

Ćwiczenie 13:

BADANIE PROCESU ADSORPCJI WODY Z POWIETRZA

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie pojemności adsorpcyjnej silikażelu (jego zdolności pochłaniania wilgoci) w procesie osuszania powietrza z pary wodnej.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Adsorpcją nazywa się zjawisko ruchu masy polegające na wydzielaniu na powierzchni ciała stałego cząsteczek gazu lub cieczy wchodzących w skład otaczającego to ciało płynu. W odróżnieniu od opisywanej tu adsorpcji, proces pochłaniania gazów przez cieczy nazywany jest absorpcją. Proces absorpcji nie jest zjawiskiem powierzchniowym i zachodzi w całej objętości cieczy.

Metodą adsorpcji można, w stosunkowo prosty sposób, rozdzielać składniki płynnych mieszanin, nawet przy ich niewielkim stężeniu. Ciała stałe, na powierzchni których zachodzi adsorpcja zwane są adsorbentami, natomiast wydzielone z płynu cząsteczki określa się mianem adsorbatów. Aparaty w których prowadzone są procesy adsorpcji to adsorbery.

Jako adsorbenty stosuje się specjalne bardzo porowate materiały w postaci granulatów lub proszku. Wiązanie wydzielonych na ich powierzchni cząsteczek zachodzi pod wpływem działania sił Van der Waalsa. Składnik zaadsorbowany jest jednak bardzo słabo związany z powierzchnią adsorbentu. Fakt ten umożliwia stosunkowo łatwą regenerację warstwy materiału pochłaniającego, poprzez jego ogrzanie lub umieszczenie go w próżni. Główną zaletą procesu adsorpcji jest jego selektywność polegająca na powierzchniowym wiązaniu jedynie pewnych składników mieszaniny, podczas gdy inne składniki pozostają niezwiązane. Jako adsorbenty mogą być wykorzystywane jedynie te ciała stałe, które charakteryzuje duża powierzchnia reprezentowana przez jednostkę ich masy. Praktycznie stosowane adsorbenty powinny wykazywać:

- dużą selektywność, tzn. adsorbować tylko wybrane składniki, a nie pochłaniać innych;

- dużą zdolność nasycania się na jednostkę swojej masy, nawet wówczas, gdy stężenie adsorbowanego składnika w płynie jest niewielkie;
- łatwość przeprowadzania desorpcji (regeneracji);
- odporność chemiczną na przerabiane mieszaniny gazowe lub ciekłe, a także na wodę i parę przegrzaną;
- zdolność do wielokrotnej regeneracji ze względu na koszt adsorbentu;
- odporność termiczną i mechaniczną, np. na ścieralność.

Właściwości kilku stosowanych powszechnie w przemyśle adsorbentów przedstawiono w tabeli 1.

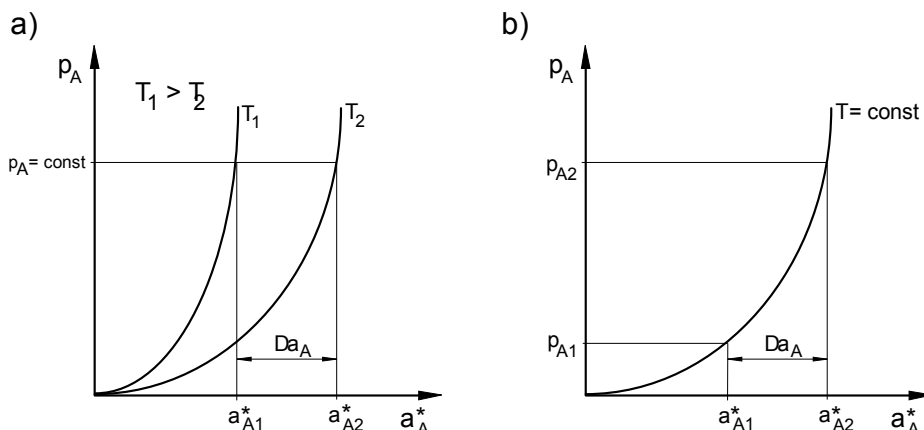
Tabela 1

Właściwości wybranych adsorbentów

Adsorbent	Silikażel	Aktywny tlenek glinu	Węgiel aktywny
Właściwość			
Główny składnik	SiO ₂	Al ₂ O ₃	C
Wielkość ziaren, mm	1÷5	2÷10	3÷10
Gęstość rzeczywista, kg/m ³	2200	3000	2000
Gęstość pozorną, kg/m ³	1100	1200	800
Gęstość usypowa, kg/m ³	700÷800	700÷850	400÷500
Objętość mikroporów, cm ³ /g	0,35÷0,45	0,40	0,25÷0,40
Objętość makroporów, cm ³ /g	<0,10	0,10	0,20÷0,40
Powierzchnia właściwa, m ² /g	600÷850	100÷400	1000÷1800

Adsorbenty, takie jak: silikażel i tlenki glinu, są hydrofilowe a ich pojemność jest oceniana zwykle na podstawie izoterm adsorpcji pary wodnej. Natomiast węgiel aktywny ma charakter hydrofobowy i adsorbuje przede wszystkim nie mieszące się z wodą niepolarnie ciecze organiczne.

Izoterm adsorpcyjne, tzw. krzywe równowagi sorpcyjnej (rys.1), opisują



Rys. 1. Wpływ zmian temperatury a) i ciśnienia cząstkowego b) na równowagową zawartość adsorbentu w adsorbencie

stany równowagi dla adsorpcji. Krzywe te przedstawiają równowagowe zależności pomiędzy ilością a_A danej substancji (adsorbentu) wydzielonej na powierzchni adsorbentu a ciśnieniem cząstkowym p_A tego składnika w otaczającej adsorbent mieszaninie gazowej. Adsorpcja jest procesem egzotermicznym. Przy adiabatycznym prowadzeniu procesu powoduje to nagrzewanie się złoża adsorbentu, a więc zmniejszenie jego zdolności adsorpcyjnej i zmianę przebiegu krzywej równowagi sorpcyjnej w kierunku niekorzystnym, (rys. 1a). Aby utrzymać izotermiczny przebieg procesu, warstwę adsorbentu należy chłodzić. Jest to realizowane poprzez umieszczenie powierzchni chłodzących w samym złożu.

Przeważnie, proces adsorpcji prowadzi się w aparatach ze złożem stałym adsorbentu. Jego regeneracja realizowana jest zwykle jedną z trzech metod:

- przez podwyższanie temperatury adsorbentu. Ogrzewanie adsorbentu przez powierzchnie grzejne lub bezpośrednio gorącym gazem, zmienia warunki równowagi (rys. 1a),
- przez obniżanie ciśnienia. Proces adsorpcji jest prowadzony przy ciśnieniu otoczenia. Zastosowanie podciśnienia nad złożem w trakcie regeneracji powoduje zmianę ciśnienia cząstkowego zaadsorbowanych składników, co w konsekwencji prowadzi do ich desorpcji z warstwy, (rys. 1b),
- przez adsorpcję podstawieniową. Metoda ta polega na wypychaniu adsorbentu za pomocą innego składnika, który następnie podczas właściwej adsorpcji jest z kolei wypychany przez adsorbowany składnik.

W praktycznych zastosowaniach przemysłowych, adsorpcję stosuje się m.in. w następujących procesach:

- osuszanie powietrza w klimatyzacji,

- odsiarczanie gazów,
- oczyszczanie wody pitnej i ścieków,
- rozdział węglowodorów,
- odbarwianie i oczyszczanie roztworów, itp.

Przebieg nasycania złoza adsorbentu w czasie przedstawiono na rys. 2.

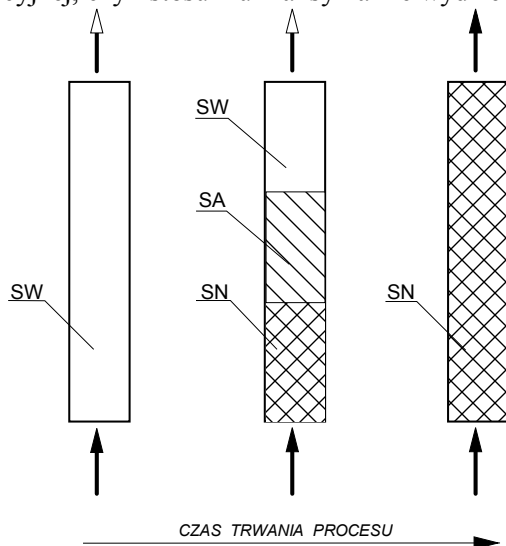
W okresie trwania procesu można wyróżnić trzy strefy występujące wzdłuż wysokości złoza i zmieniające swoją wysokość:

SN - strefa nasycenia: w której został osiągnięty stan równowagi i adsorpcja w niej już nie zachodzi,

SA - strefa adsorpcji: złoze adsorbentu wiąże na swojej powierzchni adsorbowany składnik,

SW - strefa wolna w obszarze której znajduje się nie wykorzystany jeszcze adsorbent.

Zapotrzebowanie na adsorbent w procesie periodycznym wynika z jego pojemności adsorpcyjnej, czyli stosunku maksymalnie wydzielonej masy adsor-



Rys.2. Przebieg nasycania złoza adsorbentu w czasie.

SW - strefa wolna, SA - strefa adsorpcji, SN - strefa nasycenia

batu do masy adsorbentu

$$a_A^* = \frac{m_A}{m_{AD}}, \quad (1)$$

gdzie: a_A^* - pojemność adsorpcyjna, kg A/kg adsorbentu;

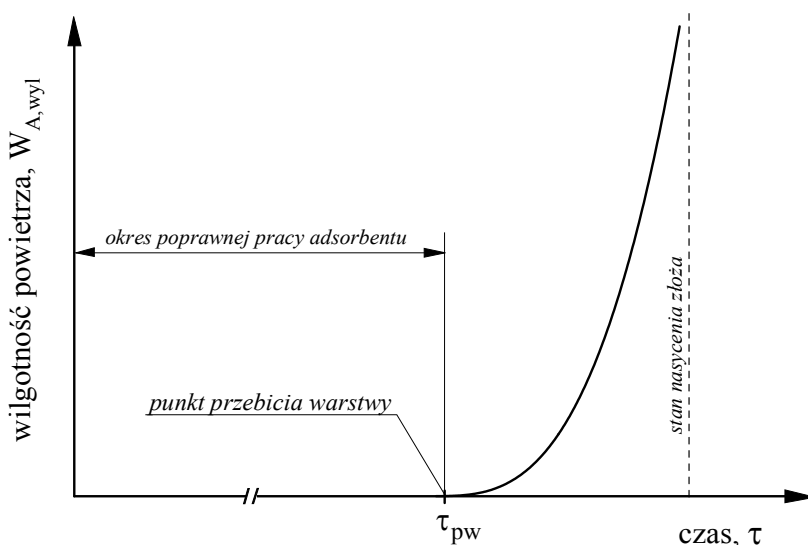
m_A - masa adsorbentu (substancji pochłoniętej); kg;

m_{AD} - masa adsorbentu (substancji pochłaniającej); kg.

Rozróżnia się pojemność adsorpcyjną statyczną, wyznaczaną na podstawie izoterm sorpcji oraz dynamiczną, określaną eksperymentalnie w rzeczywistych warunkach prowadzenia procesu pochłaniania. Pojemność dynamiczna jest mniejsza od statycznej, co wynika ze starzenia się adsorbentu, jego wielokrotnej regeneracji oraz skończonego czasu kontaktu gazu z warstwą adsorbującą, co nie pozwala na osiągnięcie pełnego stanu równowagi.

Poniżej opisano eksperymentalny sposób wyznaczania dynamicznej pojemności adsorpcyjnej silikażelu względem pary wodnej. Sposób ten jest jednocześnie przedmiotem niniejszego ćwiczenia.

Przepuszczanie przez warstwę adsorbentu strugi wilgotnego powietrza oraz ciągły pomiar jego wilgotności względnej po przejściu przez złożę, umożliwia zbudowanie wykresu przedstawionego na rys.3. Przebieg otrzymanej w ten sposób linii wskazuje na to, że po przekroczeniu określonego czasu adsorpcji, prowadzonej w danych warunkach, następuje tzw. przebicie warstwy złoża. Od tej chwili silikażel stopniowo traci swoje zdolności wiązania wilgoci i szybko osiąga stan nasycenia.



Rys.3. Zmiany w czasie wilgotności powietrza osuszającego na złożu adsorbentu

Przyjmując, że adsorbent powinien pracować jedynie do chwili przebicia warstwy, czyli w okresie czasu do τ_{pw} , w którym $W_{A,wyl} \approx 0$, pojemność silikażelu można określić w sposób analogiczny do równania (1)

$$a_A^* = \frac{m_A}{m_{AD}}, \quad (2)$$

przy czym: m_A - masa zaadsorbowanej wody, kg;
 m_{AD} - masa silikażelu tworzącego złożę, kg.

Strumień pochłanianej wilgoci wynika z bilansu jej masy

$$G_A = G_i W_{A,wl}, \quad (3)$$

gdzie: G_A - masowy strumień pochłanianej wilgoci, kg/s;
 G_i - masowy strumień powietrza suchego stanowiącego inert, kg /s;
 $W_{A,wl}$ - wilgotność bezwzględna powietrza wlotowego, kg H₂O/kg p.s.

Masa zaadsorbowanej wody

$$m_A = G_A \tau_{pw}, \quad (4)$$

gdzie: G_A - strumień pochłanianej wilgoci, kg/s;
 τ_{pw} - czas przebiecia warstwy; s.

Wykorzystując równania (2)-(4), ostatecznie zatem można napisać

$$a_A^* = \frac{G_i W_{A,wl} \tau_{pw}}{m_{AD}}. \quad (5)$$

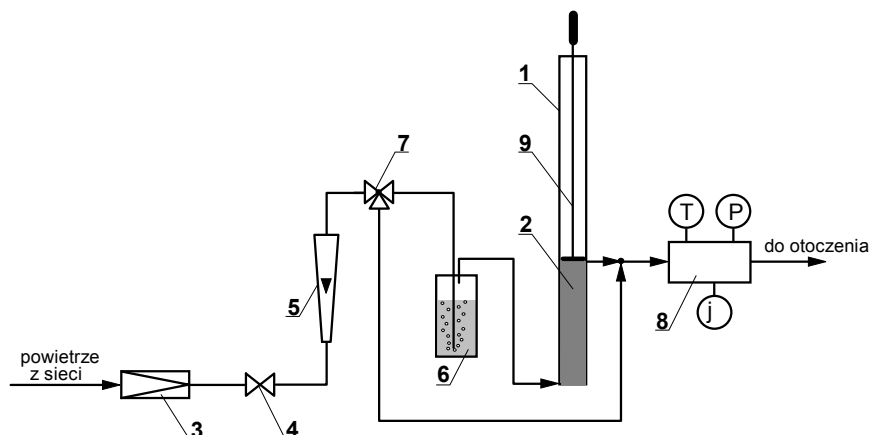
Ponieważ działanie przyrządów służących do określania wilgotności powietrza opiera się na pomiarze wilgotności względnej, bezwzględną zawartość wilgoci w powietrzu wyznaczać należy stosując przeliczenie

$$W_A = 0,622 \frac{\varphi P_A}{P - \varphi P_A} \quad (6)$$

gdzie: φ - wilgotność względna powietrza, -;
 P_A - ciśnienie nasycenia pary wodnej w danej temperaturze, Pa;
 P - ciśnienie całkowite, Pa.

3. OPIS STANOWISKA POMIAROWEGO

Schemat stanowiska pomiarowego do wyznaczania pojemności adsorpcyjnej silikażelu przedstawiono na rys.4.



Rys.4. Schemat stanowiska pomiarowego.

1 - rurka z pleksiglasu ϕ 12mm, 2 - warstwa silikażelu, 3 - reduktor ciśnienia powietrza, 4 - zawór regulacyjny, 5 - rotametr, 6 - płuczka wodna, 7 - zawór trójdrożny, 8 - komora pomiaru ciśnienia, temperatury i wilgotności względnej powietrza, 9 - zatyczka z tłokiem uszczelniającym.

Główny element instalacji stanowi wykonana z pleksiglasu przezroczysta pionowa rurka (1) o średnicy wewnętrznej 12 mm. Wnętrze rurki wypełniane jest warstwą zregenerowanego silikażelu (2) o znanej masie początkowej. Przestrzeń zajmowaną wewnątrz rurki przez złożę zamyka od góry tłok uszczelniający (9). Strumień powietrza, mierzony rotametrem (5) i regulowany zaworem (4), jest pobierany poprzez reduktor ciśnienia (3) z instalacji sprężonego powietrza. Przed wprowadzeniem do rurki (1) powietrze to jest nasycane wilgocią w płuczce wodnej (6). Powietrze zawilgocone, podczas przepływu przez złożę z dołu do góry, ulega osuszeniu, a jego parametry na wylocie określone są za pomocą przyrządów pomiarowych zamontowanych w komorze (8).

Przed przystąpieniem do badań samego procesu adsorpcji, należy określić wilgotność powietrza pobieranego z instalacji oraz zawartość wilgoci w powietrzu po jego przejściu przez płuczkę wodną. Określenie wilgotności powietrza pobieranego z instalacji wymaga odpowiedniego przestawienia zaworu trójdrożnego (7), a tym samym skierowania powietrza bezpośrednio do komory pomiarowej (8). Pomiar ciśnienia, temperatury i wilgotności względnej powietrza w komorze pozwala na określenie, wg równania (6), jego wilgotności bezwzględnej, a to z kolei daje możliwość wyznaczenia strumienia powietrza suchego, wg zależności

$$G_i = \frac{\rho_{p.w.}}{1 + W_{A,0}} V_{p.w.}, \quad (7)$$

w której: G_i - strumień masowy powietrza suchego (inertu), kg/s;
 $V_{p.w.}$ - strumień powietrza wilgotnego mierzony rotametrem (5), m³/s;
 $W_{A,0}$ - wilgotność bezwzględna powietrza pobieranego z sieci,
 kg H₂O/kg p.s.;
 $\rho_{p.w.}$ - gęstość powietrza wilgotnego pobieranego z sieci, kg/m³.

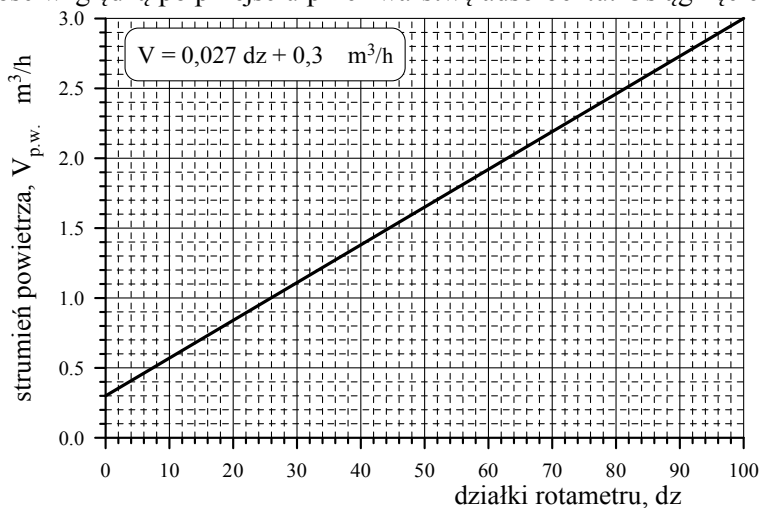
Gęstość powietrza wilgotnego pobieranego z sieci określa równanie

$$\rho_{p.w.} = \frac{\rho_i + W_{A,0} \rho_A}{1 + W_{A,0}} \quad (8)$$

gdzie: ρ_i - gęstość powietrza suchego (inertu) w danych warunkach, kg/m³;
 ρ_A - gęstość pary wodnej w danych warunkach, kg/m³.

W celu wyznaczenia wilgotności powietrza po jego przejściu przez płuczkę, pomiary wstępne prowadzić należy przy pustej rurce (1), przez którą przepływa założony (taki sam jak w późniejszych badaniach właściwych) strumień nawilżonego powietrza. Charakterystykę zamontowanego na stanowisku rotometru do pomiaru strumienia powietrza pobieranego z sieci, przedstawiono na rys. 5.

Osuszanie strumienia gazu, prowadzone być powinno do chwili „przebicia złoża”. W tym czasie należy kontrolować stałość strumienia powietrza oraz jego wilgotność względną po przejściu przez warstwę adsorbentu. Osiągnięcie



Rys. 5. Charakterystyka rotometru powietrza.

„stanu przebicia warstwy” sygnalizowane jest początkiem zwiększania wilgotności powietrza wypływającego ze złoża. Ponieważ silikażel wykorzystywany w tym ćwiczeniu zawiera w sobie indykator nasycenia wilgocią, osiągnięcie przez warstwę „stanu przebicia” objawia się również poprzez zmianę barwy całej ilości adsorbentu z chabrowej na różową.

Regenerację nasyconego wilgocią silikażelu przeprowadzić można na drodze suszenia, np. w trakcie realizacji ćwiczenia nr 12 pt. „Suszenie ciał stałych”.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia pomiarów należy:

- a) otworzyć dopływ powietrza z sieci oraz ustawić na reduktorze ciśnienia (3) nadciśnienie ok. 100kPa;
- b) po odpowiednim przestawieniu zaworu trójdrożnego (7), ustawić zaworem (4) żądany strumień powietrza i zmierzyć w komorze (8) jego parametry, ustalając w ten sposób zawartość wilgoci w gazie pobieranym z sieci;
- c) przestawić ponownie zawór trójdrożny (7), tak aby powietrze przepływało przez płuczkę (6) i wnętrze pustej rurki (1) zamkniętej zatyczką (9), a następnie poprzez powtórny pomiar parametrów gazu w komorze (8) określić wilgotność gazu nawilżonego;
- d) zważyć hermetyczne naczynie z przechowywanym w nim silikażelem;
- e) wyjąć z rurki zatyczkę z tłokiem uszczelniającym i wsypać próbkę silikażelu. Wysokość warstwy adsorbentu powinna odpowiadać miejscu w którym na rurce zamontowano króciec odpływowy powietrza;
- f) zważyć powtórnie naczynie do przechowywania silikażelu, określając ubytek jego masy, a tym samym masę próbki adsorbentu wprowadzonego do rurki;
- g) po ponownym zamknięciu rurki (1) zatyczką (9), prowadzić proces osuszania strugi powietrza o parametrach odpowiadających warunkom przeprowadzonych pomiarów wstępnych;
- h) jednocześnie, za pomocą stopera, mierzyć czas trwania adsorpcji do chwili osiągnięcia przez złożo „punktu przebicia warstwy”;
- i) wyniki zanotować w tabeli;

Badanie pojemności adsorpcyjnej silikażelu

Masa początkowa złoża:	g	Parametry powietrza z sieci:	Parametry powietrza po nawilżeniu:
- temperatura:	°C,	- temperatura:	°C,
- ciśnienie:	Pa,	- ciśnienie:	Pa,
- wilgotność względna:	%	- wilgotność względna:	%

Ciśnienie barometryczne: mm Hg					
Masa złoża zużytego: g					
strumień powietrza		czas trwania adsorpcji	Parametry powietrza na wypływie ze złoża		
dz	m ³ /h		wilgotność względna	temperatura	nadciśnienie
		s	%	°C	mm H ₂ O
50					

- h) po zakończeniu pomiarów zamknąć dopływ powietrza z sieci oraz usunąć zużyte złożo silikażelu z wnętrza rurki; wyciągając w tym celu korek zamykający ją od dołu;
- i) zważyć zużyty adsorbent w celu określenia przyrostu jego masy w stosunku do stanu początkowego.

Uwaga! Ze względu na dużą higroskopijność silikażelu, po zakończeniu ćwiczenia szczelnie zamknąć naczynie w którym jest przechowywany adsorbent.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Zbudować wykres obrazujący zmiany wilgotności powietrza wypływającego ze złoża w zależności od czasu trwania osuszania.
2. Na podstawie tak sporządzonego wykresu określić czas potrzebny do osiągnięcia „punktu przebiccia warstwy”.
3. Wykorzystując wyniki pomiarów wstępnych oraz bilans wilgoci określić ilość wody zaadsorbowanej przez złożo.
4. Ustalić masę zaadsorbowanej wilgoci na podstawie pomiarów początkowej i końcowej masy złoża.
5. Na podstawie równania (5) wyznaczyć pojemność adsorpcyjną silikażelu wykorzystując dane uzyskane w pkt. 3 i 4.
6. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] KIELCEW N. W.: Podstawy techniki adsorpcyjnej, WNT, W-wa 1980
- [2] KOCH R., KOZIOŁ A.: Dyfuzyjno-ciepłny rozdział substancji, WNT, W-wa 1994
- [3] PADEREWSKI M.L.: Procesy adsorbcyjne w inżynierii chemicznej, WNT, W-wa 1999

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Różnice i podobieństwa pomiędzy adsorbacją i absorpcją.
2. Właściwości adsorbentów.
3. Wpływ warunków procesowych na przebieg adsorbacji.
4. Przebieg nasycania złoża adsorbentu.
5. Sposoby regeneracji adsorbentów.