

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Невинномысский технологический институт (филиал) СКФУ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по выполнению лабораторных работ
по дисциплине «Адсорбция в технологии неорганических веществ»
для студентов очной формы обучения направления подготовки
18.03.01 Химическая технология
Направленность (профиль) Технология неорганических веществ

Ставрополь 2022

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ФГОС ВО и рабочей программы дисциплины «Адсорбция в технологии неорганических веществ». Указания предназначены для студентов очной формы обучения, направления подготовки 18.03.01 Химическая технология

Составители

Василенко В.В.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1	4
	ИЗУЧЕНИЕ КИНЕТИКИ РЕАКЦИИ КАТАЛИТИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ПЕРОКСИДА ВОДОРОДА	
2	ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2	9
	ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ НА СКОРОСТЬ РЕАКЦИИ РАЗЛОЖЕНИЯ ПЕРОКСИДА ВОДОРОДА	
3	ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3	17
	ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ КАТАЛИЗАТОРА ПРИ ГЕТЕРОГЕННОМ КАТАЛИЗЕ	
4	ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4	23
	ВЛИЯНИЕ МАССЫ КАТАЛИЗАТОРА НА СКОРОСТЬ ХИМИЧЕСКОЙ РЕАКЦИИ ПРИ ГЕТЕРОГЕННОМ КАТАЛИЗЕ	
5	КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ	29
6	СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	30

ВВЕДЕНИЕ

Дисциплина «Адсорбция в технологии неорганических веществ» относится к дисциплине базовой части. Она направлена на формирование общекультурных, профессиональных и общепрофессиональных компетенций обучающихся в процессе выполнения работ, определенных ФГОС ВО.

Методические указания составлены на современном научном уровне и рассчитаны на студентов, по направлению 18.03.01 Химическая технология.

Последовательность лабораторных работ соответствует логической структуре ее прохождения. Предлагаемые методические указания содержат материал, который рекомендуется использовать студентам при осуществлении лабораторных работ.

1 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

ИЗУЧЕНИЕ КИНЕТИКИ РЕАКЦИИ КАТАЛИТИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ПЕРОКСИДА ВОДОРОДА

- Цель работы:**
1. Изучить процесс каталитического разложения пероксида водорода.
 2. Рассчитать константу скорости реакции каталитического разложения пероксида водорода.
 3. Определить кинетический порядок реакции разложения пероксида водорода.

Исследуемая реакция:
$$2\text{H}_2\text{O}_2 = 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2\uparrow(1)$$

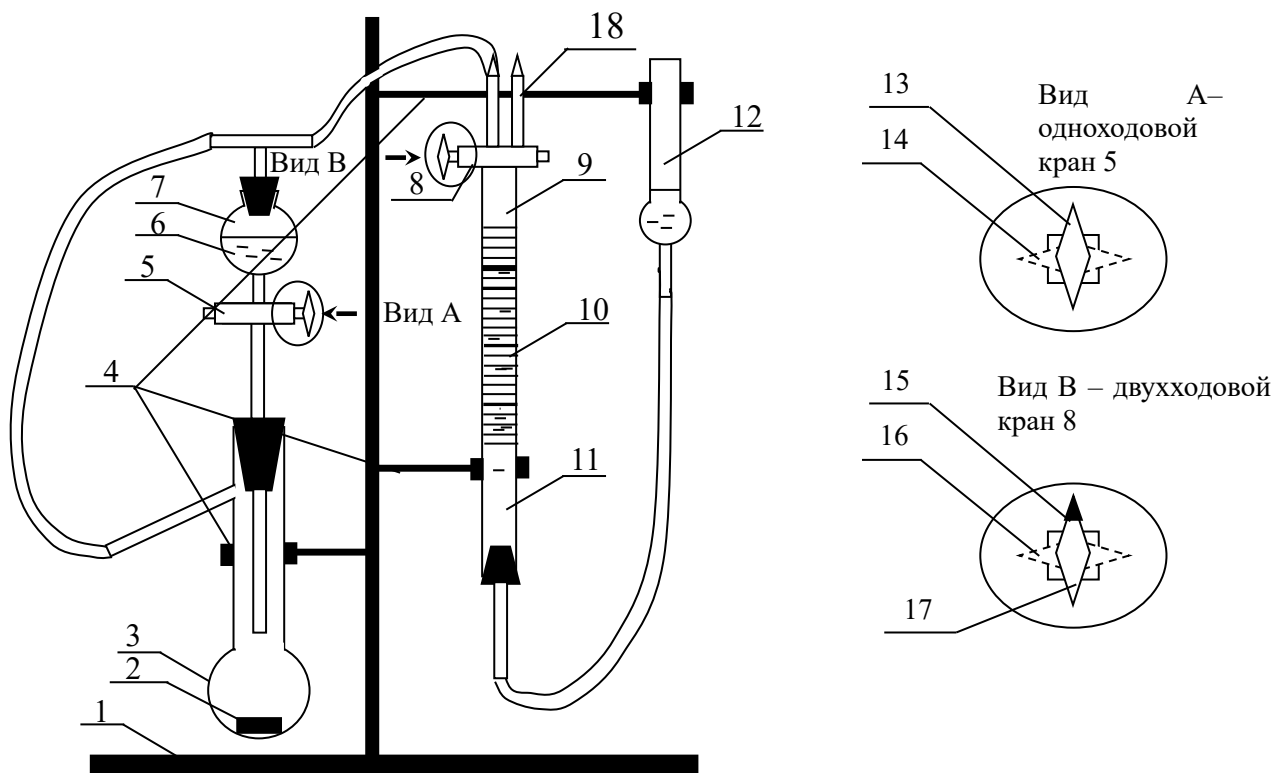
Оборудование. Материалы

- 1 Весы технические ВТЛК – 500.
- 2 Колба Вюрца объемом 100 см³.
- 3 Воронка капельная объемом 100 см³.
- 4 Бюретка градуированная с двухходовым краном объемом 50 см³.
- 5 СклЯнка уравниательная.
- 6 Раствор пероксида водорода H₂O₂ с концентрацией ω(1/4H₂O₂)=1.0%.
- 7 Оксид марганца (IV) MnO₂ (порошок) по ТУ 6–09–29–62–78.
- 8 Секундомер.
- 9 Фильтры бумажные.
- 10 Воронка.
- 11 Груша резиновая размер №1.
- 12 Вода дистиллированная.

ХОД РАБОТЫ

1 Подготовка лабораторной установки к работе

- 1.1 На технических весах взвесить навеску катализатора MnO₂ массой 0.1 г на фильтре и поместить ее в колбу Вюрца.
- 1.2 Собрать каталитическую установку по схеме на (рисунок 1).
- 1.3 Перевести кран 5 в положение 14 «закрыто».
- 1.4 В капельную воронку каталитической установки залить 50 см³ раствора пероксида водорода (отбирать мерной пипеткой) с концентрацией ω(1/4H₂O₂) = 1.0%.



1 – штатив; 2 – катализатор; 3 – колба Вюрца; 4 – лапки-держатели; 5 – кран одноходовой; 6 – раствор пероксида водорода; 7 – воронка капельная; 8 – кран двухходовой; 9 – бюретка градуированная с двухходовым краном емкостью 50 см³; 10 – шкала; 11 – вода; 12 – склянка уравнивательная; 18 – свободный носик бюретки;

Вид А – 13 – положение крана 5 «открыто»; 14 – положение крана 5 «закрыто»;

Вид В – 15 – положение крана 8 «открыта система»; 16 – положение крана 8 «закрыто»; 17 – положение крана 8 «открыта атмосфера».

Рисунок 1 – Схема каталитической установки разложения пероксида водорода

1.5 Проверить установку на герметичность. Для чего:

1.5.1. Соединить бюретку 9 с атмосферой, переводом крана 8 в положение 17. При этом реакционная колба 3 изолируется от атмосферы.

1.5.2. Присоединить резиновую грушу к свободному концу бюретки 18 и создать избыточное давление. При этом уровень водяного столба в бюретке 9 понизится, а в уравнивательной склянке 12 повысится. Добиться снижения уровня в бюретке до деления 35 см³.

1.5.3. После чего изолировать бюретку от атмосферы поворотом двухходового крана 8 в положение 15. При этом бюретка 9 соединится с реакционной колбой 3, уровень воды в бюретке несколько повысится из-за более низкого давления в системе.

1.5.4. При герметичности системы уровень жидкости в бюретке должен оставаться постоянным в течение 3-4 минут. В противном случае необходимо проверить все соединения и добиться герметичности.

2 Измерение скорости каталитического разложения пероксида водорода

2.1 Убедившись в герметичности установки, соединить бюретку 9 с атмосферой, поворотом двухходового крана 8 в положение 17.

2.2 Установить уровень воды в бюретке на отметку 50 по шкале 10 путем перемещения в вертикальном направлении уравнивательной склянки 12 в лапке-держателе 4. Добившись необходимого значения (50см^3) уровня воды в бюретке 10, уравнивательную склянку зафиксировать в лапке-держателе 4.

2.3 Поворотом крана 8 в положение 15 соединить бюретку 9 с реакционной колбой. При этом наблюдается снижение уровня воды в бюретке из-за избыточного давления в системе. Для выравнивания давления необходимо поворотом крана 8 поочередно соединять бюретку с атмосферой (положение крана 17), а затем с реакционной колбой (положение крана 15). Операцию повторять до тех пор, пока в бюретке, соединенной с системой, не установится значение уровня воды равное 50см^3 (шкала 10).

2.4 Поворотом крана 8 в положение 16 изолировать бюретку 9 от реакционной колбы и от атмосферы.

2.5 Поворотом крана 5 в положение 13 ввести весь объем раствора пероксида водорода 6 из капельной воронки 7 в колбу Вюрца 3.

Внимание! При истечении примерно половины объема пероксида водорода из капельной воронки 7 необходимо включить секундомер.

2.6 После истечения всего объема пероксида водорода в колбу Вюрца 3 перекрыть кран 5 поворотом в положение 14.

2.7 Повернуть кран 8 в положение 15, соединяющее реакционную колбу с бюреткой 9. При этом выделяющийся при разложении пероксида водорода газообразный кислород должен понижать уровень воды в бюретке 9.

2.8 Отмечать уровень жидкости в бюретке 9 по шкале 10 через каждые 30 секунд в течение первых двух минут, а далее через одну минуту (по секундомеру) до окончания эксперимента. Результаты измерений занести в таблицу 1.

Таблица 1 – Экспериментальные данные

Время τ , с	0	30	60	90	120	180	240	...	1080
Показания бюретки V_6 , см ³	50								
Объем газа $V_r(O_2)=50-V_6$, см ³	0								
Стандартный объем $V_r^0(O_2)$									

2.9 Эксперимент считать законченным после получения трех одинаковых значений уровня воды в бюретке 9 V_{const} .

3 Обработка экспериментальных данных

1.1 Привести объем выделившегося кислорода $V_r(O_2)$ к стандартным условиям по формуле:

$$V_r^0 = \frac{P \cdot V_r(O_2) \cdot T_0}{P_0 \cdot T} \quad (2)$$

Результаты расчета занести в таблицу 1.

3.1 По экспериментальным данным, представленным в таблице 1, рассчитать константы скорости реакции разложения пероксида водорода по основным кинетическим уравнениям различных порядков (2, 3, 4):

$$K^{n=1} = \frac{2.303}{\tau} \lg \frac{V_\infty}{V_\infty - V_r^0} \quad (3)$$

$$K^{n=2} = \frac{1}{\tau} \left(\frac{1}{V_\infty - V_r^0} - \frac{1}{V_\infty} \right) \quad (4)$$

$$K^{n=3} = \frac{1}{2\tau} \left[\frac{1}{(V_\infty - V_r^0)^2} - \frac{1}{(V_\infty)^2} \right], \quad (5)$$

где: $V_\infty = 50 - V_{const}$, см³.

3.2 По результатам расчета выбрать порядок реакции ($n=1; 2; 3$), при котором константа скорости реакции K показывает наименьший разброс значений.

3.3 Построить графические зависимости для исследуемой реакции различных порядков в координатах:

$$n = 1: \quad \lg \frac{V_{\infty}}{V_{\infty} - V_{\Gamma}^0} = f(\tau)$$

$$n = 2: \quad \frac{l}{V_{\infty} - V_{\Gamma}^0} = f(\tau)$$

$$n = 3: \quad \frac{l}{(V_{\infty} - V_{\Gamma}^0)^2} = f(\tau)$$

3.4 Установить порядок реакции разложения пероксида водорода сравнением результатов расчетных данных по п. 3.2 и графических зависимостей по п.3.3.

3.5 Реакции разложения пероксида водорода присваивается порядок, при котором расчетные по п.2 значения K скорости химической реакции имеют наименьший разброс и прямолинейную графическую зависимость в указанных по п.3.3 координатах.

3.6 Рассчитать среднее значение \bar{K} скорости реакции разложения пероксида водорода для установленного порядка реакции:

$$\bar{K} = \frac{\sum K_i}{n_i}, \quad (6)$$

где n_i – число рассчитанных значений K скорости реакции.

Таблица 2 – Данные для определения константы скорости каталитической реакции

№	Константа скорости		
	n=1	n=2	n=3
1			
2			
3			
\bar{K}			

4. Сделать вывод о проделанной работе.

2 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ НА СКОРОСТЬ РЕАКЦИИ РАЗЛОЖЕНИЯ ПЕРОКСИДА ВОДОРОДА

Цель работы: 1. Изучить процесс каталитического разложения пероксида водорода при различных температурах.
2. Рассчитать энергию активации реакции каталитического разложения пероксида водорода.

Исследуемая реакция: $2\text{H}_2\text{O}_2 = 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2\uparrow(1)$

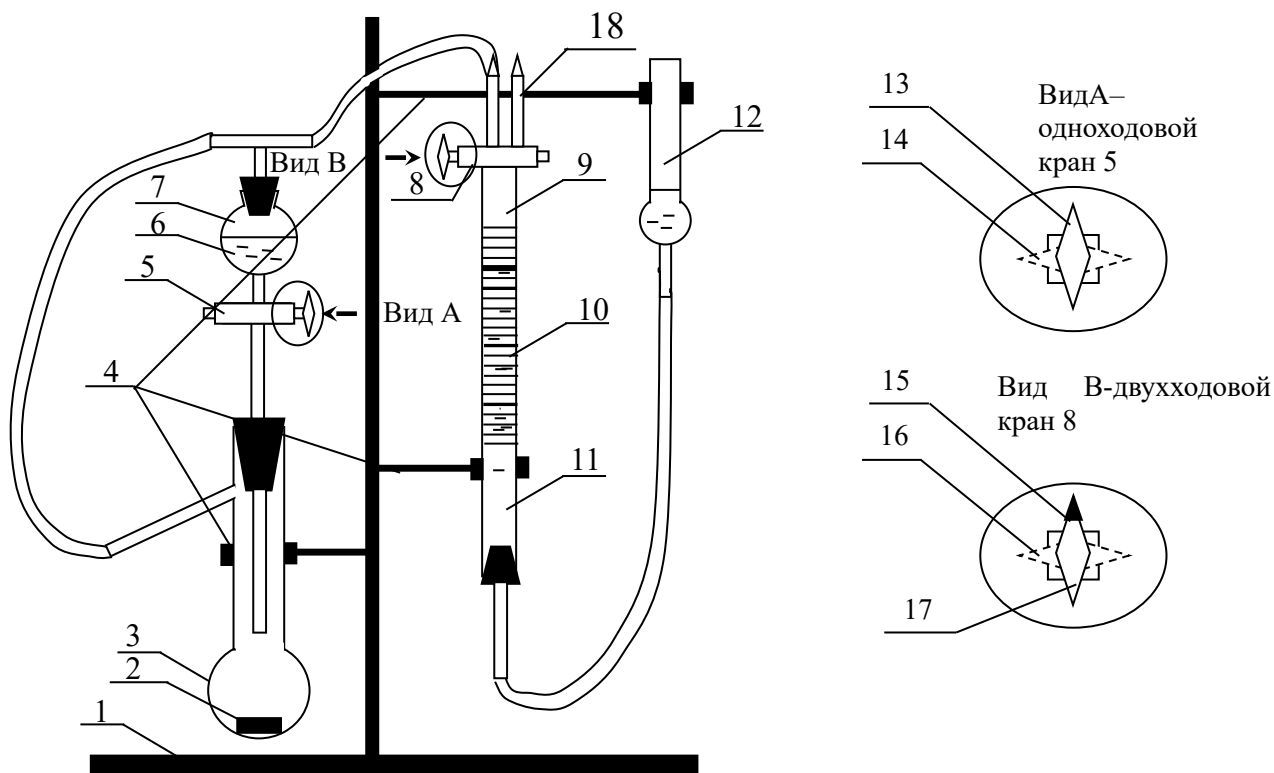
Оборудование. Материалы

- 1 Ультратермостат УТУ – 4.
- 2 Весы технические ВТЛК – 500.
- 3 Колба Вюрца объемом 100 см³.
- 4 Воронка капельная объемом 100 см³.
- 5 Бюретка градуированная с двухходовым краном объемом 50 см³.
- 6 Слянка уравнивательная.
- 7 Оксид марганца (IV) MnO₂ (порошок) по ТУ 6–09–29–62–78.
- 8 Раствор пероксида водорода H₂O₂ с концентрацией $\omega(1/4\text{H}_2\text{O}_2)=1.0\%$.
- 9 Секундомер.
- 10 Фильтры бумажные.
- 11 Воронка.
- 12 Груша резиновая размер №1.
- 13 Вода дистиллированная.

ХОД РАБОТЫ

1 Подготовка каталитической установки к работе при комнатной температуре

- 1.1 Зафиксировать комнатную температуру проведения каталитического разложения пероксида водорода по термометру. Результат измерения занести в таблицу 3.
- 1.2 На технических весах взвесить навеску катализатора MnO₂ массой 0.1 г (на фильтре) и поместить ее в колбу Вюрца.
- 1.3 Собрать каталитическую установку по схеме (рисунок 1).
- 1.4 Перевести кран 5 в положение 14 «закрыто».



1 – штатив; 2 – катализатор; 3 – колба Вюрца; 4 – лапки-держатели; 5 – кран одноходовой; 6 – раствор пероксида водорода; 7 – воронка капельная; 8 – кран двухходовой; 9 – бюретка градуированная с двухходовым краном емкостью 50 см³; 10 – шкала; 11 – вода; 12 – склянка уравнивательная; 18 – свободный носик бюретки;

Вид А – 13 – положение крана 5 «открыто»; 14 – положение крана 5 «закрыто»;

Вид В – 15 – положение крана 8 «открыта система»; 16 – положение крана 8 «закрыто»; 17 – положение крана 8 «открыта атмосфера».

Рисунок 1 – Схема каталитической установки разложения пероксида водорода

1.5 В капельную воронку каталитической установки залить 50 см³ раствора пероксида водорода (отбирать мерной пипеткой) с концентрацией $\omega(1/4\text{H}_2\text{O}_2) = 1.0\%$.

1.6 Проверить установку на герметичность. Для чего:

1.6.1 Соединить бюретку 9 с атмосферой, переводом крана 8 в положение 17. При этом реакционная колба 3 изолируется от атмосферы.

1.6.2 Присоединить резиновую грушу к свободному концу бюретки 18 и создать избыточное давление. При этом уровень воды-

ного столба в бюретке 9 понизится, а в уравнильной склянке 12 повысится. Добиться снижения уровня в бюретке до деления 35 см³.

1.6.3 После чего изолировать бюретку от атмосферы поворотом двухходового крана 8 в положение 15, при этом бюретка 9 соединится с реакционной колбой 3, уровень воды в бюретке несколько повысится из-за более низкого давления в системе. При герметичности системы уровень жидкости в бюретке должен оставаться постоянным в течение 3-4 минут. В противном случае необходимо проверить все соединения и добиться герметичности.

2 Измерение скорости каталитического разложения пероксида водорода

2.1 Убедившись в герметичности установки, соединить бюретку 9 с атмосферой поворотом двухходового крана 8 в положение 17.

2.2 Установить уровень воды в бюретке на отметку 50см³ по шкале 10 путем перемещения в вертикальном направлении уравнильной склянки 12 в лапке-держателе 4. Добившись необходимого значения 50см³ уровня, уравнильную склянку зафиксировать в лапке-держателе 4.

2.3 Поворотом крана 8 в положение 15 соединить бюретку 9 с реакционной колбой. При этом наблюдается снижение уровня воды в бюретке из-за избыточного давления в системе. Для выравнивания давления необходимо поворотом крана 8 поочередно соединять бюретку с атмосферой (положение крана 17), а затем с реакционной колбой (положение крана 15). Операцию повторять до тех пор пока в бюретке, соединенной с системой, не установится значение уровня воды равное 50см³ (шкала 10).

2.4 Поворотом крана 8 в положение 16 изолировать бюретку 9 от реакционной колбы и от атмосферы.

2.5 Поворотом крана 5 в положение 13 ввести весь объем раствора пероксида водорода 6 из капельной воронки 7 в колбу Вюрца 3.

Внимание! При истечении примерно половины объема пероксида водорода из капельной воронки 7 необходимо включить секундомер.

2.6 После истечения всего объема пероксида водорода в колбу Вюрца 3 перекрыть кран 5 поворотом в положение 14.

2.7 Повернуть кран 8 в положение 15, соединяющее реакционную колбу с бюреткой 9. При этом выделяющийся при разложении пероксида водорода газообразный кислород должен понижать уровень воды в бюретке 9.

2.8 Отмечать уровень жидкости в бюретке 9 по шкале 10 через каждые 30 секунд в течение первых двух минут, а далее через одну минуту (по секундомеру) до окончания эксперимента. Результаты измерений занести в таблицу 1.

Таблица 1 – Экспериментальные данные

Время τ , с	0	30	60	90	120	180	240	...	1080
Показания бюретки V_6 , см ³	50								
Объем газа $V_r(O_2)=50-V_6$, см ³	0								
Стандартный объем $V_r^0(O_2)$									

2.9 Эксперимент считать законченным после получения трех одинаковых значений уровня воды в бюретке 9 V_{const} .

3 Обработка экспериментальных данных при комнатной температуре

3.1 Привести объем выделившегося кислорода $V_r(O_2)$ к стандартным условиям по формуле:

$$V_r^0 = \frac{P \cdot V_r(O_2) \cdot T_0}{P_0 \cdot T} \quad (2)$$

Результаты расчета занести в таблицу 1.

3.2 По экспериментальным данным, представленным в таблице 2, рассчитать константы скорости реакции разложения пероксида водорода по основному кинетическому уравнению второго порядка:

$$K^{n=1} = \frac{2.303}{\tau} \lg \frac{V_\infty}{V_\infty - V_r^0} \quad (3)$$

где: $V_\infty = 50 - V_{const}$, см³.

Таблица 2 – Данные для определения константы скорости реакции

№	$K^{n=1}$	$K^{n=2}$
1		
2		
3		
\bar{K}		

3.3 Рассчитать среднее значение \bar{K} скорости реакции разложения пероксида водорода для установленного порядка реакции:

$$\bar{K} = \frac{\sum K_i}{n_i}, \quad (4)$$

где n_i – число рассчитанных значений K скорости реакции.

4 Подготовка каталитической установки к работе при заданной температуре

4.1 Включить термостат за один час до начала работы и задать температуру $34 \approx 35^\circ\text{C}$ контактным термометром.

4.2 Колбу Вюрца с навеской катализатора поместить в термостат и термостатировать в течение 20 минут.

4.3 На технических весах взвесить навеску катализатора MnO_2 массой 0.1 г на фильтре и поместить ее в колбу Вюрца.

4.4 Отобрать пипеткой 50см^3 раствора пероксида водорода с концентрацией $\omega(1/4\text{H}_2\text{O}_2) = 1.0\%$ в коническую колбу емкостью 250см^3 . Поместить в нее измерительный термометр и погрузить колбу в термостат. Исходный раствор пероксида водорода термостатировать до получения десяти одинаковых измерений температуры. Результат измерений температуры занести в таблицу 3.

4.5 Собрать каталитическую установку по схеме (рисунок 2).

4.6 Проверить установку на герметичность. Для чего:

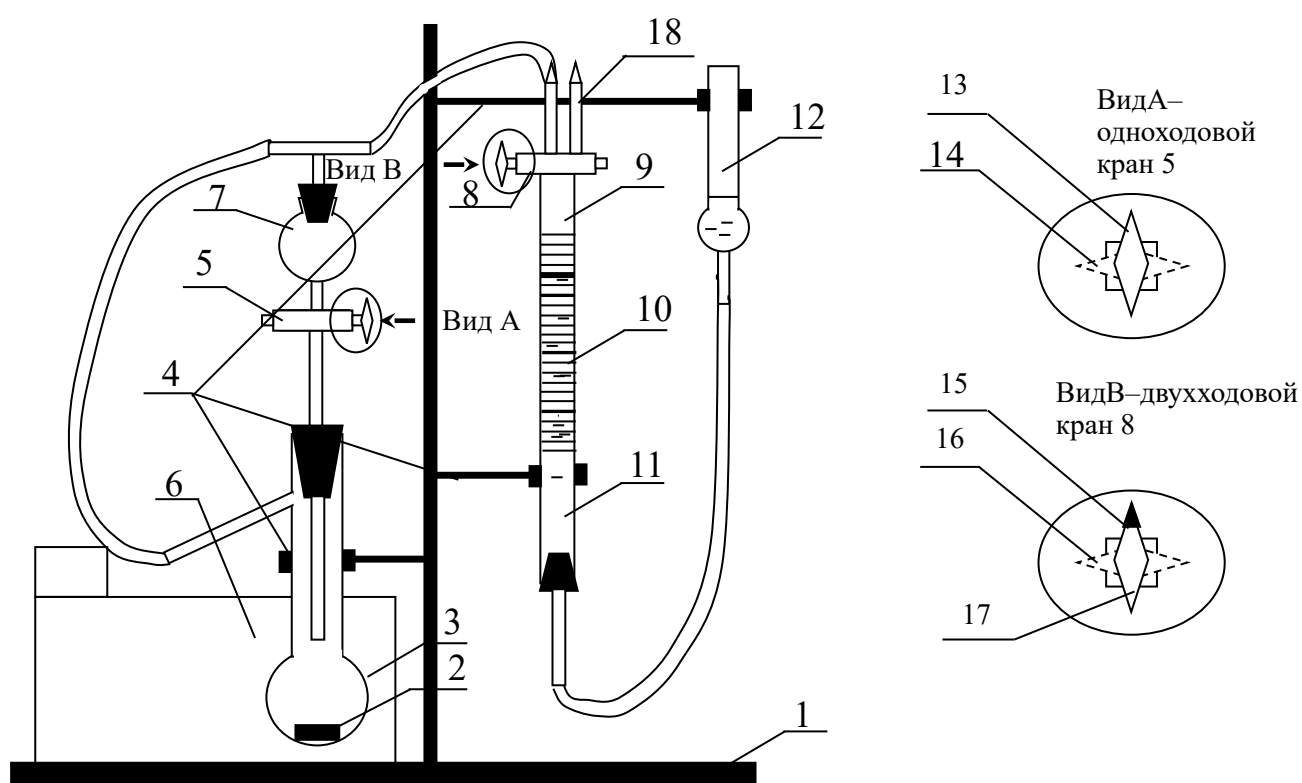
4.6.1 Соединить бюретку 9 с атмосферой переводом крана 8 (положение 17). При этом реакционная колба 3 станет изолированной от атмосферы.

4.6.2 Присоединить резиновую грушу к свободному концу бюретки 18 и создать избыточное давление. При этом уровень водяного столба в бюретке 9 понизится, а в уравнительной склянке 12

повысится. Добиться снижения уровня в бюретке до деления 35 см³.

4.6.3 После чего изолировать бюретку от атмосферы поворотом двухходового крана 8 в положение 15, при этом бюретка 9 соединится с реакционной колбой 3, уровень воды в бюретке несколько повысится из-за более низкого давления в системе.

При герметичности системы уровень жидкости в бюретке должен оставаться постоянным в течение 3-4 минут. В противном случае необходимо проверить все соединения и добиться герметичности.



1 – штатив; 2 – катализатор; 3 – колба Вюрца; 4 – лапки-держатели; 5 – кран одноходовой; 6 – термометр; 7 – воронка капельная; 8 – кран двухходовой; 9 – бюретка градуированная с двухходовым краном емкостью 50 см³; 10 – шкала; 11 – вода; 12 – склянка уравнивательная; 18 – свободный носик бюретки;
 Вид А : 13 – положение крана 5 «открыто»; 14 – положение крана 5 «закрыто»;

Вид В : 15 – положение крана 8 «открыта система»; 16 – положение крана 8 «закрыто»; 17 – положение крана 8 «открыта атмосфера».

Рисунок 2 – Схема каталитической установки разложения пероксида водорода

5 Измерение скорости каталитического разложения пероксида водорода

5.1 Убедившись в герметичности установки, перевести кран 5 в положение 14 «закрыто».

5.2 Открыть капельную воронку 7 и залить в нее 50см^3 термостатированного раствора пероксида водорода. Закрыть капельную воронку.

5.3 Соединить бюретку 9 с атмосферой поворотом двухходового крана 8 в положение 17.

5.4 Установить уровень воды в бюретке на отметку 50см^3 по шкале 10 путем перемещения в вертикальном направлении уравнивательной склянки 12 в лапке-держателе 4. Добившись необходимого значения (50см^3) по шкале бюретки, уравнивательную склянку зафиксировать в лапке-держателе 4.

5.5 Поворотом крана 8 в положение 16 изолировать бюретку 9 от реакционной колбы и от атмосферы.

5.6 Поворотом крана 5 в положение 13 ввести весь объем раствора пероксида водорода 6 из капельной воронки 7 в колбу Вюрца 3.

Внимание! При истечении примерно половины объема пероксида водорода из капельной воронки 7 необходимо включить секундомер.

5.7 После истечения всего объема пероксида водорода в колбу Вюрца 3 перекрыть кран 5 поворотом в положение 14.

5.8 Повернуть кран 8 в положение 15, соединяющее реакционную колбу с бюреткой 9. При этом выделяющийся при разложении пероксида водорода газообразный кислород должен понижать уровень воды в бюретке 9.

5.9 Отмечать уровень жидкости в бюретке 9 по шкале 10 через каждые 30 секунд в течение первых двух минут, а далее через одну минуту (по секундомеру) до окончания эксперимента. Результаты измерений занести в таблицу 3.

Таблица 3 – Экспериментальные данные

Время τ , с	0	30	60	90	120	180	240	...	1080
Показания бюретки V_6 , см^3	50								
Объем газа $V_r(\text{O}_2)=50-V_6$, см^3	0								
Стандартный объем $V_r^0(\text{O}_2)$									

5.10 Эксперимент считать законченным после получения трех одинаковых значений уровня воды в бюретке $9 V_{const}$.

6 Обработка экспериментальных данных при заданной температуре

6.1 Привести объем выделившегося кислорода $V_r(O_2)$ к стандартным условиям по формуле:

$$V_r^0 = \frac{P \cdot V_r(O_2) \cdot T_0}{P_0 \cdot T} \quad (5)$$

Результаты расчета занести в таблицу 3.

6.2 По экспериментальным данным, представленным в таблице 3, рассчитать константы скорости реакции разложения пероксида водорода по основному кинетическому уравнению второго порядка:

$$K^{n=2} = \frac{1}{\tau} \left(\frac{1}{V_r - V_\infty} - \frac{1}{V_0 - V_\infty} \right) \quad (5)$$

6.3 Рассчитать среднее значение \bar{K} скорости реакции разложения пероксида водорода для установленного порядка реакции:

$$\bar{K} = \frac{\sum K_i}{n_i}, \quad (6)$$

где n_i – число рассчитанных значений K скорости реакции.

Таблица 3 – Экспериментальные и расчетные данные

№	Константа скорости $n=2$	Комн. т-ра		Т-ра термостата		Энергия активации $E_a^{кат}$, Дж/моль
		$t_1, ^\circ\text{C}$	T, K	T_2, K	$t_2, ^\circ\text{C}$	
1						
2						
3						
\bar{K}						

6.4 Рассчитать энергию активации каталитической реакции разложения пероксида водорода по формуле:

$$E_a^{кат} = \frac{2.303 \cdot R \cdot T_2 \cdot T_1}{T_1 - T_2} \cdot \lg \frac{\bar{K}_{T_2}}{\bar{K}_{T_1}}, \quad (7)$$

где: T_1 – комнатная температура, К;

T_2 – температура термостата, К;

R – универсальная газовая постоянная.

Результаты расчетов занести в таблицу 4.

7. Сделать вывод о проделанной работе.

3 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ КАТАЛИЗАТОРА ПРИ ГЕТЕРОГЕННОМ КАТАЛИЗЕ

- Цель работы:** 1. Изучить процесс каталитического разложения пероксида водорода на оксидных катализаторах.
2. Определить периода полураспада пероксида водорода в присутствии различных катализаторов.

Исследуемая реакция:
$$2\text{H}_2\text{O}_2 = 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2\uparrow \quad (1)$$

Оборудование. Материалы

- 1 Весы технические ВТЛК – 500.
- 2 Колба Вюрца объемом 100 см³.
- 3 Воронка капельная объемом 100 см³.
- 4 Бюретка градуированная с двухходовым краном объемом 50 см³.
- 5 Бюретка градуированная для титрования объемом 25 см³.
- 6 Слянка уравнивательная.
- 7 Раствор перманганата калия KMnO_4 с концентрацией $C(1/5\text{KMnO}_4)=0.1$ моль/дм³.
- 8 Раствор пероксида водорода H_2O_2 .
- 9 Раствор серной кислоты H_2SO_4 с концентрацией $C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.3$ моль/дм³.
- 10 Колбы конические объемом 250 см³.
- 11 Секундомер.
- 12 Барометр.
- 13 Оксид марганца (IV) MnO_2 (порошок) по ТУ 6–09–29–62–78.
- 14 Оксид свинца (IV) PbO_2 (порошок) по ГОСТ 4216–48.
- 15 Оксид марганца (II) MnO .
- 16 Груша резиновая размер №1.
- 17 Фильтры бумажные.
- 18 Воронка.

ХОД РАБОТЫ

1 Установка концентрации исходного раствора пероксида водорода

1.1 Подготовить бюретку емкостью 25 см³ для титрования.

1.1.1 Закрепить градуированную бюретку в лапке-держателе.

1.1.2 Промыть дважды концентрированным раствором соляной кислоты и трижды дистиллированной водой.

1.1.3 Залить раствор перманганата калия KMnO_4 с концентрацией $C(1/5\text{KMnO}_4)=0.1$ моль/дм³ и установить его уровень в бюретке на ноль.

1.2 В три конические колбы емкость 250 см³ мерной пипеткой внести по 20 см³ раствора серной кислоты H_2SO_4 с концентрацией $C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.3$ моль/дм³.

1.3 В те же колбы внести аликвоты по 2 см³ раствора пероксида водорода.

1.4 Титровать смесь пероксида водорода и серной кислоты раствором перманганата калия до появления розовой окраски, которая не исчезает в течение двух минут. Результаты титрования занести в таблицу 1.

1.5 Рассчитать исходную молярную концентрацию раствора пероксида водорода по формуле:

$$C^0(1/4\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{C(1/5\text{KMnO}_4) \cdot \bar{V}(\text{KMnO}_4)}{V(\text{H}_2\text{O}_2)} \quad (2)$$

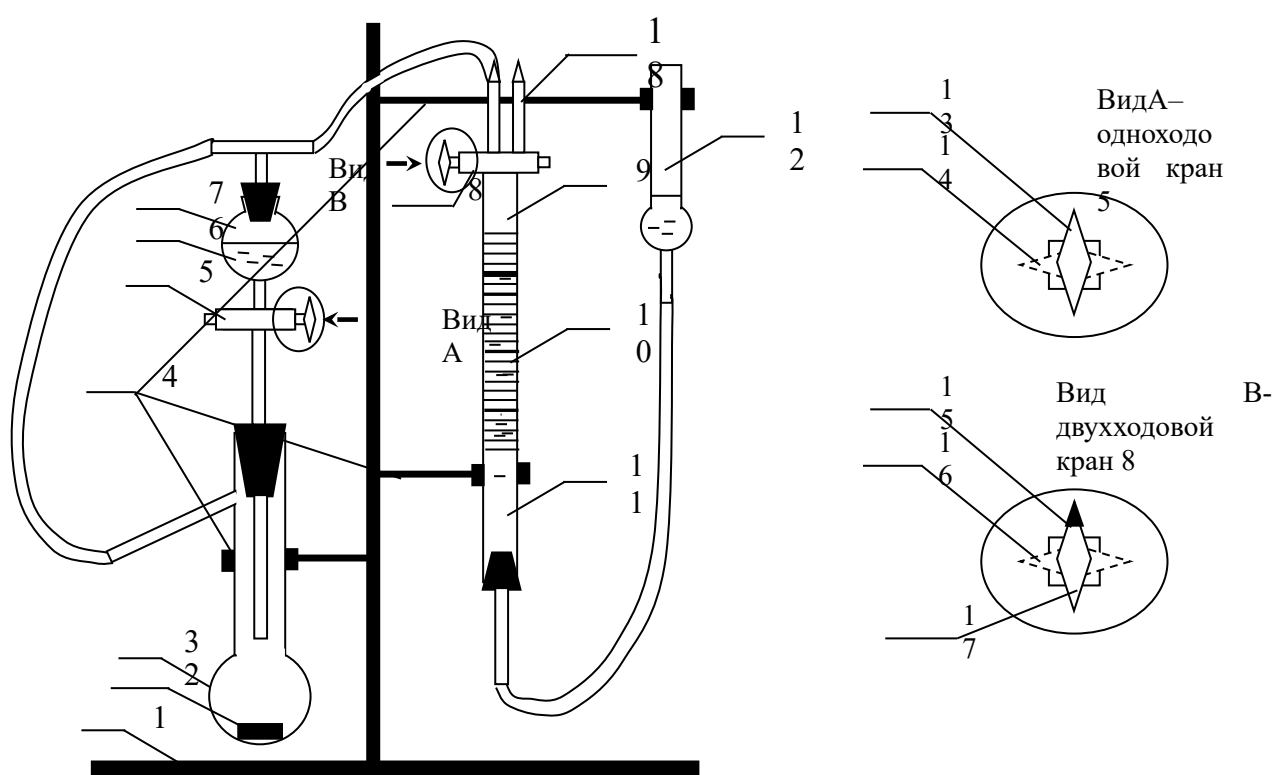
Результаты расчета занести в таблицу 1.

Таблица 1 – Результаты титрования раствора пероксида водорода

№ колбы	Объем $V(\text{KMnO}_4)$, см ³	Средний объем $\bar{V}(\text{KMnO}_4)$, см ³	Исходная концентрация $C^0(\text{H}_2\text{O}_2)$, моль/дм ³	Тем-ра Т, К	Барометрич. давление Р, Па
1					
2					
3					

2 Подготовка лабораторной установки к работе

- 2.1 Получить у преподавателя один из трех указанных катализаторов.
- 2.2 Зафиксировать температуру проведения эксперимента по термометру. Данные измерения занести в таблицу 1.
- 2.3 Измерить атмосферное давление по барометру анероиду. Данные измерения занести в таблицу 1.
- 2.4 На технических весах взвесить навеску полученного катализатора массой 0.1 г на фильтре. Поместить один из трех катализаторов в колбу Вюрца.
- 2.5 Собрать установку по схеме на (рисунке 1).



1 – штатив; 2 – катализатор; 3 – колба Вюрца; 4 – лапки-держатели; 5 – кран одноходовой; 6 – раствор пероксида водорода; 7 – воронка капельная; 8 – кран двухходовой; 9 – бюретка градуированная с двухходовым краном емкостью 50 см³; 10 – шкала; 11 – вода; 12 – склянка уравнительная; 18 – свободный носик бюретки;

Вид А – 13 – положение крана 5 «открыто»; 14 – положение крана 5 «закрыто»;

Вид В – 15 – положение крана 8 «открыта система»; 16 – положение крана 8 «закрыто»; 17 – положение крана 8 «открыта атмосфера».

Рисунок 1 – Схема каталитической установки разложения пероксида водорода

2.6 В капельную воронку залить 50см^3 раствора пероксида водорода с установленной исходной молярной концентрацией $C^0(1/4\text{H}_2\text{O}_2)$.

Внимание! При этом кран 5 должен быть в положении 14 «закрыто».

2.7 Проверить установку на герметичность. Для чего:

2.7.1. Поворотом крана 8 соединить бюретку 9 с атмосферой (положение 17). При этом реакционная колба 3 изолируется от атмосферы.

2.7.2. Присоединить резиновую грушу к свободному концу бюретки и создать избыточное давление. При этом уровень водяного столба в бюретке понизится, а в уравнительной склянке 12 повысится. Добиться снижения уровня в бюретке до деления 35 см^3 .

2.7.3. Поворотом крана 8 изолировать бюретку от атмосферы и соединить ее с реакционной колбой (положение 15). При этом наблюдается незначительный подъем воды в бюретке из-за разрежения в системе. После выравнивания давлений уровень жидкости в бюретке должен оставаться постоянным в течение 3-4 минут.

В противном случае необходимо проверить все соединения.

3 Измерение скорости каталитического разложения перекиси водорода

3.1 Убедившись в герметичности установки, поворотом крана 8 соединить бюретку 9 с атмосферой (положение 17).

3.2 Установить уровень воды в бюретке на отметку 50 (шкала 10) путем перемещения в вертикальном направлении уравнительной склянки 12 в лапке-держателе 4. Добившись необходимого значения уровня 50см^3 , уравнительную склянку зафиксировать в лапке-держателе 4.

3.3 Поворотом крана 8 (положение 15) соединить бюретку 9 с реакционной колбой. При этом наблюдается снижение уровня из-за избыточного давления в системе. Для выравнивания давления необходимо поворотом крана 8 поочередно соединять бюретку с атмосферой, а потом с реакционной колбой (положение 15, 17). Операцию по-

вторять до тех пор пока в бюретке, соединенной с системой, не будет установлено значение уровня равное 50 (шкала 10).

3.4 Поворотом крана 8 в положение 16 изолировать бюретку 9 от реакционной колбы и от атмосферы.

3.5 Поворотом крана 5 в (положение 13) ввести раствор пероксида водорода 6 из капельной воронки 7 в колбу Вюрца 3.

Внимание! При истечении примерно половины объема пероксида водорода из капельной воронки 7 необходимо включить секундомер.

3.6 После истечения всего объема пероксида водорода в колбу Вюрца 3 перекрыть кран 5 (положение 14).

3.7 Повернуть кран 8 в положение 15, соединяющее реакционную колбу с бюреткой 9.

3.8 Контролировать уровень жидкости в бюретке 9, отмечая уровень жидкости по шкале 10 через каждые 30 секунд. Измерения производить до того момента, пока не будет получено три одинаковых значения уровня воды в бюретке 9. Результаты измерений занести в таблицу 2.

Таблица 2 – Экспериментальные данные

Время τ , с	0	30	60	90	120	180	240	...	1080
Показания бюретки V_6 , см ³	50								
Объем газа $V_{\Gamma}(O_2)=50-V_6$, см ³	0								
Стандартный объем $V_{\Gamma}^0(O_2)$									

4 Обработка экспериментальных данных

4.1 Вычислить количество вещества пероксида водорода в исследуемом растворе по формуле:

$$n^0(H_2O_2) = C^0(1/4H_2O_2) \cdot V^0(H_2O_2), \quad (3)$$

где: $C^0(1/4H_2O_2)$ – исходная молярная концентрация пероксида водорода, моль/дм³;

$V^0(H_2O_2) = 50\text{см}^3$ – объем раствора пероксида H_2O_2 , подвергающегося каталитическому разложению, см³.

4.2 Согласно стехиометрическому уравнению разложения пероксида водорода (1) рассчитать объем кислорода $V^\infty(O_2)$, эквивалентный исходному количеству вещества разлагающегося пероксида водорода $n^0(H_2O_2)$.

4.3 Привести объем выделившегося кислорода $V_r(O_2)$ к стандартным условиям по формуле:

$$V_r^0 = \frac{P \cdot V_r(O_2) \cdot T_0}{P_0 \cdot T} \quad (4)$$

Результаты расчета занести в таблицу 2.

4.4 Построить графические зависимости объема выделившегося кислорода от времени $V_r^0(O_2) = f(\tau)$ для трех изучаемых катализаторов: PbO_2 , MnO_2 , MnO (на едином графике).

4.5 На основании экспериментальных графических зависимостей $V_r^0(O_2) = f(\tau)$ определить период полураспада пероксида водорода $\tau_{1/2}$ для каждого изучаемого катализатора. За период полураспада $\tau_{1/2}$ принимать время, в течение которого выделится объем кислорода, численно равный $1/2V_\infty(O_2)$ (по графику), эквивалентный $V(\tau_{1/2}) = 1/2n^0(H_2O_2)$.

4.6 На основании установленных величин периодов полураспада $\tau_{1/2}$ сделать вывод об эффективности каждого катализатора по отношению к реакции разложения пероксида водорода.

4 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

ВЛИЯНИЕ МАССЫ КАТАЛИЗАТОРА НА СКОРОСТЬ ХИМИЧЕСКОЙ РЕАКЦИИ ПРИ ГЕТЕРОГЕННОМ КАТАЛИЗЕ

Цель работы: 1. Изучить процесс каталитического разложения пероксида водорода на MnO_2 катализаторах.
2. Изучить влияние массы оксидного катализатора на период полураспада пероксида водорода.

Исследуемая реакция: $2H_2O_2 = 2H_2O + O_2 \uparrow$ (1)

Оборудование. Материалы

- 1 Весы технические ВТЛК – 500.
- 2 Колба Вюрца объемом 100 см^3 .
- 3 Воронка капельная объемом 100 см^3 .
- 4 Бюретка градуированная с двухходовым краном объемом 50 см^3 .
- 5 Бюретка градуированная для титрования объемом 25 см^3 .
- 6 Слянка уравнивательная.
- 7 Раствор перманганата калия $KMnO_4$ с концентрацией $C(1/5KMnO_4)=0.1\text{ моль/дм}^3$.
- 8 Раствор пероксида водорода H_2O_2 .
- 9 Раствор серной кислоты H_2SO_4 с концентрацией $C(1/2H_2SO_4)=0.3\text{ моль/дм}^3$.
- 10 Колбы конические объемом 250 см^3 .
- 11 Секундомер.
- 12 Барометр.
- 13 Оксид марганца (IV) MnO_2 (порошок) по ТУ 6–09–29–62–78.
- 14 Груша резиновая размер №1.
- 15 Фильтры бумажные.
- 16 Воронка.

ХОД РАБОТЫ

1 Установка концентрации исходного раствора пероксида водорода

1.1 Подготовить бюретку емкостью 25 см^3 для титрования.

1.1.1 Закрепить градуированную бюретку в лапке-держателе.

1.1.2 Промыть дважды концентрированным раствором соляной кислоты и трижды дистиллированной водой.

1.1.3 Залить раствор перманганата калия $KMnO_4$ с концентрацией $C(1/5KMnO_4)=0.1$ моль/дм³ и установить его уровень в бюретке на ноль.

1.2 В три конические колбы емкостью 250 см³ мерной пипеткой внести по 20 см³ раствора серной кислоты H_2SO_4 с концентрацией $C(1/2H_2SO_4)=0.3$ моль/дм³.

1.3 В те же колбы внести аликвоты 2 см³ раствора пероксида водорода.

1.4 Титровать смесь серной кислоты и пероксида водорода раствором перманганата калия до появления розовой окраски, которая не исчезает в течение двух минут. Результаты титрования занести в таблицу 1.

1.5 Рассчитать исходную молярную концентрацию раствора пероксида водорода по формуле:

$$C^0(1/4H_2O_2) = \frac{C(1/5KMnO_4) \cdot \bar{V}(KMnO_4)}{V(H_2O_2)} \quad (2)$$

Результаты расчета занести в таблицу 1.

Таблица 1 – Результаты титрования раствора пероксида водорода

№ колбы	Объем $V(KMnO_4)$, см ³	Средний объем $\bar{V}(KMnO_4)$, см ³	Исходная концентрация $C^0(H_2O_2)$, моль/дм ³	Тем-ра Т, К	Барометрич. давление Р, Па
1					
2					
3					

2 Подготовка лабораторной установки к работе

2.1 Получить у преподавателя задание по навеске катализатора MnO_2 : 0.2; 0.25; 0.3; 0.35; 0.4; 0.45; 0.5г.

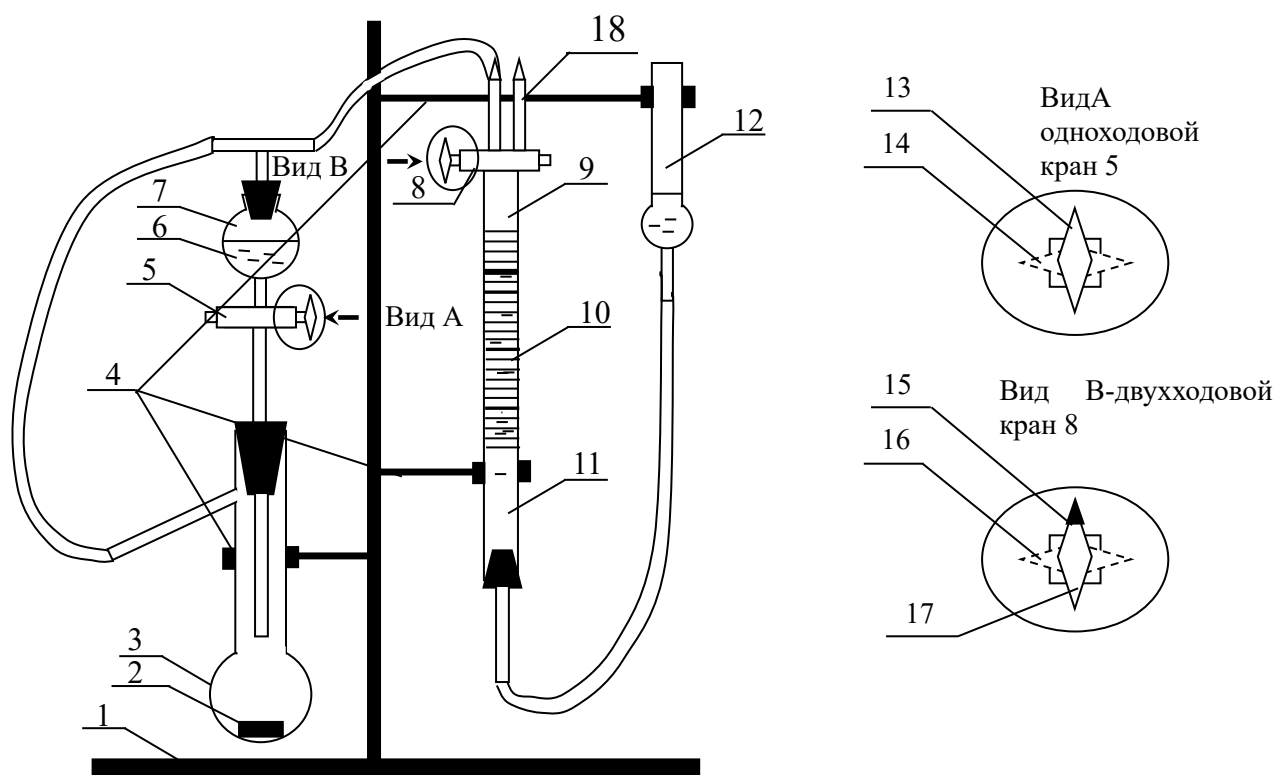
2.2 На технических весах взвесить две навески катализатора MnO_2 в соответствии с указанием преподавателя. Поместить первую навеску катализатора MnO_2 в колбу Вюрца.

2.3 Зафиксировать температуру проведения эксперимента по термометру. Данные измерения занести в таблицу 1.

2.4 Измерить атмосферное давление по барометру анероиду. Данные измерения занести в таблицу 1.

2.5 На технических весах взвесить навеску полученного катализатора массой 0.1 г на фильтре. Поместить навеску катализатора в колбу Вюрца.

2.6 Собрать установку по схеме (рисунок 1).



1 – штатив; 2 – катализатор; 3 – колба Вюрца; 4 – лапки-держатели; 5 – кран одноходовой; 6 – раствор пероксида водорода; 7 – воронка капельная; 8 – кран двухходовой; 9 – бюретка градуированная с двухходовым краном емкостью 50 см³; 10 – шкала; 11 – вода; 12 – склянка уравнивательная; 18 – свободный носик бюретки;

Вид А – 13 – положение крана 5 «открыто»; 14 – положение крана 5 «закрыто»;

Вид В – 15 – положение крана 8 «открыта система»; 16 – положение крана 8 «закрыто»; 17 – положение крана 8 «открыта атмосфера».

Рисунок 1 – Схема каталитической установки разложения пероксида водорода

2.7 В капельную воронку залить 50 см³ раствора пероксида водорода с установленной исходной молярной концентрацией $C^0(1/4\text{H}_2\text{O}_2)$.

Внимание! При этом кран 5 должен быть в положении 14 «закрыто».

2.8 Проверить установку на герметичность.

2.8.1. Поворотом крана 8 соединить бюретку 9 с атмосферой (положение 17). При этом реакционная колба 3 изолируется от атмосферы.

2.8.2. Присоединить резиновую грушу к свободному концу бюретки и создать избыточное давление. При этом уровень водяного столба в бюретке понизится, а в уравнивательной склянке 12 повысится. Добиться снижения уровня в бюретке до деления 35 см³.

2.8.3. Поворотом крана 8 изолировать бюретку от атмосферы и соединить ее с реакционной колбой (положение 15). При этом наблюдается незначительный подъем воды в бюретке из-за разрежения в системе. После выравнивания давлений уровень жидкости в бюретке должен оставаться постоянным в течение 3-4 минут.

В противном случае необходимо проверить все соединения на герметичность.

3 Измерение скорости каталитического разложения перекиси водорода

3.1 Убедившись в герметичности установки, поворотом крана 8 соединить бюретку 9 с атмосферой (положение 17).

3.2 Установить уровень воды в бюретке на отметку 50 (шкала 10) путем перемещения в вертикальном направлении уравнивательной склянки 12 в лапке-держателе 4. Добившись необходимого значения уровня 50см³, уравнивательную склянку зафиксировать в лапке-держателе 4.

3.3 Поворотом крана 8 (положение 15) соединить бюретку 9 с реакционной колбой. При этом наблюдается снижение уровня из-за избыточного давления в системе. Для выравнивания давления необходимо поворотом крана 8 поочередно соединять бюретку с атмосферой, а потом с реакционной колбой (положение 15, 17). Операцию повторять до тех пор пока в бюретке, соединенной с системой, не будет установлено значение уровня равное 50 (шкала10).

3.4 Поворотом крана 8 в положение 16 изолировать бюретку 9 от реакционной колбы и от атмосферы.

3.5 Поворотом крана 5 в положение 13 ввести раствор пероксида водорода 6 из капельной воронки 7 в колбу Вюрца 3.

Внимание! При истечении примерно половины объема пероксида водорода из капельной воронки 7 необходимо включить секундомер.

3.6 После истечения всего объема пероксида водорода в колбу Вюрца 3 перекрыть кран 5 (положение 14).

3.7 Повернуть кран 8 в положение 15, соединяющее реакционную колбу с бюреткой 9.

3.8 Контролировать уровень жидкости в бюретке 9, отмечая уровень жидкости по шкале 10 через каждые 30 секунд. Измерения производить до того момента, пока не будет получено три одинаковых значения уровня воды в бюретке 9. Результаты измерений занести в таблицу 2.

Таблица 2 – Экспериментальные данные

Время τ , с	0	30	60	90	120	180	240	...	1080
Показания бюретки V_6 , см ³	50								
Объем газа $V_r(O_2)=50-V_6$, см ³	0								
Стандартный объем $V_r^0(O_2)$									

3.9 Повторить эксперимент по разложению пероксида с п. 2.2 по п. 3.8 со второй навеской катализатора.

4 Обработка экспериментальных данных

4.1 Вычислить количество вещества пероксида водорода в исследуемом растворе по формуле:

$$n^0(H_2O_2) = C^0(1/4H_2O_2) \cdot V^0(H_2O_2), \quad (3)$$

где: $C^0(1/4H_2O_2)$ – исходная молярная концентрация пероксида водорода, моль/дм³;

$V^0(H_2O_2) = 50\text{см}^3$ – объем раствора пероксида H_2O_2 , подвергающегося каталитическому разложению, см³.

4.2 Согласно стехиометрическому уравнению разложения пероксида водорода (1) рассчитать объем кислорода $V_\infty(O_2)$, эквивалентный исходному количеству вещества разлагающегося пероксида водорода $n^0(H_2O_2)$.

4.3 Привести объем выделившегося кислорода $V_r(O_2)$ к стандартным условиям по формуле:

$$V_{\Gamma}^0 = \frac{P \cdot V_{\Gamma}(O_2) \cdot T_0}{P_0 \cdot T} \quad (4)$$

Результаты расчета занести в таблицу 2.

4.4 Построить графические зависимости объема выделившегося кислорода от времени $V_{\Gamma}^0(O_2) = f(\tau)$ для двух навесок катализаторов: MnO_2 (на едином графике).

4.5 На основании экспериментальных графических зависимостей $V_{\Gamma}^0(O_2) = f(\tau)$ определить период полураспада пероксида водорода $\tau_{1/2}$ для каждого изучаемого катализатора. За период полураспада $\tau_{1/2}$ принимать время, в течение которого выделится объем кислорода, численно равный $1/2 V_{\infty}(O_2)$ (по графику), эквивалентный $V(\tau_{1/2}) = 1/2 n^0(H_2O_2)$.

4.6 На основании установленных величин периодов полураспада $\tau_{1/2}$ сделать вывод об массе катализатора на скорость реакции разложения пероксида водорода.

5 ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ

- 1 Катализ. Определение. Виды катализа.
- 2 Катализатор. Определение.
- 3 Классификация катализаторов.
- 4 Принцип каталитического действия.
- 5 Активированный комплекс.
- 6 Энергетическая диаграмма каталитической реакции.
- 7 Энергия активации каталитической реакции.
- 8 Экспериментальное определение энергии активации каталитической реакции.
- 9 Гомогенный катализ. Его виды.
- 10 Гетерогенный катализ.
- 11 Стадии гетерогенного каталитического процесса.
- 12 Основные теории гетерогенного катализа.
- 13 Мультиплетная теория А.А. Баландина.
- 14 Теория активных ансамблей Н.И. Кобозева.
- 15 Статическая теория С.З. Рогинского.
- 16 Электронная теория катализа Ф.Ф. Волькенштейна.
- 17 Радикальная теория Н.Н. Семенова и В.В. Воеводского.
- 18 Факторы, влияющие на активность катализаторов гетерогенного катализа.
- 19 Пористая структура катализаторов.
- 20 Классификация пористых тел.
- 21 Пористость катализатора.
- 22 Экспериментальные методы определения пористости катализаторов.
- 23 Основные потребительские характеристики катализаторов.
- 24 Промоторы катализаторов.
- 25 Катализаторы на носителях.
- 26 Катализаторы основных неорганических производств: паровой и паровоздушной конверсии метана, среднетемпературной конверсии СО, гидрирования кислородосодержащих соединений, синтеза аммиака, контактного окисления аммиака, восстановления оксидов азота, синтеза метанола.

. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

.1. Перечень основной и дополнительной литературы, необходимой для освоения дисциплины (модуля)

1.1. Перечень основной литературы:

1. Тарасова, Н.В. Поверхностные явления. Адсорбция Электронный ресурс : учебно-методическое пособие / Н.В. Тарасова. - Липецк : Липецкий государственный технический университет, ЭБС АСВ, 2015. - 33 с. - Книга находится в базовой версии ЭБС IPRbooks., экземпляров неограничено

2. Сосновский, В. И. Процессы и аппараты защиты окружающей среды. Абсорбция газов Электронный ресурс : Учебное пособие / В. И. Сосновский, Н. Б. Сосновская, С. В. Степанова. - Казань : Казанский национальный исследовательский технологический университет, 2009. - 114 с. - Книга находится в премиум-версии ЭБС IPR BOOKS. - ISBN 978-5-7245-0514-2

1.2. Перечень дополнительной литературы:

1. Колесников, И. М. Катализ и производство катализаторов / И. М. Колесников ; Рос. гос. ун-т нефти и газа им. И.М. Губкина. - М. : Техника, 2004. - 400с. : ил. - Библиогр.: с. 376-390. - Предм. указ.: с. 392-393. - ISBN 5-93969-021-1

2. Адсорбция ионогенных полимеров из растворов Электронный ресурс : Монография / В. П. Барабанов [и др.] ; ред.: В. П. Барабанов, С. В. Крупин. - Казань : Казанский национальный исследовательский технологический университет, 2014. - 252 с. - Книга находится в премиум-версии ЭБС IPR BOOKS. - ISBN 978-5-

.2. Перечень учебно-методического обеспечения самостоятельной работы обучающихся по дисциплине (модулю)

1 МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОРГАНИЗАЦИИ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПРИ ПОДГОТОВКЕ К ЗАНЯТИЯМ, ПРОВОДИМЫМ В ИНТЕРАКТИВНОЙ ФОРМЕ ОБУЧЕНИЯ по направлениям подготовки: 13.03.02 Электроэнергетика и электротехника, 18.03.01 Химическая технология 15.03.02 Технологические машины и оборудование, 15.03.04 Автоматизация технологических процессов и производств, 15.04.04 Автоматизация технологических процессов и производств (магистратура), 18.03.02 Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии / сост.: М.В. Должикова, А.А. Евдокимов, Е.Н. Павленко, А.И. Колдаев, А.В. Пашковский, Т.С. Чередниченко. – Невинномысск: НТИ (филиал) СКФУ, 2022. – 45 с

2 . Москаленко Л. В., Вернигорова Е.В. Методические указания по

выполнению практических занятий по дисциплине «Адсорбционные и каталитические процессы» для студентов очной формы обучения направления подготовки 18.03.01 Химическая технология, Невинномысск, 2021 г.

3. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины (модуля)

- 1 <http://window.edu.ru/> – единое окно доступа к образовательным ресурсам
- 2 <http://biblioclub.ru/> — ЭБС «Университетская библиотека онлайн».
- 3 <http://catalog.ncstu.ru/> — электронный каталог ассоциации электронных библиотек учебных заведений и организаций СКФО
- 4 <http://www.iprbookshop.ru> — ЭБС.
- 5 <https://openedu.ru> – Открытое образование
- 6 <http://ecograde.bio.msu.ru> – Информационная система «Фундаментальные проблемы оценки состояния экосистем и экологического нормирования»

