



Application Note AN-PAN-1025

Online-Analyse von Ammoniak in einer mit Ammoniak gesättigten Sole

Während des Solvay-Verfahrens werden Ammoniumbicarbonat und Natriumchlorid in Natriumbicarbonat und Ammoniumchlorid umgewandelt. Durch Erhitzen entsteht Natriumcarbonat (Soda), ein wichtiger Rohstoff, der zur Herstellung mehrerer häufig verwendeter Produkte verwendet wird. Ammoniak wird durch die Umwandlung von Ammoniumchlorid mit Kalkmilch (Ca(OH)_2) fast vollständig zurückgewonnen. Diese Process Application Note beschreibt ein

Verfahren zur kontinuierlichen Online-Überwachung des Ammoniakgehalts in der gesättigten Natriumchlorid-Solelösung nach der Absorptionskolonne und garantiert so eine optimale Produktausbeute in der Karbonisierungskolonnen. Der 2035 Process Analyzer von Metrohm Process Analytics ist die ideale Lösung zur Überwachung u. A. von Ammoniak im Solvay-Prozess sowie z. B. Alkalität, Karbonat, Chlorid, Calciumoxid und Kohlendioxid.

EINLEITUNG

Soda, auch bekannt als Natriumcarbonat (Na_2CO_3), ist eine Schlüsselchemikalie bei der Herstellung vieler Produkte wie Glas, Seife und Papier sowie beim Auswaschen von Schwefelverbindungen aus Rauchgasen. Soda kann auf zwei Wegen gewonnen werden: das industrielle Solvay-Verfahren oder den Abbau aus Erzen (Trona und Nahcolit). In Europa, wo die Gewinnung von Erzen nicht wirtschaftlich ist, wird das Solvay-Verfahren eingesetzt [1].

Die wichtigsten Komponenten, die für den Solvay-Prozess neben Wasser benötigt werden, sind Kalkstein (CaCO_3), Sole (gesättigtes $\text{NaCl}_{(\text{aq})}$), Ammoniak (NH_3 , 10-35%) und Kohlenstoff (Koks) für den Kalkbrennofen (Ofen) (Abbildung 1). Zunächst wird Ammoniakgas in eine konzentrierte Solelösung absorbiert. Der Kalkstein wird erhitzt, wobei $\text{CaO}_{(\text{s})}$

(das in einem letzten Schritt verwendet wird) und $\text{CO}_{2(\text{g})}$ entstehen, das mit der ammoniakhaltigen Sole in einer Karbonisierungskolonne zu Ammoniumbicarbonat ($(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$) umgewandelt wird. Dieses Zwischenprodukt zerfällt sehr leicht, reagiert aber in Gegenwart der Solelösung weiter zu NH_4Cl (Ammoniumchlorid) und NaHCO_3 (Natriumbicarbonat). Das Natriumbicarbonat wird dann durch Filtration entfernt und erhitzt, um das Endprodukt herzustellen: Soda (Na_2CO_3). Das $\text{CaO}_{(\text{s})}$ (Restprodukt von der Kalkerhitzung) wird mit Wasser gemischt (gelöscht), um $\text{Ca}(\text{OH})_2$ zu bilden, das zur Rückgewinnung von NH_3 durch Reaktion mit der NH_4Cl -Lösung verwendet wird. Ammoniak wird dann innerhalb des Prozesses zurückgewonnen (Abbildung 1).

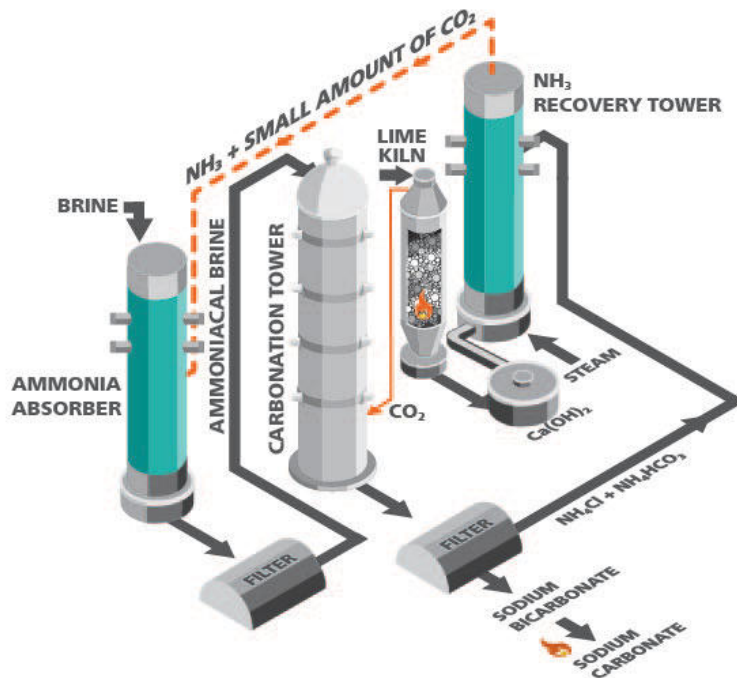


Abbildung 1. Vereinfachte Darstellung des Solvay-Verfahrens zur Herstellung von Natriumkarbonat (Na_2CO_3).

Eine engmaschige und kontinuierliche Überwachung des Ammoniak-Gehalt in der gesättigten Lauge nach der Absorptionskolonne ist entscheidend für die Aufrechterhaltung der Effizienz und Sicherheit des Prozesses. Eine manuelle Analyse der Sole ist unerwünscht, da die gewonnenen Daten nicht die tatsächlichen Prozessbedingungen darstellen. Metrohm Process Analytics Prozessanalysatoren sind

in der Lage, die Menge an Ammoniak in gesättigter Sole nach der Absorptionskolonne zu überwachen und die Konzentrationen anzupassen, um eine gute Produktausbeute in der Karbonisierungskolonie zu gewährleisten. Darüber hinaus kann sofort ein Alarm an die Leitwarte gesendet werden, wenn die Ammoniakkonzentrationen außerhalb der Spezifikation liegen.

ANWENDUNG

Die mit HCl angesäuerte Probe wird mit einer NaOH-Maßlösung genau titriert. Die Endpunktindikation wird mit einer kombinierten pH-Elektrode

durchgeführt, und das Ergebnis wird als Ammoniak mit einem 2035 Process Analyzer - Potentiometrie berechnet (**Abbildung 2**).



Abbildung 2. 2035 Process Analyzer - Potentiometrie zur genauen Online-Bestimmung von Ammoniak in Soleströmen.

Table 1. Measured parameter in saturated brine streams.

Parameters	Concentration [g/L]
NH_4^+	55–135

BEMERKUNGEN

Other online applications are available for soda ash manufacturers such as alkalinity, carbonate, chloride,

calcium oxide, carbon dioxide, and hardness.

FAZIT

Metrohm Process Analytics offers automated online process solutions to monitor ammonia in saturated brine around the clock. The 2035 Process Analyzer - Potentiometric can measure not only ammonia, but it

is also suitable for monitoring alkalinity, carbonate, chloride, calcium oxide, carbon dioxide, and hardness to optimize process efficiency.

ZUGEHÖRIGE APPLICATION NOTES

[AN-PAN-1005 Online-Analyse von Calcium und Magnesium in Sole](#)

[AN-PAN-1059 Online-Analyse von Strontium und Barium in hochreiner Sole](#)

VORTEILE FÜR DIE ONLINE-ANALYSE IM PROZESS

- Erhöhte Endproduktqualität durch ständige Online-Überwachung
- Sicherere Arbeitsumgebung durch automatisierte Probenahme und Analyse
- Vollautomatische Diagnose – automatische Alarmer alarmieren Prozessbediener sofort für Korrekturmaßnahmen, wenn Soleströme außerhalb der eingestellten Spezifikationsparameter liegen



REFERENZEN

1. Jones, T.; Dunwoodie, M.; Boucher-Ferte, V.;
Reiff, O. *Chemicals for Beginners*, Vth edition;
Deutsche Bank, 2011.

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



2035 Process Analyzer – Potentiometrie

Der 2035 Process Analyzer verwendet für die potentiometrische Titration und ionenselektive Messungen spezielle Titrimittel und Elektroden. Diese Gerätevariante des 2035 Process Analyzers ist zudem geeignet für ionenselektive Analysen mit Hochleistungselektroden von Metrohm. Dieses genaue Standardadditionsverfahren ist ideal für kompliziertere Probenmatrices.

Die potentiometrische Gerätevariante des Analysengeräts bietet unter allen auf dem Markt angebotenen Messverfahren die genauesten Resultate. Mit weit mehr als 1000 bereits verfügbaren Applikationen ist auch die Titration in nahezu allen Industriezweigen eines der meist eingesetzten Verfahren zur Analyse Hunderter von Komponenten und reicht von der Säure-Base-Analyse bis zur Bestimmung der Metallkonzentrationen in Galvanikbädern.

Die Titration ist eine der gängigsten chemischen Absolutmethoden, die heute verwendet wird. Das Verfahren ist unkompliziert und benötigt keine Kalibrierung.

In dieser Konfiguration erhältliche Titrationsvarianten:

- Potentiometrische Titration
- Kolorimetrische Titration mit Lichtleitertechnologie
- Wassergehaltsbestimmung nach der Karl-Fischer-Titrationsmethode