

Интернет-журнал «Отходы и ресурсы» / Russian journal of resources, conservation and recycling <https://resources.today>  
2017, Том 4, №2 / 2017, Vol 4, No 2 <https://resources.today/issues/vol4-no2.html>

URL статьи: <https://resources.today/PDF/07RRO217.pdf>

DOI: 10.15862/07RRO217 (<http://dx.doi.org/10.15862/07RRO217>)

**Ссылка для цитирования этой статьи:**

Солоникова Я.С., Подолина Е.А. Очистка бензойной кислоты с целью снижения нагрузки на сточные воды химических лабораторий // Отходы и ресурсы, 2017 №2, <https://resources.today/PDF/07RRO217.pdf> (доступ свободный). Загл. с экрана. Яз. рус., англ. DOI: 10.15862/07RRO217

**For citation:**

Solonikova Y.S., Podolina E.A. (2017). Purification of benzoic acid in order to reduce the load on sewage of chemical laboratories. *Russian journal of resources, conservation and recycling*, [online] 2(4). Available at: <https://resources.today/PDF/07RRO217.pdf> (in Russian). DOI: 10.15862/07RRO217

УДК 504.054, 504.064.47, 661.744.1

**Солоникова Яна Сергеевна<sup>1</sup>**

ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет»  
«Московский институт стали и сплавов», Россия, Москва  
Магистрант  
E-mail: Solonikova13@yandex.ru

**Подолина Елена Алексеевна**

ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет»  
«Московский институт стали и сплавов», Россия, Москва  
Профессор кафедры «Техносферная безопасность»  
Доктор химических наук  
E-mail: podolina70@mail.ru

## Очистка бензойной кислоты с целью снижения нагрузки на сточные воды химических лабораторий

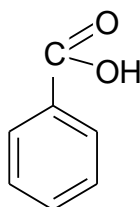
**Аннотация.** В данной статье рассмотрен вопрос очистки химических веществ с целью минимизации количества токсичных отходов в сточные воды химических лабораторий, а также возможность применения реактивов с истекшим сроком годности для проведения лабораторных практикумов в вузах после их предварительной очистки. Исследования проводились на основе очистки бензойной кислоты, изготовленной Рубежанским ордена Ленина химкомбинатом 1978 году синтезированной по государственному стандарту 10521-63. Очистку бензойной кислоты осуществляли двумя способами: перекристаллизацией и возгонкой. Контроль качества исходного и очищенного реактива производили по значениям температуры плавления и по количественному содержанию основного вещества в данном реактиве. Экспериментальным путем было получено, что бензойная кислота после очистки имеет классификацию химически чистого реактива, что позволяет её дальнейшее вторичное использование в лабораторном практикуме и в калориметрии. Используемые в данном исследовании способы очистки позволяют очистить химические реактивы с истекшим сроком годности до 99 %, что впоследствии существенно снижает экологическую нагрузку на канализационные стоки. Предложенные методы очистки допускается осуществлять при помощи лаборанта в лабораторных условиях без привлечения сторонних специалистов.

<sup>1</sup> 117279, Москва, Профсоюзная 83, корпус 1, кв. 709

**Ключевые слова:** отходы химических лабораторий; бензойная кислота; очистка; сточные воды; перекристаллизация; возгонка; метод потенциометрического титрования

Для выполнения лабораторного практикума в технических вузах по различным химическим дисциплинам таким как, общая и неорганическая, органическая и физическая химии требуется большое количество разнообразных химических реактивов [1-3]. При этом все реактивы должны соответствовать определенной квалификации, например, химически чистый, чистый для анализа, то есть содержание основного вещества должно быть соответственно 99,0 или 99,9 %.

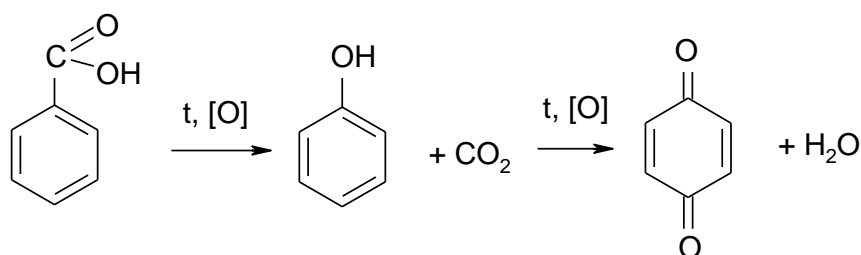
Согласно действующему законодательству по приобретению реактивов закупки осуществляются ежегодно и должны расходоваться в течение учебного года<sup>2</sup>. Однако на складах химических реактивов, иногда можно встретить не использованные реактивы с датой изготовления порядка 30 лет. При этом реактивы могут и не иметь срока годности, например, бензойная кислота, формула которой представлена на рис. 1.



**Рисунок 1.** Формула бензойной кислоты (составлено авторами)

Бензойная кислота – белое кристаллическое вещество, плохо растворимое в воде, слабая органическая кислота,  $T_{пл}$  122,4°C [4]. В лабораторном практикуме используется как стандартное вещество для калибровки калориметров по температуре и теплоемкости [5] или при изучении химических свойств ароматических кислот [3].

Бензойная кислота достаточно устойчивое соединение и при соблюдении условий хранения может храниться достаточно долго, однако при хранении в открытом виде возможно химические процессы, приводящие к деструкции бензойной кислоты [6], в результате которой она превращается в различные токсичные производные, например, фенол. На рис. 2 представлена формула окисления бензойной кислоты.



**Рисунок 2.** Окисление бензойной кислоты (составлено авторами)

Кроме того, в бензойной кислоте может присутствовать примеси, например, в виде фталевой кислоты.

<sup>2</sup> Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения) методические рекомендации. – ПНД 12-13-1-03. Актуально в 2017 году.

Целью настоящего исследования является, установить возможность применения старых реактивов для проведения лабораторных практикумов в вузах после их предварительной очистки, а также снижение нагрузки на окружающую среду.

В качестве объекта исследования была взята бензойная кислота, изготовленная Рубежанским ордена Ленина химикомбинатом 1978 году синтезированная по ГОСТ 10521-63.

### Экспериментальная часть

При проведении экспериментальных работ применяли:

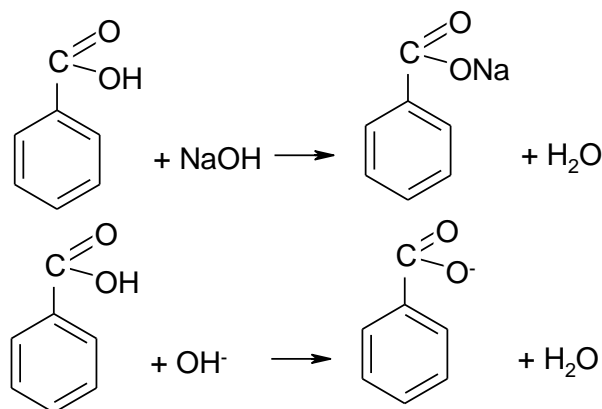
- реактивы:
  - стандартный раствор гидроксида натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,1000 моль/дм<sup>3</sup> ГОСТ;
- оборудование:
  - установка для определения температуры кипения (плоская коническая колба, заполненная глицерином, ртутный термометр от 100 до 150°C с ценой деления 0,5°C, стеклянный капилляр);
  - установка для потенциометрического титрования содержала, систему двух электродов: индикаторный – стеклянный, электрод сравнения – хлорсеребряный; микробюретку с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup>, электрохимическую ячейку и магнитную мешалку;
  - установка для перекристаллизации: химические стаканы, вместимостью 150-200 см<sup>3</sup>, воронка Бюхнера (установка для фильтрования при пониженном давлении), фильтры, электрическая плитка;
  - установка для проведения возгонки: фарфоровая чашка, воронка, электрическая плитка, фильтр.

### Методики проведения эксперимента

Степень чистоты химического реактива контролировали по температуре плавления по методике, описанной в практикуме по органической химии [7]. Температуру плавления определяли следующим образом: небольшое количество бензойной кислоты (на кончике шпателя) тщательно растирали в ступке, а затем постепенно набивали в стеклянный капилляр, запаянный с одного конца. Капилляр с бензойной кислотой прикрепляли резиновым кольцом к термометру (цена деления 0,5 °C) и нагревали на глицериновой бане со скоростью 1 °C в минуту. Когда вещество начинает плавиться отмечали начальную температура плавления T<sub>1</sub> и после полного плавления вещества конечную температуру плавления T<sub>2</sub>. Находим среднюю температуру и сравниваем с табличными данными.

Количественное содержание бензойной кислоты в исходном реактиве определяли методом потенциометрического титрования [8] по следующей методике: определяли среднюю пробу бензойной кислоты, взвешивали на аналитических весах массу навески (~0,02 г), помещали в электрохимическую ячейку и растворяли в дистиллированной воде и титровали стандартным раствором гидроксида натрия в присутствии двух электродов: индикаторный – стеклянный, сравнения хлорсеребряный.

В электрохимической ячейке протекала реакция, представленная на рис. 3:



**Рисунок 3.** Потенциометрическое титрование бензойной кислоты (составлено авторами)

При потенциометрическом титровании изменялась концентрация  $H^+$ , поэтому по прибору измеряли не потенциал, а величину рН, так как потенциал стеклянного электрода тесно связан с концентрацией ионов водорода:

$$E = 0,059 \lg [H^+] \text{ или } E = - 0,059 \text{ рН}$$

По полученным результатам строили кривую титрования (интегральную и дифференциальную) и рассчитывали по уравнению содержание ( $m$ ) бензойной кислоты в анализируемом образце:

$$m = \frac{c(\text{NaOH})V(\text{NaOH})M(\text{бензойной кислоты})}{1000}$$

где:  $c(\text{NaOH})$  – концентрация стандартного раствора бензойной кислоты, моль/дм<sup>3</sup>,  $V(\text{NaOH})$  – объем стандартного раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование анализируемой пробы бензойной кислоты, см<sup>3</sup>,  $M$  (бензойной кислоты) – молярная масса бензойной кислоты, г/моль.

Процентное содержание бензойной кислоты в анализируемой пробе рассчитывали по уравнению:

$$\omega = \frac{m}{m_1} 100 \%$$

где:  $m$  – масса бензойной кислоты, рассчитанная по уравнению, г;  $m_1$  – масса анализируемой пробы бензойной кислоты.

Очистку бензойной кислоты осуществляли двумя способами перекристаллизацией и возгонкой.

Перекристаллизацию бензойной кислоты осуществляли следующим образом: на аналитических весах взвешивали навеску анализируемой бензойной кислоты (~1,0000 г) растворили в горячей дистиллированной воде и фильтровали горячий раствор через бумажный фильтр, затем полученный фильтрат охлаждали в кристаллизаторе (в снегу) и фильтровали через воронку Бюхнера при пониженном давлении. Полученные кристаллы высушивали и взвешивали на аналитических весах.

Содержание бензойной кислоты в очищенном образце определяли путем потенциометрического титрования.

Возгонку бензойной кислоты осуществляли по следующей методике: на аналитических весах взвешивали навеску анализируемой бензойной кислоты (~1,000 г) и помещали в фарфоровую чашку, накрывали воронкой, у которой предварительно закрывали отверстие, и

нагревали. Бензойная кислота легко возгоняется, то есть при нагревании переходит в газообразное состояние (минуя жидкое) и конденсируется на холодной поверхности стеклянной воронки в виде кристаллов.

Очищенную бензойную кислоту анализировали потенциометрическим титрованием.

### Результаты и обсуждения

Исследуемые и очищенные образцы бензойной кислоты испытывали на определение температуры плавления, результаты определения находятся в таблице 1.

**Таблица 1**

**Температуры плавления бензойной кислоты до и после очистки бензойной кислоты**

№ п/п	Исследуемый образец		Очищенный образец	
	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>
1	120,0	120,5	122,0	122,5
2	119,5	120,0	122,5	123,0
3	120,5	121,0	122,0	122,5
4	120,5	121,0	122,0	122,5
5	119,5	120,0	122,5	123,0
среднее	120,0	120,5	122,2	122,7

*Составлено авторами*

Полученные средние значения температур плавления исследуемого образца 120 °С ниже табличного на 2,4 °С что говорят о том, что бензойная кислота содержит значительное количество примесей, образованные в результате долгого хранения данного реактива, поэтому необходимо предварительно очистить данную бензойную кислоту.

Температура плавления дает только качественную характеристику степени чистоты реактива, поэтому для определения количественного содержания бензойной кислоты необходимо воспользоваться количественными методами анализа, например, потенциометрическое титрование по кислотно-основному механизму.

Образец бензойной кислоты предварительно титровали стандартным раствором гидроксида натрия и по полученным результатам титрования рассчитывали содержание в нем основного компонента. В таблице 2 приведены результаты определения бензойной кислоты путем потенциометрического титрования.

**Таблица 2**

**Результаты потенциометрического определения содержания бензойной кислоты в исследуемом образце**

Масса исходного образца, г	Масса рассчитанная, г	ω, %
0,0202	0,0168	79,6
0,0215	0,0171	79,5
0,0221	0,0183	82,8
0,0198	0,0156	78,8
0,0207	0,0171	82,6
0,0209	0,0170	81,3

*Составлено авторами*

Полученные данные подтверждают, что бензойная кислота содержит только 81,3 % основного вещества, а значит это технический реактив, который нельзя использовать для проведения различных химических исследований.

Исследуемый образец бензойной кислоты предлагаем очистить и затем использовать при химических исследованиях. Для выполнения лабораторных работ, в течение учебного года, бензойной кислоты требуется порядка 100 г, поэтому мы предлагаем очистить небольшое количество исследуемого образца и сразу расходовать на приготовление водных растворов, используемых в лабораторном практикуме. Бензойную кислоту можно очищать одним из методов очистки или двумя, в зависимости от имеющихся в лаборатории оборудовании. Полученные результаты очистки бензойной кислоты двумя способами приведены в таблице 3.

**Таблица 3**

**Результаты очистки бензойной кислоты методом перекристаллизации и возгонки**

№ п/п	Перекристаллизация			Возгонка		
	Масса исследуемого образца	Масса очищенной бензойной кислоты	$\omega$ , %	Масса исследуемого образца	Масса очищенной бензойной кислоты	$\omega$ , %
1	0,7931	0,6344		0,8163	0,6633	
2	0,8005	0,6578		0,8045	0,6545	
3	0,8234	0,6698		0,8200	0,6642	
4	0,7854	0,5998		0,7965	0,6547	
5	0,7965	0,6234		0,8025	0,6500	
среднее	0,7998	0,6370	79,64	0,8079	0,6573	81,36

*Составлено авторами*

Каждый метод очистки имеет свою степень потерь основного вещества, так при проведении перекристаллизации, потери вещества выше, чем при возгонке [9].

Очищенную бензойную кислоту контролировали по температурам плавления (табл. 1) и титровали потенциометрически, чтобы определить точное содержание бензойной кислоты, указанное в таблице 4.

**Таблица 4**

**Результаты потенциометрического титрования бензойной кислоты после очистки**

№ п/п	Масса очищенной бензойной кислоты, г.	Масса рассчитанной	$\omega$ , %
1	0,0185	0,0185	
2	0,0197	0,0196	
3	0,0202	0,0198	
4	0,0198	0,0194	
5	0,0187	0,0184	
средняя	0,0194	0,0193	99,5

*Составлено авторами*

Данные контроля качества бензойной кислоты после очистки показали, температура плавления практически совпадает с табличными значениями, а данные потенциометрического анализа подтверждают, что очищенная бензойная кислота теперь имеет квалификацию химически чистый реактив и пригодна для проведения химических анализов.

### Вывод

1. Оценили качество реактива с истекшим сроком годности по температуре плавления и количество основного вещества потенциометрически, что в среднем составило 81,3 %.
2. Очистили бензойную кислоту, выпущенную в 1978 году на Рубежском ордена Ленина химкомбинате и изготовленную по ГОСТ 10521-63 методами перекристаллизации и возгонки, степень содержания основного вещества составило 99,5 %.
3. Очистка реактивов с истекшим сроком годности позволяет снизить нагрузку на окружающую среду до минимума.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Неорганическая химия: Учеб. Пособие для студентов вузов / под ред. Г.М. Курдюмова. – М: МИСиС, 2001.
2. Физическая химия. Лабораторный практикум. – М: МИСиС, 2004.
3. Аналитический контроль металлургического производства. Раздел: электрохимические методы анализа. Физико-химические методы анализа. Ч.1, Ч.2, Ч.3. лабораторный практикум / под ред. проф. Ю.А. Карпова. – М.: МИСиС.
4. Химическая энциклопедия / Ред. кол: Кнунянц И.Л. и др. – М.: Советская энциклопедия, 1988. – Т.1. – 623 с.
5. Физическая химия. Химическая термодинамика. Методические указания по выполнению лабораторных работ. Составители: П.Д. Белых, Е.В. Кудрявцева. – Иркутск, изд-во ИрГТУ. – 2008. – 40 с.
6. Органическая химия: Учеб. пособие / А.И. Артеменко. – М.: Высш. шк., 2003. – 605 с.
7. Практикум по органической химии: Учебное пособие для студентов. – М.: Высш. шк., 2001. – 187 с.
8. Лабораторный практикум по физико-химическим методам анализа: метод. указания к проведению лабораторных работ / В.Н. Казин, Т.Н. Орлова, И.В. Тихонов. – Ярославль: ЯрГУ, 2011
9. Общий практикум по органической химии: Учеб. пособ. для студ. Вузов III-IV уровней аккредитации / В.П. Черных, И.С. Гриценко, М.О. Лозинский, З.И. Коваленко; Под общ. ред. В.П. Черных. – Золотые страницы, 2002. – 592 с.

**Solonikova Yana Sergeevna**

The national university of science and technology MISiS, Russia, Moscow  
E-mail: Solonikova13@yandex.ru

**Podolina Elena Alekseevna**

The national university of science and technology MISiS, Russia, Moscow  
E-mail: podolina70@mail.ru

## **Purification of benzoic acid in order to reduce the load on sewage of chemical laboratories**

**Abstract.** In this article the question of cleaning chemicals to minimize toxic waste into the waste water, chemical laboratories, and the possibility of using reagents with expired shelf life laboratory workshops in universities after their preliminary cleaning. The researches were carried out on the basis of purification of benzoic acid manufactured by the Rubezhansky Order of Lenin chemical plant in 1978 synthesized according to the state standard 10521-63. Purification of benzoic acid was carried out in two ways: by recrystallization and sublimation. Quality control of the initial and purified reagent was carried out based on the melting point and the quantitative content of the main substance in the reagent. Experimentally, it was found that benzoic acid after purification has the classification of a chemically pure reagent, which allows its further secondary use in laboratory practice and in calorimetry. The cleaning methods used in this study make it possible to clean chemical reagents with an expired shelf life of up to 99%, which subsequently significantly reduces the environmental burden on sewage. The proposed methods of cleaning can be carried out with the help of a laboratory assistant in the laboratory without the involvement of outside experts.

**Keywords:** wastes from chemical laboratories; benzoic acid; purification; sewage; recrystallization; sublimation; potentiometric titration method



## REFERENCES

1. Ed. by G.M. Kurdyumova (2001). Neorganicheskaya khimiya. [*Inorganic chemistry.*] Moscow: MISiS.
2. (2004). Fizicheskaya khimiya. [*Physical chemistry.*] Moscow: MISiS.
3. Ed. by Yu.A. Karpova (n.d.). Analiticheskii kontrol' metallurgicheskogo proizvodstva. Razdel: elektrokhimicheskie metody analiza. Fiziko-khimicheskie metody analiza. Ch.1, Ch.2, Ch.3. [*Analytical control of metallurgical production. Section: electrochemical methods of analysis. Physicochemical methods of analysis. Part 1, Part 2, Part 3.*] Moscow: MISiS.
4. Ed. by Knunyants I.L. and ect. (1988) Khimicheskaya entsiklopediya. [*Chemical Encyclopedia.*] Moscow: Sovetskaya entsiklopediya, p. 623.
5. Belykh P.D., Kudryavtseva E.V. (2008). Fizicheskaya khimiya. Khimicheskaya termodinamika. Metodicheskie ukazaniya po vypolneniyu laboratornykh rabot. [*Physical chemistry. Chemical thermodynamics. Methodical instructions for the performance of laboratory works.*] Irkutsk: publishing house of the Irkutsk State Technical University, p. 40.
6. Artemenko A.I. (2003). Organicheskaya khimiya. [*Organic Chemistry.*] Moscow: Higher education, p. 605.
7. (2001). Praktikum po organicheskoi khimii. [*Practical work on organic chemistry.*] Moscow: Higher education, p. 187.
8. Kazin V.N., Orlova T.N., Tikhonov I.V. (2011). Laboratornyi praktikum po fiziko-khimicheskim metodam analiza. [*Laboratory practical work on physical and chemical methods of analysis.*] Yaroslavl: YarGU.
9. Chernykh V.P., Gritsenko I.S., Lozinskii M.O., Kovalenko Z.I. (2002). Obshchii praktikum po organicheskoi khimii. [*General Workshop on Organic Chemistry.*] Moscow: Zolotye stranitsy, p. 592.