

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
«УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ»

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ
«ВИРОБНИЦТВО АМОНІЙ СУЛЬФАТУ»
З ДИСЦИПЛІН «ЗАГАЛЬНА ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ»
І «ТЕХНІКА ТА ТЕХНОЛОГІЯ ГАЛУЗІ»
ДЛЯ СТУДЕНТІВ ВСІХ СПЕЦІАЛЬНОСТЕЙ ТА
ВСІХ ФОРМ НАВЧАННЯ

Затверджено на засіданні
кафедри процеси, апарати та
загальна хімічна технологія
Протокол № 1 від 07.09.2015

Методичні вказівки до лабораторної роботи «Виробництво амоній сульфату» з дисциплін «Загальна хімічна технологія» і «Техніка та технологія галузі» для студентів всіх спеціальностей та всіх форм навчання / Укл.: В.А. Мізін, І.В. Скар. – Д.: ДВНЗ УДХТУ, 2016. – 23 с.

Укладачі: В.А. Мізін
І.В. Скар

Відповідальний за випуск О.В. Кравченко, д-р техн. наук

Вказівки містять теоретичні основи процесу виробництва амоній сульфату в сульфатних дільницях коксохімічних виробництв, опис технологічних схем процесу, експериментальної лабораторної установки. Наведено порядок виконання роботи на лабораторній установці, необхідні методики аналізів та обробки експериментальних даних, вимоги щодо звіту з лабораторної роботи, перелік контрольних запитань та навчальних посібників, які рекомендуються для поглибленого вивчення матеріалу.

Навчальне видання

Методичні вказівки до лабораторної роботи «Виробництво амоній сульфату» з дисциплін «Загальна хімічна технологія» і «Техніка та технологія галузі» для студентів всіх спеціальностей та всіх форм навчання

Укладачі: МІЗІН Віталій Антонович
СКНАР Ірина Володимирівна

Технічний редактор В.П. Синицька
Коректор В.П. Синицька

Підписано до друку 22.08.16. Формат 60×84¹/₁₆. Папір ксерокс. Друк різнограф. Умов. друк. арк. 1,05. Обл.-вид. арк. 1,09. Тираж 100 прим. Зам. № 28. Свідоцтво ДК № 5026 від 16.12.2015

ДВНЗ УДХТУ, 49005, м. Дніпропетровськ, 5, просп. Гагаріна, 8

Редакційно-видавничий комплекс

ЗМІСТ

Вступ	4
1 Теоретичні основи виробництва амоній сульфату із аміаку коксового га- зу.....	5
2 Стисла характеристика промислових технологічних схем	7
3 Мета роботи	9
4 Опис лабораторної установки	9
5 Питання техніки безпеки	10
6 Порядок виконання роботи	11
6.1 Попередні зауваження	11
6.2 Виконання роботи	11
7 Методики аналізів і визначень	12
7.1 Визначення вмісту аміаку в аміачній воді	12
7.2 Визначення густини та вмісту сульфатної кислоти в маточному розчині.....	13
7.3 Визначення вмісту нітрогену в готовому продукті	14
8 Обробка результатів експерименту	15
8.1 Визначення складу готового продукту	15
8.2 Визначення виходу амоній сульфату і ступеня перетворення сировини	16
8.3 Складання матеріального балансу процесу отримання $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	17
8.3.1 Складання прибуткової частини матеріального балансу	18
8.3.2 Складання витратної частини матеріального балансу	19
9 Вимоги до упорядкування звіту	20
10 Перелік питань до захисту лабораторної роботи	21
Список літератури.....	23

ВСТУП

Сучасні, інтенсивні методи ведення сільського господарства потребують використання великої кількості добрив, застосування яких гарантує одержання високих урожаїв і поліпшення якості сільськогосподарської продукції.

За складом залежно від виду поживного елементу добрива поділяються на азотні, фосфорні та калійні.

Азотні добрива поділяються на аміачні, нітратні, аміачно-нітратні та амідні. Аміачні добрива містять нітроген у формі катіона NH_4^+ (амоній сульфат $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), нітратні – в формі аніона NO_3^- (кальцій нітрат $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ або натрій нітрат NaNO_3), аміачно-нітратні – в формі катіона NH_4^+ і аніона NO_3^- (амоній нітрат або аміачна селітра, NH_4NO_3), амідні добрива – в формі групи NH_2 (карбамід $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$). Всі азотні добрива добре розчинні в воді і добре засвоюються рослинами [1, 2, 3].

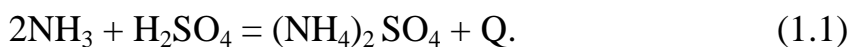
Широке застосування у сільському господарстві знаходить амоній сульфат, який містить 20,8–21,0% нітрогену в переліку на суху речовину. Крім того, амоній сульфат містить близько 24% сульфуру, який у вигляді сульфат-іона потрапляє в ґрунт разом з добривом. Сульфур, який міститься в амоній сульфаті також являється необхідним елементом для багатьох сільськогосподарських культур (буряка, бавовнику, тютюну та ін.) [4, 5].

Амоній сульфат – це кристалічна речовина, кристали якої залежно від умов одержання можуть мати голкоподібну або більш округлу форму. Амоній сульфат найменш гігроскопічний із азотних добрив, мало злежується, внесення його в ґрунт не викликає ускладнень. Це фізіологічно кисле добриво, яке особливо ефективне на лужних ґрунтах (чорноземи, сіроземи, каштанові ґрунти), а також на вапняних підзолистих ґрунтах. Внесення амоній сульфату з фосфорними добривами, в яких фосфор знаходиться в малодоступній формі, посилює рухливість фосфату в цих добривах, що поліпшує його засвоєння рослиною. Він використовується в якості основного добрива під заправку восени або весною, а також під передпосівну культивування та в якості підкормки [4, 6].

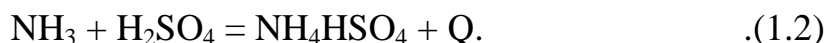
Амоній сульфат отримують на коксохімічних заводах абсорбцією аміаку, який входить до складу коксового газу, сульфатною кислотою. Також, значна кількість амоній сульфату утворюється в якості побічного продукту у виробництві капролактаму [6].

1 ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ВИРОБНИЦТВА АМОНІЙ СУЛЬФАТУ ІЗ АМІАКУ КОКСОВОГО ГАЗУ

Амоній сульфат одержують за реакцією:



Процес нейтралізації аміаку сульфатною кислотою відбувається в два етапи. Спочатку утворюється кисла сіль амоній бісульфат за рівнянням:



За мірою насичення розчину аміаком кисла сіль переходить в середню, тобто в амоній сульфат:



Співвідношення між сульфатом і бісульфатом, які знаходяться в розчині, обумовлюються його кислотністю. При дуже низькій кислотності (1–2%) в розчині превалює сульфат. При збільшенні кислотності розчину (вище 12–15%) середня сіль (сульфат) переходить в кислу (бісульфат), яка володіє кращою розчинністю у воді і слабкому розчині сульфатної кислоти, ніж сульфат і залишається в розчиненому вигляді, тобто при високій кислотності в розчині знаходиться, головним чином, амоній бісульфат. Важливо забезпечити кристалізацію із реакційного розчину середньої солі, не допускаючи виділення кислих солей.

Ефективність всіх цих процесів обумовлюється підтриманням оптимальних температури і кислотності маточного розчину, наявністю центрів кристалізації солі амоній сульфату та інтенсивним перемішуванням розчину [5].

Для одержання крупнокристалічного амоній сульфату, який легше зневоднюється і менше злежуються, порівняно із дрібнокристалічним продуктом, процес необхідно вести при максимально низьких температурах. Проте, в процесі роботи до реакційної зони надходить досить велика кількість води: із сульфатною кислотою, з вологою коксового газу, в результаті промивань комунікацій і продукту. Якщо цю надлишкову воду не виводити – настає так зване обводнювання маточного розчину, що призводить до зупинки процесу. Тому, температура маточного розчину підтримується на рівні 60⁰С, що забезпечує водний баланс шляхом випару надлишкової води [7] і продукт кристалізується із пересиченого розчину.

Домішки, які знаходяться в сульфатній кислоті, особливо ферум сульфат і алюміній сульфат, ускладнюють кристалізацію амоній сульфату. При нейтралізації кислоти осаджуються колоїдні ферум гідроксид і алюміній гідроксид:



які огортають кристали амоній сульфату та гальмують їх зростання. Щоб цього уникнути, кислоту нейтралізують неповністю – в безперервнопрацюючих реакторах підтримують кислу реакцію середовища [2].

Кислотність маточного розчину впливає на зростання і форму кристалів, ступінь уловлювання аміаку. Підвищена кислотність розчину приводить до припинення зростання кристалів, зростанню в'язкості і густини розчину, в результаті чого уповільнюється осідання кристалів амоній сульфату в конусі сатуратора, а розчин, який виводиться в кристалоприймач, не містить крупних кристалів. При кислотності розчину 1–2% утворюються крупні і хороші за формою кристали солі. Однак, при цьому ускладнюється робота солевих насосів, відбувається нарощування кристалів на стінках сатуратора, в щілинах барботажного зонта, що призводить до збільшення опору сатуратора газовому потоку, виносу бризок маточного розчину до уловлювача. Низька кислотність маточного розчину призводить до втрат аміаку.

Кислотність розчину повинна бути постійною і має не перевищувати 4–5%. При наявності ефективного перемішуючого пристрою в ванні сатуратора кислотність розчину підтримують на рівні 3–4% [5].

Нейтралізацію аміаку, який міститься в газі, одержуваному при коксуванні кам'яного вугілля, здійснюють за двома способами: сатураторному та безсатураторному [6].

Найбільше розповсюдження у вітчизняній коксохімічній промисловості набув спосіб одержання амоній сульфату з використанням сатураторів барботажного типу. Суть процесу полягає в тому, що коксовий газ, який містить газоподібний аміак і пари додатково підігрівається після нагнітача і потрапляє із аміачної колони до сатуратора по трубі, яка закінчується барботажним зонтом. Зонт занурений в маточний розчин, який містить сульфатну кислоту. При проходженні (барботуванні) газу через маточний розчин аміак вступає в реакцію взаємодії з сульфатною кислотою і утворює з нею кінцевий продукт – амоній сульфат [5].

В сатураторному способі поглинання аміаку із коксового газу і кристалізація амоній сульфату суміщенні в одному апараті. Це обмежує можливість вибору технологічного режиму, який був би оптимальним одночасно для обох процесів, тобто забезпечував найбільш повне поглинання аміаку та утворення крупнокристалічного амоній сульфату, який легко відокремлюється і відмивається від маточного розчину. В безсатураторних способах, які використовуються на деяких заводах, ці процеси ведуть окремо – поглинання аміаку в скруберах, а кристалізацію амоній сульфату – в кристалізаторах [5].

До недоліків сатураторного способу відносяться малий розмір одержуваних кристалів, які утворюють пил при сушці, великі витрати енергії на подолання гідравлічного опору абсорберів. Цих недоліків позбавлені безсатураторні способи [5].

2 СТИСЛА ХАРАКТЕРИСТИКА ПРОМИСЛОВИХ ТЕХНОЛОГІЧНИХ СХЕМ

На рис. 2.1 показана технологічна схема сульфатної дільниці коксохімічного заводу.

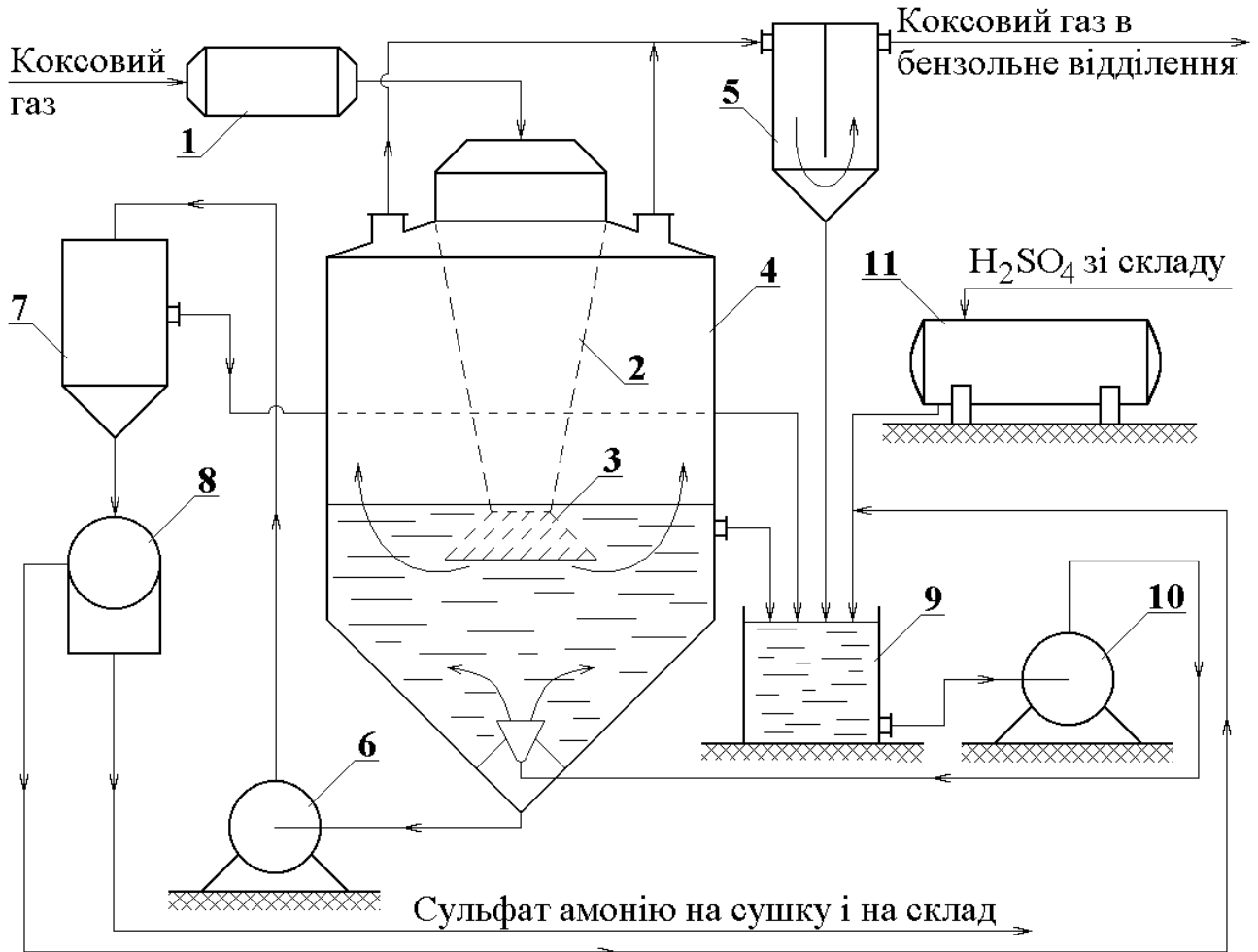


Рис. 2.1. Технологічна схема сульфатної дільниці коксохімічного заводу:

1 – підігрівач коксового газу; 2 – газова труба; 3 – барботажний зонт; 4 – сатуратор; 5 – кислотна пастка; 6, 10 – насоси; 7 – кристалопримач; 8 – центрифуга; 9 – циркуляційна каструля; 11 – напірний бак

Коксовий газ перед надходженням у сатуратор 4 подається в паровий підігрівач 1, де підігрівається глухою парою до температури 50–60⁰С, з метою підтримання водного балансу сатуратора. Далі, проходячи через газову трубу 2 і барботажний зонт 3, коксовий газ барботує через шар маточного розчину, у результаті чого і відбувається реакція взаємодії аміаку коксового газу з кислотою маточного розчину.

Кристали амоній сульфату, які утворилися, осідають у конічну частину сатуратора, а коксовий газ, очищений від аміаку, через кислотну пастку 5

направляється в бензольне відділення для очищення його від бензольних вуглеводнів.

Осілі в конічній частині сатуратора кристали амоній сульфату разом з частиною маточного розчину (у вигляді пульпи) насосом 6 направляються до кристалоприймача 7, де відбувається додаткове відстоювання, після чого збагачена кристалами пульпа направляється на центрифугу 8. Відокремлені кристали амоній сульфату направляються на остаточну сушку, а фугат (маточний розчин) через циркуляційну каструлю 9 повертається в цикл.

Для створення умов, які сприяють зростанню кристалів, маточний розчин, який знаходиться в сатураторі, за допомогою насоса 10 інтенсивно циркулює через циркуляційну каструлю 9. Для підтримки необхідної кислотності маточного розчину (4–5%) з напірного бака 11 в цикл безупинно подається сульфатна кислота.

В наш час на деяких заводах використовується більш прогресивна технологія виробництва амоній сульфату безсатураторним методом.

Принциповою відмінністю цього методу є те, що уловлювання NH_3 здійснюється ненасиченим кислим розчином амоній сульфату у форсунковому абсорбері, а процес кристалізації здійснюється в окремому апараті. Таке рішення дозволяє підвищити ступінь очищення коксового газу від NH_3 і отримувати кристали будь-якого бажаного розміру.

Технологічна схема безсатураторної установки надана на рис. 2.2.

Коксовий газ надходить у нижню частину пустотілого форсункового абсорбера (скрубера) 1, а маточний розчин на форсунки у верхню його частину. Реакція взаємодії кислоти маточного розчину з аміаком коксового газу здійснюється в краплинному режимі. Зі скрубера маточний розчин перетікає в збірник 3, звідкіля відкачується у випарний апарат-кристалізатор 4. З кристалізатора пульпа (кристали з маточним розчином) подається в кристалоприймач 5, а з нього на центрифугу 6. Після центрифуги амоній сульфат надходить на сушку, а фугат (маточний розчин) через збірник 7 повертається в цикл.

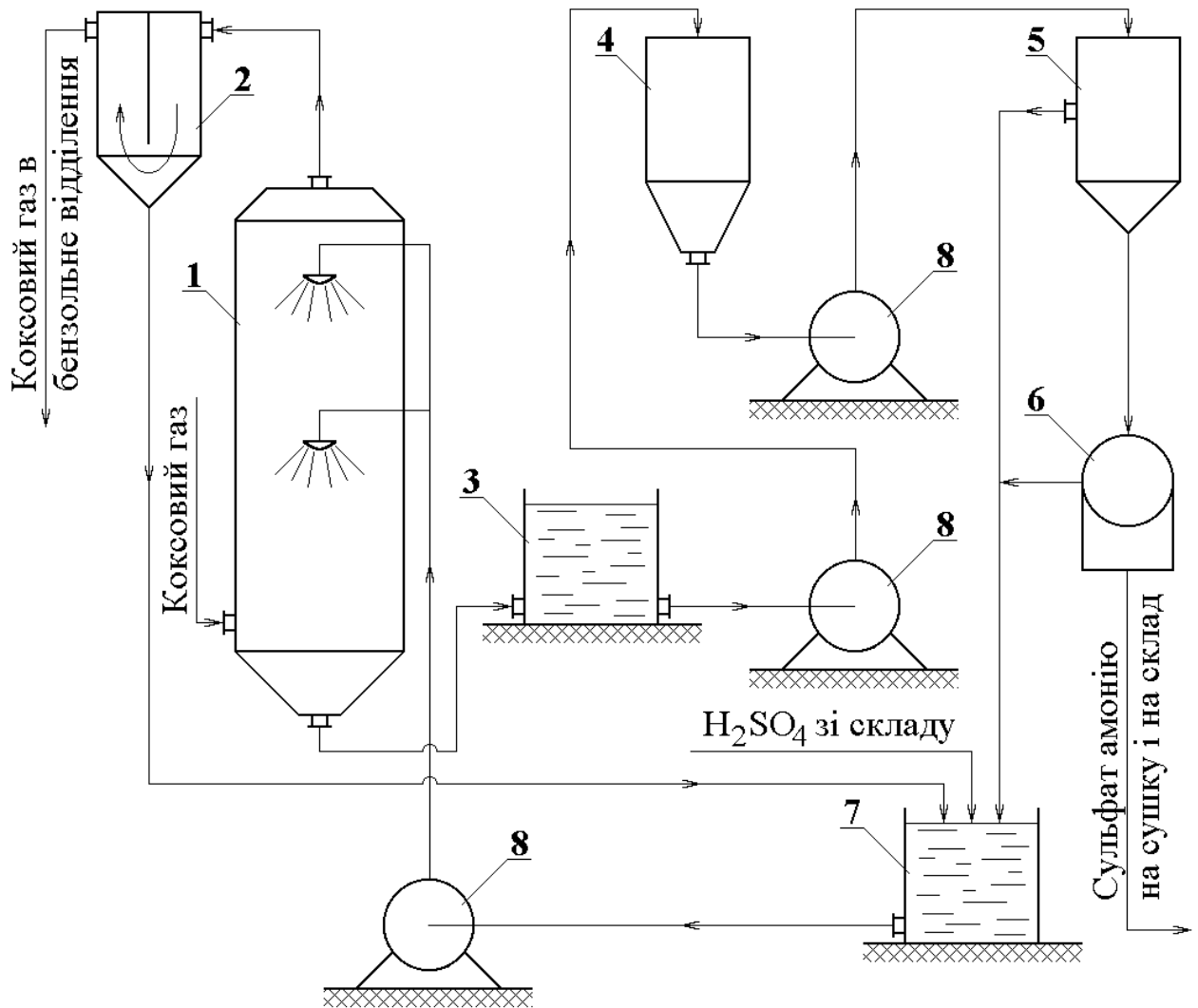


Рис. 2.2. Технологічна схема виробництва амоній сульфату безсатураторним методом: 1 – форсунковий абсорбер; 2 – кислотна пастка; 3, 7 – збірники; 4 – кристалізатор; 5 – кристалоприймач; 6 – центрифуга; 8 – насоси

3 МЕТА РОБОТИ

Моделювання процесу виробництва амоній сульфату на коксохімічних заводах нейтралізацією розчину сульфатної кислоти аміаком. Якісна і кількісна характеристики процесу та отриманого продукту.

4 ОПИС ЛАБОРАТОРНОЇ УСТАНОВКИ

Лабораторна установка для одержання амоній сульфату, що показана на рис. 4.1, складається з нейтралізатора 1, колби з розчином аміаку 2, парової бані 3, нагрівача 4, поглинальної склянки 5 і патрубку вакуумної системи 6.

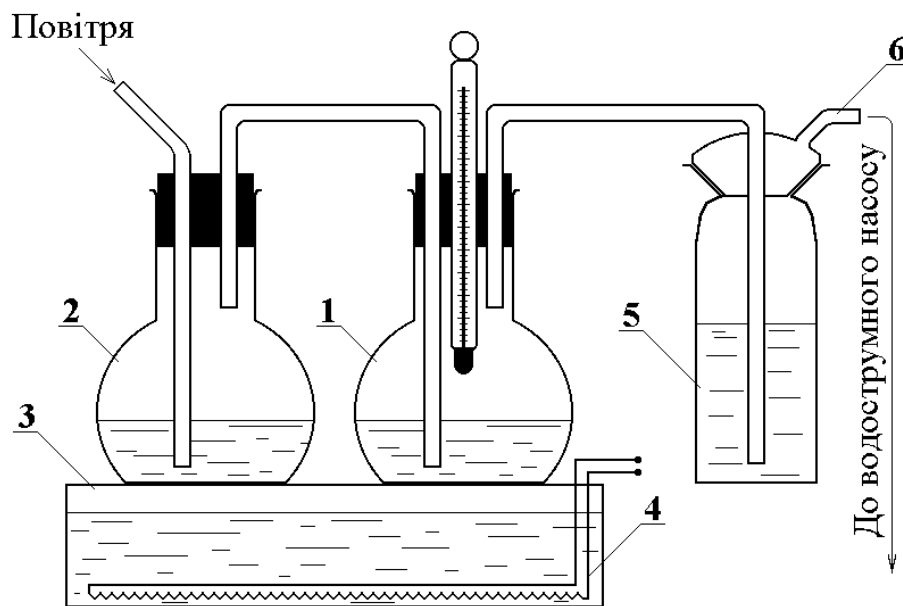


Рис. 4.1. Схема лабораторної установки для одержання амоній сульфату:
 1 – колба-нейтралізатор; 2 – колба з аміачною водою; 3 – парова баня; 4 – нагрівальний елемент; 5 – поглинальна склянка; 6 – патрубок вакуумної системи

Як нейтралізатор 1 застосовують колбу закриту зверху пробкою, в яку вставлені термометр і трубки для підведення і виводу суміші газу і повітря.

Нейтралізацію розчину сульфатної кислоти здійснюють сумішшю аміаку і повітря, що отримують в процесі аспірації повітря за допомогою вакуумної системи через розчин аміаку, залитий у колбу 2 (концентрація аміачної води визначається в процесі виконання лабораторної роботи). З метою підвищення концентрації аміаку в газовій суміші колба 2 може бути розміщена на паровій бані 3. Газ, що виходить з колби-нейтралізатора 1, проходить через поглинальну склянку 5, заповнену розчином сульфатної кислоти для уловлювання аміаку, який не вступив у реакцію.

5 ПИТАННЯ ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ

При виконанні даної роботи забороняється:

- вмикати установку без дозволу викладача;
- вмикати і вимикати парову баню вологими руками;
- залишати без нагляду увімкнуту установку.

Роботи з відкритою аміачною водою виконувати в працюючій витяжній шафі.

Відбір проб різних розчинів на аналіз здійснювати тільки за допомогою піпетки з грушею.

Особливої обережності слід дотримуватися при роботі з сульфатною кислотою. При попаданні сульфатної кислоти на відкриті ділянки шкіри невідкладно промити їх рясним струменем води та обробити содовим розчином.

6 ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

6.1 Попередні зауваження

При виконанні роботи необхідно:

- а) уважно ознайомитися із завданням;
 - б) не захарашувати своє робоче місце сторонніми предметами, що не стосуються виконуваної роботи;
 - в) не відволікатися і не заважати товаришам, не брати нічого з іншого столу – все необхідне для виконання роботи наявне на вашому робочому місці;
 - г) при виникненні будь-яких питань звертатися за роз'ясненням до викладача;
 - д) не здійснювати самостійний запуск установки без перевірки викладачем;
 - е) за закінченням роботи навести порядок на робочому місці.
- Обов'язковим є виконання наведених вище вимог техніки безпеки.

6.2 Виконання роботи

1. Перед початком досліду за допомогою мірного циліндра відміряють 100 мл водного розчину аміаку та заливають в колбу 2. Значення об'єму заносять до табл. 7.2.

2. Готують маточний розчин із вмістом H_2SO_4 приблизно 25%, що відповідає пусковим умовам у заводському процесі. Для цього в фарфоровий стакан ємністю 0,5 л наливають 50 мл насиченого розчину амоній сульфату та обережно, при перемішуванні, додають 18 мл 75%-вої сульфатної кислоти.

3. На аналітичних вагах зважують порожній стаканчик з притертою кришкою. За допомогою піпетки відбирають 5 мл маточного розчину і переносять до стаканчика. Закривають стаканчик кришкою і знову зважують та залишають для подальшого визначення густини і концентрації сульфатної кислоти.

4. За допомогою мірного циліндра визначають об'єм маточного розчину, який залишився в фарфоровому стакані. Результат вимірювання заносять до табл. 7.3.

5. Суміш маточного розчину, яка залишилася після відбору проби, завантажують у нейтралізатор 1, який закріплюють на паровій бані 3.

6. Збирають установку. Дослід ведуть до утворення достатньої кількості осаду амоній сульфату.

7. Під час досліду визначають вміст аміаку в аміачній воді та густину і концентрацію сульфатної кислоти в маточному розчині відібраному в стаканчик з притертою кришкою відповідно п. 4.

Методика визначення вмісту аміаку в аміачній воді описана в п. 7.1. Результати заносять до табл. 7.2.

Методика визначення густини та вмісту сульфатної кислоти в маточному розчині описана в п. 7.2. Результати заносять до табл. 7.3.

8. Після закінчення дослідів отриманий осад $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ відфільтровують на вакуумному фільтрі, переносять на підкладку, в якості якої використовують невеличкий шматок паперу, просушують у сушильній шафі і зважують на технічних вагах. Отримані результати заносять до таблиці 8.1.

9. За закінченням дослідів визначають:

а) об'єм аміачної води; результати заносять до табл. 7.2.

б) об'єм маточного розчину; результати заносять до табл. 7.3.

в) кінцеві концентрації розчинів сульфатної кислоти (фільтрату) та аміачної води.

Методика визначення вмісту аміаку в аміачній воді описана в п. 7.1. Результати заносять до табл. 7.2.

Методика визначення густини та вмісту сульфатної кислоти в маточному розчині описана в пункті 7.2. Результати заносять до табл. 7.3.

г) визначають вміст нітрогену в готовому продукті, його якісний та кількісний склад; методика визначення вмісту нітрогену в готовому продукті описана в п. 7.3; результати заносять до табл. 7.4.

7 МЕТОДИКИ АНАЛІЗІВ І ВИЗНАЧЕНЬ

7.1 Визначення вмісту аміаку в аміачній воді

Визначення вмісту аміаку в аміачній воді виконують двічі – до і після дослідів. За отриманими даними аналізу аміачної води розраховують кількість аміаку, який витрачено під час дослідів.

Спочатку виконують визначення густини аміачної води. Для цього на аналітичних вагах зважують стаканчик з притертою кришкою. За допомогою піпетки відбирають 5 мл розчину аміаку і переносять до стаканчика. Закривають стаканчик кришкою і знову зважують. Розраховують масу наважки, яка дорівнює різниці між масами стаканчика з наважкою і порожнього стаканчика. Густина аміачної води розраховують як відношення маси наважки до її об'єму. Далі, за значенням густини за допомогою даних, наведених у табл. 7.1, визначають концентрацію.

Дані зводять до табл. 7.2.

Таблиця 7.1

Густина водних розчинів аміаку при 20⁰С [8]

ρ , г/см ³	0,994	0,990	0,981	0,973	0,965	0,958	0,950	0,943
C_{NH_3} , %	1	2	4	6	8	10	12	14
ρ , г/см ³	0,936	0,930	0,923	0,916	0,910	0,904	0,898	0,892
C_{NH_3} , %	16	18	20	22	24	26	28	30

Загальну масу аміаку в аміачній воді до і після дослідів обчислюють за формулою:

$$m_{\text{NH}_3} = \frac{V_{\text{ам. вода}} \cdot \rho_{\text{ам. вода}} \cdot C_{\text{NH}_3}}{100}, \text{ г} \quad (7.1)$$

де $V_{\text{ам. вода}}$ – об'єм аміачної води, мл; $\rho_{\text{ам. вода}}$ – її густина, г/см³; C_{NH_3} – вміст NH₃ в аміачній воді, %.

Таблиця 7.2

Визначення маси аміаку в аміачній воді

Показник	До дослідів	Після дослідів
Об'єм аміачної води, взятої для дослідів, мл		
Густина аміачної води, г/см ³		
Вміст NH ₃ в аміачній воді, %		
Загальна маса NH ₃ , г		

Масу аміаку, що власне витратилася на утворення амоній сульфату з урахуванням тієї обставини, що аміак являє собою летку сполуку і не повністю поглинається маточним розчином, розраховувати як різницю між масою NH₃ до і після дослідів не можна. Тому її розраховують з огляду на масу і склад отриманого готового продукту (див. п. 8.2).

7.2 *Визначення густини і вмісту сульфатної кислоти в маточному розчині*

Дане визначення здійснюють двічі – до і після дослідів, а після цього за отриманими даними розраховують кількість сульфатної кислоти, що витратилася на утворення амоній сульфату. Ця кількість вираховується як різниця між загальною масою сульфатної кислоти в маточному розчині до і після дослідів.

В обох випадках розчин відбирають з нейтралізатора у кількості 5 мл за допомогою скляної піпетки та гумової груші і поміщують його в заздалегідь зважений на аналітичних вагах стаканчик з притертою кришкою. Після цього стаканчик знову зважують і наважку змивають невеликою кількістю води у конічну колбу. Пробу додатково розбавляють дистильованою водою і титрують 1 н. розчином лугу в присутності метилоранжу.

Вміст сульфатної кислоти в маточному розчині обчислюють за формулою:

$$C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{V_{\text{луг}} \cdot N_{\text{луг}} \cdot 0,049}{m_{\text{нав.}}} \cdot 100, \% \quad (7.2)$$

де $V_{\text{луг}}$ – об'єм розчину лугу, що витратився на титрування проби маточного розчину; $N_{\text{луг}}$ – нормальність розчину лугу, г-екв/л; $m_{\text{нав.}}$ – наважка проби маточного розчину, г; 0,049 – маса сульфатної кислоти, яка відповідає 1 мл 1 н. розчину лугу, г.

Маса наважки розраховується як різниця між масами стаканчика з наважкою і пустого стаканчика.

Густина маточного розчину розраховується як відношення маси наважки до її об'єму.

Розрахунок загальної маси сульфатної кислоти до і після досліду виконують за формулою аналогічною (7.1), з використанням даних табл. 7.3.

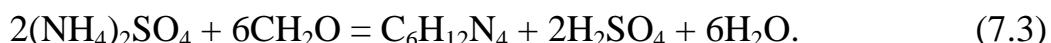
Таблиця 7.3

Визначення маси сульфатної кислоти в маточному розчині

Показник	До досліду	Після досліду
Об'єм маточного розчину, мл		
Маса порожнього стаканчика з притертою пробкою, г		
Маса стаканчика з пробкою (5 мл) маточного розчину, г		
Маса наважки маточного розчину, г		
Густина маточного розчину, г/см ³		
Об'єм 1 н. розчину лугу, що витратився на титрування, мл		
Вміст H ₂ SO ₄ в маточному розчині, %		
Загальна маса сульфатної кислоти, г		
Маса H ₂ SO ₄ , що витратилася на утворення (NH ₄) ₂ SO ₄ (m _{H₂SO₄} ^{реак.}), г		

7.3 Визначення вмісту нітрогену в готовому продукті

Для визначення вмісту нітрогену в готовому продукті виконують реакцію взаємодії амоній сульфату з мурашиним альдегідом:



Кислоту, яка при цьому виділяється, титрують лугом.

Оскільки амоній сульфат може містити деяку кількість сульфатної кислоти, то перед здійсненням реакції (7.3) її необхідно нейтралізувати.

В заздалегідь зважений на аналітичних вагах стаканчик з притертою кришкою відбирають наважку (близько 5 г) отриманого амоній сульфату. Після цього стаканчик знову зважують. Потім через лійку змивають наважку в мірну колбу, об'ємом 250 мл, обполіскують скляну лійку дистильованою водою в ту ж колбу, доводять об'єм водою до мітки і добре перемішують. З приготованого розчину піпеткою відбирають 50 мл, переносять у конічну колбу на 250 мл і додають декілька краплин метилоранжу. У випадку появи червоного забарвлення, яке відповідає кислій реакції розчину, вільну кислоту титрують 0,1 н. розчином лугу (об'єм розчину лугу, який витратився на титрування,

фіксується і використовується для визначення вмісту вільної сульфатної кислоти в готовому продукті). Розчин не виливають.

В іншу конічну колбу відбирають 10 мл 40 %-го формаліну, додають декілька краплин метилоранжу і нейтралізують 0,1 н. розчином лугу до переходу червоного забарвлення у жовте. Об'єм 0,1 н. розчину лугу, який витратився на нейтралізацію, не фіксується і в подальших розрахунках не використовується.

Розчин нейтралізованого формаліну переливають до першої конічної колби, яка містить нейтралізований розчин амоній сульфату, перемішують, додають 7–8 краплин фенолфталеїну і титрують кислоту, яка виділилася за реакцією (7.3), 0,5 н. розчином лугу.

Вміст нітрогену в продукті обчислюють за формулою:

$$C_{N_2} = \frac{V_{\text{луг}} \cdot N_{\text{луг}} \cdot 0,014 \cdot 250}{m_{\text{нав.}} \cdot 50} \cdot 100, \% \quad (7.4)$$

де $V_{\text{луг}}$ – об'єм розчину лугу, який витратився на титрування, мл; $N_{\text{луг}}$ – нормальність розчину лугу, г-екв/л; $m_{\text{нав.}}$ – наважка проби отриманого продукту, г; 0,014 – маса нітрогену, яка відповідає 1 мл 1 н. розчину лугу, г.

Експериментальні і розрахункові дані за складом готового продукту зводять до табл. 7.4.

Таблиця 7.4

Розрахунок складу готового продукту

Маса порожнього стаканчика з притертою кришкою, г	Маса стаканчика з наважкою отриманого продукту, г	Наважка амоній сульфату, г	Об'єм 0,1 н. розчину лугу, який витратився на нейтралізацію вільної кислоти, мл	Об'єм 0,5 н. розчину лугу, який витратився на титрування кислоти, що виділилася, мл	Вміст, %			
					N ₂	(NH ₄) ₂ SO ₄	H ₂ SO ₄	H ₂ O

8 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ЕКСПЕРИМЕНТУ

8.1 Визначення складу готового продукту

Готовий продукт складається з (NH₄)₂SO₄, H₂SO₄ і H₂O. Дві останніх речовини в готовому продукті можуть бути відсутні.

Вміст (NH₄)₂SO₄ в готовому продукті визначають за формулою:

$$C_{(NH_4)_2SO_4} = \frac{V_{\text{луг}} \cdot N_{\text{луг}} \cdot 0,066 \cdot 250}{m_{\text{нав.}} \cdot 50} \cdot 100, \% \quad (8.1)$$

де $V_{\text{луг}}$, $N_{\text{луг}}$ і $m_{\text{нав.}}$ – те ж, що і в формулі (7.4); 0,066 – маса амоній сульфату, яка відповідає 1 мл 1 н. розчину лугу, г.

Вміст сульфатної кислоти в готовому продукті визначають за формулою:

$$C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{V_{\text{луг}} \cdot N_{\text{луг}} \cdot 0,0049 \cdot 250}{m_{\text{нав.}} \cdot 50} \cdot 100, \% \quad (8.2)$$

де $V_{\text{луг}}$ – об'єм розчину лугу, який пішов на нейтралізацію розчину наважки готового продукту; $N_{\text{луг}}$ – нормальність розчину лугу, г-екв/л; $m_{\text{нав.}}$ – те ж, що і в формулі (7.4); 0,0049 – маса сульфатної кислоти, яка відповідає 1 мл 0,1 н. розчину лугу, г.

Вміст води в готовому продукті знаходять за формулою:

$$C_{\text{H}_2\text{O}} = 100 - (C_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4} + C_{\text{H}_2\text{SO}_4}), \% \quad (8.3)$$

Результати розрахунку складу готового продукту заносять до табл. 7.4.

8.2 Визначення виходу амоній сульфату і ступеня перетворення сировини

Теоретичну масу продукту визначають за кількістю сульфатної кислоти, що витратилася на отримання цільового продукту з наступним перерахунком на амоній сульфат з використанням рівняння (1.1) за формулою:

$$m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}} = m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{реак.}} \cdot \frac{M_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}}{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}}, \text{ г} \quad (8.4)$$

де $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{реак.}}$ – маса сульфатної кислоти, яка витратилася на утворення амонію сульфату, г; $M_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}$ і $M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ – молярні маси відповідно амоній сульфату і сульфатної кислоти, г/моль.

Практичну масу продукту визначають безпосереднім зважуванням осадку на технічних вагах. За результатами зважування готового продукту заповнюють табл. 8.1.

Таблиця 8.1

Визначення практичної маси отриманого сульфату амонію

Маса паперової підкладки, г	Маса підкладки з сухим продуктом, г	Практична маса продукту $(m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}}), \text{ г}$	Теоретична маса продукту $(m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}}), \text{ г}$

Після цього визначають відносний вихід амоній сульфату з урахуванням вмісту амоній сульфату у готовому продукті:

$$\Phi_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4} = \frac{m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}}}{m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{теор.}}} \cdot C_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}, \% \quad (8.5)$$

При розрахунку ступеня перетворення сировини використовують дані з табл. 7.2 і 7.3.

Ступінь перетворення сировини визначають для сульфатної кислоти за формулою (8.6), для аміаку за формулою (8.7):

$$X_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{реак.}}}{m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{до досл.}}} \cdot 100, \% \quad (8.6)$$

де $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{до досл.}}$ – загальна маса сульфатної кислоти до дослідів, г.

$$X_{\text{NH}_3} = \frac{m_{\text{NH}_3}^{\text{реак.}}}{m_{\text{NH}_3}^{\text{до досл.}}} \cdot 100, \quad (8.7)$$

де $m_{\text{NH}_3}^{\text{реак.}}$ – маса аміаку, що витратився на утворення амоній сульфату, г;

$m_{\text{NH}_3}^{\text{до досл.}}$ – загальна маса аміаку до дослідів, г.

Масу аміаку, витраченого на утворення амоній сульфату, з огляду на масу і склад отриманого готового продукту розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{NH}_3}^{\text{реак.}} = m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} \cdot \frac{C_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}}{100} \cdot \frac{2 \cdot M_{\text{NH}_3}}{M_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}}, \quad (8.8)$$

де M_{NH_3} – молярна маса аміаку, г/моль.

За даними розрахунку ступеня перетворення заповнюють табл. 8.2.

Таблиця 8.2

Відносний вихід амоній сульфату і ступінь перетворення сировини		
Відносний вихід амоній сульфату, %	Ступінь перетворення сировини, %	
	H ₂ SO ₄	NH ₃

8.3 Складання матеріального балансу процесу отримання (NH₄)₂SO₄

Матеріальний баланс (МБ) складається на основі матеріального розрахунку, як при проектуванні, так і при аналізі роботи підприємства або якоїсь його частини, цеху, установки. Завершенням розрахункової частини роботи є складання МБ лабораторної установки в цілому.

Рівняння матеріального балансу (РМБ) в загальному випадку має такий вигляд:

$$\sum m_{\text{приб.}} = \sum m_{\text{витр.}}, \quad (8.9)$$

де $m_{\text{приб.}}$ і $m_{\text{витр.}}$ – маси прибуткової і витратної частин МБ, відповідно.

Для лабораторної установки РМБ має вигляд:

$$m_{\text{ам.вода}}^{\text{приб.}} + m_{\text{мат.розч.}}^{\text{приб.}} = m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} + m_{\text{ам.вода}}^{\text{витр.}} + m_{\text{мат.розч.}}^{\text{витр.}} + m_{\text{NH}_3}^{\text{втрати}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{втрати}}, \quad (8.10)$$

де $m_{\text{ам.вода}}^{\text{приб.}}$, $m_{\text{мат.розч.}}^{\text{приб.}}$ – маси аміачної води та маточного розчину в прибутковій частині МБ, відповідно; $m_{\text{ам.вода}}^{\text{витр.}}$, $m_{\text{мат.розч.}}^{\text{витр.}}$ – маси аміачної води та маточного розчину у витратній частині МБ, відповідно; $m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}}$ – практична маса отриманого продукту; $m_{\text{NH}_3}^{\text{втрати}}$, $m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{втрати}}$ – втрати з невловленим аміаком і водою, яка випарувалася, відповідно.

Критерієм правильності складання матеріального балансу є однаковість мас його прибуткової і витратної частин.

При складанні матеріального балансу процесу використовуються дані з табл. 7.2–7.4, 8.1.

Матеріальний баланс оформляється в табличній формі (табл. 8.3).

8.3.1 Складання прибуткової частини матеріального балансу

Маса NH_3 в аміачній воді розрахована раніше – див. табл. 7.2.

Масу H_2O в аміачній воді розраховують з використанням даних табл. 7.2 за формулою:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{ам.вода}} = V_{\text{ам.вода}} \cdot \rho_{\text{ам.вода}} - m_{\text{NH}_3}, \quad \Gamma \quad (8.11)$$

де $V_{\text{ам.вода}}$ та $\rho_{\text{ам.вода}}$ – те ж, що і в формулі (7.1); m_{NH_3} – маса NH_3 в аміачній воді до дослідів, г.

Маса H_2SO_4 в маточному розчині розрахована раніше – див. табл. 7.3.

Масу $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ в маточному розчині розраховують з використанням даних табл. 7.3 за формулою:

$$m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{мат.розч.}} = V_{\text{нас.розч.}} \cdot \rho_{\text{нас.розч.}} \cdot C_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{нас.розч.}}, \quad \Gamma \quad (8.12)$$

де $V_{\text{нас.розч.}}$ – об'єм насиченого розчину амоній сульфату, з якого готується маточний розчин (50 мл); $\rho_{\text{нас.розч.}}$ – його густина при 20°C ($1,251 \text{ г/см}^3$); $C_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{нас.розч.}}$ – масова частка амоній сульфату в його насиченому розчині при 20°C (0,430).

Масу H_2O в маточному розчині розраховують з використанням даних табл. 7.3 за формулою:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{мат.розч.}} = V_{\text{мат.розч.}} \cdot \rho_{\text{мат.розч.}} - \left(m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{до досл.}} + m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{мат.розч.}} \right), \quad \Gamma \quad (8.13)$$

де $V_{\text{мат.розч.}}$ – об'єм маточного розчину до дослідів, мл; $\rho_{\text{мат.розч.}}$ – його густина, г/см^3 .

8.3.2 Складання витратної частини матеріального балансу

Масу $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ в готовому продукті розраховують з використання даних табл. 7.4 і 8.1 за формулою:

$$m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{прод.}} = \frac{m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} \cdot C_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}}{100}, \text{ Г.} \quad (8.14)$$

Маси H_2SO_4 і H_2O в готовому продукті розраховують аналогічно формулі (8.14) з використанням відповідних даних з табл. 7.4.

Кількісний склад аміачної води після досліду розраховують аналогічно складу до досліду (див. пункт 8.3.1) з використанням відповідних даних табл. 7.2.

Маса H_2SO_4 в маточному розчині розрахована раніше – див. табл. 7.3.

Масу $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ в маточному розчині розраховують з використанням даних табл. 7.3 за формулою:

$$m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{мат. розч.}} = \left(V_{\text{мат. розч.}} \cdot \rho_{\text{мат. розч.}} - m_{\text{H}_2\text{SO}_4}^{\text{після досл.}} \right) \cdot C_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{нас. розч.}}, \text{ Г} \quad (8.15)$$

де $V_{\text{мат. розч.}}$ – об'єм маточного розчину після досліду, мл; $\rho_{\text{мат. розч.}}$ – його густина, г/см^3 ; $C_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{нас. розч.}}$ – те ж саме, що і в формулі (8.12).

Масу H_2O в маточному розчині після досліду розраховують аналогічно формулі (8.13) з використанням відповідних даних з табл. 7.3.

Масу NH_3 , що не поглинувся маточним розчином, розраховують за формулою:

$$m_{\text{NH}_3}^{\text{втрати}} = m_{\text{NH}_3}^{\text{до досл.}} - \left(m_{\text{NH}_3}^{\text{реак.}} + m_{\text{NH}_3}^{\text{після досл.}} \right), \text{ Г} \quad (8.16)$$

де $m_{\text{NH}_3}^{\text{після досл.}}$ – маса NH_3 в аміачній воді після досліду, г.

Масу H_2O , яка випарувалася під час виконання досліду, визначають з використанням попередньо розрахованих статей матеріального балансу за формулою:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{втрати}} = m_{\text{приб.}} - \left(m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}^{\text{практ.}} + m_{\text{ам. вода}}^{\text{випр.}} + m_{\text{мат. розч.}}^{\text{випр.}} + m_{\text{NH}_3}^{\text{втрати}} \right), \text{ Г} \quad (8.17)$$

де $m_{\text{приб.}}$ – загальна маса прибутку, г; $m_{\text{ам. вода}}^{\text{випр.}}$ та $m_{\text{мат. розч.}}^{\text{випр.}}$ – маси відповідно аміачної води та маточного розчину у витратній частині матеріального балансу.

Таблиця 8.3

Матеріальний баланс процесу отримання $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

ПРИБУТОК			ВИТРАТИ		
Статті прибутку	г	%	Статті витрат	г	%
Аміачна вода:			Готовий продукт:		
NH_3			$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		
H_2O			H_2SO_4		
Разом:			H_2O		
Маточний розчин:			Разом:		
H_2SO_4			Аміачна вода:		
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$			NH_3		
H_2O			H_2O		
Разом:			Разом:		
			Маточний розчин:		
			H_2SO_4		
			$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		
			H_2O		
			Разом:		
			Втрати з невловленим NH_3		
			Втрати з H_2O , що випарувалася		
Всього:			Всього:		

9 ВИМОГИ ДО УПОРЯДКУВАННЯ ЗВІТУ

Звіт про роботу має бути оформлений у вигляді робочого конспекту або написаний згідно з наведеним планом. Звіт повинен бути написаний охайно і грамотно, містити дані усіх вимірів, розрахунки, схему лабораторної установки.

Рекомендований план звіту:

- мета роботи;
- стисле викладення теоретичних основ отримання амоній сульфату нейтралізацією розчину сульфатної кислоти аміаком;
- стислий опис лабораторної експериментальної установки;
- порядок виконання роботи;
- методики і результати аналізів (визначення вмісту аміаку в аміачній воді; сульфатної кислоти в маточному розчині; нітрогену, амоній сульфату і сульфатної кислоти в готовому продукті);
- розрахунки з роботи (визначення складу готового продукту, виходу амоній сульфату, ступеня перетворення сировини та ін.);
- усі експериментальні дані і результати розрахунків потрібно оформляти у вигляді відповідних таблиць;
- матеріальний баланс процесу одержання амоній сульфату;
- висновки з роботи.

10 ПЕРЕЛІК ПИТАНЬ ДО ЗАХИСТУ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

1. Наведіть класифікацію мінеральних добрив за різними ознаками.
2. Властивості амоній сульфату, область його застосування.
3. Основні вимоги до товарного амоній сульфату та їх обґрунтування.
4. Амоній сульфат є «фізіологічно кислим» добривом. Обґрунтуйте це твердження з точки зору хіміка.
5. Амоній сульфат є найменш гігроскопічним азотним добривом. Що це означає?
6. Чому при виробництві амоній сульфату прагнуть отримувати крупнокристалічний продукт?
7. Які хімічні сполуки можуть входити до складу товарного амоній сульфату?
8. Чому при виробництві амоній сульфату прагнуть, щоб продукт не вміщував амоній бісульфат $(\text{NH}_4)\text{HSO}_4$?
9. Назвіть основні способи виробництва амоній сульфату.
10. Сировина для виробництва амоній сульфату.
11. Чому амоній сульфат отримують з коксового газу?
12. Хімічна схема виробництва амоній сульфату.
13. Технологічна схема виробництва амоній сульфату сатураторним методом.
14. Які основні елементи включає технологічна схема виробництва амоній сульфату сатураторним методом?
15. В чому полягає суть сатураторного способу отримання амоній сульфату?
16. З якої причини у сатураторі при виробництві амоній сульфату підтримують температуру на рівні 60°C ?
17. З якої причини коксовий газ перед подачею в сатуратор нагрівають у паровому підігрівачі до температури $50\text{--}60^\circ\text{C}$?
18. З якої причини в сатуратор безперервно подають розчин сульфатної кислоти?
19. З якої причини маточний розчин амоній сульфату повертають у сатуратор після відділення кристалів солі?
20. За рахунок яких процесів у сатуратор при виробництві амоній сульфату постійно надходить вода?
21. Чому при обводнюванні маточного розчину амоній сульфату процес виробництва зупиняється?
22. Яке призначення має апарат кислотної пастки у виробництві амоній сульфату.
23. Технологічна схема виробництва амоній сульфату безсатураторним методом.
24. Які основні елементи включає технологічна схема виробництва амоній сульфату безсатураторним методом?

25. Чим безсатураторний спосіб отримання амоній сульфату відрізняється від сатураторного способу?

26. В лабораторній колбі-нейтралізаторі сульфатна кислота реагувала з парами аміаку. Навіщо в склад маточного розчину входив насичений розчин амоній сульфату?

27. Охарактеризуйте розглядалий ХТП за характером хімічного перетворення.

28. Охарактеризуйте розглядалий ХТП за характером фазового стану реагентів.

29. Надайте визначення виходу продукту Φ_R (наведіть приклад з лабораторної роботи).

30. Надайте визначення ступеня перетворення вихідної сировини X_A (наведіть приклад з лабораторної роботи).

31. Надайте визначення видатковому коефіцієнту ХТП (наведіть приклади з лабораторної роботи).

32. Вкажіть правильне формулювання принципу Ле Шательє.

33. Як впливає зміна температури на рівноважний ступінь перетворення сировини?

34. Як впливає зміна тиску на рівноважний ступінь перетворення сировини?

35. Як впливає зміна концентрації реагентів в зоні реакції на рівноважний ступінь перетворення сировини?

36. Як впливає зміна концентрації продукту реакції в зоні реакції на рівноважний ступінь перетворення сировини?

37. В чому полягає принцип складання матеріального балансу процесу хімічного перетворення?

38. Чи може ступінь перетворення аміаку в розгляданому процесі досягати значення 1? Обґрунтуйте свою відповідь.

39. Підігрівання коксового газу у виробництві амоній сульфату веде до зменшення хемосорбції NH_3 маточним розчином. Навіщо підігрівають коксовий газ?

40. Порівняйте між собою три азотних добрива – амоній сульфат $((NH_4)_2SO_4)$, амоній нітрат (NH_4NO_3) та карбамід $(CO(NH_2)_2)$.

41. Розчинність амоній сульфату при $20^{\circ}C$ дорівнює 43,0, а при $60^{\circ}C$ 46,6 г солі в 100 г розчину. Підрахуйте масу осадку, що випаде при охолодженні насиченого розчину цієї солі з 60 до $20^{\circ}C$.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Яворський В.Т., Перекупко Т.В., Знак З.О., Савчук Л. В. Загальна хімічна технологія. – Львів: Львівська політехніка, 2009. – 552 с.
2. Позин М.Е. Технология минеральных удобрений. – Л.: Химия, 1989. – 352 с.
3. Кузнецов Д.А., Фурмер И.Э. Общая химическая технология. – М.: Высш. шк., 1977. – 336 с.
4. Лазорин Е. Я., Стеценко С. Н. Сульфат амония. – М.: Металлургия, 1973. – 288 с.
5. Лейбович Р.Е., Яковлева Е.И., Филатова А.Б. Технология коксохимического производства. – М.: Металлургия, 1982. – 360 с.
6. Соколовский А.А., Яшке Е.В. Технология минеральных удобрений и кислот. – М.: Химия, 1971. – 456 с.
7. Классен П.В., Гришаев И.Г. Основные процессы технологии минеральных удобрений. – М.: Химия, 1990. – 302 с.
8. Методи розрахунків у технології неорганічних виробництв. Ч. 1. Зв'язаний азот / За ред. Лобойко О.Я. і Товаржнянського Л.Л. – Харків: Вид-во НТУ “ХПІ”, 2001. – 512 с.

