

## АЛҒЫ СӨЗ

Химиялық-технологиялық мамандықтар бойынша мамандар дайындайтын жоғары оқу орындарында жалпы химиялық технологияны оқыту екі бөліктен: лекция және лабораториялық сабақтан тұрады. Бұл екі оқыту түрін жүзеге асырғанда студент кез-келген химиялық-технологиялық мамандықтардың пәндерін оқып меңгеруге қажетті химиялық-технологиялық фундаментті жеткілікті қалыптастырады.

Курстың басты міндеті – көптеген химиялық өндірістер және отынды өңдеу процестері үшін химиялық технологияның негізгі заңдылықтарын оқыту болып табылады. Жеке өндірістерді оқытқанда химиялық технологияның негізгі заңдылықтарын нақтылайтын процестерге ерекше көңіл бөлінеді.

Бұл оқу құралында гетерогенді, жоғарытемпературалық, катализдік процестерді оқытуға бағытталған лабораториялық жұмыстар топтастырылған. Яғни, жалпы элективті курс лабораториясында студенттер лабораториялық жағдайда лекцияда алған білімдерін практика жүзінде толықтырып бекітеді, алғаш рет химиялық-технологиялық процестерді инженерлік басқарудың дағдысын қалыптастырады, процестердің технологиялық есептеулерін орындап, технологиялық зерттеулерді жүргізеді. Әрбір лабораториялық жұмыс - зерттеу жұмыстарының барлық сатыларын қамтиды. Студент оқытушыға коллоквиум тапсырғаннан кейін эксперименттік жұмысты орындауға тапсырма алады. Одан әрі студент қондырғымен танысады, дұрыс жиналуын тексереді, жетіспеген түйіндерін сызба-нұсқаға сәйкес толықтырады, кейбір бақылау-өлшеу приборларына калибровка жасайды. Келесі сатыда технологиялық процеске әсер ететін технологиялық режимнің параметрлеріне байланысты эксперименталды зерттеулер жүргізеді. Зерттеу нәтижелері бойынша студент қажетті есептеулерді орындап, жұмыстың мақсаты, міндеті, технологиялық қондырғының сызба-нұсқасы, тәжірибе нәтижесінің есептеулерімен графиктері, жұмыс қорытындысы жазылған есеп тапсырады.

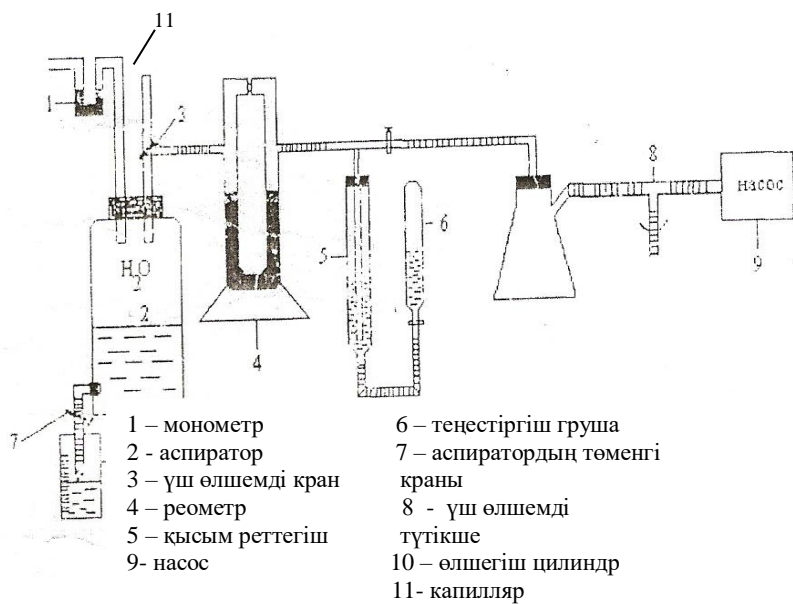
### 1. ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ТӘЖІРИБЕНІ ЖҮРГІЗУГЕ ДАЙЫНДЫҚ

Кез-келген тәжірибені бастамас бұрын қолданылатын ыдыстармен құралдардың тазалығына жеткілікті мән беру керек. Өйткені қолданылатын ыдыстар өте таза болмаса тәжірибенің мәліметтеріне теріс әсер етеді. Сонымен бірге тәжірибе барысында қолданылатын ерітінділерде стандартқа сәйкес дайындалуы керек. Ол үшін алдын-ала берілген концентрацияға сәйкес есептеулер жүргізіледі де, арнайы тазаланған өлшеуіш химиялық ыдыстарда дайындалып, мүмкін болған жағдайда титрі анықталып, арнаулы ыдыстарға құйылып, ыдыстың сыртына анық, әрі түсінікті түрде дайындалған ерітіндінің концентрациясы жазылуы қажет. Ерітінді және оны дайындау жөніндегі толық мағұлмат қосымшада берілген. Тәжірибе жүргізілетін орын үнемі тазалықта болғаны жөн. Химиялық технология практикумында жүргізілетін тәжірибелер тікелей қауіпті әртүрлі газдар, реактивтер қатысында жұмыс жасайтындықтан және жоғарытемпературалық процестер болғандықтан қауіпсіздік техника ережесін қатаң сақтау керек.

#### Реометрді градуирлеу

Тәжірибе алдында реометрді тазалап жуып, ағаштан жасалған материалға дұрыс орналастыру керек. Содан кейін реометрдің ортасы сызғыш көмегімен анықталып, одан бір сантиметр төмен алынған жері нольдік болып белгіленеді де, оның ішіне калий дихроматының ерітіндісімен боялған дистилденген су құяды. Тәжірибеге дайындалған реометрді арнаулы қондырғыда әрбір жүргізілетін эксперименттік тәжірибелерге сәйкес келетін диаметрлері әртүрлі капиллярлар қатысында градуирлейді (1-сурет).

**Реометр** – лабораториялық қондырғыда газ ағысының жылдамдығын өлшеуге арналған. Ол үшін газды капиллярлы түтікше арқылы өткізгенде, капиллярдың жоғары кедергісі салдарынан газ қысымының төмендеуі жүреді. Капиллярлы түтікшеге дейінгі және одан кейінгі газ қысымының айырымы боялған сумен толтырылған екі аяқшаның деңгейінің айырымы ( $h$ ) бойынша  $U$  – тәрізді түтікше (4) манометрмен өлшенеді. Деңгейдің айырымы неғұрлым үлкен болса, газдың жылдамдығыда жоғары болады.



**1-сурет. Реометрді градуирлеу қондырғысы**

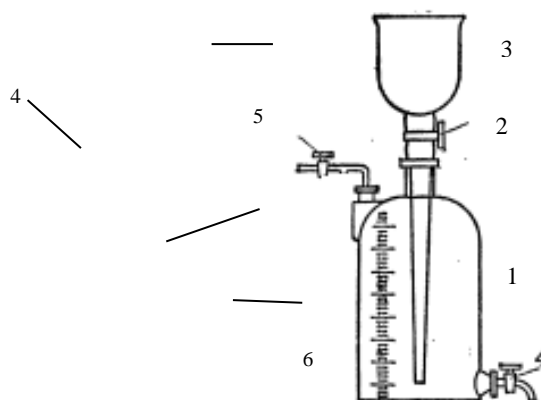
Диаметрі әртүрлі капиллярмен (11) резина түтікше арқылы жалғанған манометр (4) газ ағысының 0,1-ден 250 см<sup>3</sup>/мин жылдамдығын өлшейді.

Қондырғының толық саңылаусыздығына жетіскеннен кейін, градуирлеу үш өлшемді кран (3) арқылы жүргізіледі. Ол үшін аспираторды (7) төменгі краны арқылы сумен үш өлшемді кранды (3) атмосферамен жалғаумен толтырады. Аспиратор дайын болған соң реометрді қондырғыға жалғайды. Қысым реттегіште (5) белгіленген нүктелерді реометрге ауыстыру үшін насоспен (9) ауа үрлейді. Ауа көпіршіктері бірқалыпты жылдамдықта жіберілуі үш өлшемді түтікшедегі (8) қысқышпен реттеледі. Үрленген ауа ағысында қысым пайда болуына байланысты реометрдің манометрлік аяқшасында сұйықтың деңгейінің айырымы анықталып орнықтырылады. Бұл операцияларды жүргізгенде аспиратордағы үш өлшемді кран атмосферамен байланыста болады. Градуирлеуді бастағанда аспиратордағы үш өлшемді кранды 180<sup>0</sup>С –қа айналдырып аспиратормен жүйені байланыстырады. Сол кезде реометрдегі деңгейлер айырымы өздігінен нольдік деңгейге келгенше тосады. Содан кейін қайтадан аспиратордың төменгі кранынан суды ағызу арқылы берілген нүктеге реометрдің деңгейін келтіріп, тұрақтандырғаннан кейін өлшегіш цилиндрге бір минутта суды жинайды. Жылдамдықты үш рет өлшейді де, орташа шамасын алады. Су жинау барысында аспиратордағы сынап құйылған манометрдегі (1) көрсеткіш бірқалыпты деңгейде болу керек. Аспиратордан алынған судың көлемі бойынша қондырғы арқылы өткен ауа ағысының жылдамдығын есептейді. Реометрдағы деңгейдің айырымын аспиратор көмегімен өзгертіп, ауа ағысының жылдамдығына сәйкес келетін бірнеше нүктелерді алады. Жылдамдықтың аралық мәндерін анықтау үшін абцисса осіне реометрдің манометрлік түтікшесіндегі деңгейдің айырымының мәнін сызғышпен өлшеп, ал ордината осіне ауаның көлемдік жылдамдығының мәндерінің арасында график салады. График түзу сызықты тәуелділікте болады. Осы график арқылы ауа жылдамдығының барлық аралық мәндерін анықтайды. Графиктен алынған мәндермен реометрдегі сандық шамалар нақтыланады.

### Газометрді градуирлеу

**Газометр** - процесс барысында бөлінген газды жинауға және анализдеуге арналған. Сонымен қатар технологиялық қондырғының саңылаусыздығын (герметикалығын) газометр арқылы тексереді. Оның көлемдік сыйымдылығы әртүрлі болады, берілген лабораториялық жұмыстарда көлемі 5, 10,20 литрлі газометрлер қолданылады. Газометр (2-сурет) келесі бөліктерден: газ жинайтын негізгі құты (1), құтыға киілген тубустан (2), шөлмектен (3), жоғарғы (4), ортаңғы (5), төменгі (6) крандардан тұрады. Газометрді жұмысқа дайындау алдында барлық бөліктерінің дұрыстығы мұқият тексерілуі керек.

Әртүрлі газдармен жұмыс жасағандықтан оның құрамын анықтау жылдам әрі сапалы жүру үшін газ жиналатын газометр өте таза болғаны дұрыс. Сондықтан газометрдің әрбір бөліктерін сақтықпен өте жоғары деңгейде тазалап жуады. Таза жуылған газометр бөліктерін кептіреді. Содан кейін әрбір бөліктерін арнаулы майлағышпен (смазка) майлап жұмысқа

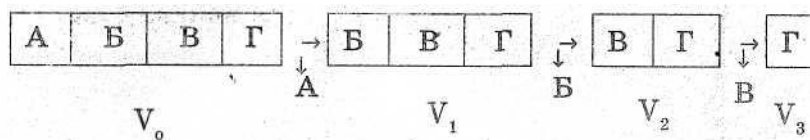


**2-сурет. Газометр**

жоғары ұқыптылықпен жинастырады. Газометрдің жұмысы негізгінен аталған крандар арқылы жүзеге асырылады. Төменгі кранды жауып, жоғарғы және ортаңғы крандарды ашып негізгі бөлігін дистилденген немесе крандағы сумен толтырады. Сумен толтыру барысында ауа толығымен ығыстырылып шығарылуы керек. Оны жүзеге асыру үшін ортаңғы кран арқылы тубустағы ауа көпіршіктерін қосымша резина түтікшемен шығарады. Жоғары кранды жауып, ортаңғы кранды ашып, тубусты негізгі бөліктен баяу көтеру арқылы барлық ауа көпіршіктерін шығаруға болады. Содан кейін барлық кранды жауып, тек ғана төменгі кранды ашу арқылы газометрдің саңылаусыздығын тексереді. Егерде төменгі кранды толық ашқанда негізгі бөліктен су ақпайтын болса, газометр саңылаусыз, жұмысқа дайындауға болады. Ал егерде су ағып тоқтамаса кранды жауып, газометр бөліктерін тағы қайта бір нығыздап бекітіп, саңылаусыздыққа қайта тексеру қажет. Толық тексерілгеннен кейін газометрдің сыртын жақсылап құрғатып, градуирлеу жүргізу үшін миллиметрлік қағазды өлшеп қиып, ұқыптылықпен жапсырады. Содан кейін төменгі кранды ашып, арнаулы қысқыш көмегімен өлшегіш цилиндрге ішіндегі суды 200 мл ағызу арқылы градуирлейді. Градуирлеуді қарындашпен жүргізеді, оқытушы немесе лаборант тексергеннен кейін ғана нақтылап жазу қажет. Жұмысқа градуирленген газометр жиналатын газдардың табиғатына байланысты қаныққан тұз ерітіндісімен немесе дистилденген сумен қайта толтырылып, процеске қосылады.

### **Газ қоспаларын анализдеу**

**Әдістің негізі.** Газ қоспаларын анализдеу әдісін шартты түрде химиялық және физикалық деп бөледі. Химиялық әдіс – газ қоспасының құрамды компоненттерін бірітіндеп әр түрлі абсорбент ерітінділерімен талғамды сіңіруге (хемосорбцияға) негізделген. Бұл кезде газ қоспасының компоненттерінің абсорбент ерітіндісімен химиялық әрекеттесуімен және реакция өнімдерінің еруімен газ көлемінің азаюы жүреді. Егерде газ қоспасынан бірнеше компоненттер анықталатын болса, онда оларды қоспадан бірітіндеп шығарады да, әрбір анықтаудан кейін көлемді өлшейді. Компоненттің мөлшерін сіңіруге дейінгі және сіңіруден кейінгі газ көлемдерінің айырымы бойынша анықтайды. Газ көлемінің азаюы анализденетін газдың көлемдік мөлшеріне сәйкес келеді:



Егерде А,Б,В,Г – анализденетін газдың компоненттері болса, онда анализдеуге алынған газдың көлемінде ( $V_0$ ) олардың көлемі мынаған тең:

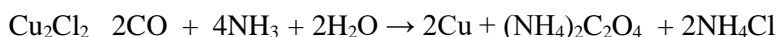
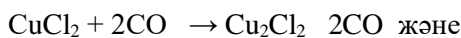
$$V_A = V_0 - V_1, V_B = V_1 - V_2, V_B = V_2 - V_3, V_G = V_3.$$

Газ анализ – жалпы және арнайы болып бөлінеді. Газдың жалпы анализі – құрамына өнеркәсіптік газдар кіретін кең таралған газдар қоспасы. Арнайы газ анализі – жалпы анализге жатпайтын әр түрлі анализ әдістері немесе жекелей газдарды және күрделі көмірсутекті газдардың қоспасы. Жалпы газдар анализінде қышқыл газдардың, қанықпаған, қаныққан көмірсутектердің, сутектің, оттектің, азоттың, көміртек (II) оксидінің суммасын анықтайды.

Анализ кезінде бұл қосылыстарды анықтау келесі химиялық реакцияларға негізделген: Көміртек (IV) оксидін калий гидроксиді ерітіндісімен әрекеттестіру:

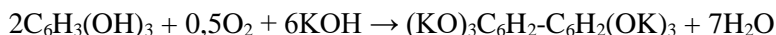


Көміртек (II) оксидін мыс (I) хлоридінің аммиакты ерітіндісімен әрекеттестіргенде комплексті қосылыстың түзілуі:

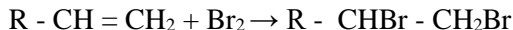


Бұл абсорбент ерітіндісінде газдағы оттек, көміртек (IV) оксиді және этилен бірге сіңіріледі, сондықтан анализ операцияларын жүргізу тәртібін сақтау керек.

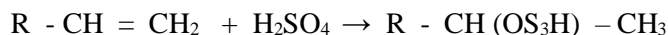
Оттек пирогаллолдың (1,2,3-триоксибензол) сілтілік ерітіндісімен әрекеттесіп, калий гексаоксидифенолятының түзілуі:



Қанықпаған көмірсутектер калий бромидінің судағы ерітіндісіндегі броммен әрекеттеседі:



немесе белігілі концентрациялы күкірт қышқылымен



азот, алкандармен сутектің жалпы мөлшерін бастапқы және сіңірілген газдардың көлемдерінің айырымы бойынша анықтайды.

Анализденетін газдың компоненттерін анықтау тәртібі және оны сіңірілетін ерітінділермен өңдеу кезегі газдың сапалық құрамына байланысты. Бұл анықтау кезегі - әрбір компонент басқа компоненттің анықталуына кедергі жасамайтындай түрде таңдалады.

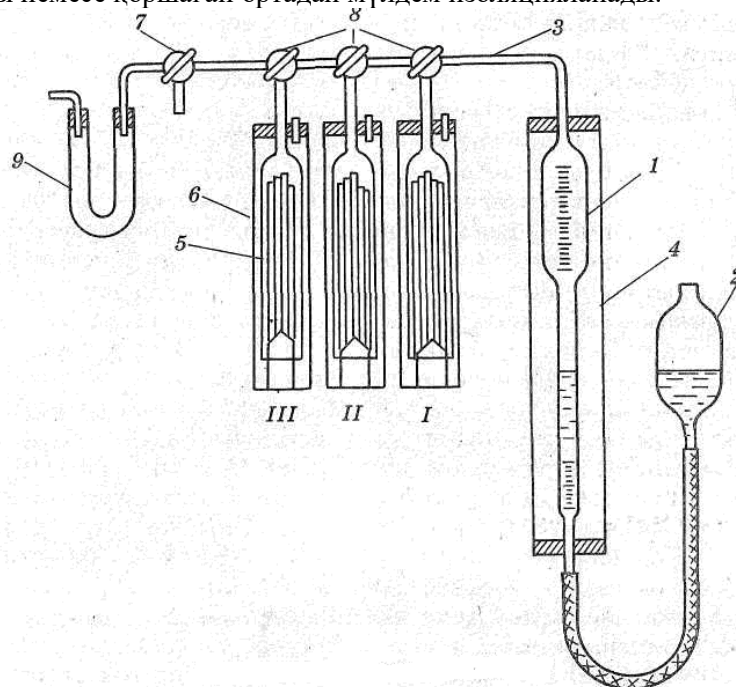
**Газдарды сақтау.** Газ сынамасын алу және оны лаборатория жағдайында сақтау үшін газ пипеткасын немесе газометр қолданылады. Газдардың еруін төмендету үшін толтырылатын сұйықтық ретінде натрий немесе кальций хлоридінің қаныққан ерітінділері, 10 %-тік күкірт қышқылының ерітіндісі, глицерин, 1%-тік тұз қышқылының ерітіндісін қолдануға болады. Газометрді газбен толтырудың алдында оны тазалап жуып, бөліктерімен крандарын арнайы майлағышпен майлайды да, содан кейін саңылаусыздығын тексеріп, градуирлеу керек. Ол үшін газометрдің шөлмегіне дистилденген су құйып, шөлмектегі және бутылдағы жоғары крандарды ашады. Суды газометр ішіндегі

ауаны толық ығыстырып шығарғанша құяды. Содан кейін ашық тұрған крандарды жауып, бутылдың төменгі кранын ашқанда су ақпаса, онда газометр саңылаусыз градуирлеуге дайын. Ал егерде су ағып кетсе, онда газометр бөлімдері байланысқан жерлерді және крандарды мықтап бекітіп, қайтадан тексеру керек. Газометрді градуирлеу үшін шөлмектегі кранды жауып, бутылдың төменгі кранын ашып суды берілген жұмыстың табиғатына сәйкес көлемі әртүрлі өлшегіш цилиндрге жинап, сол арқылы градуирлеуді жүргізеді. Градуирленген газометрді толтырғыш сұйықтықпен ауа толық ығыстырылып шыққанға дейін толтырады. Газ жинау үшін газометрдің жоғары краны арқылы оны газ көзіне жалғайды. Жоғары және төменгі крандарды ашу арқылы газды газометрге жинайды.

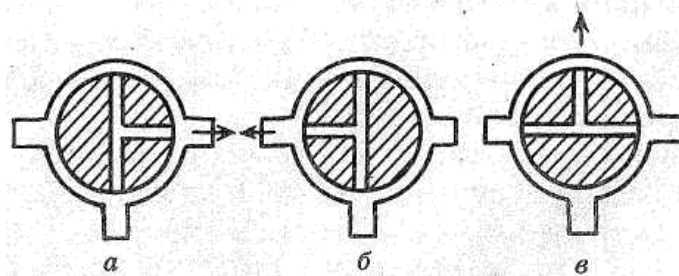
**Керекті реактивтер.** Күкірт қышқылы (10 %), мыс (I) хлориді, калий гидроксиді (33 %), аммиак (25 %), калий бромиді (20 %), аммоний хлориді (25 %), сұйық бром (1 мл).

**Газ қоспасын химиялық газоанализаторда анализдеу.** ГХП-3М типті газоанализатор (3-сурет) градуирленген бюреткадан (1), теңестіргіш склянкадан (2), капиллярлы гребенкалардан (3) және сіңіргіш ыдыстардан (I), (II), (III) тұрады. Көлемі 100 мл бюретка (1) термостатирлену үшін сыртқы қабатпен қоршалған (4) және резина түтікше арқылы теңестіргіш склянкамен (2) жалғанған. Бюретканың жоғары бөлігінде шкала – 1 мл, ал төменгі бөлігінде – 0,2 мл. Есептеуге қолайлы болу үшін бюреткаға екі шкала көрсетілген: оң жағы - анализденетін газдың көлемін (ол жоғарыдан төмен қарай 0 мл –ден 100 мл-ге дейін градуирленген), сол жағы – сіңірілген газдың көлемін есептеуге (ол жоғарыдан төмен қарай 100 мл-ден 0 мл-ге дейін градуирленген) арналған. Егерде анализденетін газдың көлемі 100 мл тең болса, онда сол жақтағы шкала бойынша сіңірілген компоненттің көлемдік мөлшері есептеледі. Бюретка және теңестіргіш склянка мыс сульфатының ерітіндісімен боялған 10 %-тік күкірт қышқылы ерітіндісімен толтырылған.

Әрбір сіңіргіш ыдыстар (I), (II), (III) бір-біріне кигізілген екі баллоннан (5), (6) тұрады. Баллон (5) сіңіру кезінде газды қабылдауға, ал баллон (6) 5-ші баллонды газбен толтырғанда сіңіргіш ерітіндіні ығыстыруға арналған. Ерітіндімен газдың жанасу бетін арттыру үшін 5-ші баллон шыны түтікшенің сынықшаларымен толтырылған. Сіңіргіш ыдыстар компоненттерді анықтау тәртібіне байланысты абсорбент ерітінділерімен толтырылады. Үш өлшемді кранмен (8) жабдықталған капиллярлы гребенка (3) сіңіргіш ыдыстарға газдың таралуын және оларды бюреткамен (1) жалғайды. Кран (8) арқылы газ әрбір сіңіргіш ыдысқа бағытталады. Гребенка U-тәрізді түтікше (9) кран (7) арқылы газ көзімен, атмосферамен жалғанады немесе қоршаған ортадан мүлдем изоляцияланады.



3-сурет. Газоанализатор ГХП-3М



4-сурет. Үш өлшемді краның жағдайы

**Анализді жүргізу әдістемесі.** Анализді жүргізу келесі сатылардан тұрады: анализденетін газды жинау, газоанализаторды жұмысқа дайындау, анализге сынама алу, анализді жүргізу, нәтижелерді алу және өңдеу.

**Газоанализаторды жұмысқа дайындау.** Анализге анализденетін газ тікелей газометрден жіберіледі. Газоанализатордан қалып қойған газ толығымен шығарылады да, аспап саңылаусыздыққа (герметикалық) тексеріледі. Бұл үшін сіңіргіш ыдыстар кран (8) арқылы жоғарғы көрсетілімге дейін ерітінділермен толтырылады.

Капиллярлы гребенкадағы үш өлшемді кран (7) 2-суреттегі «а» жағдайға қойылғанда бюретканы (1) атмосферамен жалғайды, осы кезде оң қолмен теңестіргіш склянканы (2) баяу көтеріп бюреткадағы сұйықтық деңгейін оң жақтағы шкала бойынша 0 мл деңгейіне келтіреді. Содан кейін сол қолмен кран (7) «б» жағдайға бұрап гребенканы атмосферадан ажыратады да, кран (8) біреуін ашып гребенканы тиісті сіңіргіш ыдыспен қосады. Теңестіргіш склянканы баяу түсіре отырып ыдыстағы сұйықтың деңгейінің көтерілуін бақылау арқылы ол көрсетілімге жеткенде кранды (8) жабады. Тура осындай жолмен басқа сіңіргіш ыдыстарды да ерітіндімен толтырады. Сіңіргіш ыдыстағы сұйықтар гребенкаға өтіп кетуіне ешқашанда жол бермеу керек. Сондықтан сіңіргіш ыдыстарды ерітінділермен өте сақтықпен толтыру қажет. Барлық сіңіргіш ыдыстар ерітінділермен толтырылғаннан кейін газоанализаторды саңылаусыздыққа тексереді. Бұл үшін бюретканы қайтадан сұйықпен толтырады да, кран (7) «б» жағдайға келтіріледі де, склянканы үстелге қояды. Егерде сіңіргіш ыдыстағы ерітінді деңгейі алғашқыда төмендейді де, содан кейін бес минут барысында тұрақты түрде қалса аспап саңылаусыз болып табылады. Ал ауа қатысында болса, онда барлық крандарды, қосылған жерлерді тексеріп операцияны қайталайды.

**Анализге сынама алу.** Газометрді газоанализаторға U-тәрізді түтікше (9) арқылы жалғайды. Газометрден анализге сынама алмас бұрын гребенкадағы қалған газды толық шығарып, оны анализденетін газбен жуады. Гребенканы газбен жуу үшін кран (7) суреттегі «в» жағдайға қояды, содан кейін газометрді бюреткамен (1) жалғайды. Газометрдің екі кранын да ашып теңестіргіш склянканы (2) баяу төмен түсіріп бюретканы газбен толтырады. Бюретканы газбен оң жақтағы шкала бойынша 25-30 мл толтырып, кран (7) «а» жағдайға келтіріп газды атмосфераға шығарады. Жуу операциясын екі рет қайталап, кран (7) «в» жағдайға қояды (4-сурет).

*Анализденетін газдың нақты көлемін алу үшін* теңестіргіш склянканы (2) бюреткаға жақындатып, оны төмен және жоғары көтеру арқылы бюреткадағы сұйықтың деңгейін оң жақтағы шкала бойынша 100 мл жеткізіп, теңестіргіш склянкадағы сұйық деңгейімен бірдей етіп келтіреді. Деңгейлер бір-біріне сәйкес келгенде кран (7) жылдам «б» жағдайға келтіріп, гребенкадан газометрден ажыратады. Газометр крандарын толық жабады.

**Анализді жүргізу.** Анализдеу үшін газды бюреткадан кезегіне сәйкес абсорбент ерітінділері құйылған сіңіргіш ыдыстарға I, II, III жібереді. Сіңіргіш ыдыстар ерітінділермен келесі кезекте толтырылады: крекинг газдары үшін – I – калий гидроксиді, II – пирогаллол, III – мыс (I) хлоридінің аммиакты ерітіндісі.

Газды сіңіруді бірінші ыдыстан бастайды. Ол үшін осы ыдыстың кранын (8) ашып, теңестіргіш склянканы баяу көтеріп газды сіңіргіш ыдысқа жібереді. Бюреткадағы сұйық оның жоғарғы көрсетіліміне жеткенде, кранды (8) жаппай теңестіргіш склянканы төмен түсіру арқылы газды қайтадан бюреткаға жібереді. Бұл операцияны 5-6 рет қайталайды. Содан кейін сіңіргіш ерітіндінің деңгейін жоғарғы көрсетілімге жеткізіп кранды (8) жабады да, теңестіргіш склянкамен бюреткадағы сұйықтың

деңгейін анықтау арқылы өлшенген газдың көлемін өлшейді. Сіңіру операциясын 2-3 рет қайталап, өлшенген газдың көлемін алады. Егерде екі өлшеудің арақашықтығы 0,2 мл аспайтын болса, онда сіңірудің аяқталғанын көрсетеді. Тура осылай сіңіру операцияларын II, III ыдыстарда да жүргізеді.

**Анализ нәтижелерін есептеу және жазу.** Анализ нәтижелерін қалыпты жағдайға газ заңдарының біріккен теңдеуі арқылы келтіреді. Анализденетін газдың компоненттерін есептеу үшін келесі формуланы қолданады: Анализ нәтижелерін кесте түрінде береді:

1-кесте

#### Газдың компоненттік құрамы

Компоненттер құрамы	Сіңіруден кейін бюреткадағы газдың көлемі, мл	Газ құрамы, масс. %