

УДК 661.525

ПРОВЕРКА КАЧЕСТВА АММИАЧНОЙ СЕЛИТРЫ

Суровая В.Э., Белоусова К.О.

Кузбасский государственный технический университет
имени Т.Ф. Горбачева

Проверка качества аммиачной селитры нужна для поддержания конкурентоспособности изготавливаемой продукции, которая должна удовлетворять требованиям, прописанным в соответствующих нормативно-технических документах. В этом случае для достижения заданных требований химическая лаборатория контролирует все этапы производства продукции [1, 2].

Качество – совокупность свойств и характеристик продукта, определяющая способность продукта удовлетворять тем или иным подразумеваемым нуждам. Для достижения и контролирования требуемого качества, прописанного в нормативно-технических документах, проводят большое количество запланированных мероприятий. Под контролем качества понимается все технические и организационные средства, используемые для достижения требований качества [2].

Для исключения факторов, способные повлиять на достоверность результатов количественного химического анализа проводят внутренний контроль. Он подразделяется на внутрилабораторный, предупредительный контроль, внутренние аудиты и анализ со стороны руководства. Внутрилабораторный контроль – это комплекс мероприятий, которые лаборатория выполняет самостоятельно, с целью обеспечения качества деятельности лаборатории [3].

Одним из самых распространенных удобрений является аммиачная селитра, выпускаемая двух марок А и Б. Она должна соответствовать определенным нормам и критериям, прописанные в ГОСТ 2-2013.

Для контроля содержания и поддержки нитрата аммония лаборатория проводит анализы, а после проводит математическую обработку для оценки достоверности проведенных испытаний.

Для проверки правильности проведения испытаний на определение нитрата аммония в концентрированном растворе аммиачной селитры для горных работ, а также в готовом продукте аммиачной селитры марки Б для сельского хозяйства выполнена серия анализов для построения контрольных карт Шухарта для контроля точности, повторяемости и ВЛП с применением метода варьирования навесок в относительных величинах.

Контрольные карты – визуальные средства контроля протекания процесса, его изменения. Позволяют рассчитать показатели качества результатов анализа, сравнить со значениями, указанные в документах на методику, а также установить новые значения показателей качества.

Для контроля повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и точности в основном применяют карты Шухарта, где полученные результаты контрольных процедур сопоставляют с установленными нормативами контроля: пределами действия и пределами предупреждения [4].

Метод определения нитрата аммония в концентрированном растворе аммиачной селитры основан на титриметрическом определении массовой доли нитрата аммония в раствор аммиачной селитры формальдегидным методом.

Для приготовления раствора для анализа в мерную колбу на 500 см³ количественно вносили 4,00-5,00 г пробы, наливали около 300 см³ дистиллированной воды, растворяли пробу аммиачной селитры и доводили водой до метки.

В коническую колбу на 250 см³ вносили пипеткой 25 см³ вышеприготовленный раствор, добавляли 4 капли смешанного индикатора метилового красного и метиленового голубого, раствор приобретал зеленую окраску. Однако, в случае если раствор окрашивался в розовой, нейтрализовали щелочью до зеленой, добавляли после 25 см³ 25 % раствора формалина, нейтрализованного гидроксидом натрия, 3 капли фенолфталеина и титровали 0,1 моль/дм³ раствором гидроксида натрия до перехода от розового-фиолетового через зеленую в слабо-фиолетовую окраску.

В лаборатории по управлению качества получения аммиачной селитры данная методика обеспечивает получение результатов измерений с точностью, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности при P=0,95

Диапазон измерений массовой доли нитрата аммония, %	Показатель повторяемости (n=2 и P=0,95), r, %	Показатель воспроизводимости (n=2 и P=0,95), R, %	Показатель точности, ±δ, %
От 80 до 100 вкл.	1,38	2,77	1,40

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных испытаний.

В концентрированном растворе аммиачной селитры марки III содержание нитрата аммония NH₄NO₃ составляет от 84 до 90 %. Для контроля провели три параллельных испытаний, и сравнили среднее арифметическое с нормативами.

По расчетным данным, построена карта Шухарта для контроля внутрилабораторной прецизионности (рис. 1) и точности (рис. 2).

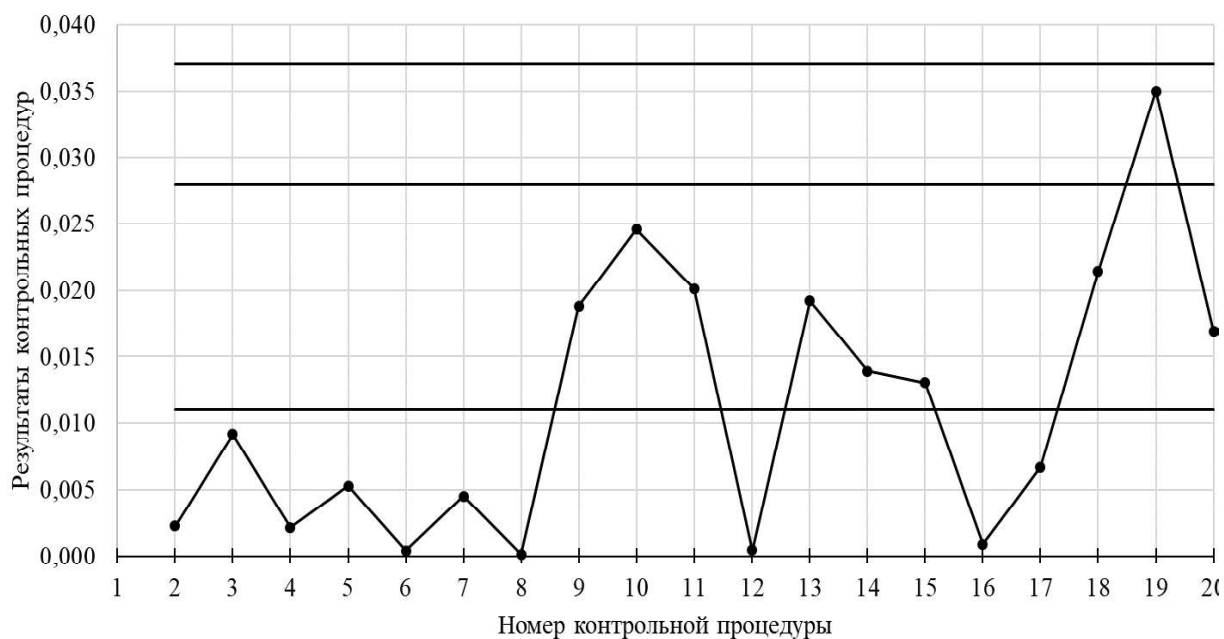


Рис. 1. Контроль внутрилабораторной прецизионности с использованием метода варьирования навесок (в относительных величинах).

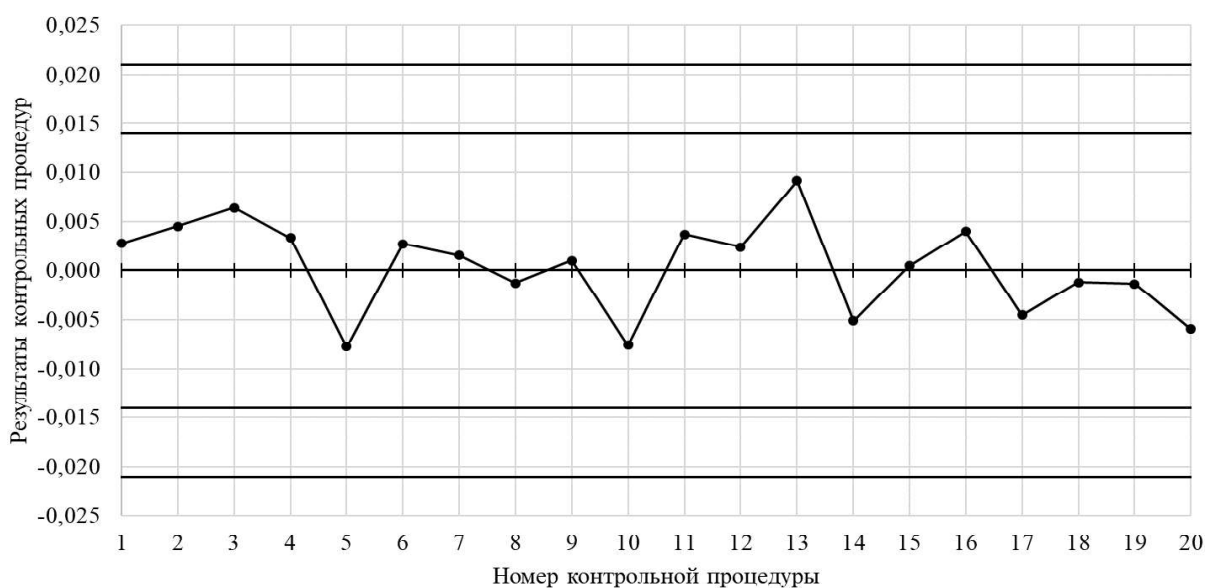


Рис. 2. Контроль точности измерений с использованием метода варьирования навесок (в относительных величинах).

Контроль приемлемости результатов определения нитрата аммония в концентрированном растворе аммиачной селитры в условиях повторяемости проводят по формуле: $|C1 - C2| \leq r \times \bar{C} \times 0,01$,

где $C1$ и $C2$ – результаты единичного определения массовой доли нитрата аммония, полученные в условиях повторяемости, %;

r – предел повторяемости, равный $r = 1,38$ для данной методики, %;

$\bar{C}$ – среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой доли нитрата аммония, %.

График соответствия содержания нитрата аммония для марки III представлен на рисунке 3.

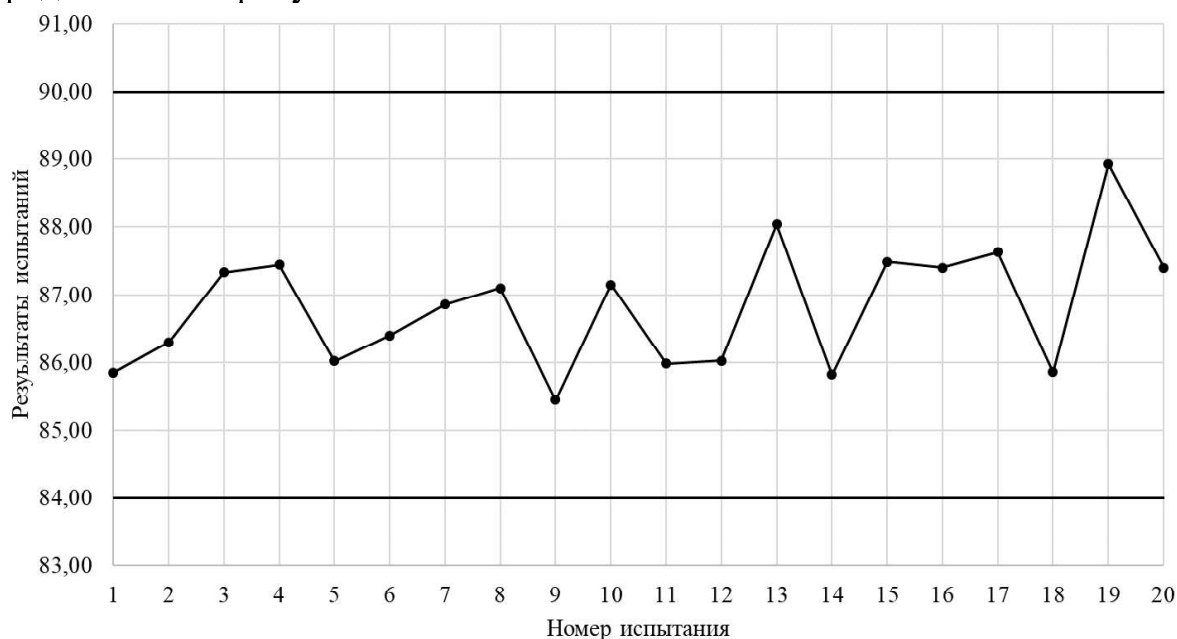


Рис. 3. Приемлемость содержания нитрата аммония в концентрированном растворе аммиачной селитры марки III.

На основе полученных данных расчетов контрольных карт Шухарта контроля внутрилабораторной прецизионности и точности согласно рисункам 1 и 2 методика работает и не требует корректировки. Результаты удовлетворяют абсолютному расхождению, что свидетельствует о достаточно качественном выполнении анализа. Также согласно рисунку 3 выявлено, что содержание нитрата аммония соответствует заданным нормам.

Список литературы

1. Беляева О.В., Голубева Н.С., Тимошук И.В. Аналитическая химия. Химические методы анализа. – Кемерово: КемГУ, 2020. – 175 с.
2. Пикула Н.П. Метрологическое обеспечение и контроль качества химического анализа. – Томск: ТПУ, 2012. – 216 с.
3. Суровая В.Э., Черкасова Е.В. Контроль качества материалов в химической технологии. – Кемерово: КузГТУ, 2021. – 103 с.
4. Нуцулханова Т.М. Контроль качества результатов измерений количественного химического анализа. – Москва: РТУ МИРЭА, 2021. – 102 с.