

Pracownia: Utylizacja odpadów i ścieków

dla kierunku Międzywydziałowe Studia Ochrony Środowiska

Instrukcja ćwiczenia nr 17

Adsorpcyjne oczyszczanie gazów z zanieczyszczeń związkami organicznymi

**Uniwersytet Warszawski Wydział Chemii
Zakład Dydaktyczny Technologii Chemicznej**

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 par związków organicznych 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.

Adsorpcja i desorpcja węglowodoru

Proces adsorpcji węglowodoru zanieczyszczającego strumień powietrze prowadzi się przepuszczając przez warstwę adsorbentu (zeolitu lub węgla aktywnego) strumień powietrza nasyconego parami węglowodoru do momentu przebicia złoża. Moment przebicia określa się przy pomocy reakcji barwnej stosując np. wykrywacze rurkowe **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 rotametri. 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 przebicia 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 przedmuchiując złożę adsorbentu 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. Desorbowany węglowodor zbiera się w odbieralniku.

Adsorpcja i desorpcja etanolu

Proces adsorpcji etanolu zanieczyszczającego strumień powietrze prowadzi się przepuszczając przez warstwę adsorbentu (zeolitu lub węgla aktywnego) strumień powietrza nasyconego parami etanolu do momentu przebicia złoża. Moment przebicia określa się przy pomocy reakcji barwnej stosując np. wykrywacze rurkowe.

Nasycanie powietrza parami etanolu uzyskuje się przepuszczając strumień czystego powietrza przez ogrzaną do odpowiedniej temperatury płuczkę wypełnioną etanolem. Zawartość etanolu w strumieniu powietrza reguluje się poprzez zmianę temperatury płuczki i szybkości przepływu powietrza. Szybkość przepływu powietrza kontroluje się przy pomocy rotametu. W pierwszej fazie procesu etanol jest całkowicie adsorbowany przez warstwę złoża. Do wykrywacza rurkowego przechodzi wówczas powietrze całkowicie pozbawione zanieczyszczenia. Po pewnym czasie, gdy chłonność adsorbentu zostaje przekroczona w strumieniu powietrza opuszczającym złożę pojawiają się pewne ilości etanolu. Jest to moment przebicia warstwy adsorbentu. Jego detekcja odbywa się poprzez stwierdzenie zmiany zabarwienia wypełnienia wykrywacza rurkowego. Po stwierdzeniu przebicia złoża (lub osiągnięciu dopuszczalnego przez Polskie Normy stężenia etanolu) zamyka się dopływ strumienia zanieczyszczonego powietrza i przeprowadza proces odwrotny tzn. desorpcję etanolu.

Desorpcję etanolu z zeolitu przeprowadza się podnosząc temperaturę złoża do ok. 480°C (lub 330 °C w przypadku złoża węgla aktywnego) i przepuszczając przez nie strumień 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. Desorbowany węglowodor/etanol zbiera się w odbieralniku.

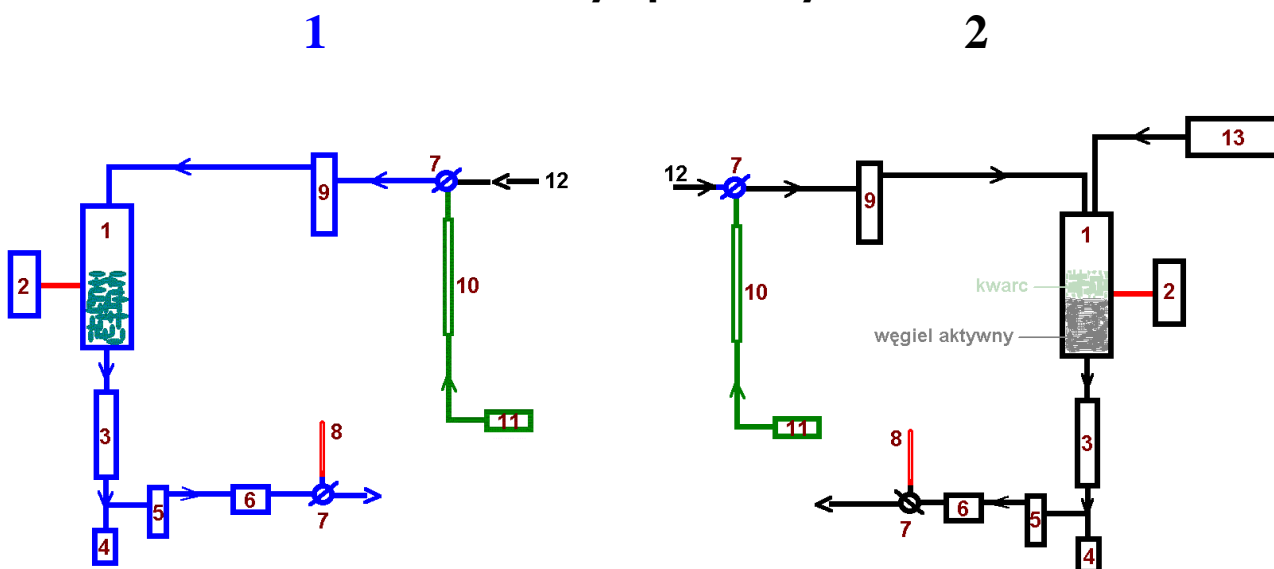
Po zakończeniu procesu desorpcji zawartości odbieralników waży się i poddaje analizie metodą chromatografii gazowej. Eksperyment kończy regeneracja złożów. W obu przypadkach polega ona na przepłukaniu złoża kolejno strumieniami czystego powietrza i argonu. Tak przygotowane złoża adsorbentów wykorzystuje się w następnym cyklu pracy. Kolejny cykl pracy zawsze poprzedza przepłukanie złoża strumieniem gazu obojętnego.

Kolejność czynności podczas wykonywania ćwiczenia:

I. Proces adsorpcji:

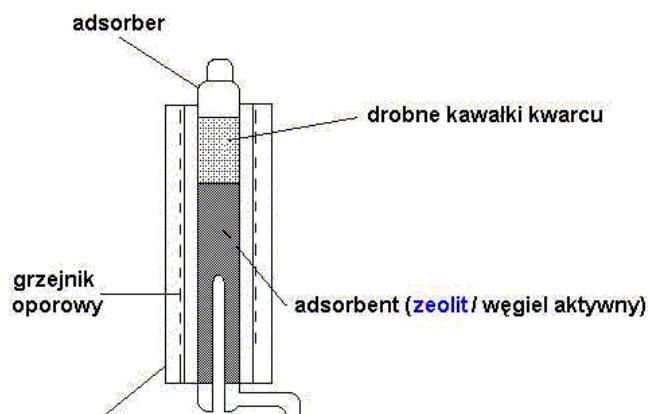
1. Przepłukać złoże gazem obojętnym (argonem).
2. Zważyć płuczkę (9) z węglowodorem/etanołem i podłączyć ją do układu.
3. Odpowiednio zamontować wykrywacz rurkowy do kranu trójdrożnego (7).
4. Rozpocząć przepuszczanie powietrza przez płuczkę z węglowodorem/etanołem (9) włączając pompkę przeponową (11). Szybkość przepływu powietrza ustala się przy pomocy rotametu (10).
5. Strumień powietrza zanieczyszczonego węglowodorem/etanołem skierować na złoże.
6. Obserwować wykrywacz rurkowy, 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/etanołem i zważyć.
9. Przeprowadzić proces desorpcji węglowodoru/etanolu dobierając warunki procesu w zależności od złoża.

Schematy aparatury



1 - adsorber, 2 - regulator temperatury, 3 - chłodnica wodna, 4 - odbieralnik, 5 - wymrażalnik, 6 - płuczka, 7 - kran trójdrożny, 8 - wykrywacz rurkowy, 9 - płuczka z węglowodorem, 10 - rotametr, 11 - pompka przeponowa, 12 - doprowadzenie argonu, 13 - pompa infuzyjna

3. Schemat adsorbera



II. Proces desorpcji

gdy zanieczyszczeniem jest węglowodór:

Złoże zeolitu	Złoże węgla aktywnego
<ol style="list-style-type: none">1. Podnieść temperaturę złoża do 320°C -480°C włączając regulator temperatury (2).2. Wymrażalnik (5) wypełnić mieszaniną stałego CO₂ i acetonu.3. Włączyć pompkę przeponową (11) i rozpocząć przepuszczanie przez złożo czystego powietrza.4. Produkty desorpcji zebrać w odbieralniku (4).5. Przepłukać złożo 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 130°C- 330°C włączając regulator temperatury (2).2. Uruchomić pompę infuzyjną (13) dozującą wodę do adsorbera (parametry pracy pompy podaje asystent) – desorpcja węglowodoru3. Produkty desorpcji zebrać w odbieralniku (4).4. Wyłączyć pompę infuzyjną (13).5. Wyłączyć grzanie pieca regulatorem temperatury (2).6. Przepłukać złożo gazem obojętnym.7. Odłączyć odbieralnik i zważyć.8. Zawartość odbieralnika (4) przenieść do rozdzielacza i oddzielić fazę wodną od organicznej – desorpcja węglowodoru9. Określić masę fazy organicznej a następnie zanalizować ją metodą chromatografii gazowej.

Gdy zanieczyszczeniem jest etanol procedura desorpcji z obydwu źródeł odbywa się tak jak dla zeolitu.

Po wykonaniu eksperymentu należy:

- obliczyć natężenie przepływu węglowodoru/etanolu w mg/min,
- zbilansować proces, narysować wykres Sankey'a,
- porównać chłonność dynamiczną zeolitu i węgla aktywnego,
- zinterpretować chromatogramy,
- określić ilość odzyskanego węglowodoru/etanolu w %,
- ocenić efektywność procesu
- 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/etanołem.

Do sprawozdania należy dołączyć arkusz wynikowy.