчин з масовою часткою 10 %, свіжоприготований. Хромотропової кислоти динатрієва сіль, розчин з масовою часткою 1 %, свіжоприготовлений і профільтрована. Розчин, що містить СН₃ОН. Відповідним розведенням водою готують розчин масової концентрації 0,02 мг/см³ (розчин готують безпосередньо перед застосуванням). Пробірки. Фотоелектроколориметр будь-якого типу. Спирт етиловий ректифікований технічний, вищого гатунку. Фенолфталеїн (індикатор), спиртовий розчин з масовою часткою 1%. Кислота сірчана, розчин молярної концентрації 0,01 моль/дм³ (0,01 н.); або кислота соляна, розчин молярної концентрації 0,01 моль/дм³ (0,01 н.). Металевий червоний (індикатор), спиртовий розчин з масовою часткою 0,1%.

Теоретична частина

Ацетон являє собою прозору, безбарвну, легкозаймисту рідину з характерним запахом, змішується в будь-яких співвідношеннях з водою, спиртом і ефіром; розчиняється в хлороформі.

Формули: емпірична C₃H₆O



Відносна молекулярна маса - 58,08.

Температура кипіння 55,5 - 56,5 °С, щільність 0,790 - 0,791 г/см³.

Ацетон має наркотичну дію, вражає центральну нервову систему.

Гранично допустима концентрація (ГДК) парів ацетону в повітрі робочої зони - 200 мг/м³.

Ацетон - легкозаймиста рідина.

Температура спалаху мінус 18 °С. Температура самозаймання 535 °С. Концентраційні межі поширення полум'я (запалення) (за обсягом): нижній - 2,7 %, верхній – 13 %. Температурні межі поширення полум'я (запалення): нижній - мінус 20 °С, верхній - плюс 6 °С.

Ацетон утворює з повітрям вибухонебезпечні суміші категорії.

При роботі з ацетоном необхідно застосовувати засоби індивідуального захисту. Не допускати потрапляння препарату всередину організму і на шкірні покриви.

Приміщення, в яких проводять роботу з ацетоном, повинні бути обладнані неперервнодіючою приточно-витяжною вентиляцією. Аналіз препарату слід проводити у витяжній шафі лабораторії.

Роботи з ацетоном слід проводити далеко від вогню. Засоби пожежогасіння: розпорошена вода, піна, порошок ПСБ (великі протоки), вуглекислота, вода (малі осередки).

Вимоги безпеки:

Категорично забороняється залишати без нагляду електронагрівальні прилади. Дотримуватися правил безпечної роботи зі склом. Вміти надати першу допомогу при термічних опіках. Працювати в спец одязі. Халат має бути застібнутим, волосся зібране під косинку. Категорично забороняється приймати і зберігати їжу в лабораторії.

Визначення вмісту ацетону.

Порядок проведення роботи.

Підготувати титрувальну установку.

Проведення аналізу:

В конічну колбу ємністю 200 мл з притертим корком приливають піпеткою 15 мл води і 15 мл 20 % розчину солянокислого гідроксиламіну і зважують. Потім вносять біля 0,5 мл ацетону і знову зважують. По різниці

вираховують наважку ацетону, взяту для аналізу. До суміші приливають 0,5 мл розчину індикатора бромфенолового синього і титрують кислоту, яка виділилася 0,5 н розчином їдкого натру до чіткого синього забарвлення. Одночасно проводять холосте титрування з тією ж кількістю води і гідроксиламіну, відтитровуючи вільну кислоту, яка утворюється внаслідок поступового гідролізу солянокислої солі гідроксиламіну.

Обробка результатів.

Вміст ацетону, у відсотках, розраховують за формулою:

$$\% = \frac{(V_2 - V_1) \cdot K \cdot T(\text{CH}_2)_2\text{CO}/\text{NaOH} \cdot 100}{a}, \text{ де}$$

V_2 – об'єм 0,5 н розчину їдкого натру, витрачений на титрування в основному титруванні, мл.

V_1 – об'єм 0,5 н розчину їдкого натру, витрачений на холосте титрування, мл.

a - наважка ацетону, г.

$T(\text{CH}_2)_2\text{CO}/\text{NaOH}$ – титр 0,5 н їдкого натру по речовині, що визначається

K – коефіцієнт поправки до 0,5 н розчину їдкого натру.

Визначення масової частки спиртів (CH_3OH)

Побудова градуйованого графіка

Готують розчини порівняння. Для цього в пробірки поміщають розчини, які містять 0,005; 0,01; 0,02 і 0,03 мг CH_3O і доводять обсяги розчинів водою до 2 см³.

Одночасно готують в подвійній кількості (для заповнення двох кювет) контрольний розчин, який не містить CH_3OH .

У кожен розчин додають 0,4 см³ розчину ортофосфорної кислоти, 0,5 см³ розчину марганцевокислого калію, перемішують і залишають при кімнатній температурі на 10 хв. Потім додають по краплях при струшуванні розчин піросульфату натрію до знебарвлення розчинів.

Потім додають 10 см³ розчину сірчаної кислоти і, закривши корком, обережно перемішують; після цього додають 0,4 см³ розчину динатрієвої солі хромотропової кислоти і знову перемішують.

Пробірки з розчинами витримують в склянці з киплячою водою протягом 15 хв. Після охолодження обсяги розчинів доводять водою до 15 см³, перемішують і знову охолоджують. У контрольний розчин додають в тому ж порядку всі реактиви в подвійній кількості (для заповнення двох кювет).

Оптичну густину розчинів порівняння вимірюють по відношенню до контрольного розчину в кюветах з товщиною поглинаючого світлошару 30 мм, користуючись жовтим світлофільтром (довжина хвилі 582 нм).

За отриманими даними будують градуований графік, відкладаючи по осі абсцис введену в розчини порівняння масу СН₃ОН в міліграмах, а по осі ординат - відповідну їй оптичну густину.

Проведення аналізу

2,5 см³ препарату поміщають в мірну колбу, доводять об'єм водою до мітки і перемішують. 2 см³ отриманого розчину поміщають в пробірку, додають 0,4 см³ розчину ортофосфорної кислоти, 0,5 см³ розчину марганцевокислого калію, перемішують і залишають у спокої. Через 10 хв додають по краплях при струшуванні розчин піросульфату натрію до знебарвлення розчину. Потім додають 10 см³ розчину сірчаної кислоти, закривши пробкою, обережно перемішують, додають 0,4 см³ розчину динатрієвої солі хромотропової кислоти і знову перемішують.

Пробірку з розчином витримують в склянці з киплячою водою протягом 15 хв. Після охолодження об'єм розчину доводять водою до 15 см³, перемішують і знову охолоджують.

Одночасно готують контрольний розчин так само, як при побудові градуовального графіка.

Оптичну густину аналізованого розчину вимірюють по відношенню до контрольного розчину так само, як при побудові градуювального графіка. За отриманого значення оптичної густини, користуючись градуювальними графіком, знаходять масу спиртів (CH_3OH) в аналізованому розчині в міліграмах.

Обробка результатів

Масову частку спиртів (CH_3OH) (X_1) у відсотках обчислюють за формулою

$$X_1 = \frac{m \cdot 200 \cdot 100}{2 \cdot V \cdot 0,79 \cdot 1000},$$

де m - маса спиртів (CH_3OH), знайдена по градуйованому графіке, мг;

V - об'єм ацетону, взятий для аналізу, cm^3 ;

0,79 - густина ацетону, g/cm^3 .

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, відносне розходження між якими не перевищує розбіжність, що допускається, рівне 20 %.

Відносна сумарна похибка результату аналізу ± 15 % при довірчій ймовірності $P = 0,95$.

Допускається закінчувати визначення візуально, порівнюючи на білому тлі забарвлення аналізованого розчину з забарвленням розчину порівняння, приготованого одночасно з аналізованими, що містить в такому ж обсязі:

Визначення масової частки нелетучого залишку

Визначення проводять з обсягу аналізованого препарату 250 cm^3 (200 г). Випаровування проводять на водяній бані.

Відносна сумарна похибка результату аналізу ± 30 % при довірчій ймовірності $P = 0,95$.

У разі великого обсягу реактиву, взятого для випробування, випарювання або нагрівання проводять по частинах.

Нелеткий залишок висушують в сушильній шафі при температурі 105-110 ° С до постійної маси (не менше 1-2 год).

Нелеткий залишок охолоджують і витримують в ексікаторі протягом 30-40 хв над плавленим хлористим кальцієм, силікагелем або іншим осушувачем.

Для контролю сталості маси нелетучого залишку роблять повторне висушування протягом 1 год

Визначення масової частки кислот (СН₃СООН)

25 см³ води поміщають в конічну колбу з пришліфованою пробкою, додають 0,1 см³ розчину фенолфталеїну і потім обережно по краплях з бюретки розчин гідроксиду натрію до тих пір, поки рожеве забарвлення буде зберігатися протягом 1 хв. Потім до розчину додають 25 см³ (20 г) препарату, перемішують обертовим рухом, не збовтуючи, і титрують з бюретки розчином гідроксиду натрію до появи рожевого забарвлення, що зберігається протягом 30 с.

Обробка результатів

Масову частку кислот (СН₃СООН) (X₂) у відсотках обчислюють за формулою

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0,0006 \cdot 100}{V \cdot 0,79},$$

де V₁ - об'єм розчину гідроксиду натрію молярної концентрації точно 0,01 моль/дм³, витрачений на титрування аналізованого препарату, см³;

0,0006 - маса оцтової кислоти, що відповідає 1 см³ розчину гідроксиду натрію молярної концентрації точно 0,01 моль/дм³, г;

V - об'єм ацетону, взятий для аналізу, см³;

0,79 - щільність ацетону, г/см³.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, відносне розходження між якими не перевищує розбіжність, що допускається, рівне 20 %.

Відносна сумарна похибка результату аналізу $\pm 10\%$ при довірчій ймовірності $R = 0,95$.

Визначення масової частки лугів (NH₃)

50 см³ препарату поміщають в конічну колбу (з пришліфованою пробкою), що містить 25 см³ води, додають 0,1 см³ розчину метилового червоного, закривають колбу пробкою, перемішують обертовим рухом і титрують з бюретки розчином сірчаної або соляної кислоти, доливаючи його по краплях і безперервно перемішуючи вміст колби (обертальним рухом, не збовтуючи) до переходу жовтого забарвлення розчину в рожеве.

Обробка результатів

Масову частку лугів (NH₃) (X₃) в процентах обчислюють за

формулою

$$X_3 = \frac{V_1 \cdot 0,00017 \cdot 100}{V \cdot 0,79},$$

де V₁ - об'єм розчину сірчаної або соляної кислоти концентрації точно 0,01 моль/дм³, витрачений на титрування, см³;

V - об'єм ацетону, взятий для аналізу, см;

0,79 - щільність ацетону, г/см³;

0,00017 - маса аміаку, що відповідає 1 см розчину сірчаної або соляної кислоти молярної концентрації точно 0,01 моль/дм³, м

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, відносне розходження між якими не перевищує розбіжність, що допускається, рівне 20 %.

Відносна сумарна похибка результату аналізу $\pm 10\%$ при довірчій ймовірності $R = 0,95$.

Визначення масової частки альдегідів

Проводять візуально-колориметричним методом. При цьому фуксінсерністий реактив готують з наступними змінами: для знебарвлення розчину фуксину додають 40 см³ (замість 25 см³) розчину метабісульфіту натрію з масовою часткою 20 %; на титрування 3 см³ приготованого

фуксінсерністого реактиву має витратитися від 4 до 6 см³ (замість 3 - 4 см³) розчину йоду молярної концентрації 0,1 моль/дм³.

Для аналізу беруть піпеткою 2,5 см³ (2 г) препарату. Розчини витримують перед додаванням фуксінсерністого реактиву 15 хв на водяній бані при 20 °С, а після додавання - при тій же температурі 30 хв.

Препарат вважають відповідним вимогам цього стандарту, якщо спостерігається рожеве забарвлення аналізованого розчину і не буде інтенсивніше забарвлення розчину, приготованого одночасно з аналізованих в тих же умовах і містить в такому ж обсязі:

Наважку аналізованого препарату, розчинену у воді, або водну витяжку аналізованого препарату поміщають в циліндр або конічну колбу з міткою на 23 см³, доводять об'єм розчину водою до мітки, додають 2 см³ фуксінсерністого реактиву і перемішують.

Через 30 хв для формальдегіду або через 20 хв для ацетальдегіду рожеве забарвлення аналізованого розчину порівнюють в світлі на тлі молочного скла з забарвленням розчину порівняння, приготованого одночасно з аналізованих і містить в такому ж обсязі масу альдегіду або ацетальдегіду в міліграмах, зазначену в нормативно-технічній документації на аналізований реактив, і 2 см³ фуксінсірчаного реактиву.