

Ćwiczenie 12

KATALITYCZNE ODWODORNIENIE HEPTANU

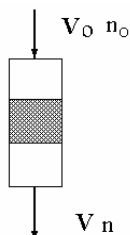
Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie z procesem heterogenicznej katalizy oraz z metodami określania parametrów procesu takich jak: stopień przemiany, wydajność procesu, selektywność katalizatora. Jako modelową wybrano do badań reakcję odwodornienia heptanu wobec platyny (5%) na tlenku glinu jako katalizatora. Reakcja jest prowadzona w izotermicznym, przepływowym reaktorze z nieruchomą warstwą katalizatora. Jako metoda analizy produktów reakcji jest zastosowana chromatografia gazowa. Analizę prowadzi się na aparacie Hewlett-Packard GC 6890.

Wprowadzenie do ćwiczenia

W ćwiczeniu badamy reakcję odwodornienia wybranego węglowodoru (heptanu) wobec platyny naniesionej na tlenek glinu jako katalizatora. Reakcja jest prowadzona w sposób ciągły w izotermicznym reaktorze ze stałym złożem katalizatora. Węglowodór w fazie gazowej przepływa z góry do dołu. Dla tego sposobu prowadzenia reakcji charakterystyczne jest, że gdy warunki reakcji ustabilizują się, stopień przemiany nie zmienia się w czasie. Zależy on od czasu przebywania substratu w reaktorze.

Przez złożę katalizatora przepływa gaz jak pokazano na rysunku.



Przebiega reakcja:



$\text{R} = \text{C}_5$

Na wlocie do reaktora prędkość objętościowa substratu (heptanu) wynosi V_0 [ml/h], a ilość moli substratu jest n_0 . Zmiana molowości w równaniu ($aA = bB + cC$) wynosi $m = b + c - a$ w naszym przypadku 1. Na wylocie ilość moli substratu wynosi n .

Stopień konwersji substratu - α - przedstawia wzór (15):

$$\alpha = (n_0 - n) / n_0 = (c_0 - c) / c_0 \quad (15)$$

c_0 , c – stężenie substratu odpowiednio na wlocie i wylocie z reaktora

Sumaryczną szybkość procesu heterogenicznego wyrażamy prędkością zmian stężenia substratu:

$$r = - dc/dt = k^*c \quad (16)$$

k^* - pozorna stała szybkości reakcji odwodornia heptanu.

Pozorna stała szybkości jest funkcją stężenia centrów aktywnych na powierzchni katalizatora, adsorpcji substratów na powierzchni, desorpcji produktów z powierzchni katalizatora.

Rzeczywista szybkość reakcji chemicznej na powierzchni kontaktu jest wyrażona równaniem:

$$r_{rz} = k c^* c_S \quad (17)$$

k - rzeczywista stała szybkości reakcji chemicznej na powierzchni katalizatora,

c^* - stężenie centrów aktywnych na powierzchni,

c_S - stężenie zaadsorbowanego substratu (heptanu).

Wydajność produktu W_p [%] obliczamy ze wzoru:

$$W_p = \frac{n_p [mmol / godz] 100\%}{n_{pteor} [mmol / godz]} = \frac{m_p [g / godz] 100\%}{m_{pteor} [g / godz]} \quad (18)$$

n_p = liczba mmoli produktu

n_{pteor} = teoretyczna liczba mmoli produktu, który powstanie gdy przereaguje cały substrat w jednostce czasu. W naszym przypadku $n_{pi} = n_o$

m_p = liczba gramów produktu w jednostce czasu

m_{pteor} = teoretyczna liczba gramów produktu, który powstanie gdy przereaguje cały substrat.

Selektywność katalizatora:

$$S_p = \frac{n_p [mmol / godz] 100\%}{(n_o - n) [mmol / godz]} \quad (19)$$

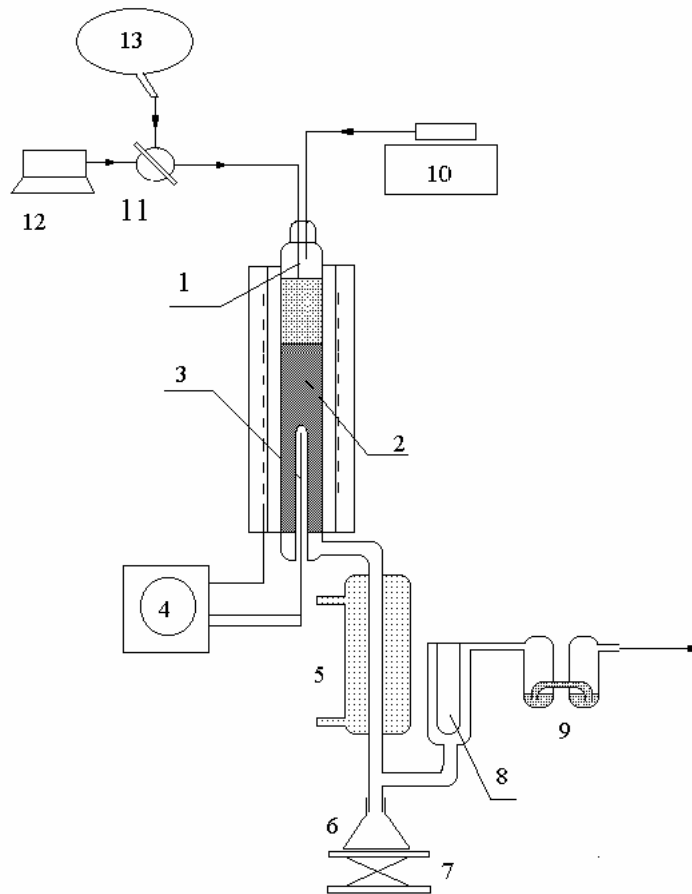
n_p = liczba mmoli produktu otrzymana w jednostce czasu

n = liczba moli nieprzereagowanego substratu w jednostce czasu

Aparatura

Na schemacie przedstawiono zestaw aparatury dla ćwiczenia 12. Reakcja prowadzona jest w izotermicznym, reaktorze (1) z nieruchomym złożem katalizatora (2). Temperatura wewnątrz reaktora jest mierzona za pomocą termopary (3) i kontrolowana za pomocą programatora temperatury (4). Heptan jest dozowany do reaktora za pomocą strzykawki zamontowanej na pompie infuzyjnej (10). Produkty reakcji przechodząc przez chłodnicę (5) schładzają się i skraplają w odbieralniku (6). Wymrażalnik (8) wypełniony "suchym lodem" zapewnia wykroplenie resztek poreakcyjnych. Płuczka (9) wskazuje czy przepływa gaz. Pompka powietrzna (12) pompuje powietrze na złożę katalizatora w czasie jego regeneracji. Argon jest stosowany do przepłukania złoża katalizatora po reakcji.

Schemat aparatury

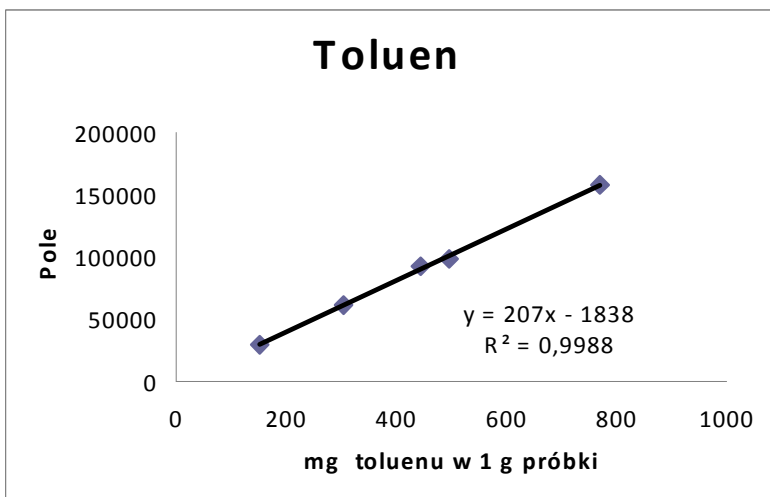
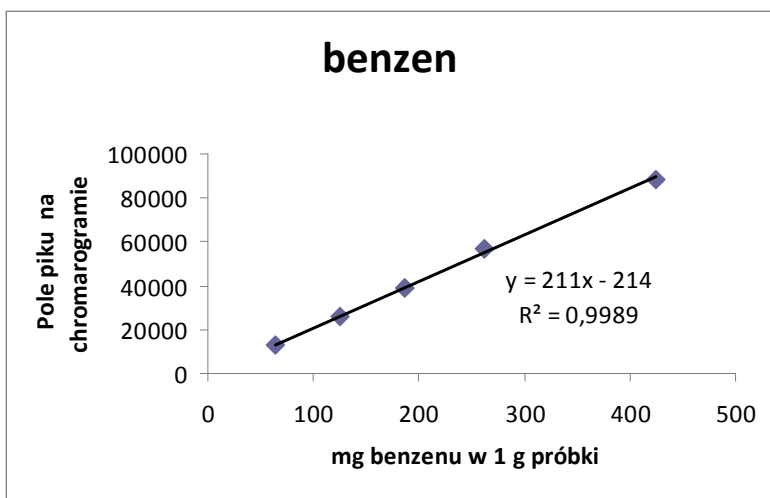
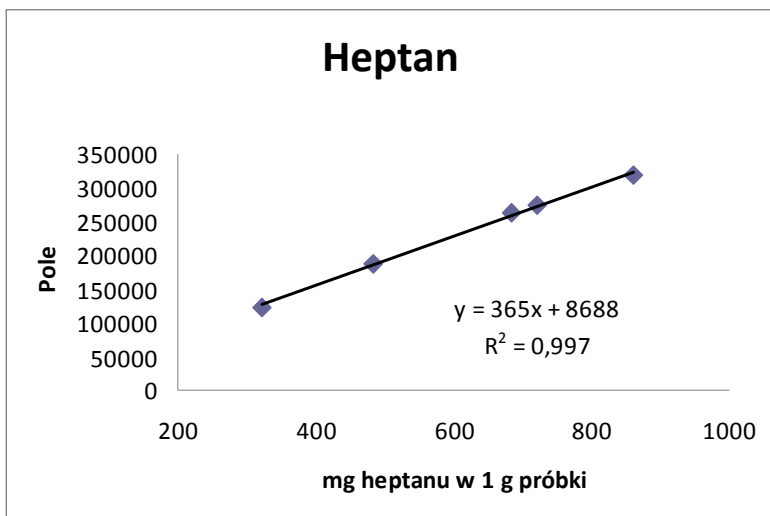


- | | |
|----------------------------|-----------------------|
| 1. Reaktor | 8. Wymrażalnik |
| 2. Złoże katalizatora | 9. Płuczka |
| 3. Termopara | 10. Pompa infuzyjna |
| 4. Programator temperatury | 11. Kran trójdrożny |
| 5. Chłodnica wodna | 12. Pompka powietrzna |
| 6. Odbieralnik | 13. Balon z argonem |
| 7. Podnośnik | |

Wykonanie ćwiczenia

1. Zestaw aparatury jak na załączonym rysunku.
2. W reaktorze (1) znajduje się 10ml (8,6g) katalizatora Pt/Al₂O₃ (2).
3. Ważymy odbieralnik (6) razem z korkiem.
4. Ustawiamy temperaturę pieca do temperatury podanej przez asystenta (250-350°C).
5. Napełniamy strzykawkę heptanem, montujemy na pompie i wprowadzamy koniec igły do reaktora
6. Nastawiamy odpowiednie prędkości przepływu na pompie infuzyjnej (10).
7. Włączamy przepływ wody przez chłodnicę.
8. Podłączamy odbieralnik (6) na dole chłodnicy i schładzamy stałym dwutlenkiem węgla (suchym lodem).
9. Napełniamy wymrażalnik „suchym lodem”.
10. Rozpoczynamy dozowanie heptanu.
11. Czas trwania procesu określa asystent.
12. Po upływie określonego czasu należy wyłączyć pompę, wyjąć igłę z reaktora.
13. Następnie przepłukać złożę katalizatora gazem obojętnym (Ar, N₂) z balona (13) przez 5 min.
14. Po upływie 5 minut zmieniamy odbieralnik (6), zamykamy korkiem pozostawiamy do ogrzania do temperatury pokojowej.
15. Zmieniamy parametry reakcji i prowadzimy następny eksperyment przy innych parametrach (temperatura, szybkość dozowania surowca) powtarzając procedurę postępowania według punktów od 3 do 17
16. Gdy odbieralnik z produktami ogrzeje się do temperatury pokojowej ważymy go i wykonujemy analizę produktów na chromatografie gazowym.
17. Wyniki należy zapisać w tabelce otrzymanej od asystenta.
18. Obliczyć skład mieszaniny poreakcyjnej posługując się odpowiednim równaniem z krzywych kalibracyjnych zamieszczonych w instrukcji..

Kalibracja dla ćwiczenia 12 2015



WZÓR SPRAWOZDANIA

Sprawozdanie z Ćwiczenia nr 12	Data wykonania ćwiczenia
Asystent prowadzący ćwiczenie	Data oddania sprawozdania
Wykonujący ćwiczenie;	
Tytuł ćwiczenia	
Uwagi asystenta	

Sprawozdanie powinno zawierać:

1. Cel ćwiczenia
2. Opis przebiegu ćwiczenia (bez rysunku)
3. Omówienie wyników - w tym:
 - a. równanie reakcji,
 - b. tabelka przedstawiająca wyniki z przeprowadzonego eksperymentu
 - c. rachunkowe opracowanie otrzymanych wyników – proszę obowiązkowo zamieścić obliczenia lub dołączyć arkusz exela.
 - d. tabelka przedstawiająca wyniki następujących obliczeń:
 - szybkość dozowania heptanu (v) w g/godz oraz mmol/godz
 - zawartość heptanu, toluenu i benzenu w mieszaninie reakcyjnej w g/godz oraz mmol/godz
 - stopień konwersji heptanu (α) zgodnie z wzorem (15)
 - wydajność toluenu oraz benzenu wg. wzoru (18)
 - selektywność do toluenu i benzenu wg. wzoru (19)
 - TOF w mmol produktu / (g katalizatora · 1 godz.)
 - e. wybrać jedną z poniżej przedstawionych operacji:

Jeżeli reakcje są prowadzone dla różnych szybkości przepływu węglowodoru wprowadzanego do reaktora

- wykonać wykres zależności stopnia konwersji heptanu od szybkości dozowania $\alpha = f(v)$

Jeżeli reakcje są prowadzone w różnych temperaturach

- wykonać wykres zależności stopnia konwersji heptanu od temperatury $\alpha = f(T)$ T [°C]

4. Dyskusję otrzymanych wyników. (w tym - źródła błędów)
5. Wnioski.