

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

64439

Patent dodatkowy
do patentu _____

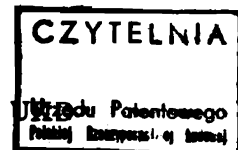
Zgłoszono: 11.III.1969 (P 132 256)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.I.1972

Kl. 42 I, 13/03

MKP G 01 n, 15/08



Współtwórcy wynalazku: Zygmunt Dębowski, Kazimierz Hołowiecki, Edward Lorek

Właściciel patentu: Główny Instytut Górnictwa, Katowice (Polska)

Urządzenie do badania mikrostruktury kapilarnej sorbentów, zwłaszcza węgla aktywnych

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do badania mikrostruktury kapilarnej na drodze oznaczania powierzchni właściwej i rozkładu porów w sorbentach za pomocą dynamicznej adsorpcji i desorpcji par benzenu.

Do oznaczania powierzchni właściwej i rozkładu porów w materiałach ziarnistych służą metody statycznej i dynamicznej adsorpcji gazów szlachetnych lub par lotnych substancji organicznych, na przykład benzenu. Przebieg adsorpcji na sorbencie zależy od wielu czynników między innymi od temperatury i względnej prężności par p/p₀. Powierzchnię właściwą oblicza się z izoterm adsorpcji, BET zaś rozdział objętości porów w zależności od ich wymiarów — wzorami podanymi przez Kelvina i Dubinina.

Znane jest urządzenie do oznaczania powierzchni właściwej i rozdziału objętości porów oparte na dynamicznej metodzie adsorpcji par benzenu. Urządzenie to składa się z płuczki, wypełnionej substancją osuszającą powietrze, połączonej jednym przewodem bezpośrednio z mieszalnikiem, a drugi przewód łączy płuczkę z mieszalnikiem poprzez płuczki zawierające benzen. Do mieszalnika podłączona jest szklana rurka pomiarowa, w której umieszcza się określoną ilość badanej substancji ziarnistej. Przechodzące przez urządzenie powietrze osusza się, a następnie nasycą parami benzenu, którymi nasycą się również badaną substancję do sta-

2

łej wagi. Przyrost względnie ubytek wagi badanej próbki mierzy się na wadze analitycznej.

Wadą tego urządzenia jest między innymi bardzo długi czas potrzebny do wykonania jednego oznaczenia, wynoszący około 60 godzin. Próbowano skrócić czas przypadający na nasycenie próbek, przez równoległe połączenie większej ilości naczyń pomiarowych zawierających różne próbki. Jednakże w czasie ważenia poszczególnych naczyń pomiarowych pracę takiego aparatu trzeba było każdorazowo przerywać, przez co w całym aparacie następowała zmiana względnej prężności p/p₀ par benzenu. Natomiast w przypadku odłączenia naczynia pomiarowego, przeznaczonego do ważenia, bez zatrzymywania ruchu urządzenia, ilość mieszaniny powietrzno-gazowej przypadającej na ważone naczynie, zwiększa przepływ na pozostałych naczyniach wskutek wzrostu ciśnienia w urządzeniu.

Takie zmiany ciśnienia i ilości przepływającej przez naczynia pomiarowe mieszaniny powietrzno-parowej powodują występowanie dużych błędów w oznaczeniach powierzchni właściwej i rozdziału objętości porów. Poza tym stosowane w urządzeniu szklane rurki naczyń pomiarowych zbyt często ulegały niszczeniu.

Celem wynalazku jest skonstruowanie urządzenia, w którym mieszanina powietrzno-parowa przepływająca przez naczynia pomiarowe przeznaczone do ważenia, nie będzie zwiększać przepływów w

pozostałych naczyniach i zmieniać prężności par p/p_0 w urządzeniu.

Cel ten osiągnięto w urządzeniu według wynalazku, którego istota polega na zastosowaniu stabilizatora ciśnienia połączonego z jednej strony z przewodem wylotowym, a z drugiej strony z przewodem zaopatrzonym w kilka równoległych boczników. Każdy z tych boczników składa się z przelotowego zaworu i rotametru połączonego przewodem z wymiennikiem ciepła oraz z naczyniem pomiarowym osadzonym w sprężystym uchwycie, który jest zamocowany do ściany wewnętrznej łaźni wodnej. W dolnej części sprężysty uchwyt ma cylindryczną podstawkę do mocowania naczynia pomiarowego. Natomiast w górnej części sprężystą płytkę zaopatrzoną w stożkowe końcówki przewodów i w mimośrodową dźwignię służącą do zaciskania końcówek przewodów na stożkowych końcówkach wystających z naczynia pomiarowego.

Naczynia pomiarowe urządzenia składają się z metalowych rurek z dnem. Wewnątrz tych rurek są umieszczone pierścienie oraz metalowe siatki, pod którymi znajduje się otwór wlotowy rurki doprowadzającej mieszaninę powietrzno-parową. Od góry każda rurka jest zamknięta pokrywką z uszczelką z tworzywa odpornego na działanie par benzenu, która to pokrywa ma zamocowaną końcówkę ze stożkowym zakończeniem. Taka konstrukcja urządzenia pozwala prowadzić adsorpcję lub desorpcję benzenową w ośmiu próbkach równocześnie, których wyniki są podstawą do obliczania powierzchni właściwej i rozdziału objętości porów o wymiarze poniżej 460 Å. Zaletą urządzenia jest również to, że wyjmowanie poszczególnych naczyń pomiarowych do ważenia nie zakłóca biegu w pozostałych naczyniach, dzięki czemu bardzo znacznie skraca się czas pomiaru.

Przedmiot wynalazku przedstawiono na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat urządzenia, fig. 2 — widok z boku naczynia pomiarowego wraz z uchwytem, fig. 3 — przekrój naczynia wzdłuż linii A—A zaznaczonej na fig. 2, a fig. 4 — widok z góry naczynia pomiarowego.

Urządzenie według wynalazku składa się z trzech pojemników 1, 2 i 3 wypełnionych silikazelem jako substancją suszącą oraz z pojemnika 4 wypełnionego silikazelem, połączonych ze sobą za pomocą rurek, przy czym pomiędzy pojemnikami 3 i 4 jest zabudowana przepływowa rurka 5 wypełniona wskaźnikiem zawilgocenia. Pojemnik 4 jest również połączony przewodem 6 zaopatrzonym w zawór 7 z rotametrem 8 i mieszalnikiem 9 oraz za pomocą przewodu 10 zaopatrzonego w zawór 11 z rotametrem 12, który łączy się przewodem 13 z wymiennikiem ciepła 14 i płuczką 15 zawierającą benzen. Płuczka 15 ma łapacz kropeł 16 zabudowany w przewodzie łączącym tę płuczkę z mieszalnikiem 9. Natomiast mieszalnik 9 ma przewód 17 wyposażony w kilka równoległych boczników, z których każdy składa się z przelotowego zaworu 18 i rotamtru 19 połączonego przewodem z wymiennikiem ciepła 20 oraz z pomiarowym naczyniem 22, przy czym na przewodzie łączącym wymiennik ciepła 20 i naczynie 22 są wbudowane, trójdrożny zawór 21

i przelotowy zawór 23. Poza tym każdy trójdrożny zawór 21 oraz pomiarowe naczynie 22 są połączone z wylotowym przewodem 25, przy czym naczynie 22 z przewodem 25 łączy zawór 24. Z przewodem 17 jest połączony stabilizator ciśnienia 26, który również ma połączenie z wylotowym przewodem 25.

Każde pomiarowe naczynie 22 jest osadzone w sprężystym uchwycie 27 zamocowanym do wewnętrznej ściany łaźni wodnej 28, w której są również zanurzone wymienniki ciepła 14 i 20 oraz płuczka 15. Pomiarowe naczynie 22 składa się z metalowej rurki 29 zamkniętej od dołu, zaopatrzonej w pierścienie 30 i z osadzoną na nim metalową siatką 31 o wymiarze oczek 0,3 mm, na której umieszcza się badany sorbent. Pod siatką 31 znajduje się otwór 32 rurki doprowadzającej mieszaninę powietrzno-parową, przy czym rurka ta jest zaopatrzona w przelotowy zawór 23 i w stożkową końcówkę 33. Od góry metalowa rurka 29 jest zamknięta pokrywką 34 z uszczelką z tworzywa odpornego na pary benzenu 35. W dolnej części sprężysty uchwyt 27 ma cylindryczną podstawkę 36, w której umieszcza się pomiarowe naczynie 22, a u góry ma płytkę 37, wykonaną ze sprężystej blachy, zaopatrzoną w stożkowe końcówki 38 przewodów. Na płycie 37 jest zamocowana mimośrodowa dźwignia 39 do zaciskania końcówek 38 na stożkowych końcówkach 33 pomiarowego naczynia 22.

Urządzenie według wynalazku działa w następujący sposób. Na siatkach 31 pomiarowych naczyń 22 umieszcza się określone ilości ziarnistego sorbentu, po czym naczynia te mocuje się w sprężystych uchwytach 27. Następnie do urządzenia wpuszcza się powietrze, które osusza się w pojemnikach 1, 2, 3 i 4 i jeden strumień powietrza kieruje się przewodem 6 przez zawór 7 i rotometr 8 bezpośrednio do mieszalnika 9, a drugi strumień, przewodem 10 i zaworem 11 oraz rotametrem 12 kieruje się przewodem 13 i wymiennikiem ciepła 14 do płuczki 15, w której nasycą się go parami benzenu i kieruje do mieszalnika 9. Powstała mieszanina powietrzno-parowa, o ustalonej prężności względnej par benzenu p/p_0 , płynie dalej przewodem 17 do pomiarowych naczyń 22, przy czym ilość mieszaniny powietrzno-parowej przepływającej przez pomiarowe naczynia 22 jest regulowana przelotowymi zaworami 18 i rotametrami 19.

W celu wyjęcia pomiarowego naczynia 22 przeznaczonego do ważenia, zamyka się przelotowe zawory 18, 24 i 25 a przypadająca na to naczynie ilość mieszaniny powietrzno-parowej przechodzi przez stabilizator ciśnienia 26 do wylotowego przewodu 25 lub też mieszaninę tę kieruje się trójdrożnym zaworem 21 do wylotowego przewodu 25. Po czym zamyka się przelotowe zawory 24 i 25 i wyjmuje rurkę pomiarową do ważenia. Wodna łaźnia 28 podłączona do termostatu utrzymuje stałą temperaturę w czasie badania.

Urządzeniem według wynalazku można prowadzić adsorpcję lub desorpcję benzenową ośmiu próbek równocześnie, a na podstawie danych pomiarowych obliczyć powierzchnię właściwą i rozdział objętości porów o wymiarze poniżej 460 Å.

1. Urządzenie do badania mikrostruktury kapilarnej sorbentów, zwłaszcza węgla aktywnych za pomocą dynamicznej adsorpcji i desorpcji par benzenu, składające się z płuczek wypełnionych substancją osuszającą powietrze i połączonych jednym przewodem bezpośrednio z mieszalnikiem, a drugim przewodem z mieszalnikiem poprzez płuczkę zawierającą benzen, **znamiennie tym**, że ma stabilizator ciśnienia (26) połączony z jednej strony z wylotowym przewodem (25), a z drugiej strony z przewodem (17) zaopatrzonym w kilka równoległych boczników, z których każdy składa się z przelotowego zaworu (18) oraz rotametu (19) połączonych przewodem z wymiennikiem ciepła (20) i z pomiarowym naczyniem (22) osadzonym w sprężystym uchwycie (27) zamocowanym do wewnętrznej ściany łaźni wodnej (28), przy czym w

dolnej części sprężysty uchwyt (27) ma cylindryczną podstawkę (36) do mocowania naczynia (22), a w górnej części sprężystą płytkę (37) wyposażoną w stożkowe końcówki (38) przewodów i w mimośrodową dźwignię (39) do zaciskania ich na końcówkach (33) pomiarowego naczynia (22).

2. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że ma pomiarowe naczynia (22), z których każde składa się z metalowej rurki (29) z dnem, zaopatrzonej wewnątrz w pierścień (30) wraz z osadzoną na tym pierścieniu metalową siatką (31) i w otwór (32) rurki doprowadzającej mieszaninę powietrzno-parową, a od góry zamkniętą za pomocą pokrywy (34) z gumową uszczelką (35), przy czym w pokrywie (34) jest zamocowana końcówka (33) ze stożkowym zakończeniem do osadzania w końcówkach (38) przewodów umieszczonych na sprężystej płytce (37) uchwytu (27).

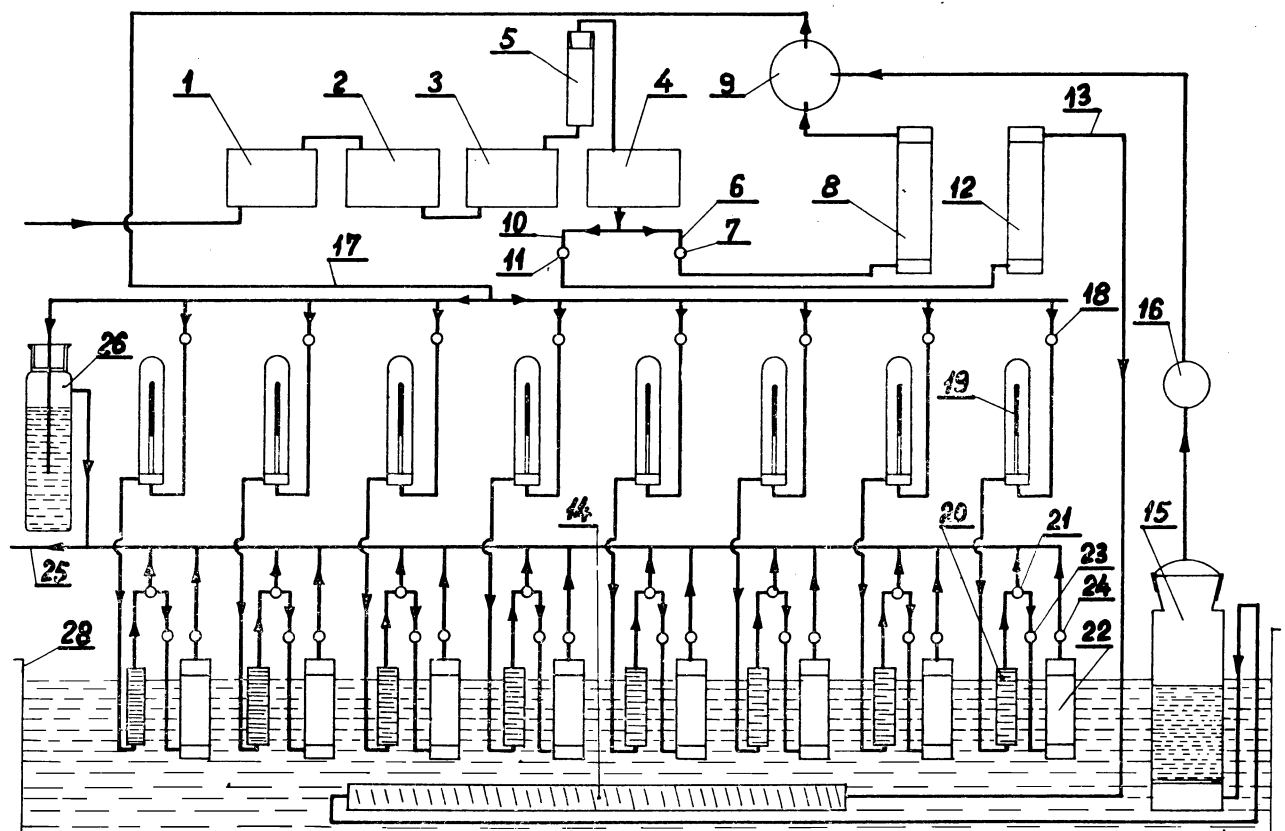


Fig 1

