

РЕЗЮМЕ. Мақолада таълим тизимида киберхавфсизликни шакллантириш муаммоси бўйича материаллар тақдим этилган, шунингдек, киберхавфсизлик соҳасида кадрлар тайёрлашда халқаро тажриба таҳлили ҳамда унинг асосларини барча таълим босқичларига киритиш орқали касбий фаолият кўникмаларини моделлаштириш ва шакллантириш масалалари ёритилган.

РЕЗЮМЕ. В статье представлены материалы по проблеме формирования кибербезопасности в образовательной системе, а также приведен анализ международного опыта при подготовке кадров в области киберзащиты и включение ее основ во все уровни образования для моделирования и формирования навыков профессиональной деятельности.

SUMMARY. The article presents materials on the problem of forming cybersecurity in the educational system, and also provides an analysis of international experience in training personnel in the field of cyber protection and the inclusion of its basics in all levels of education for modeling and formation of professional skills.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ЛАБОРАТОРНОГО ПОЛУЧЕНИЯ АЦЕТАТА НАТРИЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

О.М.Сейтназарова – доктор химических наук (DSc), доцент

Каракалпакский государственный университет имени Бердаха

Ш.А.Кулдашева – доктор химических наук (DSc), профессор

Термезский государственный педагогический институт

А.Б.Абдикамалова – доктор химических наук (DSc), профессор

Институт общей и неорганической химии Академии наук Республики Узбекистан

Ж.Т.Юсупов – стажер-преподаватель

Г.Э.Кувватова – стажер-преподаватель

Каракалпакский государственный университет имени Бердаха

Таянч сўзлар: натрий ацетат, кальций карбонат, мини-технология, лаборатория синтеза, тозалик, pH, ҳарорат.

Ключевые слова: ацетат натрия, карбонат кальция, мини-технология, лабораторный синтез, чистота, pH, температура.

Key words: sodium acetate, calcium carbonate, mini-technology, laboratory synthesis, purity, pH, temperature.

Введение. Ацетат натрия (CH_3COONa) представляет собой соль уксусной кислоты, которая широко применяется в различных областях науки и техники. В аналитической химии он используется для приготовления буферных растворов, стабилизации pH при титриметрических и спектрофотометрических методах анализа. В биотехнологии ацетат натрия применяется как компонент питательных сред, в органическом синтезе – как реагент и промежуточное сырьё для получения органических соединений, а также в пищевой промышленности в качестве консерванта (пищевая добавка E262) [1-3].

Ключевым фактором, определяющим возможность использования ацетата натрия в аналитических и лабораторных исследованиях, является его чистота. Для точных измерений необходим продукт квалификации «химически чистый» (х.ч.) или «чистый для анализа» (ч.д.а.), что требует особых подходов к технологии его получения. В настоящее время значительная часть реагентов высокой чистоты импортируется, что повышает себестоимость аналитических исследований и снижает доступность качественных материалов для научных и учебных лабораторий. В этой связи актуальной задачей является разработка мини-технологий получения таких веществ в условиях, приближённых к лабораторным или полупромышленным [4, 5].

В качестве исходного сырья для синтеза ацетата натрия был выбран карбонат кальция (CaCO_3) квалификации «химически чистый». Это вещество доступно, обладает стабильными свойствами и широко используется в аналитической практике. При взаимодействии с уксусной кислотой (CH_3COOH , ч.д.а.) образуется ацетат кальция, который далее может быть переведён в ацетат натрия с использованием карбоната натрия или гидроксида натрия. Такой подход позволяет не только эффективно утилизировать выделяющийся углекислый газ, но и контролировать чистоту конечного продукта за счёт отделения кальциевых примесей на стадии осаждения [6, 7].

Таким образом, цель настоящей работы заключается в разработке и апробации минитехнологии получения

ацетата натрия высокой чистоты из карбоната кальция х.ч. и уксусной кислоты ч.д.а., с оценкой выхода и качества конечного продукта, а также возможностью применения предложенного процесса в условиях лабораторий высших учебных заведений и научно-исследовательских институтов.

Экспериментальная часть.

Объекты исследования. В качестве исходного сырья использовался карбонат кальция (CaCO_3 , х.ч.), полученный от сертифицированного поставщика химических реактивов. Чистота вещества соответствовала требованиям ГОСТ (массовая доля основного вещества $\geq 99,5\%$, содержание примесей железа $\leq 0,01\%$, тяжёлых металлов $\leq 0,002\%$).

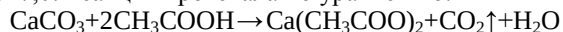
Для проведения реакции применялась уксусная кислота (CH_3COOH , ч.д.а.) с концентрацией $99,8\%$ и дистиллированная вода по ГОСТ 6709–72 ($\text{TDS} \leq 0,1 \text{ мг/л}$). Для стадии замещения кальция использовался карбонат натрия (Na_2CO_3 , х.ч.) или гидроксид натрия (NaOH , ч.д.а.), в зависимости от выбранной схемы.

Вспомогательные реагенты: метилоранж (индикатор для титрования), раствор HCl ($0,1 \text{ моль/дм}^3$) для проверки остаточной щёлочности, этиловый спирт (х.ч.) для промывания осадков и ускорения перекристаллизации.

Оборудование: реактор стеклянный с рубашкой для нагрева (объём 2 л) и механической мешалкой (60–120 об/мин); бюретка на 50 мл (класс точности А) для титриметрического анализа; сушильный шкаф (температурный диапазон 40–300 °С); лабораторный фильтр (нутч-фильтр с вакуумной фильтрацией); аналитические весы (точность $\pm 0,0001 \text{ г}$); pH-метр (диапазон 0–14, точность $\pm 0,01 \text{ pH}$); фотометр для определения следовых примесей.

Методы. Растворение и реакция с уксусной кислотой.

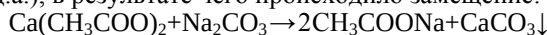
В реактор В1 вносили навеску CaCO_3 (100 г), предварительно диспергированную в 500 мл дистиллированной воды. При постоянном перемешивании порционно добавляли уксусную кислоту (CH_3COOH) до полного растворения кальция и достижения $\text{pH} \approx 6,5\text{--}7,0$. Реакция протекала по уравнению:



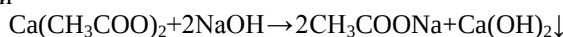
Выделяющийся углекислый газ отводился через газоотводную трубку.

Фильтрация и очистка. Раствор ацетата кальция отделяли от нерастворимых примесей с помощью нутч-филтра. Контроль филтраты осуществлялся по прозрачности, pH и удельной проводимости.

Перевод кальциевой соли в ацетат натрия. К раствору ацетата кальция при температуре 40°C добавляли рассчитанное количество раствора карбоната натрия (Na_2CO_3 , х.ч.) или гидроксида натрия (NaOH , ч.д.а.), в результате чего происходило замещение:



или



Осадок (CaCO_3 или $\text{Ca}(\text{OH})_2$) отделяли филтраты.

Концентрирование и кристаллизация. Филтрат упаривали до появления первых кристаллов, затем охлаждали до комнатной температуры, что обеспечивало выделение ацетата натрия в кристаллической форме.

Сушка и стандартизация. Полученные кристаллы сушили в сушильном шкафу при 100–110 °C до постоянной массы. Продукт хранили в эксикаторе над P_2O_5 или силикагелем.

Аналитический контроль.

Массовая доля основного вещества (CH_3COONa) определялась кислотно-основным титрованием раствора известной концентрации.

Примеси кальция контролировались комплексонометрическим методом с ЭДТА.

Содержание тяжёлых металлов проверялось фотометрически.

Чистота продукта дополнительно оценивалась по показателям pH и отсутствию посторонних ионов в растворе.

Результаты и их обсуждение.

Результаты исследования влияния pH на выход.

Целью серии опытов было определить, как конечный pH на двух контрольных стадиях влияет на материальный выход ацетата натрия при синтезе из карбоната кальция и уксусной кислоты: (i) pH₁ в конце растворения CaCO_3 в уксусной кислоте с образованием ацетата кальция и (ii) pH₂ после стадии замещения кальция карбонатом натрия и перед кристаллизацией ацетата натрия. pH измеряли стеклянным электродом с автоматической температурной компенсацией, поддержание уставок осуществляли капельным дозированием кислоты или раствора Na_2CO_3 при интенсивном перемешивании, чтобы исключить локальные щелочные или кислые зоны.

Таблица 1. Влияние pH на выход и качество ацетата натрия

Стадия процесса	Диапазон pH	Наблюдения	Выход, %	Чистота продукта, %
Растворение CaCO_3 (pH ₁)	5,8–6,3	Избыток уксусной кислоты, остаточная кислотность раствора	78–80	99,3–99,4
	6,6–7,2	Полное растворение, прозрачный раствор ацетата кальция	82–83	99,5–99,6
	7,6–8,2	Образование тонкодисперсного CaCO_3 , снижение фильтруемости	79–80	99,40

Замещение Ca^{2+} (pH ₂)	7,2–7,6	Полное осаждение кальция, крупнокристаллический CaCO_3	82–83	99,5–99,6
	7,6–8,0	Сохраняется высокий выход, но возможны щелочные остатки	81–82	99,4–99,5
	> 8,2	Избыточная щелочность, тонкодисперсный осадок, плохая фильтрация	79–80	99,3–99,4

Наблюдаемые тенденции по pH₁

Область pH₁ 5,8–6,3. Наличие избытка уксусной кислоты приводило к потерям ацетата натрия на последующих стадиях из-за дополнительного расхода Na_2CO_3 на нейтрализацию. При фильтрации фиксировались более высокие проводимость и титруемая кислотность маточного раствора, выход продукта снижался на 2–3 процентных пункта по сравнению с оптимумом.

Область pH₁ 6,6–7,2. Полное растворение CaCO_3 и минимальный остаток свободной кислоты. Формировался прозрачный раствор ацетата кальция, скорость последующей фильтрации высокая, совокупные потери минимальны. В этой зоне регистрировался максимальный выход готового продукта, 82–83 процентов от теоретического при прочих равных условиях.

Область pH₁ 7,6–8,2. Появлялась тенденция к преждевременному образованию тонкодисперсного CaCO_3 в объёме реактора, что ухудшало фильтруемость и увеличивало механические уносы. Выход снижался до 79–80 процентов.

Наблюдаемые тенденции по pH₂

Область pH₂ 7,2–7,6. После добавления Na_2CO_3 происходило полное осаждение кальция в виде фильтруемого CaCO_3 с относительно крупным размером частиц, маточный раствор имел низкую загрязнённость кальцием, кристаллизация ацетата натрия протекала равномерно.

Область pH₂ 7,6–8,0. Сохранялся высокий выход, однако возрастали требования к промывке осадка для исключения соосаждения щелочных примесей; при недостаточной промывке наблюдалось незначительное снижение чистоты по щелочным остаткам.

Область pH₂ выше 8,2. Усиливалось образование тонкодисперсного осадка, возрастала вязкость пульпы, падала скорость фильтрации и увеличивались потери с филтратом. Для варианта замещения с NaOH вместо Na_2CO_3 при pH₂ выше 8 отмечалось образование желеобразного $\text{Ca}(\text{OH})_2$, что резко ухудшало фильтрацию и снижало выход.

Сопоставление влияния pH на выход и чистоту:

Минимальные совокупные потери и максимальный выход достигались при сочетании pH₁ 6,8–7,2 и pH₂ 7,5–7,9. В этих уставках выход по массе стабилизировался на уровне 82,5 процента с отклонением не более 1 процентного пункта между повторами, а содержание кальция в продукте оставалось ниже 0,01 процента.

При pH₁ ниже 6,3 фиксировалась перерасходованная кислота, требовавшая дополнительной нейтрализации, что увеличивало солевой фон и приводило к потерям при промывке кристаллов, суммарно снижая выход на 2–4 процентных пункта. При pH₂ выше 8,2 возрастали механические уносы и потребность в промывке, что уменьшало выход на 2–3 процентных пункта и могло приводить к кратковременному падению чистоты из-за остаточных щелочных ионов.

Таким образом, вблизи нейтральных значений pH оптимизируется баланс протонных форм уксусной кислоты и ацетат-ионов, что уменьшает избыточную

нейтрализацию и снижает ионную силу раствора. Это уменьшает соосаждение посторонних солей и облегчает кристаллизацию ацетата натрия.

При завышенном pH усиливается образование мелкокристаллического карбоната кальция или гидроксида кальция, которые образуют плотные фильтрационные корки и удерживают маточный раствор, повышая унос целевого продукта.

При заниженном pH часть ацетата присутствует в форме уксусной кислоты, что требует дополнительного расхода щёлочи или карбоната на нейтрализацию и увеличивает солевые потери.

Таблица 2. Влияние температурных режимов на выход и чистоту ацетата натрия

Стадия	Температура, °C	Выход, %	Чистота, %	Наблюдения
Растворение CaCO_3	30-35	79-80	99,4-99,5	Медленное растворение, риск остаточного CaCO_3
	40-45	82-83	99,5-99,6	Оптимум растворения, минимум побочных потерь
	50-55	81-82	99,5	Ускорение, но рост пенообразования и уносов CO_2
Замещение Ca^{2+} (Na_2CO_3)	25-30	81-82	99,5-99,6	Более крупный CaCO_3 , хорошая фильтруемость
	35-40	82-83	99,5-99,6	Оптимум осаждения и фильтрации
	45-50	80-81	99,4-99,5	Уменьшение размера частиц, падение скорости фильтрации
Кристаллизация CH_3COONa	20-25	80-81	99,4-99,5	Крупные кристаллы, но часть остаётся в растворе
	10-15	82-83	99,5-99,6	Равномерная кристаллизация, хорошие выход и фильтрация
	0-5	81-82	99,5	Риск захвата маточного раствора (включения)
Сушка	90-95	81-82	99,5-99,6	Дольше до постоянной массы
	100-110	82-83	99,5-99,6	Оптимум по времени и стабильности массы
	>120	81-82	99,4-99,5	Риск частичной деградации/желтения при загрязнении органикой

Таблица 3. Влияние прочих факторов на выход и чистоту

Фактор	Уставка /диапазон	Выход, %	Чистота, %	Комментарий
pH_1 (после растворения CaCO_3)	6,8-7,2 (оптимум)	82-83	99,5-99,6	Минимум солевого фона и потерь
	5,8-6,3	78-80	99,3-99,4	Избыток кислоты, перерасход Na_2CO_3 далее
	7,6-8,2	79-80	99,4	Преждевременный CaCO_3 , унос при фильтрации

pH_2 (после замещения Ca^{2+})	7,5-7,9 (оптимум)	82-83	99,5-99,6	Полное осаждение CaCO_3 , хорошая фильтрация
	>8,2	79-80	99,3-99,4	Тонкодисперсный осадок, падение фильтруемости
Соотношение молей CaCO_3 : CH_3COOH	1:2,00-2,05	82-83	99,5-99,6	Стехиометрия + 0–5% избытка
	1:2,15-2,20	80-81	99,4-99,5	Избыток кислоты → доп. нейтрализация
Выбор щёлочи для замещения	Na_2CO_3 (0,5-1,0 М)	82-83	99,5-99,6	Крупный CaCO_3 , быстрая фильтрация
	NaOH (1,0-2,0 М)	79-81	99,4-99,5	Гелеобразный $\text{Ca}(\text{OH})_2$, медленная фильтрация
Скорость перемешивания	80-120 об/мин	82-83	99,5-99,6	Однородность без воздуха
	>150 об/мин	80-81	99,4-99,5	Избыточная аэрация, уносы и пена
Упаривание перед кристаллизацией	До 1,25-1,35 от насыщения	82-83	99,5-99,6	Нуклеация управляемая
	>1,4 от насыщения	80-81	99,4-99,5	Быстрый рост, включения маточного раствора
Скорость охлаждения	0,2-0,5 °C/мин	82-83	99,5-99,6	Более крупные, чистые кристаллы
	>1 °C/мин	80-81	99,4-99,5	Мелкие кристаллы, труднее фильтрация
Созревание осадка CaCO_3	20-30 мин при 35-40 °C	82-83	99,5-99,6	Агломерация до фильтруемого размера
	<10 мин	80-81	99,4-99,5	Мелкодисперсный осадок
Промывка осадка CaCO_3	2-3 объёма маточного раствора	82-83	99,5-99,6	Стабильная проводимость промывок
	1 объём или менее	80-81	99,4-99,5	Остаточные ионы, потери при повторной фильтрации

Примечания: значения приведены для повторяемых лабораторных опытов при фиксированных дозировках, одинаковой партии реагентов и контроле проводимости/рН. Оптимум процесса достигается при сочетании: температура растворения 40–45 °С, температура замещения 35–40 °С, температура кристаллизации 10–15 °С, рН₁ 6,8–7,2, рН₂ 7,5–7,9, Na₂CO₃ в качестве замещающего реагента, умеренная скорость перемешивания и стандартизованная промывка осадка.

Закключение. В работе предложена и исследована мини-технология получения ацетата натрия высокой чистоты из карбоната кальция (х.ч.) и уксусной кислоты (ч.д.а.). Установлено, что последовательное проведение стадий растворения, фильтрации, замещения кальция карбонатом натрия, концентрирования, кристаллизации и сушки позволяет получить продукт, соответствующий квалификации «химически чистый».

Экспериментально показано, что на выход и качество продукта существенное влияние оказывают

параметры процесса. Оптимальные условия включают: температуру растворения CaCO₃ 40–45 °С, температуру замещения кальция 35–40 °С, температуру кристаллизации 10–15 °С, а также поддержание рН₁ в пределах 6,8–7,2 и рН₂ – 7,5–7,9. При этих параметрах достигается выход 82–83 % от теоретического и чистота продукта на уровне 99,5–99,6 %, содержание кальция не превышает 0,01 %, тяжёлых металлов – 0,002 %.

Разработанная методика не требует сложного оборудования, основана на использовании доступных реагентов и может быть реализована в условиях вузовских и исследовательских лабораторий, а также в полупромышленных установках. Это позволяет локально получать ацетат натрия высокой чистоты для аналитических, биотехнологических и синтетических целей, снижая зависимость от импортных поставок и обеспечивая воспроизводимость экспериментальных исследований.

Литература

1. Dmitri Soloviev, Claire Tamburella. Captive solvent acetate synthesis in GMP conditions. // *Applied Radiation and Isotopes*, Volume 64, Issue 9, 2006. – P. 995–1000.
2. Hua W., Zhang X., Muthoka MJ., Han X. Preparation and Performance Analysis of Modified Sodium Acetate Trihydrate. // *Materials (Basel)*. 2018 Jun 15;11(6):1016.
3. Rajabzadeh M. Determination of sodium acetate concentration by the method of standard additions. // *Journal of Chemical Education*. 2012. Vol. 89, № 9. – P. 1154–1156.
4. Патент CN101139280A (Китай). Sodium acetate anhydrous and preparation method and usage thereof / Song Guilan, Deng Yong; заявитель и патентообладатель Hubei Duorui Pharmaceutical Co., Ltd. – Заявка № CN2007101574446A от 11.10.2007; опублик. 12.03.2008.
5. Патент CN103833543A (Китай). Preparation method of sodium acetate / Qin Hanchao, Su Xuesong, Chen Shu, Li Gang, Lin Licheng; заявитель и патентообладатель Tianjin Kermel Chemical Reagent Co., Ltd. – Заявка № CN201210473961.5A от 21.11.2012; опублик. 04.06.2014.
6. https://en.wikipedia.org/wiki/Sodium_acetate#:~:text=For%20laboratory%20use%2C%20sodium%20acetate,the%20Niacet%20Process%20is%20used.
7. Патент CN102351679A (Китай). Method for producing crystalline sodium acetate with one-step method / Li Jianzhong, Li Huailai; заявитель и патентообладатель Dongying Jinming Industrial Co., Ltd. Заявка № CN2011103032886A от 10.10.2011; опублик. 15.02.2012.

РЕЗЮМЕ. Мақолада калций карбонат (к.ч.) ва сирка кислотасининг (к.д.а.) ўзаро таъсири асосида юкори тозаликдаги натрий ацетат олишининг мини-технологиясини ишлаб чиқиш ва кейинчалик калсийни натрий карбонат билан алмаштириш келтирилган. Жараён параметрларининг (рН, ҳарорат, реагентлар нисбати, аралаштириш тезлиги ва кристалланиш режими) маҳсулот унуми ва тозалигига таъсири ўрганилди. Оптимал шароитлар (рН = 6,8–7,2; рН₂ = 7,5–7,9; эриш ҳарорати 40–45 °С; кристалланиш ҳарорати 10–15 °С) назарийга нисбатан 82–83% унум ва 99,5–99,6% натрий ацетатнинг тозалигини таъминлайди. Охириги маҳсулотда калсий микдори 0,01% дан, оғир металллар 0,002% дан ошмайди. Ишлаб чиқилган методика амалга оширишининг соддалиги, мавжуд реагентлардан фойдаланиш билан ажралиб туради ва олий ўқув юртлари лабораториялари ва илмий-тадқиқот институтлари шароитида жорий этилиши мумкин.

РЕЗЮМЕ. В статье представлена разработка мини-технологии получения ацетата натрия высокой чистоты на основе взаимодействия карбоната кальция (х.ч.) и уксусной кислоты (ч.д.а.) с последующим замещением кальция карбонатом натрия. Исследовано влияние параметров процесса (рН, температура, соотношение реагентов, скорость перемешивания и режим кристаллизации) на выход и чистоту продукта. Установлено, что оптимальные условия (рН₁ = 6,8–7,2; рН₂ = 7,5–7,9; температура растворения 40–45 °С; температура кристаллизации 10–15 °С) обеспечивают выход 82–83 % от теоретического и чистоту ацетата натрия 99,5–99,6 %. Содержание кальция в конечном продукте не превышает 0,01 %, тяжёлых металлов — 0,002 %. Разработанная методика отличается простотой реализации, использованием доступных реагентов и может быть внедрена в условиях вузовских лабораторий и научно-исследовательских институтов.

SUMMARY. The article presents the development of a mini-technology for obtaining high-purity sodium acetate based on the interaction of calcium carbonate (CC) and acetic acid (AC) with subsequent replacement of calcium with sodium carbonate. The influence of process parameters (pH, temperature, reagent ratio, mixing rate, and crystallization mode) on product yield and purity was investigated. It was established that the optimal conditions (pH₁ = 6.8–7.2; pH₂ = 7.5–7.9; melting point 40–45 °С; crystallization point 10–15 °С) provide 82–83% of theoretical yield and 99.5–99.6% sodium acetate purity. The calcium content in the final product does not exceed 0.01%, heavy metals - 0.002%. The developed methodology is distinguished by its ease of implementation, the use of available reagents, and can be implemented in university laboratories and research institutes.