

Лабораторная работа № 1. ПОЛУЧЕНИЕ АММИАЧНОЙ СЕЛИТРЫ

Цель работы: получение нитрата аммония нейтрализацией азотной кислоты и составление материального баланса процесса.

Оборудование и материалы:

1. Колонна синтеза
 2. Колба Вюрца.
 3. Фарфоровая чашка
 4. Песчаная баня
 5. Мерные цилиндры на 50 мл и 10 мл.
 6. Стеклянная палочка.
 7. Колба мерная на 100 мл
 8. Пипетки Мора на 5 и 10 мл
 9. Колба коническая на 250 мл
 10. Бюретка на 25 мл
1. Аммиак, концентрированный раствор
 2. Азотная кислота, концентрированная
 3. Гидроксид натрия (0,1 моль/л).
 4. Формальдегид (20 % водный раствор).
 5. Фенолфталеин (0,1% спиртовой раствор)

Проведение работы:

В колбу Вюрца, присоединенную к отводу (3) колонки (4) с помощью трубки, вливают 50 мл концентрированного раствора аммиака. В капельную воронку (7), закрепленную сверху поглотительной колонки (4) наливают концентрированную азотную кислоту в объеме указанном преподавателем (4–8 мл). Затем начинают нагрев колбы Вюрца и после появления паров аммиака начинают подачу азотной кислоты со скоростью 1–2 капли в секунду регулируя ее краном (6). При этом зажим (2) должен быть закрыт. Нитрат аммония, получающийся в виде белого тумана, конденсируется в жидкость.

После того как добавлен практически весь объем кислоты кран (6) перекрывают и открыв зажим (2) сливают содержимое колонки в стакан и с помощью универсальной индикаторной бумаги проверяют реакцию среды. Содержимое стакана после измерения величины рН переносят в воронку (7) и повторяют процедуру нейтрализации и контроля рН до получения слабощелочной реакции среды.

После окончания нейтрализации раствор нитрата аммония сливают в предварительно взвешенную на теххимических весах сухую фарфоровую чашку, колонку промывают 20 мл дистиллированной воды и промывные воды также переносят в фарфоровую чашку. После охлаждения измеряют объем и плотность раствора аммиака в колбе Вюрца и переносят его в банку с надписью «слив аммиака».

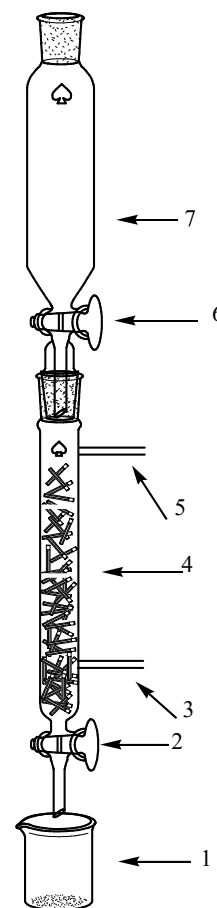
Полученный раствор упаривают на песчаной бане, периодически перемешивая стеклянной палочкой, до появления белого дыма. Чашку охлаждают, взвешивают.

Определение нитрата аммония в аммиачной селитре

Содержание нитрата аммония в полученной аммиачной селитре определяют заместительным титрованием. Метод основан на определении азотной кислоты образующейся в количестве эквивалентом содержанию ионов аммония в анализируемом растворе при добавлении формальдегида:



Навеску полученной аммиачной селитры массой 1,00 г взвешенную на аналитических весах переносят в мерную колбу на 100 мл и растворяют в дистиллированной воде. Отбирают пипеткой 10,0 мл анализируемого раствора в коническую колбу для титрования вмести-



мостью 250 мл, добавляют 5,0 мл нейтрального раствора формальдегида, тщательно перемешивают и оставляют на 1–2 мин, затем добавляют 2–3 капли фенолфталеина и титруют 0,1 моль/л раствором гидроксида натрия до появления бледно-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

По результатам двух параллельных определений рассчитывают массовую долю нитрата аммония в полученной аммиачной селитре.

Оформление результатов

1. Считая, что азотная кислота взята в недостатке рассчитывают теоретическую массу нитрата аммония и фактический выход (в % от теоретического).

2. На основании полученных данных составляют материальный баланс процесса. Статья расхода «потери» складывается из потерь аммиака в процессе нейтрализации, испаренной воды и разложившегося при выпарке нитрата аммония.

ПРИХОД			РАСХОД		
Вещество	г	%	Вещество	г	%
Азотная кислота (конц.)			Аммиачная селитра		
в т.ч. HNO_3			в т.ч. NH_4NO_3		
Аммиак (конц.)			Аммиак (р-р.)		
в т.ч. NH_3			в т.ч. NH_3		
			Потери		
ИТОГО		100	ИТОГО		100

Вопросы для собеседования:

1. Чем отличаются простые и комплексные минеральные удобрения? Приведите примеры простых азотных, калийных и фосфорных удобрений, комплексных удобрений.

2. Предложите пути интенсификации процесса нейтрализации раствора азотной кислоты газообразным аммиаком.

3. Приведите функциональную и операторную схему производства аммиачной селитры.

4. Объясните причину слеживаемости готовой аммиачной селитры. Какие методы борьбы со слеживаемостью используют в производстве?

Приложение 1. Плотность растворов аммиака

плотность г/мл	%	г/л	моль/л
0,9939	1	9,939	0,5836
0,9895	2	19,79	1,162
0,9853	3	29,56	1,736
0,9811	4	39,24	2,304
0,9770	5	48,85	2,868
0,9730	6	58,38	3,428
0,9690	7	67,83	3,983
0,9651	8	77,21	4,534
0,9613	9	86,52	5,080
0,9575	10	95,75	5,622
0,9538	11	104,9	6,160
0,9501	12	114,0	6,694
0,9465	13	123,0	7,222
0,9430	14	132,0	7,751
0,9396	15	140,9	8,273

плотность г/мл	%	г/л	моль/л
0,9362	16	149,8	8,796
0,9328	17	158,6	9,313
0,9295	18	167,3	9,823
0,9262	19	175,8	10,32
0,9229	20	184,6	10,84
0,9196	21	193,1	11,34
0,9164	22	201,6	11,84
0,9132	23	210,0	12,33
0,9101	24	218,4	12,82
0,9070	25	226,8	13,32
0,9040	26	235,0	13,80
0,9010	27	243,3	14,29
0,8980	28	251,4	14,76
0,8950	29	259,6	15,24
0,8920	30	267,6	15,71

Приложение 2. Плотность растворов азотной кислоты

плотность г/мл	%	г/л	моль/л
1,0036	1	10,04	0,1593
1,0091	2	20,18	0,3203
1,0146	3	30,44	0,4831
1,0201	4	40,8	0,6475
1,0256	5	51,28	0,8138
1,0312	6	61,87	0,9819
1,0369	7	72,58	1,152
1,0427	8	83,42	1,324
1,0480	9	94,37	1,498
1,0543	10	105,4	1,673
1,0602	11	116,6	1,850
1,0661	12	127,9	2,03
1,0721	13	139,4	2,212
1,0781	14	150,9	2,395
1,0842	15	162,6	2,58
1,0903	16	174,4	2,768
1,0964	17	186,4	2,958
1,1026	18	198,5	3,150
1,1088	19	210,7	3,343
1,1150	20	223	3,539
1,1213	21	235,5	3,737
1,1276	22	248,1	3,937
1,1340	23	260,8	4,139
1,1404	24	273,7	4,344
1,1469	25	286,7	4,550
1,1534	26	299,9	4,758
1,1600	27	313,2	4,970
1,1666	28	326,6	5,183
1,1733	29	340,3	5,401
1,1800	30	354	5,618
1,1867	31	367,9	5,839
1,1934	32	381,9	6,061
1,2002	33	396,1	6,286
1,2071	34	410,4	6,513
1,2140	35	424,9	6,743
1,2205	36	439,4	6,973
1,2270	37	454	7,205
1,2335	38	468,7	7,438
1,2399	39	483,6	7,675
1,2463	40	498,5	7,911
1,2527	41	513,6	8,151
1,2591	42	528,8	8,392
1,2655	43	544,2	8,635
1,2719	44	559,6	8,881
1,2783	45	575,2	9,128
1,2847	46	591	9,379
1,2911	47	606,8	9,63
1,2975	48	622,8	9,884
1,3040	49	639	10,14
1,3100	50	655	10,39

плотность г/мл	%	г/л	моль/л
1,316	51	671,2	10,65
1,3219	52	687,4	10,91
1,3278	53	703,7	11,17
1,3336	54	720,1	11,43
1,3393	55	736,6	11,69
1,3449	56	753,1	11,95
1,3505	57	769,8	12,22
1,3560	58	786,5	12,48
1,3614	59	803,2	12,75
1,3667	60	820	13,01
1,3719	61	836,9	13,28
1,3769	62	853,7	13,55
1,3818	63	870,5	13,81
1,3866	64	887,4	14,08
1,3913	65	904,3	14,35
1,3959	66	921,3	14,62
1,4004	67	938,3	14,89
1,4048	68	955,3	15,16
1,4091	69	972,3	15,43
1,4134	70	989,4	15,70
1,4176	71	1006	15,96
1,4218	72	1024	16,25
1,4258	73	1041	16,52
1,4298	74	1058	16,79
1,4337	75	1075	17,06
1,4375	76	1093	17,35
1,4413	77	1110	17,62
1,4450	78	1127	17,89
1,4486	79	1144	18,16
1,4521	80	1162	18,44
1,4555	81	1179	18,71
1,4589	82	1196	18,98
1,4622	83	1214	19,27
1,4655	84	1231	19,54
1,4686	85	1248	19,81
1,4716	86	1266	20,09
1,4745	87	1283	20,36
1,4773	88	1300	20,63
1,4800	89	1317	20,9
1,4826	90	1334	21,17
1,4850	91	1351	21,44
1,4873	92	1368	21,71
1,4892	93	1385	21,98
1,4912	94	1402	22,24
1,4932	95	1419	22,52
1,4952	96	1435	22,77
1,4974	97	1452	23,04
1,5008	98	1471	23,34
1,5056	99	1491	23,66
1,5129	100	1513	24,01