



URZĄD
PATENTOWY
PRL

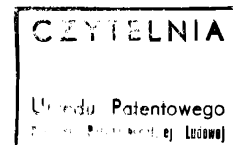
Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

Int. Cl.³ G01N 31/06

Zgłoszono: 27.02.79 (P. 213759)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 14.01.80



Opis patentowy opublikowano: 30.09.1983

Twórcy wynalazku: Mirosław Milewski, Maria Wilkanowicz-Oblicka

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Przemysłowej,
Warszawa (Polska)

**Sposób określania parametrów pracy kolumny adsorpcyjnej,
zwłaszcza z adsorbentem zeolitowym,
oraz urządzenie do określania parametrów pracy kolumny adsorpcyjnej
zwłaszcza z adsorbentem zeolitowym**

Przedmiotem wynalazku jest sposób określania parametrów pracy kolumny adsorpcyjnej stosowanej do rozdzielania związków o różnej sorbowalności.

W procesach adsorpcyjnego rozdzielania mieszanin grają rolę różne parametry, od wartości których zależy stopień rozdzielania mieszaniny a więc i czystość pożądanego produktu. Parametrami takimi są dla przypadku mieszanin ciekłych temperatura, granulacja adsorbentu oraz rodzaj desorbentu. Wszystkie te parametry wpływają także na ekonomikę procesu rozdzielania, z tym, że największy wpływ ma tu rodzaj desorbentu.

W stosowanych dotychczas metodach doboru parametrów pracy wykorzystywało się zwykle działanie dwuetapowe. Etap pierwszy obejmował klasyczne statyczne badania adsorpcyjne, na podstawie których dokonywano wstępnej selekcji adsorbatów. Badania te wymagały zwykle bardzo małej ilości próbki adsorbentu. W etapie drugim, wyselekcjonowane wstępnie adsorbenty poddano testowaniu dynamicznemu w aparaturze przepływowej. Polegało to na przepuszczeniu przez złożę adsorbentu mieszaniny rozdzielanych związków do zakończenia procesu wymiany masy a następnie zdesorbowaniu zaadsorbowanych wcześniej związków. Z wartości otrzymanych z analizy składu obliczono tzw. współczynnik rozdziału, którego wartość charakteryzowała jakość badanego adsorbentu.

Badanie takie musiały być oczywiście prowadzone w szerokim zakresie temperatur procesu, po jednym dla każdej nastawy parametrów co znacznie wydłużało czas otrzymania wyników pozwalających na kontynuację realizacji procesu. Jednocześnie ilości adsorbentu zużywane do badań w drugim etapie były znaczne, co przy dużej ilości prób i wysokim często koszcie otrzymywania zwiększało nakłady na opracowanie technologii.

Celem niniejszego wynalazku było opracowanie sposobu doboru parametrów procesu adsorpcyjnego pozbawionego wspomnianych wad. Cel ten uzyskano przez określanie parametrów pracy kolumny adsorpcyjnej w jednym doświadczeniu, w którym dla danego układu adsorbent-adsorbat-desorbat, bada się jednocześnie i w sposób ciągły w funkcji programowanej liniowo temperatury, zmiany entalpii i zmiany masy oraz jakościowo i ilościowo oznacza się skład par adsorbatów lub/i desorbentu.

Sposób według wynalazku realizuje się w urządzeniu według wynalazku zawierającym derywatograf, w którym w specjalnym reaktorze umieszczono próbkę badanego adsorbentu, sprzęgnięty z chromatografem gazowym. Wprowadzenie w układzie szeregu wielodrożnych zaworów sprowadza obsługę urządzenia do prostych manualnych czynności możliwych do wykonania nawet przez obsługę o niskich kwalifikacjach.

Badanie parametrów pracy kolumny adsorpcyjnej przeprowadza się następująco. W perforowanym tyglu umieszcza się odważkę badanego adsorbentu (w ilości 0,4–1,0 g) a tygiel ustawia na termoparze pomiarowej derywatografu. Tygiel perforowany, termopara wzorcowa i porównawcza umieszczone są w specjalnej konstrukcji reaktorze, podłączonym do nitki gazowej chromatografu gazowego i zbiorników z adsorbatami i desorbatami. Wszystkie czynności wstępne i właściwe badania przeprowadza się w tym urządzeniu, bez konieczności stosowania dodatkowych zabiegów.

Urządzenie do określania parametrów pracy kolumny adsorpcyjnej według wynalazku składa się z derywatografu i chromatografu gazowego sprzężonych ze sobą dwoma sześcioprożnymi zaworami, z których jeden połączony jest z znajdującym się w piecu derywatografu reaktorem zaś drugi z pętlą dozującą na chromatograf. Pętla jest wykalibrowana w celu umożliwienia jakościowych i ilościowych oznaczeń składu. Wspomniane zawory połączone są ze sobą w sposób umożliwiający zarówno obróbkę próbki adsorbentu umieszczonego w tyglu gazem obojętnym lub parami adsorbentu czy desorbentu jak i periodyczne podawanie próbek do analizy na chromatograf gazowy.

Sposób według wynalazku umożliwia dzięki zastosowaniu derywatografu ciągłą rejestrację zmian masy, zmian entalpii i ich pochodnych w funkcji liniowo programowanej temperatury, oraz dzięki zastosowaniu chromatografu gazowego periodyczne analizowanie próbek opuszczających reaktor. Pozwala to na określenie istotnych dla procesu parametrów w jednym doświadczeniu.

Sposób według wynalazku z wykorzystaniem urządzenia według wynalazku zastosowano do oznaczeń parametrów pracy kolumny wydzielania p-ksylenu z mieszaniny izomerów. Mieszanina ta jest przykładem jednego z trudniejszych przypadków rozdzielania.

Przykład. Przykładowe rozwiązanie urządzenia według wynalazku przedstawiono na rysunku. Składa się ono z derywatografu i chromatografu gazowego sprzężonych ze sobą dwoma zaworami sześcioprożnymi, z których jeden 8 połączony jest z znajdującym się w piecu derywatografu 7 reaktorem 6, a drugi 8' z dozującą na chromatograf pętlą 10 o stałej objętości. Zawory 8 i 8' połączone są ze sobą w sposób umożliwiający obróbkę adsorbentu gazem obojętnym, podawanym z butli 1 przez reduktor ciśnienia 2 i układ sterowania i pomiaru przepływu 3, 5 lub parami adsorbentu czy desorbentu z płuczki 4 oraz periodyczne podawanie próbek do analizy na chromatograf gazowy.

W celu określenia parametrów pracy cyklu adsorpcyjnego, sposobem według wynalazku, umieszczono w tyglu pomiarowym derywatografu odważkę zeolitowego adsorbentu typu BaKNaY (modyfikowany fojazyt) i po włączeniu programowanego liniowo ogrzewania zapewniono przepływ gazu obojętnego z butli 1 przez reduktor 2 i zawór 3 pracujący w położeniu, które gwarantuje przepływ gazu z pominięciem płuczki 4. Operacja ta miała na celu odwodnienie adsorbentu oraz usunięcie z jego powierzchni zaadsorbowanych z powietrza związków. Ogrzewanie prowadzono do temperatury 723 K (450°C) a z krzywej zmian masy- tzn. krzywej TG odczytano pojemność sorpcyjną adsorbentu dla wody, będącą jedną z charakterystyk sorbentu. Następnie próbkę schłodzono do temperatury otoczenia w przepływie gazu inertnego po czym po włączeniu liniowo programowanego grzania, przełączono zawór 3 tak aby gaz z butli 1 płynął przez płuczkę 4 podając pary ksilenów do reaktora. Pobierając okresowo zaworem 8' próbki do analizy można określić optymalny zakres pracy w czym dodatkową pomocą są rejestrowane w sposób ciągły krzywe DTG i DTA. Z uzyskanych danych wytypowano jako optymalną temperaturę cyklu adsorpcyjnego 428 K (155°C).

Dla określenia parametrów pracy cyklu desorpcyjnego, próbkę adsorbentu po odwodnieniu wysycono parami ksilenów. Koniec tego procesu prowadzonego w temperaturze pokojowej określono pobierając próbki eluatu do analizy i obserwując zmiany składu. Następnie w miejsce płuczki 4 z mieszaniną ksilenów wstawiono płuczkę z desorbentem, którym był toluen. Po włączeniu programowanego liniowo grzania i przepływu gazu przez płuczkę z podawanym do reaktora desorbentem rejestrowano krzywe DTG i DTA oraz analizowano skład. W oparciu o te wyniki określono temperaturę desorpcji na 443 K (170°C). Oznaczony zakres pracy dobrze zgadza się z danymi literaturowymi zalecającymi zakres pracy 433–443 K (160–170°C).

Urządzenie według wynalazku może również znaleźć zastosowanie w badaniach procesów katalitycznych, szczególnie w badaniach kinetyki procesów.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób określania parametrów pracy kolumny adsorpcyjnej, zwłaszcza z adsorbentem zeolitowym, **znamienny tym, że dla danego układu adsorbent-adsorbat-desorbat bada się jednocześnie i w sposób ciągły**

w funkcji, programowanej liniowo, temperatury zmiany masy adsorbentu, entalpię procesu oraz skład fazy adsorbowanej lub/i desorbowanej.

2. Urządzenie do określania parametrów pracy kolumny adsorpcyjnej, zwłaszcza z adsorbentem zeolity-
wym, ~~zamiennie~~ tym, że składa się z derywatografu i chromatografu gazowego sprzężonych ze sobą dwoma sześciopozycyjnymi zaworami, z których jeden (8) połączony jest ze znajdującym się w piecu derywatografu (7) reaktorem (6) a drugi (8') z dozującą na chromatograf gazowy pętlą (10) o stałej objętości, przy czym zawory połączone są ze sobą w sposób umożliwiający obróbkę adsorbentu gazem obojętnym lub parami adsorbatów, oraz periodyczne podawanie próbek na chromatograf gazowy.

