

АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ЖИДКОГО АММИАКА

Филипкина А. Е., студентка гр. ТХт-201, 4 курс

Научный руководитель: Буланова Т. В., к.х.н., доцент каф.ХТНВиН
ФГБОУ ВО «Кузбасский государственный технический университет им. Т. Ф.
Горбачева»
г. Кемерово

Аммиак жидкий технический — бесцветная прозрачная жидкость, относится к трудногорючим веществам.

В зависимости от назначения сжиженный безводный аммиак выпускают трех марок:

А – для производства азотной кислоты, для азотирования, в качестве хладагента, для создания защитных атмосфер;

Ак – для поставок на экспорт и для транспортирования по магистральному аммиакопроводу для переработки на удобрения и для использования в сельском хозяйстве в качестве азотного удобрения;

Б – для переработки на удобрения и для использования в сельском хозяйстве в качестве азотного удобрения [1].

По физико-химическим показателям сжиженный безводный аммиак должен соответствовать нормам, указанным в ГОСТ 6221-90 «Аммиак безводный сжиженный. Технические условия».

Цель: проведение аналитического контроля качества жидкого аммиака марок А и Б.

Задачи:

- Изучить требования к физико-химическим показателям жидкого аммиака по ГОСТ 6221-90;
- Провести анализы массовой доли аммиака, массовой доли воды (по остатку после испарения), массовой концентрации масла в марках А и Б жидкого аммиака;
- Провести аналитический контроль полученных результатов.

Объемный метод основан на визуальном определении объема остатка после испарения пробы жидкого аммиака, содержащегося в градуированной узкой части пробоотборника [2].

В пробоотборники отобрали по 200 см³ сжиженного аммиака по 2 параллели марок А и Б. Выдержали 2 часа пробоотборники в вытяжном шкафу при комнатной температуре (24°C). По градуированной части пробоотборников определили, сколько воды осталось.

В пробах марки А менее 0,5 см³, в пробах марки Б в обеих параллелях – 0,5 см³.

Массовую долю воды (Х) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V * K * 0,890 * 0,684 * 100}{V_1 * 0,682}$$

где V – объем остатка после испарения, см^3 ;

K – коэффициент испарения, при $t_{\text{ам}} = -32^\circ\text{C}$ $K=0,96$;

0,890 – плотность остатка после испарения аммиака, $\text{г}/\text{см}^3$;

0,684 – массовая доля воды в остатке после испарения;

V_1 – объем пробы жидкого аммиака, см^3 ;

0,682 – плотность жидкого аммиака, $\text{г}/\text{см}^3$.

После преобразований при объеме пробы аммиака 200 см^3 формула примет вид:

$$X = 0,446 * V * K$$

$$X_{B_{1,2}} = 0,446 * 0,5 * 0,96 = 0,21\%$$

Следовательно в пробах жидкого аммиака марки А процентное содержание воды менее 0,21%.

Результаты входят в нормы, указанные в ГОСТ 6221-90.

Массовая доля аммиака ($X_{\text{ам}}$) вычисляется по разности 100%-ого содержания компонентов в пробе и массовой доли воды, высчитанной ранее.

$$X_{\text{ам}} = 100 - 0,21 = 99,79\%$$

Т.е. в пробах жидкого аммиака марки А массовая доля аммиака составляет более 99,79%, а в пробах аммиака марки Б массовая доля аммиака – 99,79%, что соответствует нормам.

После испарения аммиака пробоотборники промыли тремя порциями растворителя (циклогексана) по 10 см^3 и через стеклянный фильтр все промывные порции слили в стаканы. Растворитель испарили из стаканов на песчаной бане в вытяжке.

Одновременно приготовили контрольную пробу, испаряя 40 см^3 растворителя и растворяя остаток в 10 см^3 циклогексана.

Для проведения анализа в стаканы налили по 10 см^3 растворителя и тщательно обмыли стенки стаканов. Затем кюветы заполнили пробами из стаканов.

Измерили оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны $X = 259 \text{ нм}$ в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к кювете с контрольной пробой.

$$D_{A1}=0,005$$

$$D_{B1}=0,018$$

$$D_{A2}=0,007$$

$$D_{B2}=0,017$$

Массовую концентрацию масла (X_1) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{D * V_1 * K}{K_1 * V_2 * S}$$

где D – оптическая плотность анализируемого раствора;

V_1 – объем растворителя, добавляемого в стакан, см^3 ;

K – коэффициент испарения, $K=0,96$;

K_1 – градуировочный коэффициент, $\text{см}^3/\text{мг} * \text{мм}$, рассчитываемый по формуле

$$K_1 = \frac{D}{X * S} = \frac{0,289}{0,91 * 10} = 0,032$$

V_2 – объем испарившегося аммиака, дм³;
 S – толщина кюветы, мм.

При толщине кюветы $S = 10$ мм, объеме испарившегося аммиака $V_2 = 0,2$ дм³ и объеме растворителя $V_1 = 10$ см³ формула примет следующий вид

$$X_1 = 5 * \frac{D * K}{K_1}$$

$$X_{A1} = 5 * \frac{0,005 * 0,96}{0,032} = 0,75 \text{ мг/дм}^3$$

$$X_{A2} = 5 * \frac{0,007 * 0,96}{0,032} = 1,05 \text{ мг/дм}^3$$

$$X = \frac{X_{A1} + X_{A2}}{2} = \frac{0,75 + 1,05}{2} = 1,8 \text{ мг/дм}^3$$

$$X_{B1} = 5 * \frac{0,018 * 0,96}{0,032} = 2,7 \text{ мг/дм}^3$$

$$X_{B2} = 5 * \frac{0,017 * 0,96}{0,032} = 2,55 \text{ мг/дм}^3$$

$$X = \frac{X_{B1} + X_{B2}}{2} = \frac{2,7 + 2,55}{2} = 2,63 \text{ мг/дм}^3$$

Результаты не превышают нормы, указанные в ГОСТ 6221-90.

Список литературы:

1. ГОСТ 6221-90. Аммиак безводный сжиженный. Технические условия: межгосударственный стандарт: издание официальное: Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации от 06.06.2008: дата введения 01.01.91: замен гост 6221-82. кроме нп. 4.4-4.9, приложений 1, 2 / разработан и внесен Министерством по производству минеральных удобрений СССР. – Москва: Стандартинформ, 2011. – 27 с. – (Межгосударственный стандарт). – Текст: непосредственный.
2. ГОСТ 28326.1-89. Аммиак жидкий технический. Методы анализа: национальные стандарты: издание официальное: утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.11.89: дата введения 01.07.90: замен гост 6221-82 в части п. 4.4, приложения 1 / разработан и внесен Министерством по производству минеральных удобрений СССР. – Москва: Стандартинформ, 2006. – 8 с. – (Межгосударственный стандарт). – Текст: непосредственный.
3. ГОСТ 28326.4-89. Аммиак жидкий технический. Спектрофотометрический метод определения массовой концентрации масла: межгосударственный стандарт: издание официальное: утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.11.89: дата введения 01.07.90: замен гост 6221-82 в части приложения 2 / разработан и внесен Министерством по производству минеральных удобрений СССР. – Москва: Стандартинформ, 2006. – 4 с. – (Межгосударственный стандарт). – Текст: непосредственный.