

ABSZORBER-DESZORBER RENDSZER VIZSGÁLATA

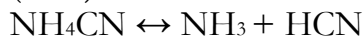
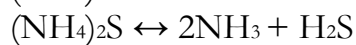
ELTE Szerves Kémiai Tanszék

A GYAKORLAT ISMERTETÉSE

Bevezetés

A kőszenek lepárlásának (gázgyártás, kokszyártás, svélezés) egyik terméke a gázvíz. A gázvíz a kőszén minőségétől és a lepárlás körülményeitől függően különböző mennyiségű ammóniát és az ammónia mellett főképpen szén-dioxidot, hidrogént-szulfidot, fenolokat, piridinbázisokat és hidrogén-cianidot tartalmaz. Az ammónia elsősorban a nagyhőfokú lepárlásnál kapott gázvizek jellemző komponense.

A gázvíz az ammóniát részben szabad állapotban, mint NH_4OH -ot, részben ammóniumsók formájában tartalmazza. Ez utóbbiak gyenge illó savakkal képzett ammóniumsók (pl. ammónium-karbonát, -hidrogénkarbonát, -szulfid és -cianid), melyek vizes oldatban hidrolizálnak és melegítéssel mind az ammónia, mind az illékony sav kiűzhető belőlük. E megfordítható folyamatokat az alábbi egyenletek fejezik ki:

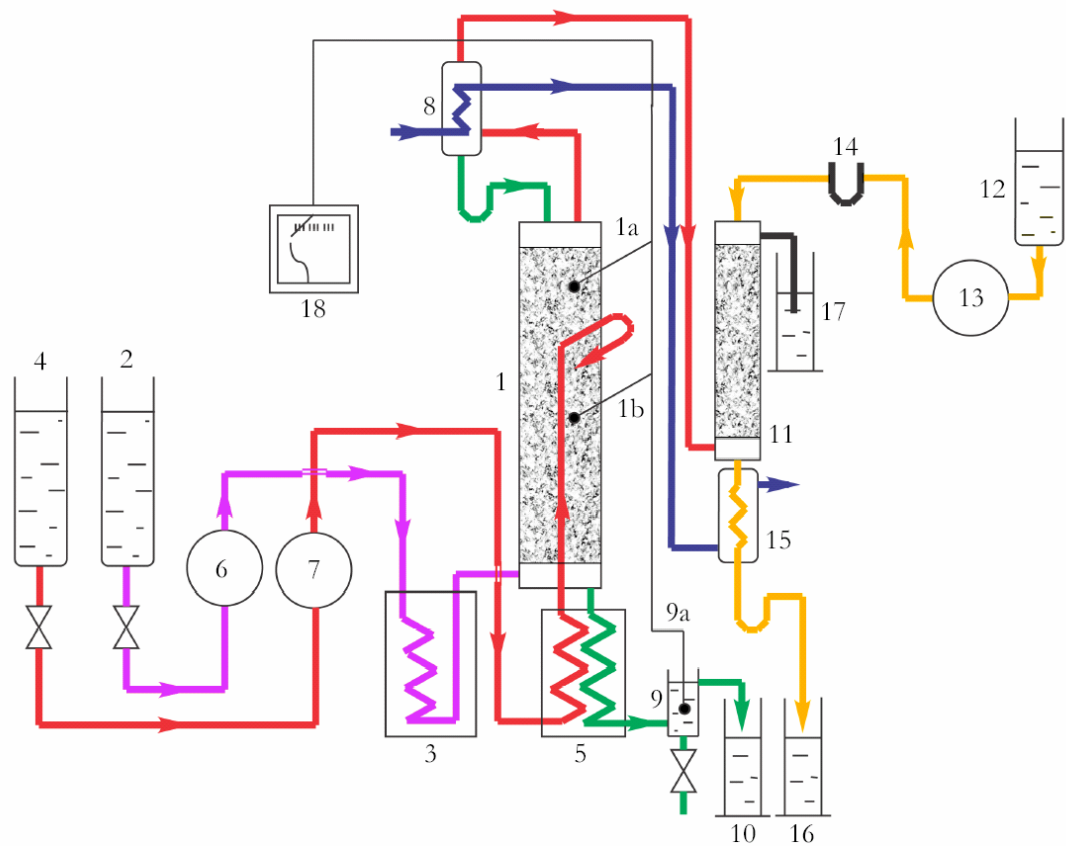


Az ammóniát lúgosítással és azt követően kiforralással kell kiűzni a gázvízből. Lúgosítás nélküli kiforralással ugyanis az ammóniának csak egy része (a szabad ammónia) űzhető ki tisztán, a többivel együtt szén-dioxid, illetve illékony savak is távoznak az oldatból. A gázvízből kiforralt ammóniát vízben vagy híg kénsavban elnyelve töményebb ammóniaoldatot, illetve ammonium-szulfát-oldatot állítanak elő. Gyakorlati jelentősége elsősorban az utóbbi módszernek van. Az ilyen úton előállított ammónium-szulfátot főképpen műtrágyázási célra használják.

A gyakorlat célja az, hogy a hallgatók egy ipari berendezés modelljén megismerjék a kőszénlepárlás melléktermékeként keletkező ammónia felhasználásának egy lehetséges módját.

Rövid áttekintés, a készülék leírása

A laboratóriumi gyakorlat során az egyszerűség kedvéért a gázvizet híg ammóniaoldattal helyettesítjük. Ebből kiforralással távolítjuk el az ammóniát, majd azt vízben újból elnyelve töményebb ammóniaoldatot állítunk elő. (A felhasznált oldat ammóniumsókat nem tartalmaz, tehát lúgosítani nem szükséges.) A gyakorlathoz használt készülék felépítése az alábbi ábrán látható.



- | | |
|-------------------------------------|---------------------------------------|
| 1 Kiforralóoszlop | 14 Gázcsapda |
| 2 Kazán vízadagoló tartálya | 15 Spirálhűtő |
| 3 Kazán a vízgőz előállításához | 16 Töményammónia-gyűjtő |
| 4 Ammóniaoldat adagoló tartálya | 17 Véggáz-mosó |
| 5 Hőcserélő | 18 Hőfokregisztráló műszer |
| 6 Kazán vízadagoló szivattyúja | 1a Ellenállás-hőmérő |
| 7 Ammóniaoldat adagoló szivattyúja | 1b Ellenállás-hőmérő |
| 8 Kondenzátor | 9a Ellenállás-hőmérő |
| 9 Kondenzvíz túlfolyója | -- Híg ammóniaoldat/ammóniagáz útja |
| 10 Kondenzvíz-gyűjtő | -- Gőzfejlesztéshez használt víz útja |
| 11 Abszorpciós oszlop | -- Hűtővíz útja |
| 12 Abszorber vízadagoló tartálya | -- Kondenzvíz útja |
| 13 Abszorber vízadagoló szivattyúja | -- Abszorbervíz/tömény ammónia útja |

A híg ammóniaoldat kiforralása a Raschig-gyűrűkkel töltött kiforralóoszlopban (1) történik. Az oszlop fűtését gőzzel végezzük, amelyet a (2) tartályból adagolt vízből a (3) kazánban fejlesztünk. Az ammóniaoldat a (4) tartályból az (5) hőcserélőn át felmelegedve jut az oszlopba. A víz és az ammónia adagolását a

(6) és (7) szivattyúk szabályozzák. Az ammóniagáz/vízgőz keverék az oszlopból a (8) kondenzátorba kerül, ahol a vízgőz kondenzálódik és visszafolyik az oszlopba, majd a hőcserélőn (5) lehűlve és egy túlfolyón (9) átjutva a (10) gyűjtőbe kerül. A vízgőztől elválasztott ammóniagázt egy szintén Raschig-gyűrűkkel töltött abszorpciós oszlopon (11) vízben elnyeletjük. A szükséges víz a (12) tartályból a (13) szivattyú segítségével egy gázcsapdán (14) keresztül jut az oszlopra. A tömény ammóniaoldat a (15) spirálhűtőn lehűlve a (16) gyűjtőbe csepeg. Az abszorpciós oszlop által el nem nyelt gázok a (17) véggáz-mosón át a levegőbe kerülnek. A kondenzvíz és a kiforralóoszlop két pontjának hőmérsékletét ellenállás-hőmérők (1a, 1b, 9a) segítségével folyamatosan mérjük, és a (18) műszerrel regisztráljuk. A gőz előállításához szükséges desztillált vizet és a híg ammóniaoldatot egy közös motorral működtetett ikerszivattyú (6, 7) adagolja a készülékbe. A motor fordulatszáma a szivattyúhoz tartozó fordulatszám-szabályozóval, az adagolófejekben működő dugattyúk lökethossza pedig az adagolófejekben található tárcsák segítségével állítható. A két folyadékáram rögzített fordulatszám mellett a lökethossz eltérő beállításával tehető különbözővé. A fordulatszám és a lökethossz állítása előtt a szivattyú motorját ki kell kapcsolni! Az abszorpcióhoz szükséges desztillált víz adagolását egy perisztaltikus szivattyú (13) végzi. Itt a folyadék áramlási sebessége a motor fordulatszámával szabályozható.

A GYAKORLAT FOLYAMÁN ELVÉGZENDŐ FELADATOK

A berendezés üzembe helyezése

Az adagolótartályokat feltöltjük híg ammóniaoldattal (4) illetve desztillált vízzel (2, 12). Felszereljük a (10) és (16) gyűjtőket és a véggáz-mosót (17), ez utóbbit is feltöltjük desztillált vízzel. Megindítjuk a hűtővizet. A szivattyúkon beállítjuk az áramlási sebességeket, és ezeket is elindítjuk. Bekapcsoljuk a gőzfejlesztő kazán (3) fűtését. A keletkező gőz fűti fel a kiforralóoszlopot. Ez kb. 30-40 percet vesz igénybe. A (18) regisztrálóműszeren folyamatosan figyelemmel követjük a rendszer hőmérsékletének változását. A kiforralóoszlop stacioner állapotának eléréséről ez alapján győződhünk meg.

Az adagolószivattyúk kalibrációja

A kazántápvíz, a híg ammóniaoldat és az elnyelető víz adagolószivattyúit a felfűtés ideje alatt kalibrálni kell. A kalibrációs tartományt a gyakorlatvezető adja meg. A kalibrációt úgy kell végezni, hogy 3-3 különböző áramlási sebesség mellett 5-5 percig mérni kell a szállított folyadék mennyiségét. A kalibrálógörbe alapján a szivattyúkat úgy kell beállítani, hogy a kazántápvíz áramlási sebessége

10 cm³/perc, a híg ammóniaoldaté 12 cm³/perc és az elnyelető vize 2,5 cm³/perc legyen.

A híg ammóniaoldat titrálása

A szivattyúk kalibrációja és beállítása után meg kell titrálni a híg ammóniaoldatot. Ehhez 5 ml-es mintákat kell kipipettázni, a titrálólombikban kb. 20 ml desztillált víz hozzáadása után 0,1 mol/dm³-es sósavval titrálni metilvörös indikátor mellett. 3 párhuzamos titrálást kell végezni.

Előszakasz

A teljes rendszer stacioner állapotának elérése akkor következik be, amikor – a hőegyensúly mellett – a termelt tömény ammóniaoldat koncentrációja is állandóvá válik. Erről a termék titrálásával lehet meggyőződni. Ezért a termikus egyensúly elérése után 15 percenként meg kell titrálni a termelt tömény ammóniaoldatot. Ennek szedőedényét a mintavételkor ki kell üríteni. Az előszakasz addig tart, amíg két egymást követő titrálás nem szolgáltat körülbelül azonos ammóniakoncentrációt.

Ellenőrizni kell továbbá indikátorpapírral, hogy a kondenzvízben és a véggázmosóban ne legyen ammónia.

Főszakasz

A főszakasz kezdete előtt (közvetlenül!) az adagolótartályokat föl kell tölteni, és pontban a kezdéskor a szedőket üresekre kell cserélni.

A főszakaszban 250 ml híg ammóniaoldatot kell beadagolni – függetlenül attól, hogy ennek időtartama előre nem adható meg pontosan.

A főszakaszban 5 percenként leolvassuk

- a stopperórát
- az adagolótartályok (2, 4, 12) szintjét
- a rendszer három pontjának hőmérsékletét (1a, 1b, 9)
- a szedők szintjét (10, 16)
- a kondenzvíz és a véggázmosó kémhatását (10, 17).

A főszakasz végén a szedőket ismét cserélni kell.

A mérés befejezése

A kapott tömény ammóniaoldat koncentrációját titrálással meg kell határozni. Az 5 ml-es részleteket 1 mol/dm³-es sósavval kell titrálni, 3 párhuzamossal.

A rendszer tisztítása az utolsó feladat. Ehhez a (4) adagolótartályban található híg ammóniaoldatot desztillált vízre cseréljük. A szivattyúkat tovább járattjuk, és kb. 30 percig működtetjük a rendszert, így mosva ki az ammóniát a kiforráló- és abszorpciós oszlopból. A rendszert leállítjuk, a hűtővizet elzárjuk és áramtalanítunk.

A MÉRÉS KIÉRTÉKELÉSE, JEGYZŐKÖNYV KÉSZÍTÉSE

A jegyzőkönyvet praktikus számológéppel készíteni. A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

- a mérés rövid leírását
- a készülék vázlatos rajzát
- az összes mért adatot táblázatos formában

A főszakaszra ki kell számítani és táblázatosan megadni az alábbi mennyiségeket:

- A beadagolt gőz hőtartalma Q_1 (kJ)
- Az ammóniaoldat felmelegítéséhez szükséges hő Q_2 (kJ)
- Az ammónia kiűzéséhez szükséges hő Q_3 (kJ)
- A hőkihasználás (%)
- A kondenzvíz útján távozó hő Q_4 (kJ és %)
- A hőcserélővel visszanyert hő Q_5 (kJ és %)
- A hőveszteség a többi helyen Q_v (kJ és %) és
- Az ammónia kitermelését (%).

A kiértékeléshez az alábbi összefüggések és adatok szükségesek:

A víz fajhője: $c = 4,18 \text{ J/}^\circ\text{C g}$

A víz párolgáshője: $Q_{\text{víz}} = 2258,4 \text{ J/g}$

Az ammónia oldáshője: $Q_{\text{amm}} = 2061,5 \text{ J/g}$

A híg ammóniaoldat fajhőjét a vízével egyenlőnek vesszük.

A víz és a híg ammóniaoldat sűrűségét (ρ) 1 g/cm^3 -nek vesszük.

A kondenzvíz hőmérsékletét a hőcserélőbe lépéskor $100 \text{ }^\circ\text{C}$ -nak vesszük.

A gőz hőtartalma:

$$Q_1 = V_{\text{víz}} \rho (c \Delta T + Q_{\text{víz}})$$

ahol: $V_{\text{víz}}$ az adagolt víz térfogata,

ΔT a forrásban levő víz és a levegő hőmérsékletének különbsége

Az ammóniaoldat felmelegítéséhez szükséges hő:

$$Q_2 = V_{\text{amm}} \rho c \Delta T$$

ahol: V_{amm} az adagolt ammóniaoldat térfogata,

Az ammónia kiűzéséhez szükséges hő:

$$Q_3 = m_{\text{amm}} Q_{\text{amm}}$$

A hőkihasználás (%): $100(Q_2 + Q_3) / Q_1$

– A kondenzvíz útján távozó hő: $Q_4 = V_{\text{kond}} \rho c \Delta T_{\text{kond}}$

ahol: V_{kond} a kondenzvíz térfogata,

ΔT_{kond} a kondenzvíz és a levegő hőmérsékletének különbsége

– A kondenzvíz útján távozó hő (%): $100Q_4 / Q_1$

– A hőcserélővel visszanyert hő: $Q_5 = V_{\text{kond}} \rho c \Delta T_{\text{csere}}$

ahol: ΔT_{csere} a kondenzvíz és a forrásban levő víz hőmérsékletének különbsége

– A hőcserélővel visszanyert hő (%): $100Q_5 / Q_1$

– Hővesztés a többi helyen: $Q_v = Q_1 + Q_5 - (Q_2 + Q_3 + Q_4)$

– Hővesztés a többi helyen (%): $100Q_v / Q_1$

– Ammónia kitermelés (%): $100V_{\text{töm}}C_{\text{töm}} / (V_{\text{híg}}C_{\text{híg}})$

ahol: $V_{\text{híg}}$ a híg ammóniaoldat térfogata (250 ml)

$V_{\text{töm}}$ a tömény ammóniaoldat térfogata

$C_{\text{híg}}$ a híg ammóniaoldat koncentrációja

$C_{\text{töm}}$ a tömény ammóniaoldat koncentrációja

AJÁNLOTT IRODALOM – számonkérhető!!

Gerecs Árpád: Bevezetés a kémiai technológiába

Ammónia, ammóniaszintézis 74-79. o.

Magas hőfokú szénleparlás 194-197. o.

Kocszégáz tisztítása, ammónia kimosása és kinyerése 201-202. o.

FÜGGELÉK – Kérdések a számonkéréshez

Kis ZH-kérdések

1. Mi az abszorpció, adszorpció, deszorpció?
2. Mi az ellenáram elve és a mérés során miért ellenáramú berendezés alkalmazunk?
3. Hogyan csökkentjük a gyakorlat során előállított tömény NH_4OH oldat deszorpcióját?
4. Hogyan határozza meg a kiindulási híg és az előállított tömény ammóniaoldat koncentrációját?
5. Milyen indikátort használ a titrálás során?
6. Milyen vegyületet tartalmazó mérőoldattal titrálja az ammóniaoldatot?
7. Mi a szerepe a kiforráló oszlop tetején elhelyezett kondenzátornak?
8. Írja le az ammónia útját a gyakorlaton alkalmazott kísérleti berendezésben!(csak címszavak, ábra nem kell)
9. Milyen adatokat fognak regisztrálni a főszakaszban?
10. Mit mér a gyakorlat során?
11. Miért alkalmazunk Raschig-gyűrűt az abszorberben?
12. Magasabb vagy alacsonyabb hőmérsékleten oldódik jobban az ammónia vízben?
13. Írja fel az ammónia és víz reakcióegyenletét!

Nagy ZH-kérdések

1. A gyakorlatnál használt készülék melyik részén hogyan használtuk ki az ellenáram elvét?
2. Hogyan számítja ki, hogy a modellkészüléken végrehajtott kísérlet során milyen volt a kitermelés?
3. Hogyan számítható a rendszerbe bevitt hő mennyisége?
4. Mire használtuk fel a rendszerbe bevitt hőt?
5. Mi a szerepe az előmelegítőnek?
6. Szintézisgáz előállításakor hogyan és mivel abszorbeáltatjuk a szintézisre nem használható CO_2 -t?
7. Mi a nagyhőfokú szénlepárlás?
8. Milyen céllal végzik a nagyhőfokú szénlepárlást?
9. Mik a nagyhőfokú szénlepárlás termékei?
10. Mi a gázvíz
11. Milyen anyagok találhatóak a gázvízben?
12. Milyen formában tartalmazza az ammóniát a gázvíz?

13. Hogyan nyerik ki az iparban az ammóniát a gázvízből?
14. Hogyan nyerik ki a gyakorlaton az ammóniát a gázvízből?
15. Hogyan hasznosítják az iparban a gázvízből kinyert ammóniát?
16. Milyen módon győződnek meg a stacioner állapot eléréséről?
17. Hogyan számítja ki a gőz hőtartalmát?
18. Milyen hőveszteségeket veszünk figyelembe a számításoknál?
19. Mivel magyarázza a metilvörös indikátor használatát a gyakorlaton végzett titrálásoknál?
20. A cm^3 B mol/dm³ koncentrációjú ammóniaoldatot desztillált vízzel C cm^3 -re hígítunk, majd D mol/dm³ koncentrációjú E faktorú sósavoldattal titráljuk. Hány cm^3 mérőoldat fogy az ekvivalenciapontig?
21. Mennyi az X mol/dm³ koncentrációjú y értékű sav pH-ja, ha a diszociáció teljes?
22. A cm^3 B mol/dm³ koncentrációjú oldatot C cm^3 -re hígítunk. Mekkora a keletkezett oldat koncentrációja mmol/ml egységben?
23. Ismertesse a Katalitikus ammóniagyártás jellemzőit (hőmérséklettartomány, nyomástartomány, katalizátor)!
24. Hogyan végzi a szivattyú kalibrációját (mit állít, milyen függvényt vár eredményül, milyen egyenlettel írható le a kapott pontthalmaz)?
25. Írjon példákat abszorpció ipari felhasználására!
26. Hogyan biztosíthatjuk, hogy az abszorpció minél tökéletesebben végbe menjen?
27. Milyen paraméterekkel befolyásolható az abszorpció – deszorpció folyamata?
28. Hogyan befolyásolja a hőmérséklet a gázok oldhatóságát?
29. Mit nevezünk egyensúlyi egységnek, munkavonalnak?
30. Mitől függ az átadási áram nagysága az abszorpció – deszorpció során?