

Учреждение образования
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ»

ТЕХНОЛОГИЯ КАЛИЙНЫХ УДОБРЕНИЙ

**Лабораторные работы по одноименному курсу
для студентов IV курса специальности 1-48 01 01
«Химическая технология производства
и переработки неорганических материалов»**

Минск 2005

УДК 661.832.631.8
ББК 35.32

С 59

Рассмотрены и рекомендованы редакционно-издательским
советом университета

Составители: *М. Т. Соколов, Д. М. Новик*

Рецензент

доцент кафедры энергосбережения, гидравлики и теплотехники
БГТУ кандидат технических наук *В. Н. Фарафонов*

Соколов, М.Т., Новик, Д.М.

С 59 Технология калийных удобрений : лабораторные работы по одноименному курсу. / М. Т. Соколов, Д. М. Новик. – Мн. : БГТУ, 2005. – 44 с.

По тематическому плану изданий учебно-методической литературы университета на 2005 год. Поз. 124.

Для студентов IV курса специальности 1-48 01 01 «Химическая технология производства и переработки неорганических материалов».

ПРЕДИСЛОВИЕ

Настоящее пособие по выполнению лабораторных работ по курсу «Технология калийных удобрений» предназначено для студентов IV курса специальности 1-48 01 01 «Химическая технология производства и переработки неорганических материалов» и рассчитано на лабораторные занятия в объеме от 36 часов в семестр.

В данном методическом издании приведены указания по выполнению пяти лабораторных работ, содержание которых представляет основные стадии и способы производства калийных удобрений, реализованные или разработанные для реализации в Республике Беларусь. Лабораторные работы расположены в последовательности, аналогичной этапам промышленного процесса.

В конце пособия дано подробное описание используемых методов химических и физико-химических анализов. В зависимости от конкретного задания и его целей эти методы могут быть дополнены другими, не вошедшими в пособие, а выбранными по усмотрению преподавателя.

При написании данной работы были использованы методические разработки, представленные в учебном пособии «Руководство к практическим занятиям по технологии неорганических веществ» [1], опыт выполнения лабораторных работ по методическому пособию «Технология калийных удобрений» [2] и материалы диссертационной работы «Безотходная технология получения нитрата калия конверсионным методом» [3].

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Общие требования к выполнению лабораторных работ

Последовательность выполнения лабораторной работы:

1. Получение допуска к выполнению лабораторной работы. Для этого студент должен продемонстрировать владение теорией изучаемого процесса, знания последовательности операций в выполняемой работе и методик используемых анализов.

2. Получение конкретного задания по работе и его выполнение. Результаты опытов следует по возможности сразу обрабатывать и подвергать предварительному анализу, чтобы избежать какой-либо системной ошибки.

3. Оформление отчета о выполненной работе. Он должен содержать: краткие сведения о теории изучаемого процесса; информацию о полученном задании; описание хода выполнения работы и используемых методик анализа; описание полученных результатов (которые должны быть представлены в требуемом виде – таблицы, графики, регрессионные зависимости и т. д.) и их краткое обсуждение; заключение, которое должно представлять собой краткие выводы анализа на соответствие полученных результатов и принятой теории процесса.

4. Защита выполненной лабораторной работы. Как правило, защита работы носит характер доклада, а каждый студент бригады выступает в качестве содокладчика по заданной теме с выделением своего индивидуального задания. При защите студент обязан продемонстрировать достаточные теоретические знания, которые позволили бы ему аргументированно объяснить полученные результаты. При этом он должен ответить на ряд теоретических вопросов (см. перечень вопросов к работе).

Работы рекомендуется оформлять в тонкой тетради. Графические зависимости или диаграммы состояния следует наносить на бумагу с миллиметровой сеткой и вклеивать в отчет. Оформляется один отчет на бригаду (2–3 человека), выполнявшую заданную работу, но с выделением в нем индивидуальных заданий.

В конце семестра отчеты сдаются преподавателю и могут быть использованы на экзамене.

Лабораторная работа № 1

ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ И КЛАССИФИКАЦИЯ КАЛИЙНЫХ РУД

Цель работы – получить навыки экспериментального исследования операций измельчения и классификации калийных руд при определении степени измельчения и эффективности грохочения.

Оборудование и материалы: шаровая мельница, набор сит, сепандомер, технические весы, набор шаров различного диаметра, дробленая сильвинитовая руда.

Общие положения

Процесс измельчения материалов в химической промышленности имеет большое значение. В одном случае измельчением вскрывают целевое вещество, заключенное в твердой породе, в другом – увеличивают поверхность фазового контакта действующих масс. Измельчению подвергают как природные материалы, так полуфабрикаты и товарную продукцию.

В химической, горнодобывающей и обогатительной промышленности принято обозначать крупность кускового материала в миллиметрах. При этом, в зависимости от того, больше поперечный размер куска заданного (нужного) значения или меньше его, используют знаки «+» или «-». Так, запись (+20, -100) обозначает, что речь идет о гранулометрической фракции, размер кусков которой меньше 100 мм и больше 20 мм. По размеру образующегося кускового материала получили свои названия и стадии измельчения – дробление или помол (табл. 1).

Отношение размеров кусков до измельчения и после называют степенью измельчения (i):

$$i = d_{\text{н}} / d_{\text{к}}$$

При заданных размерах максимальных (или «наибольших») кусков в исходной руде и дробленом продукте степень дробления (измельчения) в калийной промышленности колеблется в следующих пределах:

$$i_{\text{min}} = d_{\text{min (н)}} / d_{\text{max (к)}} = 20;$$

$$i_{\text{max}} = d_{\text{max (н)}} / d_{\text{min (к)}} = 80.$$

Практически размер «наибольших» кусков определяется отверстием сита, через которое проходит сыпучий материал. Форма отверстий сит для измельченного и исходного материалов должна быть одинакова (круг, квадрат и т. д.).

Табл. 1. **Характеристика стадий измельчения**

Класс измельчения	Размер кусков до измельчения d_n , мм	Размер кусков после измельчения, d_k , мм
Дробление		
крупное	1000	250
среднее	250	20
мелкое	20	1–5
Помол		
грубый	1–5	0,1–0,04
средний	0,1–0,04	0,005–0,015
тонкий	0,1–0,04	0,001–0,005
коллоидный	–0,1	–0,001

Крупность кускового и порошкообразного материала с указанием линейных размеров наибольшего и наименьшего кусков может быть охарактеризована одним из следующих способов:

- 1) верхним пределом крупности ($-d$), что означает «не крупнее d »;
- 2) нижним пределом крупности ($+d$), что означает «не мельче d »;
- 3) нижним и верхним пределом крупности (при этом указываются размеры «наибольшего» и «наименьшего» кусков материала ($+d, -d$));
- 4) фракционным составом в массовых долях или процентах; например, гранулометрический состав сальвинитовой руды, добытой в горных выработках, может быть записан следующим образом:

Размер частиц, мм	+150	+24	+6	+4	+2	+0,75	–0,75
		–150	–24	–6	–4	–2	
Содержание частиц, масс. дол., %	16,5	31,3	11,5	5,5	10,3	14,7	10,2

- 5) удельной поверхностью материала, т. е. поверхностью частиц, приходящихся на единицу массы или объема материала.

Все виды измельчения можно условно разделить:

- на раздавливание – тело под действием нагрузки деформируется во всем объеме;
- раскалывание – тело разрушается в местах наибольшего приложения нагрузки;
- разламывание – тело разрушается под действием изгибающих сил;
- резание и распиливание – тело делится на части заранее заданных

- размеров и форм;
- истирание – тело измельчается под действием сжимающих, растягивающих и срезающих сил;
 - удар – тело распадается на части под действием динамической нагрузки.

На принципах раскалывания, раздавливания и удара, а также на сочетании этих способов с разламыванием и истиранием работает большинство современных измельчителей. Операции дробления применяют в целях подготовки калийных руд к растворению при галургическом методе и последующему помолу при флотационном способе производства КСІ. В схемы дробления включается также операция предварительного и поверочного грохочения. Грохочение (ситовая классификация) – это процесс разделения сыпучих материалов на классы по крупности, просеивание их через одно или несколько сит. Материалы, оставшиеся на сите после просеивания, называются надрешеточным продуктом, а провалившиеся – подрешеточным. Аппараты, применяемые для грохочения, называют грохотами.

Эффективность грохочения по расчетному классу крупности E равна разности между извлечением $\varepsilon(-)$ в подрешеточный продукт мелкого класса и извлечением в него же крупного класса $\varepsilon(+)$:

$$E = \varepsilon(-) - \varepsilon(+).$$

Извлечение в подрешеточный продукт расчетного мелкого класса равно отношению его массы в подрешеточном продукте к массе в исходном продукте:

$$\varepsilon(-) = (P \cdot \beta / Q \cdot \alpha) \cdot 100\%,$$

где P – производительность грохота по подрешеточному продукту; β – содержание расчетного мелкого класса в подрешеточном продукте; Q – производительность грохота по исходному продукту; α – содержание расчетного мелкого класса в исходном продукте, %.

Извлечение в подрешеточный продукт расчетного крупного класса равно:

$$\varepsilon(+) = [P \cdot (100 - \beta) / (Q \cdot (100 - \alpha))] \cdot 100\%.$$

Эффективность грохочения тогда можно записать:

$$E = \varepsilon(-) - \varepsilon(+) = [P \cdot (\beta - \alpha) / (Q \cdot \alpha \cdot (100 - \beta))] \cdot 10^4.$$

Отношение P / Q представляет собой выход подрешеточного продукта – γ , %. Тогда эффективность грохочения будет:

$$E = [\gamma \cdot (\beta - \alpha) / (\alpha \cdot (100 - \beta))] \cdot 10^4.$$

Для дробления калийных руд широкое применение нашли роторные дробилки, для помола чаще всего используют стержневые мельницы.

Варианты задания. Изучить зависимость степени измельчения от:

- 1) крупности питания шаровой мельницы:
(+10; +5, -10; -5, +3; -3, +1);
- 2) отношения массы шаров к массе загрузки, $M_{ш} / M_з$:
(2; 1,5; 1,0; 0,75; 0,5);
- 3) времени измельчения, мин: 1–30;
- 4) скорости вращения барабана, мин^{-1} : I – 60; II – 20; III – 180;
- 5) диаметра шаров, мм: 15; 20; 25.

Порядок выполнения работы

В каждом конкретном случае ход выполнения работы будет определяться характером полученного задания, но в общем случае необходимо следующее:

- а) провести гранулометрический и химический анализы исходного сырья;
- б) отобрать требуемую фракцию исходного питания шаровой мельницы и сделать ее химический анализ;
- в) измельчить руду в заданном режиме и количестве, провести анализ измельченной руды;
- г) обработать полученные данные и свести материальный баланс процесса.

Вопросы к работе

1. Сырьевая база калийной промышленности и особенности месторождений калийных солей РБ.
2. Подготовительные и вспомогательные операции в процессе обогащения калийных руд республиканских месторождений.
3. Оборудование, используемое при дроблении и помоле калийных руд.
4. Оборудование, используемое при классификации калийных руд.
5. Схемы измельчения калийных руд.
6. Основные показатели операций измельчения и классификации (степень дробления или измельчения, эффективность грохочения,

степень грохочения, степень извлечения, выход, расчет циркулирующей нагрузки).

Лабораторная работа № 2 **ОБЕСШЛАМЛИВАНИЕ СИЛЬВИНИТА**

Цель работы – получить навыки экспериментального исследования процесса обесшламливания сильвинитовой руды при определении степени извлечения нерастворимого остатка (н. о.) в слив и эффективности обесшламливания на лабораторной установке.

Оборудование и материалы: шлам, флокулянт, NaCl, KCl, штатив с держателями, мерный цилиндр, мешалка, установка для обесшламливания, колбы, электродвигатель, технические весы.

Общие положения

В рудах Старобинского месторождения наряду с хлористым калием содержатся хлористый натрий, карналлит, соединения брома, йода, рубидия, а также бóльшая или меньшая примесь глинисто-карбонатного материала (2,7–18,0%). Преобладающая часть глинисто-карбонатного материала сосредоточена в прослоях. Мощности их в калийных горизонтах колеблются от долей до десятков сантиметров. Преобладающими в составе глин являются силикатные, карбонатные минералы и ангидрид. Карбонатные минералы (доломит, кальцит) и ангидрид представлены обычно мелкозернистыми разностями.

Наличие в измельченных рудах, направляемых на флотацию, тонкодисперсных глинисто-карбонатных шламов (н. о.) приводит к снижению селективности процесса флотации. Это объясняется образованием шламовой пленки на поверхности сильвина и высокой адсорбционной активностью глинистых частиц к аминам. При содержании н. о. в калийной руде более 2–3% в технологические схемы флотационного обогащения должны включаться операции предварительного выделения глинистых шламов. Например, для руд Старобинского месторождения увеличение н. о. в продукте, поступающем на флотацию, с 1,6 до 3,0% приводит к снижению содержания хлористого калия в концентрате с 96,0 до 92,0%, а степень извлечения при этом снижается на 1–2%.

Известно несколько способов устранения вредного влияния глинисто-карбонатных шламов на процесс флотации:

– флокуляция глинисто-солевых суспензий, для интенсификации процесса отстаивания;

- депрессия шламов карбоксиметилцеллюлозой или другими реагентами-депрессорами;
- флотационное выделение шламов перед сильвиновой флотацией;
- гидравлическое обесшламливание;
- комбинация гидравлического и флотационного обесшламливания;
- предварительное обогащение гравитационным и электромагнитным методами.

Наибольшее распространение получило гидравлическое обесшламливание, которое основано на принципе классификации измельченной руды по скорости осаждения за счет различной крупности глинисто-карбонатных и солевых минералов. При мокром измельчении и диспергировании руды в стержневой мельнице глинисто-карбонатные минералы переходят в тонкие классы 0,05–0 мм.

По принципу действия все классифицирующие аппараты делят на классификаторы с гравитационным разделением (гравитационные) и классификаторы в поле центробежных сил (центробежные). Для обесшламливания с помощью центробежных классификаторов используют гидроциклоны и турбоциклоны. Центробежное поле в гидроциклоне создается в результате вращательного движения суспензии, подаваемой с определенной скоростью через питающий патрубок, который установлен тангенциально к цилиндрической части корпуса. В турбоциклоне вращение суспензии осуществляется лопастным колесом центробежного насоса.

Отношение центробежного ускорения V_t^2 / R к ускорению силы тяжести g на входе в циклон называют центробежным фактором разделения:

$$f = V_t^2 / (g \cdot R).$$

В гидроциклонах значение f колеблется в пределах 30–50, в турбоциклоне – 100–300. Поэтому если крупность разделения в гидроциклоне 0,15–0,25 мм, то в турбоциклоне можно выделить более тонкие частицы – 0,05–0 мм.

Процесс обесшламливания оценивается по степени извлечения н. о. в слив ($\epsilon_{н. о.}$) и эффективности обесшламливания ($E_{н. о.}$). Извлечение н. о. в слив равно отношению его массы, попавшей в слив, к массе, содержащейся в исходном продукте:

$$\epsilon_{н. о.} = \gamma_c \cdot \beta_{н. о.} / \alpha_{н. о.},$$

где γ_c – массовый выход слива, %; $\beta_{н. о.}$ и $\alpha_{н. о.}$ – содержание н. о. соответственно в сливе и в исходном продукте, %.

$$\gamma_c = [(\alpha_{н. о.} - V_{н. о.}) / (\beta_{н. о.} - V_{н. о.})] \cdot 100\%,$$

где $V_{\text{н. о.}}$ – содержание н. о. в песках, %.

Эффективность обесшламливания равна разности между извлечением н. о. в слив и извлечением в слив солей ($\varepsilon_{\text{сол}}$):

$$E_{\text{н. о.}} = \varepsilon_{\text{н. о.}} - \varepsilon_{\text{сол}}$$

или

$$E_{\text{н. о.}} = [(\varepsilon_{\text{н. о.}} - \gamma) / (100 - \alpha_{\text{н. о.}})] \cdot 100\%.$$

При селективном разделении калийных солей механизм отрицательного действия тонкодисперсных глинистых шламов на технологические процессы весьма разносторонен: поглощение катионных собирателей поверхностью шламов, блокирование пузырьков воздуха, налипание на солевых минералах, загрязнение жидкой фазы и др.

Устранение или нейтрализация вредного влияния глинистых шламов на технологические процессы – важная составляющая часть флотационного метода обогащения калийных руд, которая в основном осуществляется за счет применения специальных ПАВ. Поверхностно-активные вещества адсорбируются на поверхности глинистых шламов, изменяют их физико-химические свойства и характер взаимодействия с соевыми компонентами и жидкой фазой, а также с другими реагентами.

Удельная поверхность глинистых шламов, доступная катионоактивному собирателю, составляет 350–370 м²/г. Солевой шлам представлен тонкодисперсным сильвином и галитом крупностью менее 60 мкм. Он образуется при переизмельчении минералов в процессе добычи, транспортировки, подготовки руды к флотации и непосредственно во флотационных камерах. Выход солевого шлама в реальных условиях после измельчения руды – 6–12%, а в обесшламленных пульпах – не менее 3–5%.

Главной причиной депрессирующего действия глинистых шламов при флотации калийных солей является преобладающая на их поверхности адсорбция катионоактивных собирателей. Она обусловлена взаимодействием полярных групп аминов с поверхностью глинистых минералов. Адсорбционная способность глинистых частиц зависит от состава и структуры их кристаллической решетки, особенностей ее строения и совершенства, а также от степени дисперсности зерен и их взаимодействия в растворе. Прочная и максимальная адсорбция аминов на поверхности глинистых минералов наблюдается и в щелочной, и в кислой средах.

В полидисперсной пульпе солевые и глинистые шламы составляют 15–18% от массы руды. Одним из эффективных способов сни-

жения депрессирующего действия глинисто-солевых шламов при флотации калийных руд является концентрация их в тонкодисперсных фракциях.

Порядок выполнения работы

В выполнении данной лабораторной работы следует выделить два самостоятельных этапа: определение скорости осаждения шлама и определение эффективности обесшламливания на лабораторной установке.

Определение скорости осаждения шлама

Глинистые шламы вручную отбирают из руды, измельчают по классу –1 мм. Отобранные шламы засыпают в емкость (2–3 дм³) и отмывают методом декантации горячей водой до исчезновения реакции на хлор-ионы. После этого шламы уплотняют и фильтруют на вакуум-установке. Полученный продукт высушивают до постоянной массы, дробят и истирают по классу –0,25 мм. Подготовленные таким образом шламы тщательно перемешивают и хранят в емкости с плотно прилегающей крышкой.

Для ускорения процесса осаждения шламowego продукта суспензию обрабатывают раствором флокулянта, эффективность действия которого зависит от марки флокулянта и правильности его приготовления. Флокулянт применяют в виде 0,1% раствора. Растворителем может быть вода или маточник (насыщенный по KCl и NaCl водный раствор). Расчет навески флокулянта проводят по формуле

$$Q = V \cdot C / 100,$$

где Q – навеска флокулянта, г; V – объем раствора, мл; C – концентрация раствора, мас. доля, %.

Раствор готовят в следующем порядке. В коническую колбу набирают необходимое количество растворителя и помещают ее на магнитную мешалку. В перемешиваемый растворитель медленно засыпают взвешенную навеску флокулянта. При необходимости колбу подогревают. Раствор перемешивают до полного растворения реагента.

Определение скорости осаждения основано на нахождении времени осаждения шламов в определенном отрезке под действием введенного флокулянта.

Испытания проводят в стеклянном мерном цилиндре вместимостью 250 мл. На цилиндр наносят метки: первую на 20 мм ниже уровня отметки, соответствующей объему 250 мл, вторую точно на 100 мм ниже первой. Для перемешивания пульпы применяют дисковую мешалку, представляющую собой металлический диск с отверстиями, закрепленный на длинном стержне. Размеры мешалки: диаметр диска – 33 мм; толщина – 1 мм; число отверстий в диске – 22–25; диаметр отверстий – 2 мм; диаметр стержня – 3 мм; длина стержня – 400 мм.

В стаканчики для взвешивания помещают отмытые шламы в количестве 10,0 г, приливают 100 мл холодной воды, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и оставляют на 30 мин для набухания. Содержимое стаканчика количественно переносят в цилиндр с метками и доводят до уровня 250 мл маточником. Пульпу перемешивают дисковой мешалкой 5 раз. В цилиндр пипеткой вводят расчетное количество раствора флокулянта и снова перемешивают 5 раз. Перемешивание осуществляют следующим образом: мешалку спокойно опускают на дно цилиндра, затем поднимают до верхнего уровня пульпы в цилиндре. Полное поступательно-возвратное движение диска мешалки следует считать за одно перемешивание.

Затем измеряют время падения границы раздела жидкой и твердой фаз суспензии от первой до второй метки (расстояние 100 мм). Через 0, 5, 10, 15 мин линейкой замеряют высоту уплотненного слоя осадка. Скорость осаждения шламов (v , мм/с) рассчитывают по формуле

$$v = 100 / \tau,$$

где τ – время прохождения границей раздела фаз расстояния 100 мм, с.

Оценку работы того или иного флокулянта проводят относительно «базового» режима. В качестве «базового» используют флокулянт, применяемый в настоящее время для осаждения шламов на РУП «ПО Беларуськалий».

Определение эффективности обесшламливания на лабораторной установке

Для выделения глинистых шламов из тонкодисперсных суспензий скорость восходящего потока, образующегося при осаждении солевых частиц, должна несколько превышать скорость осаждения шламов, но быть меньше скорости осаждения солевых частиц.

Технологический расчет сгустителя сводится к определению площади осаждения (диаметра аппарата) по результатам лабораторных или промышленных исследований осаждаемости суспензий, близких по гранулометрическому составу, т. е. при известной скорости осаждения и степени разжижения сгущенного продукта.

Практикой работы отделений обесшламливания обогатительных калийных фабрик установлено, что скорость восходящего потока должна быть 1,5–2,0 м/ч. При этом крупность глинистых шламов, уходящих в слив, составляет 0,07–0 мм.

На рис. 1 представлена схема лабораторного сгустителя.

Установка состоит из двух емкостей (3, 10), имеющих сферические днища и расположенных на разных уровнях (каскадно). Каждая емкость снабжена мешалкой и электроприводом (1, 7). Между собой емкости соединены трубой 4 с переточным краном 5. Выше расположенная емкость 3 снабжена скоростной мешалкой 2, которая предназначена для гомогенизации пульпы. Нижняя емкость 10 снабжена тихоходной рамной мешалкой 9 и выполняет роль сгустителя. В цилиндрической части этой емкости на разных уровнях расположены сливные патрубки 11 – пробоотборники.

Принцип действия установки заключается в следующем.

После получения задания в емкость (3) заливают заданное количество маточника и засыпают при включенной мешалке (2) рассчитанное количество измельченного сильвинита.

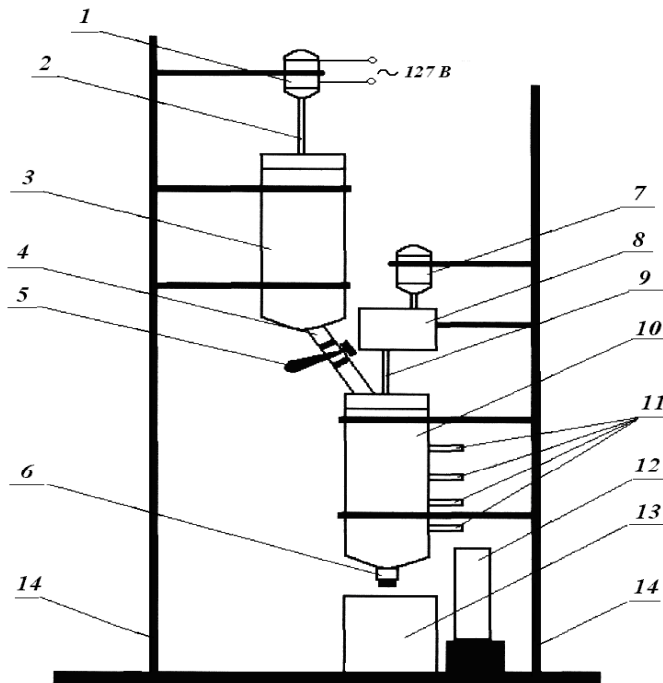
После полной гомогенизации суспензии открывают кран (5), при этом в контрольных опытах следует подобрать такой расход пульпы, чтобы скорость восходящего потока в емкости (10) была в пределах 1,5–2,0 м/ч.

Эффективность обесшламливания определяют по результатам химического анализа исходного сильвинита, анализов слива и солевой фракции на н. о. Маточный раствор после опытов отфильтровывают и сохраняют для последующих экспериментов.

Определить степень извлечения н. о. в слив и эффективность обесшламливания при следующих **вариантах задания**.

1. Вид флокулянта.
2. Режим активации флокулянта.
3. Температурный режим.

4. Степень разжижения пульпы.
5. Гранулометрический состав сильвинита.
6. Скорость восходящего потока в отстойнике.



Вопросы к работе

1. Вещественный и фазовый состав сильвинитовых руд.
2. Способы обесшламливания.
3. Гидравлическое обесшламливание, сгущение и промывка глинисто-карбонатных шламов.
4. Гравитационные классификаторы.
5. Центробежные классификаторы.

Лабораторная работа № 3

ФЛОТАЦИОННОЕ ОБОГАЩЕНИЕ СИЛЬВИНИТА

Цель работы – получить навыки экспериментального исследования процесса флотации при определении степени извлечения сильвина в пенный продукт.

Оборудование и материалы: лабораторная флотомашина, три стакана вместимостью 0,5–1,0 л, термометр, ареометр ($\rho = 1,2–1,3 \text{ г/см}^3$), технические весы, насыщенный по KCl и NaCl раствор (1,0–1,5 л), измельченная по заданному классу сильвинитовая руда (300 г), раствор натрийкарбоксиметилцеллюлозы (NaКМЦ) с концентрацией 1,5 мас. доля, %, соляно-кислый раствор амина (ОДА) с концентрацией 0,5 мас. доля, %, сосновое масло, секундомер, полиэтиленовая емкость вместимостью 4–5 л.

Общие положения

Процесс флотации основан на различной способности отдельных минералов, входящих в состав обогащаемой руды, смачиваться водой или насыщенными растворами солей. Краевой угол смачивания является мерой гидрофобности и гидрофильности поверхности минералов.

Из всех известных методов обогащения хлористого калия флотационный метод получил наибольшее распространение. Впервые он был применен для обогащения природных растворимых солей в 1932 году в США для выделения галита из сильвинитовых отходов.

Различают три основных вида флотации – пленочную, масляную и пенную.

При пенной флотации через пульпу обогащаемой руды продувают воздух. Частицы несмачиваемого минерала прилипают к пузырькам и всплывают на поверхность, с которой удаляются в виде минерализованной пены, а смачиваемые водой частицы опускаются на дно. Подавляющее большинство минералов хорошо смачивается водой, поэтому при обогащении природных руд приходится использовать специальные флотореагенты. Под действием этих реагентов можно направленно изменять смачиваемость поверхности того или иного минерала и таким образом регулировать процесс флотации.

В зависимости от назначения различают следующие группы флотореагентов: собиратели, пенообразователи, депрессоры, активаторы, регуляторы среды.

Собиратели (коллекторы) – это вещества, способные селективно адсорбироваться на поверхности того или иного минерала и делать ее несмачиваемой.

Пенообразователи – вещества, способствующие образованию устойчивых пузырьков воздуха и обильной пены.

Депрессоры (подавители) – вещества, снижающие адсорбцию собирателя на поверхности минерала.

Регуляторы – вещества, изменяющие состав и рН среды, а также влияющие на растворение, осаждение, коагуляцию некоторых примесей.

В настоящее время флотационное обогащение калийных руд осуществляется путем перевода в пенный продукт хлористого калия – так называемая прямая флотация.

Технологические схемы флотационного обогащения включают в себя обычно следующие основные стадии:

- измельчение руды с целью раскрытия зерен сильвина и галита;
- предварительное удаление глинистого шлама из руды или его подавление в процессе основной флотации;
- основная флотация сильвина с перечисткой полученного концентрата;
- перечистка глинистых шламов;
- обезвоживание шламов, хвостов, концентрата и возвращение в цикл оборотного насыщенного раствора.

Порядок выполнения работы

Подготовительные операции

- 1) подготовить в нужном количестве и требуемого гранулометрического состава руду;
- 2) приготовить насыщенный по KCl и NaCl раствор ($\rho = 1,235 \text{ г/см}^3$);
- 3) приготовить растворы амина (0,5 мас. доля, %) и депрессора (1,5 мас. доля, %).

Подготовка руды к флотации

В зависимости от конкретного задания, необходимые для выполнения работы 300 г руды берут или после обесшламливания (см. лаб. работу № 2), или после измельчения и классификации (см. лаб. работу № 1).

После отбора нужного количества руду анализируют на K_2O , Na_2O , Cl и нерастворимый остаток. С помощью ситового анализа уточняют гранулометрический состав.

Приготовление насыщенного раствора

В полиэтиленовое ведро вместимостью 4–5 л засыпают ~2 кг дробленой руды. Подогревают ~2,5 л водопроводной воды до температуры 40°C и заливают в ведро с рудой. Доливают холодной водой до уровня ~5 см от верхней кромки ведра и затем периодически 1 раз в 20–30 мин перемешивают содержимое ведра. Дают отстояться и делают контрольный замер плотности полученного маточника, которая должна быть не менее 1,233 г/см³ при 20°C. Раствор отделяют от твердой фазы, фильтруют и хранят в пластиковых бутылках до последующего использования.

Приготовление раствора амина

Амин в качестве собирателя калия хлористого используют в виде 0,5% водного раствора. Амин – основание, нерастворимое в воде. Для перевода амина в растворимую форму применяют соляную кислоту.

Расчет навески амина:

$$Q = D \cdot 0,5 / 100,$$

где Q – навеска амина, г; D – объем раствора, мл.

Расчет количества соляной кислоты:

$$V_{\text{HCl}} = Q \cdot M_{\text{HCl}} \cdot 100 / (M_{\text{ам}} \cdot C_{\text{HCl}} \cdot \rho),$$

где V_{HCl} – объем соляной кислоты, мл; Q – навеска амина, г; M_{HCl} – молекулярная масса соляной кислоты; $M_{\text{ам}}$ – молекулярная масса амина; C_{HCl} – концентрация соляной кислоты, мас. доля, %; ρ – плотность соляной кислоты, г/см³.

Для получения рН раствора амина в пределах 2,5–3,0 необходим избыток соляной кислоты в количестве 5–10%, т. е. $V' = 110 \cdot V / 100$.

Расчет количества воды:

$$V_{\text{H}_2\text{O}} = D - Q - V_{\text{HCl}},$$

где $V_{\text{H}_2\text{O}}$ – объем воды, мл; D – объем раствора амина, мл; Q – навеска амина, г; V_{HCl} – объем соляной кислоты, мл.

Порядок приготовления раствора

В коническую колбу помещают навеску предварительно перемешанного расплава амина, прибавляют 1/3 необходимого количества воды с температурой 60–70°C и расчетное количество соляной кислоты. Энергично перемешивают вручную, поддерживая температуру 60–70°C, до полного растворения амина. В конце приготовления добавляют оставшееся количество воды. Определяют рН раствора и при необходимости доводят до показателя 2,5–3,0.

Приготовление раствора депрессора

Для приготовления раствора депрессора могут быть использованы следующие реагенты:

- сухой картофельный крахмал, содержание основного вещества (ОВ) – 80% и выше;
- фильтрованный картофельный крахмал, ОВ – 60%;
- техническая мезга (влажность ~ 60%), содержание свободного крахмала – 7–20%, содержание крахмала, связанного в структуре неразрушенных клеток картофеля – до 10%;
- тапиоковая мука, ОВ – 80% и выше;
- картофельная мука польская, ОВ – 80%;
- карбоксиметилцеллюлоза техническая (КМЦ).

В качестве растворителя используют маточный солевой раствор ($\rho = 1,235 \text{ г/см}^3$).

Депрессор применяют в виде 1,5 мас. доля, % раствора (в пересчете на сухое вещество). Расчет навески депрессора ведут по следующей формуле:

$$Q = V \cdot C / (100 - W),$$

где Q – навеска депрессора, г; V – объем раствора, мл; C – концентрация раствора, мас. доля, %; W – влажность депрессора, мас. доля, %.

Расчет количества растворителя:

$$V_p = V - Q,$$

где V_p – объем растворителя, мл; V – объем раствора, мл; Q – объем депрессора, мл.

Порядок приготовления раствора тапиоковой муки или крахмала

Взвешенную навеску депрессора переносят в коническую колбу, приливают 1/2 часть необходимого количества растворителя, интенсивно перемешивают, нагревают до заданной температуры и выдерживают 15 мин при постоянном перемешивании. Раствор депрессора доводят до полного объема холодным растворителем и тщательно перемешивают. Модификацию крахмалсодержащих депрессоров проводят в активаторе в течение 1 мин.

Порядок приготовления раствора карбоксиметилцеллюлозы

Взвешенную навеску КМЦ переносят в коническую колбу, приливают необходимое количество холодной воды и перемешивают на магнитной мешалке с подогревом до полного растворения (по визуальному наблюдению).

Порядок проведения лабораторных опытов

Контактирование

Навеску исходной руды массой 300 г переносят в фарфоровую кружку и заливают маточником в количестве 300 мл. Полученную пульпу перемешивают в течение 2 мин. По окончании времени перемешивания, не выключая мешалку, подают расчетное количество депрессора. Время контактирования полученной пульпы с депрессором – 3 мин. После этого сразу подают расчетное количество эмульсии собирателя – солянокислого амина со вспенивателем и модификатором. Время контактирования – 1 мин.

Флотация

В камеру флотомашинной лабораторной, предварительно заполненную на 1/3 объема маточником, переносят проконтактировавшую с реагентами пульпу. Включают флотомашину и подают фиксированное количество воздуха. Время флотации – 1,5 мин. Концентрат калия хлористого поднимается пеной вверх. Для равномерного съема концентрата в приемный стакан в камеру постоянно подают маточник резиновой грушей. По окончании времени флотации прекращают подачу маточника, отключают флотомашину. Концентрат калия хлористого смывают маточником в приемный стакан и передают на фильтрацию. Затем открывают дренажное отверстие флотокамеры и выгружают хвосты флотации в кружку вместимостью 2 л. Стенки камеры флотомашинной, импеллер и решетку тщательно промывают маточником. Хвосты передают на фильтрацию.

Фильтрация

Фильтрацию продуктов, полученных при флотации сильвинитовой руды, проводят под вакуумом. Фильтруемую пульпу количественно осторожно переносят в воронку с фильтром. По окончании фильтрации аккуратно достают фильтр с твердым осадком из воронки, освобождают осадок от фильтра с помощью ножа во взвешенную чашку. По разности масс определяют массу влажного осадка. Продукт сушат в сушильном шкафу при температуре 105–110°C до постоянной массы и подвергают химическому анализу в соответствии с полученным заданием.

Определить степень извлечения сильвина в пенный продукт в зависимости от следующих **вариантов задания**.

1. Степень разжижения флотируемой суспензии.
2. Гранулометрический состав измельченной руды.
3. Содержание нерастворимого остатка.
4. Время флотации.
5. Расход воздуха на аэрацию.

Вопросы к работе

1. Физико-химические основы флотации растворимых солей.
2. Реагенты, используемые для флотации сильвинита и шламов.
3. Принципиальные технологические схемы флотационного обогащения сильвинита.
4. Оборудование, применяемое при флотации калийных руд.

Лабораторная работа № 4 ПОЛУЧЕНИЕ ХЛОРИСТОГО КАЛИЯ ГАЛУРГИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ИЗ СИЛЬВИНИТА

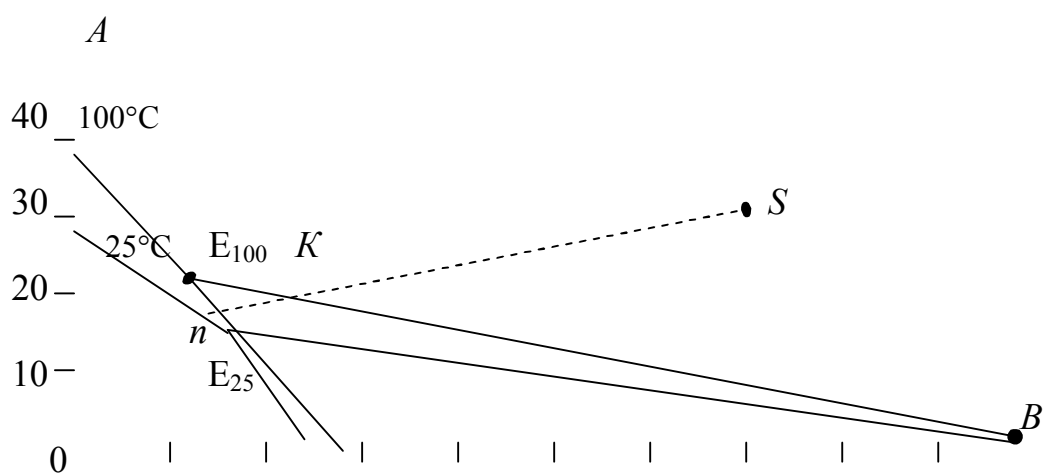
Цель работы – получить навыки экспериментального исследования процесса галургической переработки сильвинита при определении в лабораторных условиях выхода сильвина.

Оборудование и материалы: термостат, устройство для горячего фильтрования, термометр, штатив, две пробирки вместимостью 150–250 мл, мешалка с приводом, технические весы.

Общие положения

Галургический метод производства хлористого калия, называемый также химическим или гидротермическим, известен более 100 лет, и его можно применять для переработки сильвинитовых и карналлитовых руд. Однако в настоящее время карналлит является сырьем для производства магнезия, поэтому практическое значение имеют лишь сильвинитовые руды.

Основой получения KCl методом растворения и кристаллизации являются особенности системы KCl – NaCl – H₂O (рис. 2).



H₂O 10 20 30 40 50 60 70 80 90 NaCl

Рис. 2. Диаграмма растворимости системы KCl – NaCl – H₂O

Из сопоставления изотерм растворимости при 25°C и 100°C видно, что содержание NaCl в эвтоническом растворе при понижении температуры увеличивается. Фигуративная точка системы, соответствующей составу эвтонического раствора E₁₀₀ при 100°C, при охлаждении оказывается в поле кристаллизации KCl. Следовательно, при охлаждении раствора, насыщенного NaCl и KCl, в осадок выпадает только KCl. При охлаждении эвтонического раствора E₁₀₀ от 100°C до 25°C вследствие выделения в осадок KCl состав раствора будет меняться – его фигуративная точка переместится вдоль луча кристаллизации *Ап* от E₁₀₀ до *n*. Если после отделения осадка KCl раствор состава *n* снова нагреть до 100°C, то он окажется сильно насыщенным по KCl и лишь немного недонасыщенным NaCl. Поэтому если этим раствором обработать сильвинит, то будет растворяться преимущественно KCl. После отделения твердого остатка NaCl вновь будет получен горячий эвтонический раствор E₁₀₀, из которого при охлаждении выделится KCl. С помощью такого циклического процесса можно осуществлять разделение сильвинита на KCl и NaCl.

Принципиальная схема переработки сильвинитовых руд состоит из следующих основных операций:

- 1) выщелачивание измельченного сильвинита горячим маточным раствором, полученным после кристаллизации KCl; при этом из сильвинита в раствор переходит KCl, а NaCl почти полностью остается в отвале;
- 2) отделение горячего щелока от отвала и осветление его от мелких увлеченных твердых частиц (глинисто-карбонатный и солевой шлам);
- 3) охлаждение щелока, сопровождающееся кристаллизацией KCl;
- 4) отделение кристаллов KCl от маточного раствора и сушка;
- 5) нагревание маточного раствора и возвращение его на выщелачивание KCl из новых порций сильвинита.

Расчет цикла и отдельных операций производят следующим образом. Пусть исходными компонентами являются эвтонический раствор при 100°C и смесь хлоридов калия и натрия с содержанием 25% KCl (см. рис. 2, т. S); следует определить, какое количество хлорида калия выделится при охлаждении раствора от 100°C до 25°C и сколько сильвинита необходимо для возобновления цикла.

В соответствии с составом эвтонического раствора E_{100} при 100°C в 100 г его содержится 16,9 г NaCl и 21,62 г KCl. При охлаждении раствора до 25°C из него выделится KCl, а количество NaCl и воды останется без изменения. Состав маточного раствора определится точкой n , соответствующей раствору с содержанием 14,2% KCl и 18,5% NaCl. Количество раствора в точке n определяют по неизменяющемуся компоненту – хлориду натрия в воде.

Так 16,9 г NaCl, взятых в первоначальном растворе, составляют в маточном растворе уже 18,5%. Отсюда количество маточного раствора определяют из соотношения

$$X = 16,9 / 18,5 \cdot 100 = 91,35 \text{ г.}$$

Так как количественное изменение первоначального раствора происходит лишь за счет выделения KCl, то теоретически должно выделиться KCl

$$g = 100 - 91,35 = 8,65 \text{ г.}$$

Для возобновления цикла необходимо растворить в маточном растворе при повышенной температуре такое же количество KCl из сильвинита. Для этого раствор предварительно нагревают до 100°C . Состав горячего ненасыщенного хлоридом калия раствора при взаимодействии его с сильвинитом изменяется вначале по линии nS , а затем по линии растворов, насыщенных хлоридом натрия. Количество сильвинита с содержанием 25% KCl, обрабатываемого горячим раствором, равно

$$8,65 / 25 \cdot 100 = 34,6 \text{ г.}$$

По достижении эвтонической точки в раствор снова перейдет из сильвинита 8,65 г KCl, и в осадке останется хлорид натрия в количестве

$$34,6 - 8,65 = 25,95 \text{ г.}$$

Количество регенерированного раствора составляет

$$91,35 + 8,65 = 100 \text{ г.}$$

Таким образом, цикл полностью замыкается и может быть опять возобновлен.

Для полного растворения KCl и получения при этом эвтонического раствора E_{100} необходимо обрабатывать сильвинит таким количеством маточного щелока состава n , чтобы соотношение $n : S$ равнялось соотношению отрезков $[SK] : [Kn]$.

Тогда количество эвтонического раствора, необходимого для переработки 100 г исходной смеси солей, составит

$$100 / 34,5 \cdot 100 = 289,0 \text{ г.}$$

Порядок выполнения работы

Для разделения смеси сухих солей получают вначале эвтонический раствор при заданной температуре, из которого затем охлаждением кристаллизуют хлорид калия по линии, подобной $E_{100}n$, но в зависимости от задания (см. рис. 2).

Оставшийся маточный раствор, ненасыщенный по KCl , снова подогревают и используют для растворения новых количеств смеси солей.

Исходный эвтонический раствор получают при неполном растворении сильвинита горячей водой (см. лаб. работу № 2). В пробирку 1 (рис. 3) помещают 150 г раствора с содержанием 14,2% KCl и 18,5% $NaCl$ (или в зависимости от конкретного задания). Состав раствора соответствует составу маточного раствора, полученного при кристаллизации хлорида калия (точка n). Пробирку помещают в термостат 2 и нагревают до заданной температуры (80–100°C).

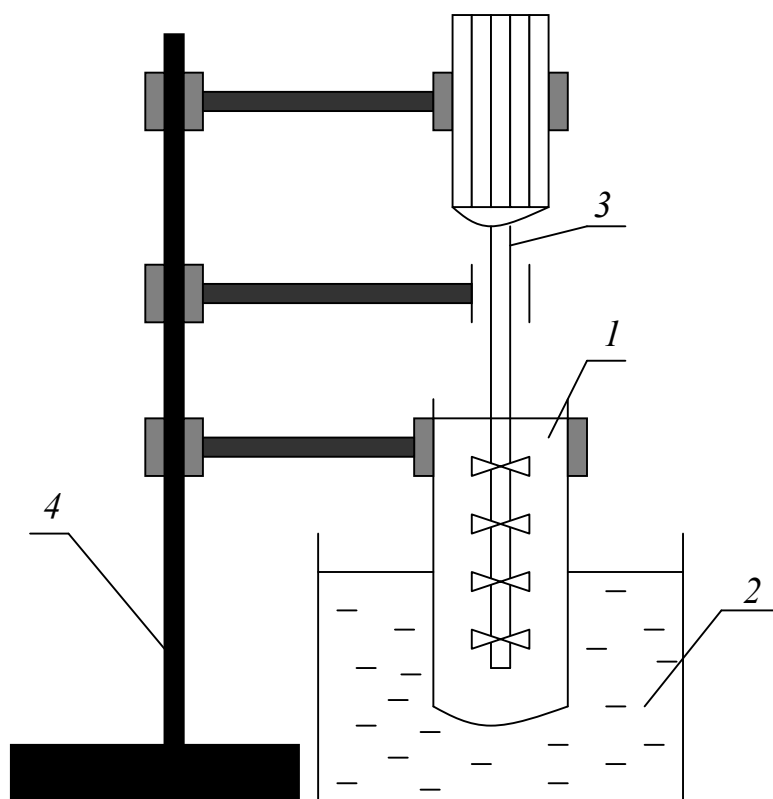


Рис. 3. Схема установки для получения эвтонического раствора:
1 – пробирка; 2 – термостат; 3 – мешалка; 4 – штатив

Отвешивают примерно 50 г сильвинита с содержанием 25% KCl и 75% NaCl или искусственной системы с любым содержанием этих солей. Когда температура раствора достигнет заданной величины, вносят в пробирку отвешенное количество сильвинита (или смеси) и при перемешивании при заданной температуре растворяют навеску. Растворение проводят в течение 1,0–1,5 ч. В это время подготавливают вторую пробирку и воронку для горячего фильтрования. По истечении заданного времени выщелачивание прекращают и массу из пробирки переносят на фильтр, помещенный в воронку для горячего фильтрования. Фильтрат собирают во вторую пробирку, которую предварительно взвешивают. После этого взвешивают пробирку с раствором и воронку с влажным осадком. В процессе фильтрования раствора отбирают навеску его в бюксу для анализа на KCl. По окончании фильтрования берут 2–3 г осадка для определения содержания в нем влаги.

По данным анализов определяют состав раствора и количество сухого осадка, а также степень извлечения хлорида калия из сильвинита в процессе выщелачивания.

Раствор во второй пробирке охлаждают до заданной температуры на воздухе или в термостате. Образовавшуюся соль из охлажденного раствора отделяют от жидкости фильтрованием и определяют в ней содержание влаги.

Фильтрат собирают в предварительно подготовленную первую пробирку, взвешивают и отбирают навеску 2–3 г для анализа. Определяют также массу полученной влажной соли. В результате анализа раствора определяют его состав.

В начале работы проводят расчет цикла по диаграмме растворимости, которую изображают на большом листе миллиметровой бумаги, используя литературные данные. Полученные опытные и расчетные данные сравнивают и делают заключение.

Определить степень извлечения и выход KCl в зависимости от **вариантов задания.**

1. Температурный диапазон осуществления цикла: 20, 30, 40–80, 90, 100°C.
2. Массовое соотношение KCl и NaCl в исходной солевой смеси или сильвините.
3. Количество эвтонического раствора или количество сильвинита: 50, 70, 100 г.

Вопросы к работе

1. Физико-химические основы получения KCl из сильвинита галургическим методом.
2. Правило соединительной прямой и правило расчета.
3. Графические методы расчета процессов растворения, кристаллизации, упарки в системе KCl – NaCl – H₂O.
4. Принципиальные схемы переработки сильвинита галургическим методом.
5. Оборудование, применяемое в производстве KCl галургическим методом.

Лабораторная работа № 5 ПОЛУЧЕНИЕ НИТРАТА КАЛИЯ ИЗ ХЛОРИДА КАЛИЯ И НИТРАТА АММОНИЯ

Цель работы – получить навыки экспериментального исследования процесса конверсии KCl в KNO₃ в системе NH₄NO₃ – KCl – H₂O при нахождении выхода KNO₃.

Оборудование и материалы: термостат, термометр, стеклянная круглодонная колба на 250 мл, мешалка с регулируемым приводом, воронка, три стакана на 500 мл, весы технические, хлорид калия, нитрат аммония.

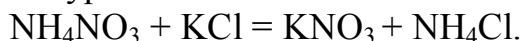
Общие положения

Хлористый калий – наиболее широко применяемое простое калийное удобрение. Он дешев, производится из недефицитного сырья, содержит достаточно большое количество питательного элемента, обладает хорошими физическими свойствами. Но эта соль содержит в своем составе хлор, поэтому внесение его под некоторые сельскохозяйственные культуры нежелательно.

Одним из перспективных калийсодержащих минеральных удобрений является нитрат калия. Это концентрированное, физиологически щелочное, комплексное удобрение, обладающее хорошими физическими свойствами. Достоинствами KNO₃ по сравнению с другими удобрениями являются: наличие двух необходимых растениям элементов – калия и азота; отсутствие балласта, что особенно важно при дальних перевозках; низкая гигроскопичность и, следовательно, незначительная слеживаемость; отсутствие хлора.

В чистом виде нитрат калия содержит 13,85% азота и 46,58% K₂O.

Существует несколько способов получения нитрата калия. Однако наибольший интерес представляет способ, основанный на обменном разложении хлорида калия и нитрата аммония, которое описывается уравнением



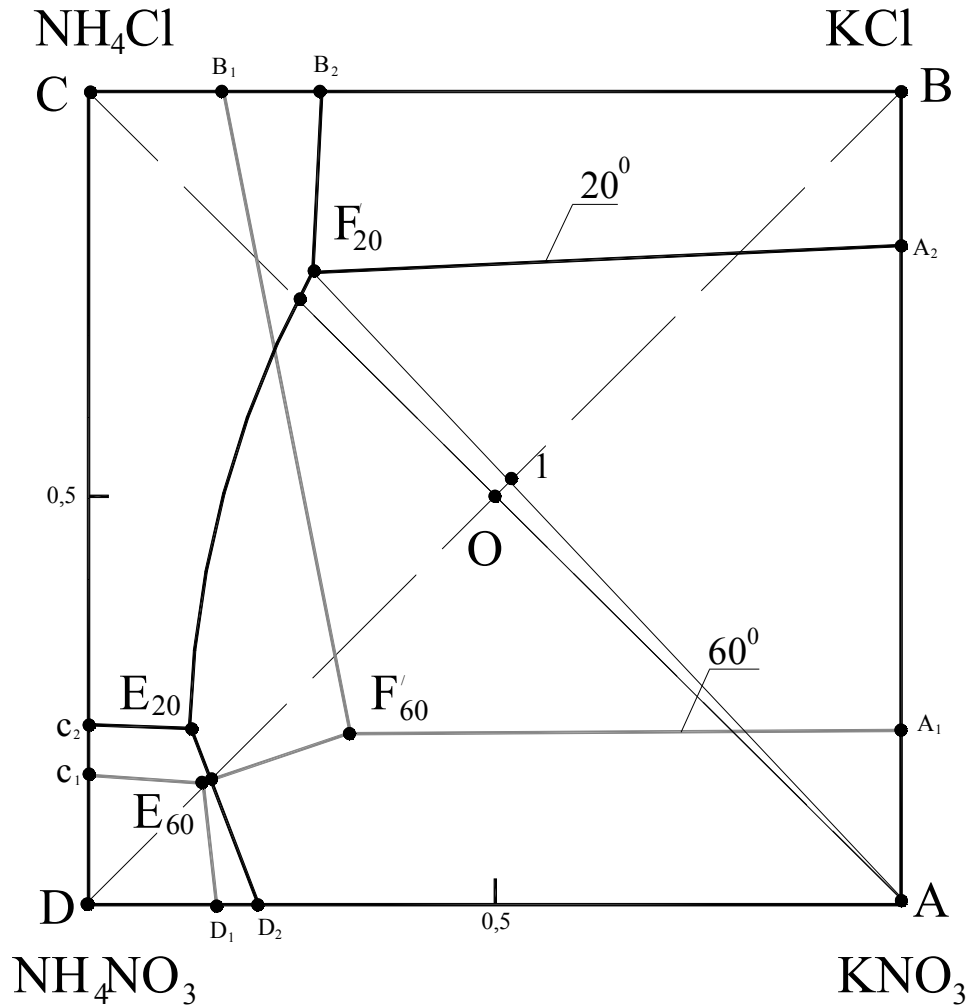
Физико-химические основы осуществления этого процесса обусловлены свойствами четырехкомпонентной взаимной водно-солевой системы K⁺, NH₄⁺ // Cl⁻, NO₃⁻ – H₂O, диаграмма растворимости которой, построенная по данным табл. 2, представлена на рис. 4.

Табл. 2. Данные для построения диаграммы растворимости

Точка	Твердая фаза	Жидкая фаза				<i>m</i> моль воды на 1 моль суммы солей
		Доля ионов в сухом остатке				
		NH ₄ ⁺	K ⁺	NO ₃ ⁻	Cl ⁻	
Температура 60°C						
	NH ₄ Cl + KCl	0,76	0,24	–	1,00	5,10
	KCl + KNO ₃	–	1,00	0,68	0,42	4,45
	NH ₄ NO ₃ + KNO ₃	0,81	0,19	1,00	–	1,15
	NH ₄ Cl + NH ₄ NO ₃	1,00	–	0,82	0,18	0,95
<i>F</i>	KCl + NH ₄ Cl + KNO ₃	0,63	0,37	0,63	0,37	1,90
<i>E</i>	NH ₄ NO ₃ + NH ₄ Cl + + KNO ₃	0,855	0,20	0,80	0,145	0,80
Температура 20°C						
	NH ₄ Cl + KCl	0,725	0,235	–	1,00	7,40
	KCl + KNO ₃	–	1,00	0,30	0,70	8,70
	NH ₄ NO ₃ + KNO ₃	0,835	0,165	1,00	–	2,20
	NH ₄ Cl + NH ₄ NO ₃	1,00	–	0,77	0,23	2,00
<i>F</i>	KCl + NH ₄ Cl + KNO ₃	0,63	0,37	0,33	0,67	4,90
<i>E</i>	NH ₄ NO ₃ + NH ₄ Cl + + KNO ₃	0,825	0,175	0,81	0,19	1,80

На диаграмме пограничные линии кристаллизации отвечают составам насыщенных растворов, находящихся в равновесии с двумя солями. Эти линии пересекаются в точках *E* и *F*, в которых насыщен-

ный раствор находится в равновесии с тремя солями. Точка E расположена внутри треугольника состава, в вершинах которого находятся соли, составляющие твердую фазу, следовательно раствор E конгруэнтно насыщен. Точка F находится вне треугольника состава, поэтому



раствор является инконгруэнтно насыщенным.

Поля кристаллизации KCl и NH_4NO_3 не соприкасаются друг с другом. Это указывает на то, что пара солей $KCl - NH_4NO_3$ является неустойчивой (нестабильной). Поля кристаллизации солей KNO_3 и NH_4Cl , напротив, граничат по линии EF , поэтому пара солей $KNO_3 - NH_4Cl$ устойчива (стабильна) и образует две инвариантные точки E и F .

Рис. 4. Изотермы растворимости четырехкомпонентной взаимной водно-солевой системы $K^+, NH_4^+ // Cl^-, NO_3^- - H_2O$ при 60 и 20°C

При 20°C поле кристаллизации KNO_3 занимает большую часть площади квадрата, чем при 60°C, а поле кристаллизации KCl значительно увеличивается за счет уменьшения поля KNO_3 . Следовательно, растворимость KNO_3 в несколько раз увеличивается, и раствор при охлаждении выделяет эту соль.

Состав раствора определяется по шкале, расположенной на сторонах квадрата, а количество воды в растворе будет различным в зависимости от температуры.

Движение точки раствора при испарении или охлаждении определяют путем проведения луча кристаллизации. Например, требуется указать путь изменения состава раствора точки O при охлаждении до 20°C. При этой температуре фигуративная точка O расположена в поле кристаллизации KNO_3 , поэтому при охлаждении раствора эта соль выпадет в осадок. Движение точки состава раствора направлено вдоль проекции луча кристаллизации $KNO_3 - O$ к пересечению на линии совместной кристаллизации KNO_3 и NH_4Cl изотерм 20°C.

Расчеты процессов конверсии

Практически при расчете процесса конверсии уравнения составляются после того, как по фазовой диаграмме намечен ход качественного изменения состава растворов. Концентрацию солей выражают в ион-экв. %, а за единицу количества принимают солевую единицу (СЕ), т. е. количество раствора, в котором содержится 1 г-экв. суммы солей.

В общем виде методика количественных расчетов может быть следующей. Даны составы двух растворов, отличающихся содержанием воды и составом солей: раствор 1 – исходный; раствор 2 – конечный (A, B – катионы; X, Y – анионы).

1 СЕ раствора 1 – $xA; (1 - x)B; yX; (1 - y)Y; mH_2O$.

1 СЕ раствора 2 – $x_1A; (1 - x_1)B; y_1X; (1 - y_1)Y; m_1H_2O$.

При изменении состава исходного раствора происходит выделение части солей; из 1 СЕ раствора 1 можно получить какую-то долю раствора 2, равную n СЕ ($n < 1$). Зная путь изменения состава раствора по диаграмме, можно составить общее уравнение процесса для перехода от состава исходного раствора 1 к составу конечного раствора 2.

Общее уравнение охлаждения или изотермической кристаллизации имеет следующий вид:

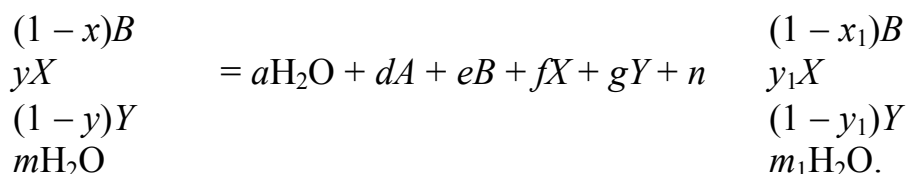
1 СЕ раствора 1 = $aH_2O + dA + eB + fX + gY + n$ СЕ раствора 2.

Подставляя выражения для составов растворов, получим:

раствор 1
 xA }
 }
 }

29

раствор 2
 x_1A }
 }
 }



Приравнивая коэффициенты при одинаковых ионах по обеим сторонам равенства, составляем частные уравнения:

по H_2O :

$$m = a + nm_1;$$

по A :

$$x = d + nx_1;$$

по B :

$$(1-x) = e + n(1-x_1);$$

по X :

$$y = f + ny_1;$$

по Y :

$$(1-y) = g + n(1-y_1).$$

Кроме того, должно выполняться равенство

$$d + e = f + g,$$

так как эти величины отвечают количеству ионов соответствующих солей.

При помощи этих шести уравнений необходимо определить неизвестные величины a, d, e, f, g, n , причем значения некоторых из них могут быть отрицательными или равными нулю.

Определив неизвестные, можно пересчитать полученные данные на весовые количества, определить выход продуктов, соотношение исходных реагентов и т. д.

Пример расчета

Дан состав исходного раствора 1, который охлаждается до $20^\circ C$ (см. рис. 4). Рассчитать процесс.

Состав раствора 1: $K^+ - 0,562$ (56,2%); $Cl^- - 0,55$ (55%); $NH_4^+ - 0,438$ (43,8%); $NO_3^- - 0,45$ (45%); количество воды – a моль.

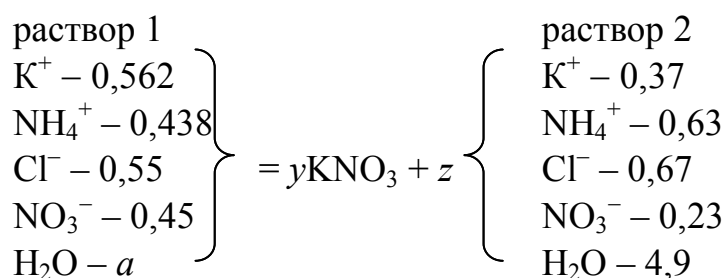
При охлаждении раствора 1 до $20^\circ C$ согласно диаграмме выпадает KNO_3 по лучу $KNO_3 - 1$ до точки F_{20} .

Уравнение процесса охлаждения раствора 1 до $20^\circ C$:

$$1 \text{ SE раствора } 1 = yKNO_3 + z \text{ SE раствора } F_{20}.$$

Состав раствора F_{20} при $20^\circ C$: $K^+ - 0,37$ (37%); $Cl^- - 0,67$ (67%); $NH_4^+ - 0,63$ (63%); $NO_3^- - 0,23$ (23%); количество воды – $4,9$ моль.

Уравнение охлаждения:



Приравниваем коэффициенты по обеим сторонам равенства. Коэффициент z определим по Cl^- (и NH_4^+):

$$0,67z = 0,55; z = 0,55 / 0,67 = 0,82;$$

y – по K^+ (или NO_3^-):

$$0,37z + y = 0,562; y = 0,562 - 0,303 = 0,259.$$

Количество воды a в растворе 1 определим из уравнения

$$4,9z = a,$$

откуда

$$a = 4,9 \cdot 0,82 = 4,02,$$

т. е. раствор 1 должен содержать в 1 СЕ 4,02 моль H_2O .

В результате охлаждения 1 СЕ раствора 1 получим 0,259 моль KNO_3 и 0,82 СЕ раствора F_{20} .

Порядок выполнения работы

Схема лабораторной установки представлена на рис. 5.

Рис. 5. Схема лабораторной установки:

- 1 – трехгорлая колба; 2 – мешалка; 3 – термометр; 4 – контактный термометр;
5 – терморегулятор; 6 – термостат; 7 – нагреватель; 8 – мешалка

Взвешивают на технических весах необходимое количество предварительно приготовленного раствора NH_4NO_3 заданной концентрации и переносят в реактор. Реактор опускают в термостат, закрывают пробкой и включают на малых оборотах мешалку, после чего начинают нагрев. Когда температура в реакторе поднимется до 60°C , в него переносят предварительно рассчитанное и взвешенное количество KCl . Содержимое реактора продолжают перемешивать до полного растворения KCl . По окончании растворения полученный раствор охлаждают до заданной температуры, после чего выпавший осадок KNO_3 отфильтровывают, промывают небольшим количеством (30–50 мл) этилового спирта, снимают с фильтра и высушивают в сушильном шкафу при $105\text{--}110^\circ\text{C}$. Высушенные кристаллы KNO_3 и фильтрат взвешивают на технических весах, анализируют (в зависимости от задания) и вычисляют выход KNO_3 по затраченным KCl и NO_3 , а также по отношению к теоретическому выходу, который рассчитывается по диаграмме растворимости, построенной на большом листе бумаги (50×50 см) по литературным данным и в зависимости от конкретного задания.

Определить выход KNO_3 в зависимости от следующих **вариантов задания**.

1. Концентрация исходного раствора NH_4NO_3 , мас. доля, %: 45; 50; 55; 60. Соотношение NH_4NO_3 и KCl , моль/моль: 1 : 0,40; 1 : 0,45; 1 : 0,50; 1 : 0,55.
2. Температурный режим обменного разложения, $^\circ\text{C}$: 50, 60–20, 30.
3. Количество исходного раствора NH_4NO_3 , г: 100; 150; 200.

Вопросы к работе

1. Бесхлорные и сложные калийные удобрения (определение и номенклатура).
2. Способы получения нитрата калия.
3. Физико-химические основы получения нитрата калия путем обменного разложения NH_4NO_3 и KCl . Расчеты по диаграмме растворимостей.
4. Способы получения сульфата калия.

МЕТОДИКИ ИСПОЛЬЗУЕМЫХ АНАЛИЗОВ

Растворение удобрения и определение нерастворимого остатка (н. о.)

Реактивы и растворы: раствор азотнокислого серебра.

Посуда: стаканы на 300–400, 200–250 мл; мерная колба на 250 мл; воронка; бюксы; стеклянная палочка.

Проведение анализа

2 г сырья взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в стакан вместимостью 300–400 мл, прибавляют 150 мл дистиллированной воды, перемешивают и доводят до кипения. Затем раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 250 мл через предварительно высушенный и взвешенный фильтр. Нерастворимый остаток полностью переносят на фильтр и промывают горячей водой до исчезновения реакции на хлор-ион в промывных водах (проба с раствором азотнокислого серебра). По охлаждении фильтрата колбу доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Раствор используют для анализа.

Фильтр с нерастворимым осадком высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 105°C.

Массовую долю нерастворимого в воде остатка вычисляют по формуле

$$X = (m - m_1) \cdot 100 / m_2,$$

где X – массовая доля н. о., %; m – масса бюксы с фильтром и осадком, г; m_1 – масса бюксы с пустым фильтром, г; m_2 – масса анализируемого продукта, г.

Определение содержания влаги в сырье

Посуда: бюксы; эксикатор, заполненный осушителем.

Проведение анализа

2–5 г сырья помещают в бюксу, предварительно высушенную до постоянной массы, и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Бюксу с образцом помещают в сушильный шкаф и сушат с открытой крышкой при температуре 105–110°C 2 ч. Затем бюксу закрывают и охлаждают в эксикаторе, выдерживая перед взвешиванием не менее 30 мин.

Массовую долю влаги вычисляют по формуле

$$X = (m - m_1) \cdot 100 / m_2,$$

где X – массовая доля влаги, %; m – масса бюксы с пробой до высушивания, г; m_1 – масса бюксы с пробой после высушивания, г; m_2 – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 15 отн. % для сырья с влажностью до 0,3% и 10 отн. % для сырья с влажностью более 0,3%.

Определение калия в однокомпонентных калийных удобрениях

Сущность метода

Сущность метода заключается в осаждении калия тетрафенилборатом натрия в уксуснокислой среде с последующим высушиванием и взвешиванием полученного осадка тетрафенилбората калия.

Реактивы и растворы: кислота уксусная, 10%-ный раствор; тетрафенилборат натрия, 3,5%-ный раствор; метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор; гидроксид натрия, 0,1 н раствор; промывной раствор (10 мл 10%-ной уксусной кислоты, 3–4 мл 3,5%-ного раствора тетрафенилбората натрия, ~90 мл дистиллированной воды).

Посуда: стакан на 150 мл, 2 шт.; пипетки на 2 и 20 мл; бюретка для раствора тетрафенилбората натрия; тигель фильтрующий; кристаллизатор с холодной водой.

Проведение анализа

20 мл анализируемого раствора помещают в стакан вместимостью 150 мл, добавляют 1–2 капли метилового красного и 10%-ный раствор уксусной кислоты до перехода окраски раствора в розовый цвет. Если раствор при прибавлении индикатора сразу принимает розовую окраску, его нейтрализуют 0,1 н раствором гидроксида натрия до перехода окраски раствора в желтую, а затем добавляют уксусную кислоту до восстановления розовой окраски. Раствор нагревают на водяной бане до 40°C и осаждают тетрафенилборатом натрия, добавляя с помощью пипетки или бюретки при перемешивании 10 мл 3,5%-ного раствора тетрафенилбората натрия.

Раствору с осадком дают отстояться на водяной бане в течение 5 мин, охлаждают в кристаллизаторе с холодной водой или в проточной воде до комнатной температуры и отфильтровывают через предварительно высушенный и взвешенный фильтрующий тигель.

Осадок из стакана переносят на фильтр и промывают небольшими порциями (3–4 мл) промывного раствора, каждый раз полностью отфильтровывая раствор. Затем осадок промывают три раза холодной водой порциями по 5 мл. Общий расход промывных вод должен составлять 50 мл.

Фильтр с осадком высушивают в сушильном шкафу при температуре 120°C до постоянной массы.

Массовую долю калия в сырье в пересчете на K_2O вычисляют по формуле

$$X = m \cdot 0,1314 \cdot 250 \cdot 100 / (m_1 \cdot 20),$$

где X – массовая доля калия в пересчете на K_2O , %; m – масса осадка тетрафенилбората калия, г; 0,1314 – коэффициент пересчета тетрафенилбората калия на K_2O ; m_1 – масса навески анализируемой пробы, г.

Массовую долю калия в сухом веществе в пересчете на K_2O вычисляют по формуле

$$X = [m \cdot 0,1314 \cdot 250 \cdot 100 / (m_1 \cdot 20)] \cdot [100 / (100 - X_{H_2O})],$$

где X_{H_2O} – массовая доля влаги, %.

Коэффициент пересчета K_2O на KCl составляет 1,583.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,8%.

Определение калия в сложных удобрениях

Сущность метода

Сущность метода заключается в осаждении калия тетрафенилборатом натрия в щелочной среде с предварительным связыванием мешающих определению примесей формалином и трилоном Б и последующим высушиванием и взвешиванием полученного осадка тетрафенилбората калия.

Реактивы и растворы: натрия гидроксид, 1 н и 0,2 н растворы; формалин технический; трилон Б, 0,2 н раствор; тетрафенилборат натрия, 3,5%-ный раствор; раствор промывной (к 100 мл воды добавляют 3–4 мл 3,5%-ного раствора тетрафенилбората натрия); фенолфталеин (индикатор), 1%-ный спиртовой раствор.

Посуда: стакан на 150 мл; стакан на 250 мл для промывного раствора; пипетка на 10 мл; бюретка для тетрафенилбората натрия; цилиндр для формалина на 20 мл; фильтрующий тигель.

Проведение анализа

10 мл анализируемого раствора переносят в стакан вместимостью 150 мл, добавляют 20 мл формалина, 10 мл 0,2 н раствора трилона Б и в присутствии 2–3 капель фенолфталеина нейтрализуют 1 н раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски. Раствор нагревают до кипения, затем при перемешивании добавляют из пипетки или бюретки 20 мл раствора тетрафенилбората натрия и быстро охлаждают до комнатной температуры в холодной проточной воде. При этом выпадает белый кристаллический осадок.

После отстаивания в течение 15 мин раствор с осадком фильтруют через предварительно высушенный и взвешенный фильтрующий тигель. Осадок на фильтре промывают промывной жидкостью 4–5 раз порциями по 5–6 мл, а затем промывают 10–15 мл воды и сушат в сушильном шкафу при 120°C до постоянной массы.

Массовую долю калия в пересчете на K_2O вычисляют по формуле

$$X = m \cdot 0,1314 \cdot 250 \cdot 100 / (m_1 \cdot 10),$$

где X – массовая доля калия в пересчете на K_2O , %; m – масса осадка тетрафенилбората калия, г; 0,1314 – коэффициент пересчета тетрафенилбората калия на K_2O ; m_1 – масса навески анализируемого сырья, г.

Определение содержания калия методом пламенной фотометрии

Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности излучения элементов, вводимых в пламя в виде аэрозоля. Под действием тепловой энергии пламени возникает характерный для данного элемента спектр излучения. Аналитическая линия этого излучения выделяется интерференционным светофильтром и воспринимается фотоприемником. Усиленный и обработанный сигнал с фотоприемника выводится на цифровое табло.

Приборы и посуда: фотометр пламенный ФПА-2; колба мерная вместимостью 200–250 мл; колба мерная на 100 мл, 5 шт.; пипетка на 5–10 мл; колба мерная на 500 мл, 2 шт.

Проведение анализа

До начала работы необходимо тщательно ознакомиться с правилами пользования фотометром пламенным ФПА-2. Для проведения анализа 2–3 г вещества взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 200–250 мл,

приливают 100–150 мл дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Затем объем раствора доводят водой до метки и снова перемешивают. Часть раствора отфильтровывают, отбрасывая первые порции фильтрата. После этого 2–3 мл фильтрата пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и определяют в этом растворе содержание калия методом сравнения со стандартными растворами.

Стандартные растворы готовят следующим образом. 2,385 г KCl марки «х. ч.» растворяют в мерной колбе вместимостью 500 мл. Из приготовленного раствора отбирают 5 мл в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят дистиллированной водой до метки. Полученный раствор содержит 25 мг калия в 1 л. Из него готовят стандартные растворы, содержащие 5, 10, 15 и 20 мг калия в 1 л. Для этого из раствора, содержащего 25 мг калия в 1 л, отбирают в четыре мерные колбы вместимостью 100 мл 20, 40, 60 и 80 мл и доводят объем раствора в каждой колбе до метки.

Полученные стандартные растворы последовательно вводят в пламя горелки (см. инструкцию по работе на ФПА-2). Раствор анализируемого продукта вводят в пламенный фотометр и снимают показания прибора.

Массовую долю калия рассчитывают по формуле

$$X = [a \cdot V_{\text{к}} / (10000 \cdot m \cdot V_{\text{а}})] \cdot 100,$$

где X – массовая доля калия, %; a – количество калия, определенное по показаниям прибора, мг/л; $V_{\text{к}}$ – объем колбы, мл; m – масса навески анализируемого продукта, г; $V_{\text{а}}$ – объем аликвоты, отобранной для анализа, мл.

Определение хлора

Сущность метода

Соли ртути (II) образуют с хлорид-ионами растворимый, но малоионизированный хлорид ртути HgCl_2 . При титровании появление избытка ионов ртути (II) обнаруживается с помощью индикатора дифенилкарбазона.

Реактивы и растворы: хлорид калия, стандартный раствор (1 мг хлорид-ионов в 1 мл раствора); нитрат ртути (II), 0,1 н раствор; азотная кислота, 0,05 н раствор; натрия гидроксид, 0,05 н раствор; дифенилкарбазон, 0,5%-ный спиртовой раствор; бромфеноловый синий, 0,05%-ный спиртовой раствор.

Посуда: коническая колба на 250 мл, 3 шт.; пипетки на 1–2 мл и на 10 мл; бюретка для раствора нитрата ртути.

Проведение анализа

20 мл анализируемого раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 5 капель раствора бромфенолового синего и нейтрализуют кислотой, если индикатор имеет синюю окраску, или раствором едкого натра, если индикатор окрасился в желтый цвет. Заканчивают добавлением 0,05 н раствора азотной кислоты точно до точки перехода окраски индикатора в желтый цвет и прибавляют еще 1 мл раствора этой кислоты. Разбавляют раствор приблизительно до 100 мл дистиллированной водой, прибавляют 5 капель раствора дифенилкарбазона и титруют раствором нитрата ртути (II) до перехода окраски из желтой в бледно-сиреневую.

Одновременно проводят «холостой» опыт со 100 мл воды и теми же количествами реактивов. Одной капли раствора соли ртути (II) должно быть достаточно, чтобы вызвать изменение окраски. Этот раствор может быть использован в качестве «свидетеля» для сравнения окраски при титровании анализируемого раствора.

Массовую долю хлора вычисляют по формуле

$$X = [V \cdot T \cdot 250 / (m \cdot a)] \cdot 100,$$

где X – массовая доля хлора, %; V – объем 0,1 н раствора нитрата ртути (II), пошедший на титрование, мл; T – титр 0,1 н раствора нитрата ртути по хлору, г/мл; $T = 0,00355$ г/мл; m – масса навески анализируемого сырья, г; a – аликвота анализируемого раствора, взятая для анализа, мл.

Определение азота

Метод определения аммиачного азота (хлораминовый)

Сущность метода

Сущность метода заключается в окислении аммиачного азота хлорамином до элементарного в присутствии фосфатного буферного раствора с рН 6,7 и бромистого калия. Избыток хлорамина определяют йодометрически.

Реактивы и растворы: вода дистиллированная; калий бромистый; калий йодистый, 20%-ный раствор; кислота серная, 6 н раствор; кислота соляная, 20%-ный раствор; крахмал растворимый, 1%-ный раствор; гидроксид натрия, 1 н раствор; тиосульфат натрия, 0,1 н раствор; натрий фосфорнокислый двузамещенный; хлора-

мин Б или Г, 0,6 н раствор; калий фосфорнокислый однозамещенный; буферный фосфатный раствор с бромистым калием.

Посуда: колба мерная на 250 мл; пипетка на 20 мл; колба коническая на 250 мл.

Проведение анализа

1–2 г анализируемого продукта взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, приливают 10 мл раствора соляной кислоты, кипятят 5 мин, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают. 10 мл полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 2 мл раствора гидроксида натрия, 10 мл буферного раствора, перемешивают и по стенкам колбы пипеткой приливают 5 мл раствора хлорамина. Колбу закрывают пробкой, перемешивают и оставляют на 10 мин.

Затем прибавляют 3 мл раствора йодистого калия, 10 мл раствора серной кислоты, снова закрывают пробкой, оставляют в темном месте на 3–5 мин и титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии 0,5 мл раствора крахмала, прибавляемого в конце титрования после появления слабо-желтой окраски раствора. Титрование продолжают до обесцвечивания раствора.

Одновременно проводят контрольный опыт с дистиллированной водой и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта, соблюдая указанную выше последовательность прибавления всех реактивов.

Массовую долю аммиачного азота вычисляют по формуле

$$X = [(V - V_1) \cdot 0,000\ 467 \cdot 250 \cdot 100] / (m \cdot 10),$$

где X – массовая доля аммиачного азота, %; V – объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл; V_1 – объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, мл; 0,000 467 – масса азота, соответствующая 1 мл точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, г; m – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,3% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Метод определения нитратного азота (титриметрический)

Сущность метода

Сущность метода заключается в восстановлении нитратного азота раствором сульфата железа (II) 7-водного в кислой среде в присутствии молибдата аммония в качестве катализатора с последующим титрованием избытка сульфата железа (II) раствором перманганата калия. Метод неприменим в присутствии окислителей и восстановителей.

Реактивы и растворы: кислота серная, 96%-ный раствор и разбавленная 1 : 1; гидрокарбонат натрия, «ч. д. а.»; хлорид натрия, «ч. д. а.»; молибдат аммония 4-водный $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, «ч. д. а.», 30 г/л; перманганат калия «ч. д. а.», 0,1 н раствор; вода дистиллированная; сульфат железа (II) 7-водный, «ч. д. а.», 0,2 н раствор; оксид углерода (IV), предварительно очищенный в поглотителе с силикагелем.

Аппаратура, посуда и материалы: поглотитель стеклянный, заполненный силикагелем; бумага фильтровальная средней плотности; фарфоровая чашка; колба мерная на 200–250 мл; колба коническая на 500 мл.

Порядок приготовления смеси солей

Смесь солей готовят следующим образом: 300 г гидрокарбоната натрия помещают в фарфоровую чашку, добавляют при перемешивании 80 мл воды и 10 мл 96%-ной серной кислоты. После растворения соли раствор упаривают и сушат при 100°C, периодически перемешивая во избежание образования сплошной спекшейся массы.

Проведение анализа

1 г анализируемого продукта взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 200–250 мл, добавляют ~200 мл воды, закрывают пробкой и взбалтывают 10 мин. Объем раствора доводят водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Отбирают 20 мл полученного раствора в коническую колбу вместимостью 500 мл, добавляют 20 мл раствора сульфата железа (II), 5 мл раствора молибдата аммония и 10 мл раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 1. Затем через раствор в течение 10 мин пропускают оксид углерода (IV).

Допускается вместо оксида углерода (IV) применять смесь солей, при этом закрывают колбу с раствором пробкой с газоотводной

трубкой и вносят отдельными порциями 10 г смеси солей, следя за тем, чтобы не прекращалось выделение оксида углерода (IV).

Через 10 мин в колбу приливают 40 мл раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 1, добавляют 1 г гидрокарбоната натрия и закрывают колбу пробкой с газоотводной трубкой.

После прекращения выделения углекислого газа раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 3 мин до появления желто-оранжевой окраски раствора.

Колбу с раствором быстро охлаждают струей холодной воды, ополаскивают газоотводную трубку, добавляя промывную воду к основному раствору, доводят объем раствора до 350 мл и титруют избыток сульфата железа (II) раствором перманганата калия до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 10 с.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях с тем же количеством реактивов, но без анализируемой пробы.

Массовую долю нитратного азота вычисляют по формуле

$$X = [(V_1 - V_2) \cdot 0,000\ 466\ 9 \cdot V_3 / (m \cdot V)] \cdot 100,$$

где X – массовая доля нитратного азота, %; V_1 – объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл; V_2 – объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, мл; 0,000 466 9 – масса азота, соответствующая 1 мл точно 0,1 н раствора перманганата калия, г; m – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Определение магния

Сущность метода

Проводят прямое комплексометрическое титрование магния в щелочной среде при $pH = 10$ раствором трилона Б. Конец титрования определяют с помощью индикатора эриохрома черного, который имеет малиновый цвет в присутствии ионов магния и синий – при их отсутствии.

Реактивы и растворы: аммиачный буферный раствор с $pH = 10$; трилон Б, 0,025 М раствор; хромоген черный (эриохром черный, ин-

дикатор); раствор аммиака (1 : 1); метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор.

Посуда: коническая колба на 250 мл; пипетка на 20 мл; цилиндр на 5–10 мл; бюретка для трилона Б.

Проведение анализа

20 мл анализируемого раствора помещают в коническую колбу, разбавляют раствор до 100 мл дистиллированной водой, прибавляют 1 каплю метилового красного и нейтрализуют аммиаком (1 : 1) до перехода окраски из малиновой в желтую. Приливают 5 мл буферного раствора (рН = 10) и добавляют на кончике шпателя индикатор хромоген черный. Затем нагревают раствор до 60°C и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной в чисто-синюю.

Содержание магния в пересчете на MgO вычисляют по формуле

$$X = [V \cdot T \cdot 250 / (g \cdot a \cdot 1000)] \cdot 100,$$

где X – содержание магния в пересчете на MgO, %; V – объем трилона Б, пошедший на титрование, мл; T – титр 0,025 М раствора трилона Б по MgO, мг/мл; $T_{\text{MgO}} = 1,01$ мг/мл; g – масса навески, г; a – аликвота, взятая для анализа, мл; 250 – объем основного раствора, мл.

ЛИТЕРАТУРА

1. Руководство к практическим занятиям по технологии неорганических веществ / М.Е. Позин, Е.А. Копылев, Е.С. Тумаркина, Г.В. Бельченко. – Л.: Госхимиздат, 1957. – 292 с.

2. Соколов М.Т., Белоусова В.В. Технология калийных удобрений: Лабораторные работы по одноименному курсу. – Мн.: БГТУ, 1997. – 33 с.
3. Новик Д.М. Безотходная технология получения нитрата калия конверсионным методом: Дисс. ... канд. техн. наук. – Мн., 2004. – 189 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие.....	3
Лабораторные работы.....	4
Общие требования к выполнения лабораторных работ.....	4
Лабораторная работа № 1. Измельчение и классификация калийных руд.....	5
Лабораторная работа № 2. Обесшламливание сильвинита.....	9
Лабораторная работа № 3. Флотационное обогащение сильвинита.....	16
Лабораторная работа № 4. Получение хлористого калия галургическим методом из сильвинита.....	21
Лабораторная работа № 5. Получение нитрата калия из хлорида калия и нитрата аммония.....	27
Методики используемых анализов.....	34
Растворение удобрения и определение нерастворимого остатка (н. о.).....	34
Определение содержания влаги в сырье.....	34
Определение калия в однокомпонентных калийных удобрениях.....	35
Определения калия в сложных удобрениях.....	36
Определение содержания калия методом пламенной фотометрии.....	37
Определение хлора.....	38
Определение азота.....	39
Определение магния.....	42
Литература.....	44