

Instrukcja ćwiczenia nr 17B

Adsorpcyjne oczyszczanie gazów z zanieczyszczeń związkami organicznymi

Opracowanie: dr inż. Jadwiga Skupińska i dr Hanna Wilczura-Wachnik

Zjawisko adsorpcji gazów przez ciała stałe wykorzystywane jest w metodach oczyszczania powietrza od szeregu lat. Do najczęściej stosowanych adsorbentów należą węgiel aktywny, żel krzemionkowy, naturalne glinokrzemiany i zeolity (syntetyczne glinokrzemiany). Zastosowanie przemysłowe znalazły żel krzemionkowy, glinokrzemiany i zeolity na przykład do rozdzielania i osuszania gazów, natomiast węgiel aktywny wykorzystywany jest głównie do rekuperacji rozpuszczalników oraz jako wypełnienie w pochłaniaczach do ochrony dróg oddechowych i do usuwania z powietrza toksycznych substancji.

Adsorpcja jest zjawiskiem zachodzącym na powierzchni ciała stałego tzw. adsorbentu. Rzeczywista powierzchnia biorąca udział w procesie adsorpcji jest sumą powierzchni zewnętrznej ziaren adsorbentu i powierzchni wewnętrznej wszystkich jego porów. Powierzchnię właściwą adsorbentu wyraża się w m^2 na 1g ciała stałego i definiuje jako całkowitą powierzchnię biorącą udział w procesie adsorpcji. Materiały silnie porowate charakteryzują się powierzchnią właściwą rzędu kilkuset m^2/g . Dzięki tak bardzo rozwiniętej powierzchni mogą one pochłaniać ilości par rozpuszczalników i gazów wielokrotnie przewyższające objętość adsorbentu.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie studentów z adsorpcyjną metodą oczyszczania gazów z zanieczyszczeń związkami organicznymi.

W ćwiczeniu wyznacza się chłonność dynamiczną adsorbentów i porównuje efektywność adsorpcji węglowodorów na złożu węgla aktywnego i zeolitowym.

Przebieg ćwiczenia

Eksperyment wykonywany jest na bliźniaczych zastawach różniących się złożem wypełniającym adsorber. Schemat aparatury i adsorbera przedstawiają załączone schematy 1, 2 i 3.

Na schematach 1 i 2 pokazano instalacje, w których adsorbery wypełnione są odpowiednio złożem zeolitowym i złożem węgla aktywnego.

Proces adsorpcji węglowodoru zanieczyszczającego strumień powietrze prowadzi się przepuszczając przez warstwę adsorbentu (zeolitu lub węgla aktywnego) strumień powietrza nasyconego parami heksanu, lub innego węglowodoru do momentu przebiccia złoża. Moment przebiccia określa się przy pomocy reakcji barwnej stosując np. rurki wskaźnikowe **K-2**.

Nasycanie powietrza węglowodorem uzyskuje się przepuszczając strumień czystego powietrza przez ogrzaną do odpowiedniej temperatury płuczkę wypełnioną węglowodorem. Zawartość węglowodoru w strumieniu powietrza reguluje się poprzez zmianę temperatury płuczki i szybkości przepływu powietrza. Szybkość przepływu powietrza kontroluje się przy pomocy rotametry. W pierwszej fazie procesu węglowódor jest całkowicie adsorbowany przez warstwę złoża. Do rurki wskaźnikowej **K-2** przechodzi wówczas powietrze całkowicie pozbawione zanieczyszczenia. Po pewnym czasie, gdy chłonność adsorbentu zostaje przekroczona w strumieniu powietrza opuszczającym złożo pojawiają się pewne ilości węglowodoru. Jest to moment przebiccia warstwy adsorbentu. Jego detekcja odbywa się poprzez stwierdzenie zmiany zabarwienia wypełnienia rurki **K-2**.

Po stwierdzeniu przebicia złoża (lub osiągnięciu dopuszczalnego przez Polskie Normy stężenia węglowodoru) zamyka się dopływ strumienia zanieczyszczonego powietrza i przeprowadza proces odwrotny tzn. desorpcję węglowodoru.

Desorpcję węglowodoru z zeolitu przeprowadza się podnosząc temperaturę złoża do ok. 320°C i przepuszczając przez nie strumień czystego powietrza. W przypadku złoża węgla aktywnego w procesie desorpcji wykorzystuje się strumień pary wodnej, który otrzymuje się dozując pompką infuzyjną wodę na podgrzaną do 130°C warstwę rozdrobnionego kwarcu a następnie przedmuchując złożę strumieniem czystego powietrza. Strumień par opuszczających odpowiedni adsorbent kierowany jest kolejno do chłodnicy wodnej i wymrażalnika (wypełnionego mieszaniną stałego CO₂ i acetonu) gdzie następuje ich kondensacja. Zdesorbowany węglowodor zbiera się w odbieralniku.

Po zakończeniu procesu desorpcji ze złoża zeolitu zawartość odbieralnika waży się i poddaje analizie metodą chromatografii gazowej. Zawartość odbieralnika po zakończeniu desorpcji ze złoża węgla aktywnego przenosi się do rozdzielacza i po rozdzieleniu faz waży warstwę organiczną a następnie także analizuje ją metodą chromatografii gazowej.

Eksperyment kończy regeneracja złożów. W obu przypadkach polega on na przepłukaniu złoża kolejno strumieniami czystego powietrza i argonu. Tak przygotowane złoża adsorbentów wykorzystuje się w następnym cyklu pracy. Kolejny cykl pracy zawsze poprzedza przepłukanie złoża strumieniem gazu obojętnego.

Kolejność czynności podczas wykonywania ćwiczenia:

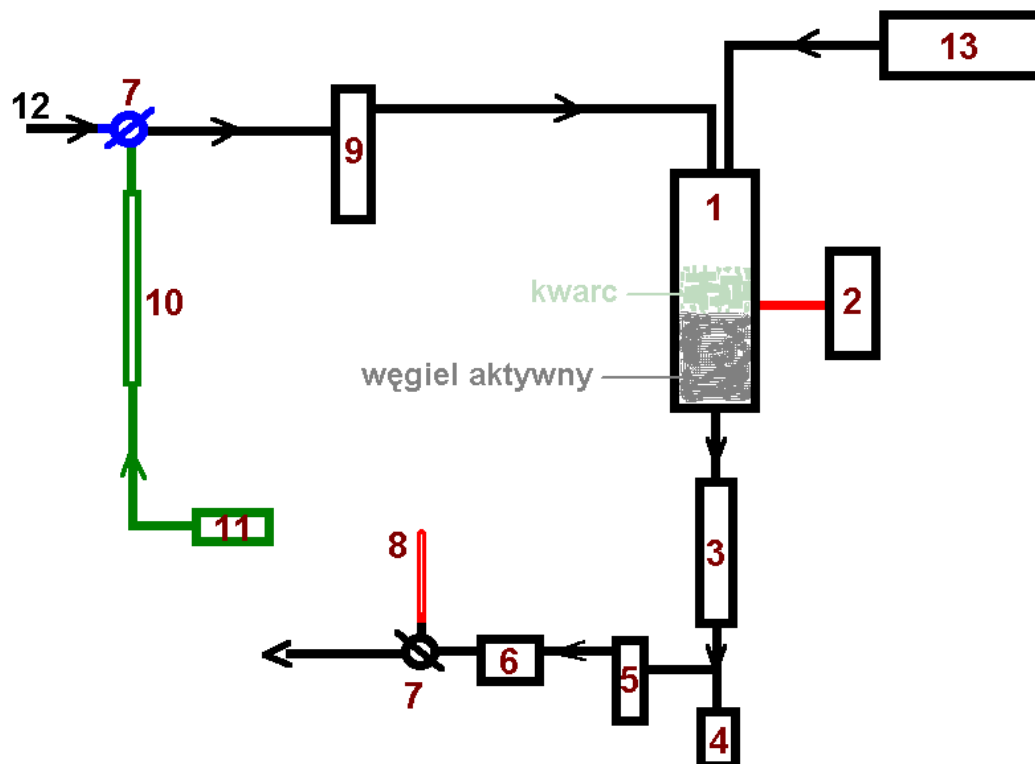
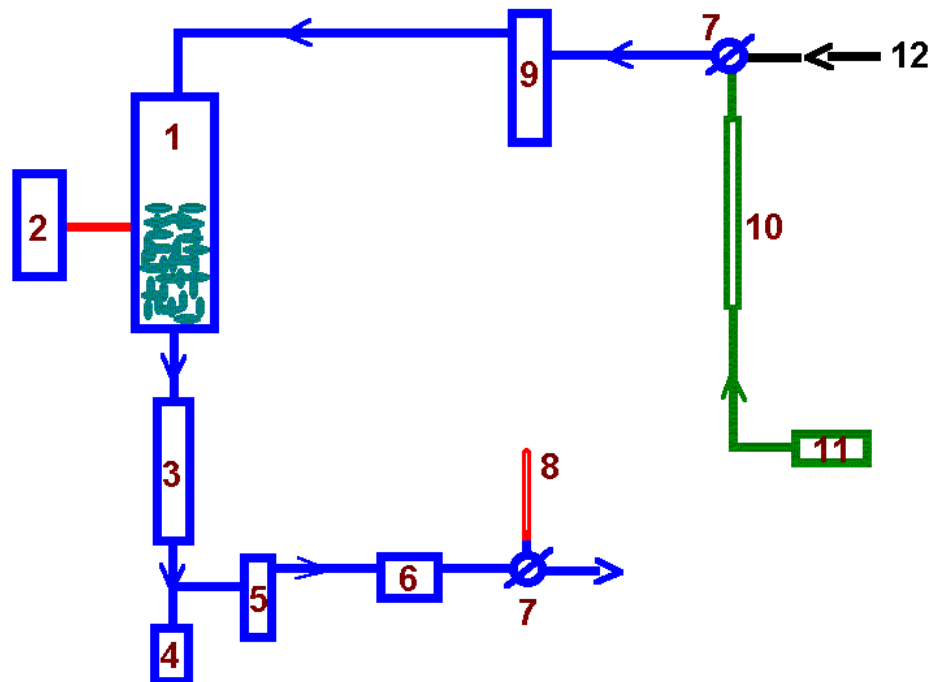
Proces adsorpcji:

1. Przepłukać złożę gazem obojętnym (argonem).
2. Zważyć płuczkę (9) z węglowodorem i podłączyć ją do układu.
3. Odpowiednio zamontować rurkę wskaźnikową K-2 do kranu trójdrożnego (7).
4. Rozpocząć przepuszczanie powietrza przez płuczkę z węglowodorem(9) włączając pompkę przeponową (11). Szybkość przepływu powietrza ustala się przy pomocy rotametri (10).
5. Strumień powietrza zanieczyszczonego węglowodorem skierować na złożę.
6. Obserwować rurkę wskaźnikową K-2, sprawdzając czy nie następuje przebicie złoża.
7. Gdy nastąpi zmiana barwy substancji wypełniającej rurkę skonsultować z asystentem prowadzącym ćwiczenie przerwanie procesu (odcinając dopływ zanieczyszczonego powietrza do adsorbera).
8. Odłączyć płuczkę (9) z pozostałym węglowodorem i zważyć.
9. Przeprowadzić proces desorpcji węglowodoru dobierając warunki procesu w zależności od złoża.

Proces desorpcji

Złoże zeolitu	Złoże węgla aktywnego
<ol style="list-style-type: none">1. Podnieść temperaturę złoża do 320⁰C włączając regulator temperatury (2).2. Wymrażalnik (5) wypełnić mieszaniną stałego CO₂ i acetonu.3. Włączyć pompkę przeponową (11) i rozpocząć przepuszczanie przez złoże czystego powietrza.4. Produkty desorpcji zebrać w odbieralniku (4).5. Przepłukać złoże gazem obojętnym.6. Wyłączyć grzanie pieca regulatorem temperatury (2).7. Odłączyć odbieralnik (4) i zważyć.8. Produkt desorpcji zanalizować metodą chromatografii gazowej.	<ol style="list-style-type: none">1. Podnieść temperaturę złoża do 130⁰C włączając regulator temperatury (2).2. Uruchomić pompkę infuzyjną (13) dozującą wodę do adsorbera (parametry pracy pompy podaje asystent).3. Produkty desorpcji zebrać w odbieralniku (4).4. Wyłączyć pompkę infuzyjną (13).5. Wyłączyć grzanie pieca regulatorem temperatury (2).6. Przepłukać złoże gazem obojętnym.7. Odłączyć odbieralnik i zważyć.8. Zawartość odbieralnika (4) przenieść do rozdzielacza i oddzielić fazę wodną od organicznej.9. Określić masę fazy organicznej a następnie zanalizować ją metodą chromatografii gazowej.

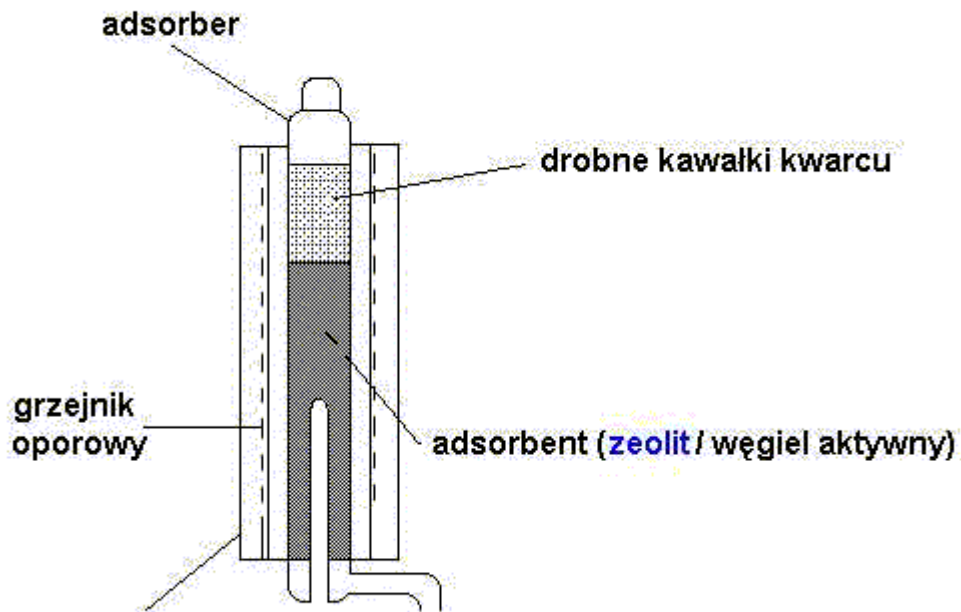
Schematy instalacji 1 i 2



Legenda do schematów 1 i 2:

1 - adsorber, 2 - regulator temperatury, 3 - chłodnica wodna, 4 - odbieralnik, 5 - wymrażalnik, 6 - płuczka, 7 - kran trójdrożny, 8 - rurka wskaźnikowa **K-2**, 9 - płuczka z węglowodorem, 10 - rotometr, 11 - pompa przeponowa, 12 - doprowadzenie argonu, 13 - pompa infuzyjna

3. Schemat adsorbera



Po wykonaniu eksperymentu należy:

- obliczyć natężenie przepływu węglowodoru w mg/min,
- zbilansować proces,
- porównać chłonność dynamiczną zeolitu i węgla aktywnego,
- zinterpretować chromatogramy,
- określić ilość odzyskanego węglowodoru w %,

Wykonać opis ćwiczenia, który powinien zawierać wstęp teoretyczny, cel i opis eksperymentu z podaniem ilości stosowanych substancji, schemat aparatury, spostrzeżenia, dyskusję uzyskanych wyników, porównanie chłonności dynamicznej adsorbentów, oraz wnioski wraz z oceną przydatności metody do oczyszczania powietrza z zanieczyszczeń węglowodorami.