

Zakład Chemii Organicznej i Technologii Chemicznej

## Ciągły proces otrzymywania bikarbonatu metodą Solvay'a

Instrukcja do ćwiczenia nr 10



## **Cel ćwiczenia**

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z przemysłowym procesem ciągłej produkcji bikarbonatu metodą Solvay'a.

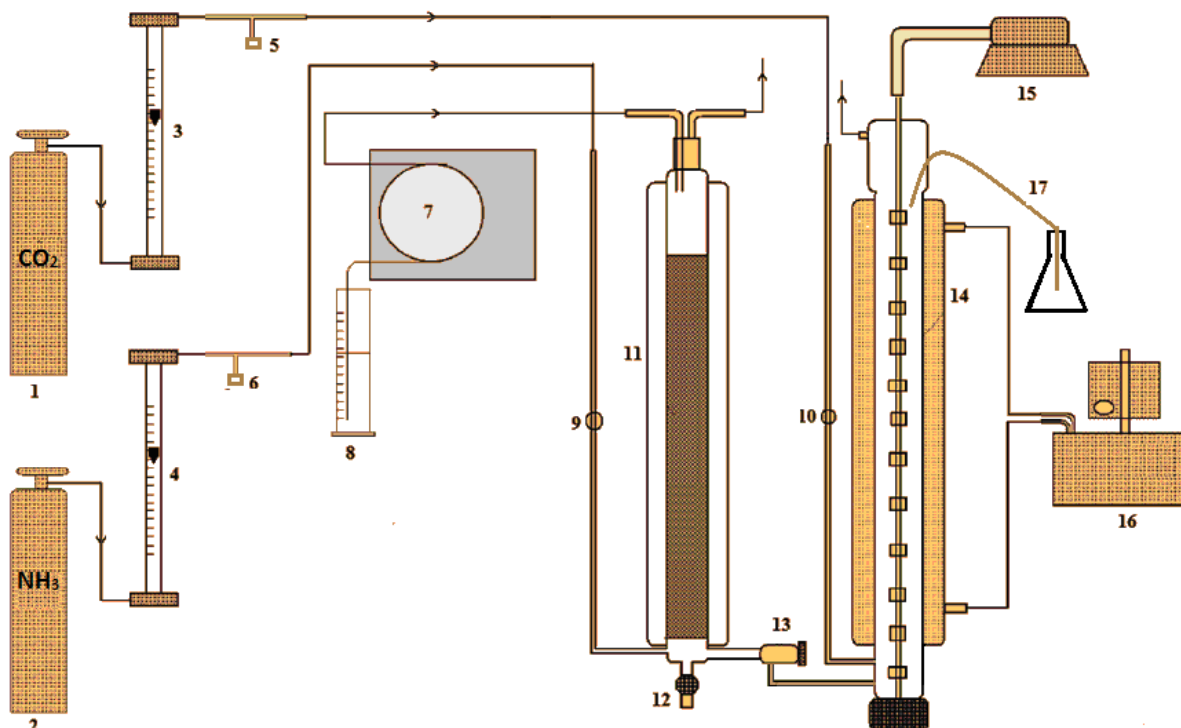
## **Opis ćwiczenia**

Laboratoryjna instalacja chemiczna do produkcji bikarbonatu, będąca modelem instalacji przemysłowej składa się z dwóch głównych modułów (reaktorów): kolumny do nasycania amoniakiem solanki oraz karbonizatora do nasycania solanki amoniakalnej dwutlenkiem węgla. Procesy te zachodzą sekwencyjnie. Oba reaktory są ze sobą połączone. Podczas produkcji bikarbonatu reaktory zasilane są w sposób ciągły substratami: dwutlenkiem węgla, amoniakiem, i solanką. W tym samym czasie odbierany jest bikarbonat. Aby zapewnić ciągły proces otrzymywania bikarbonatu należy utrzymywać na stałym poziomie: szybkości dozowania substratów oraz temperaturę karbonizatora. W trakcie ćwiczenia wykonywana jest analiza miareczkowa przesącza otrzymywanego z mlecznej zawiesiny bikarbonatu odbieranej z karbonizatora. Stała zawartość chlorków oraz amoniaku w zawieszynie jest wyznacznikiem właściwego utrzymywania parametrów procesu produkcji bikarbonatu.

## **Wykonanie ćwiczenia**

Na początku pracowni zakładamy fartuchy i okulary laboratoryjne (chyba, że student nosi okulary korekcyjne) oraz zapoznajemy się z kartami charakterystyk substancji używanych w trakcie zajęć. Sprawdzamy stan techniczny instalacji, włączamy wyciągi i listwy elektryczne. Zakładamy lateksowe rękawice ochronne i przystępujemy do właściwej części ćwiczenia.

Numeracja aparatów instalacji chemicznej występująca w instrukcji oparta jest na schemacie zaprezentowanym poniżej:



### Legenda:

1. Butla ze sprężonym ditlenkiem węgla,
2. Butla z amoniakiem,
3. Rotametr do CO<sub>2</sub>,
4. Rotametr do amoniaku,
5. Manostat,
6. Manostat,
7. Pompa perystaltyczna,
8. Cylinder z solanką,
9. Kran,
10. Kran,
11. Absorber,
12. Kran,
13. Kran,
14. Kolumna karbonizacyjna,
15. Mieszadło,
16. Termostat,
17. Odbiór produktu.

1. Wyznaczamy gęstość solanki. W tym celu ważymy cylinder miarowy o pojemności  $0,5 \text{ dm}^3$  (nr 8). Następnie napełniamy go solanką do określonej objętości i ponownie ważymy. Iloraz masy i objętości roztworu daje nam jego gęstość.
2. Umieszczamy wąż doprowadzający solankę do pompy perystaltycznej (nr 7) w cylindrze miarowym (nr 8).
3. Sprawdzamy czy są zamknięte zawory nr 9, 12 i 13. Włączamy pompę perystaltyczną i na maksymalnych obrotach napełniamy solanką z cylindra miarowego kolumnę absorpcyjną nr 11 do poziomu podanego przez asystenta.
4. Otwieramy kran nr 9 a następnie uruchomiamy przepływ amoniaku z butli nr 2 i regulując zaworem reduktora na butli ustawiamy żądany przepływ, którego wartość odczytujemy na rotametrze nr 4. Wartość przepływu podaje asystent. W trakcie nasycania solanki amoniakiem należy pilnować aby nie zmienił się ustawiony przepływ amoniaku.
5. Prowadzimy nasycanie solanki amoniakiem do momentu osiągnięcia żadanego stężenia  $\text{NH}_3$  w roztworze (podniesie się poziom roztworu w kolumnie do zadanej wysokości).
6. W tak zwanym międzyczasie oznaczamy zawartość chlorku sodu w solance według następującego przepisu:  

Odpipetować 5 [ml] roztworu solanki do kolby miarowej o pojemności 50 [ml] i rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski. Z otrzymanego roztworu odpipetować 5 [ml] do erlenmajerki, rozcieńczyć niewielką ilością wody, dodać kilka kropli nasyconego roztworu  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  i miareczkować 0.1 molowym roztworem  $\text{AgNO}_3$  do pojawienia się brunatnego zabarwienia.
7. Po osiągnięciu żadanego stężenia  $\text{NH}_3$  włączamy termostat (nr 16).
8. Sprawdzamy czy jest zamknięty kran nr 10. Otwieramy kran nr 13 łączący kolumnę nr 11 z karbonizatorem. Uruchomiamy ponownie pompę perystaltyczną i przy niewielkich (ustalonych z asystentem) obrotach napełniamy solanką amoniakalną karbonizator. Poziom solanki w karbonizatorze ustala asystent. Po napełnieniu karbonizatora wyłączamy pompę i przepływ amoniaku (zakręcamy reduktor butli z amoniakiem i kran nr 9).
9. Włączamy silnik (nr 15) do mieszadła karbonizatora i sprawdzamy czy temperatura solanki amoniakalnej osiągnęła w karbonizatorze wartość  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ .
10. Zamykamy kran 13. Otwieramy kran nr 10 i uruchomiamy przepływ  $\text{CO}_2$  z butli nr 1, którego wartość również określa asystent. Przepływ dwutlenku węgla kontrolujemy na rotametrze nr 3. Zapisujemy godzinę rozpoczęcia karbonizacji.
11. Przygotowujemy, numerujemy i ważymy trzy erlenmajerki z korkami (odbieralniki) oraz trzy szalki Petriego. Erlenmajerki podłączamy do odbioru produktu nr. 17. Montujemy zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

12. Po około 1 godz. karbonizacji, gdy w karbonizatorze powstanie mleczno-biała zawiesina bikarbonatu otwieramy zawór 10 i uruchamiamy pompę perystaltyczną i włączamy przepływ amoniaku.
13. Wartości przepływów amoniaku i dwutlenku węgla określone przez asystenta muszą być przez cały czas utrzymywane na stałym poziomie. Do załączonej tabelki (patrz, wzór tabelki poniżej) wpisujemy godzinę rozpoczęcia procesu oraz objętość solanki w cylindrze miarowym (nr 8). Rozpoczynamy odbieranie i produkcję kolejnych porcji bikarbonatu.
14. W równych odstępach odbieramy mieszaninę poreakcyjną, która przelewa się do erlenmajerki nr 17. Erlenmajerkę zamykamy korkiem. Każdą porcję najpierw chłodzimy w zimnej wodzie, ważymy a następnie używając zestawu do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem odfiltrowujemy osad bikarbonatu od przesączu. **Przesącz zachowujemy do analizy.**
15. Ważymy wilgotny bikarbonat. Mokry bikarbonat przenosimy do szalek i odkładamy do wysuszenia w temperaturze pokojowej. Suchy bikarbonat należy zważyć po kilkudziesięciu godzinach. Wyniki wszystkich pomiarów zapisujemy w tabelce.
16. Gdy waga dwóch kolejnych próbek wilgotnego bikarbonatu będzie zbliżona, z ostatniego przesączu pobieramy próbki do analizy.
16. Z przesączu, według przepisu, sporządzamy roztwory podstawowe do miareczkowania na zawartość chlorków oraz wolnego, słabo związanego i całkowitego amoniaku:

### **Analiza:**

Odpipetować 10 [ml] przesączu do kolby miarowej o pojemności 250 [ml] i rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski - tak otrzymany roztwór jest **podstawowym roztworem** do wykonania wszystkich poniżej opisanych analiz.

#### Oznaczania chloru oraz wolnego i słabo związanego amoniaku:

Z otrzymanego roztworu podstawowego pobrać 5 [ml], przenieść do erlenmajerki i rozcieńczyć niewielką ilością wody. Roztwór zmiareczkować 0.1 [M] roztworem HNO<sub>3</sub> wobec oranżu metylowego (zmiana barwy z żółtej w środowisku zasadowym na czerwoną w środowisku kwaśnym o pH = 3-4) w celu określenia ilości amoniaku wolnego i słabo związanego. Następnie do tej samej mieszaniny dodać kilka kropli nasyconego roztworu K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> i zmiareczkować 0.1 [M] roztworem AgNO<sub>3</sub> do pojawienia się brunatnego zabarwienia. Zawartość amoniaku wolnego i słabo związanego oraz chlorków obliczyć z poniższych wzorów.

**Zawartość amoniaku wolnego i słabo związanego ( $G_{\text{NH}_3, \text{w}}$ ):**

$$G_{\text{NH}_3, \text{w}} = \frac{v \cdot 0.0017 \cdot 1000}{0.2}$$

Gdzie:  $v$  – liczba mililitrów 0.1 [M]  $\text{HNO}_3$  zużytych na miareczkowanie, 0.0017 – ilość w [g]  $\text{NH}_3$  odpowiadająca 1 [ml] 0.1 [M] roztworu  $\text{HNO}_3$ , 0.2 – liczba mililitrów wyjściowego roztworu użytego do analizy ( 1/50 z 10 [ml] roztworu wyjściowego).

**Zawartość chloru w roztworze ( $G_{\text{Cl}^-}$ ):**

$$G_{\text{Cl}^-} = \frac{(v - p) \cdot 0.003546 \cdot 1000}{0.2}$$

Gdzie:  $v$  – liczba mililitrów 0.1 [M]  $\text{AgNO}_3$  zużytych do miareczkowania,  $p$  – poprawka na wskaźnik = 0.2 [ml], 0.2 – liczba mililitrów wyjściowego roztworu użytego do analizy ( 1/50 z 10 [ml] roztworu wyjściowego), 0.003546 – zawartość w [g] chloru odpowiadająca 1 [ml] 0.1 [M]  $\text{HNO}_3$ .

Oznaczanie amoniaku całkowitego:

Odpipetować 5 [ml] roztworu podstawowego do erlenmajerki. Zobjętnić 0.1 [M]  $\text{HNO}_3$  wobec oranżu metylowego. Następnie dodać 4 [ml] 40 % roztworu aldehydu mrówkowego uprzednio zobjętnionego wobec fenoloftaleiny i pozostawić na okres 1 minuty do przereagowania. Wydzielony kwas miareczkować 0.1 [M]  $\text{NaOH}$  wobec fenoloftaleiny do różowego zabarwienia.

**Całkowita zawartość amoniaku ( $G_{\text{NH}_3, \text{og}}$ ):**

$$G_{\text{NH}_3, \text{og}} = \frac{v \cdot 0.0017 \cdot 1000}{0.2}$$

Gdzie:  $v$  – liczba [ml] 0.1 [M]  $\text{NaOH}$  zużytego na miareczkowanie, 0.0017 – ilość w [g]  $\text{NH}_3$  odpowiadająca 1 [ml] 0.1 [M] roztworu  $\text{NaOH}$ , 0.2 – liczba [ml] pierwotnego roztworu użytego do analizy ( 1/50 z 10 [ml] roztworu pierwotnego).

18. Po odebraniu ostatniej porcji zawiesiny bikarbonatu z karbonizatora wyłączamy przepływy gazów, opróżniamy reaktory a następnie przepłukujemy je wodą wykorzystując do tego system węży gumowych.
19. Myjemy używany sprzęt laboratoryjny i przygotowujemy stanowisko do kolejnych zajęć.
20. Dajemy tabelkę z wynikami asystentowi do podpisania i na jej podstawie wykonujemy w domu sprawozdanie według załączonego wzoru.

## Opracowanie wyników

Z uzyskanych danych eksperymentalnych należy policzyć wartości średnie, na podstawie których obliczamy:

1. Wszystkie strumienie (solanki, amoniaku, dwutlenku węgla, produktu itd.) w jednostkach [g/h].
2. Straty w procesie.
3. Wykonać wykres Sankey'a opierając się na załączonym schemacie zachowując proporcje strumieni [g/h].

