

Вакуумная установка для исследования процессов физической сорбции

© С.Н. Прудников

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, 105005, Россия

В данной статье приведено описание экспериментальной установки. Установка позволяет проводить исследования процессов адсорбции в широком диапазоне температур и давлений. Температуры могут изменяться от криогенного уровня до 500 К. Установка является универсальной и позволяет проводить исследования на различных адсорбентах по различным газам с использованием как стационарных, так и динамических методов.

Ключевые слова: установка, адсорбент, уравнение адсорбции, поток газа, термопара, тепловой регулятор расхода газа, коэффициент регенерации, степень заполнения.

Установка предназначена для изучения характеристик адсорбентов, работающих в условиях вакуума. Существующие установки для исследования адсорбентов [5], созданные применительно к задачам очистки газов, разделения на фракции и т.п., не позволяют проводить исследования в условиях, близких к работе вакуумных криоадсорбционных насосов, которые функционируют в диапазоне температур от 63 до 473К и давлений от 100 000 до 0,0001 Па. С помощью предлагаемой установки можно решить эту задачу.

На рис. 1 представлена схема вакуумной установки для исследования физической сорбции. Она состоит из адсорбционного блока 1, спроектированного на базе адсорбционного насоса НКС-100 [8]. В состав установки, кроме адсорбционного блока, входит масляный механический пластинчато-роторный насос 2НВР-5ДМ 13, имеющий следующие откачные характеристики:

- быстрота действия в диапазоне давлений 100 000...133 Па — 5,06 л/с;
- остаточное давление — $2 \cdot 10^{-2}$ Па;
- число ступеней — 2.

На входном патрубке адсорбционного насоса установлен измерительный колпак 4 с регулятором расхода газа типа РРГ-9 5 и датчиками давления. Давление измеряется образцовым вакуумметром стрелочного типа 9, тепловым вакуумметром 8 и ионизационным вакуумметром 7. Температура измеряется термопарой хромель-копель, которая располагается во внутреннем сосуде. Показания термопары

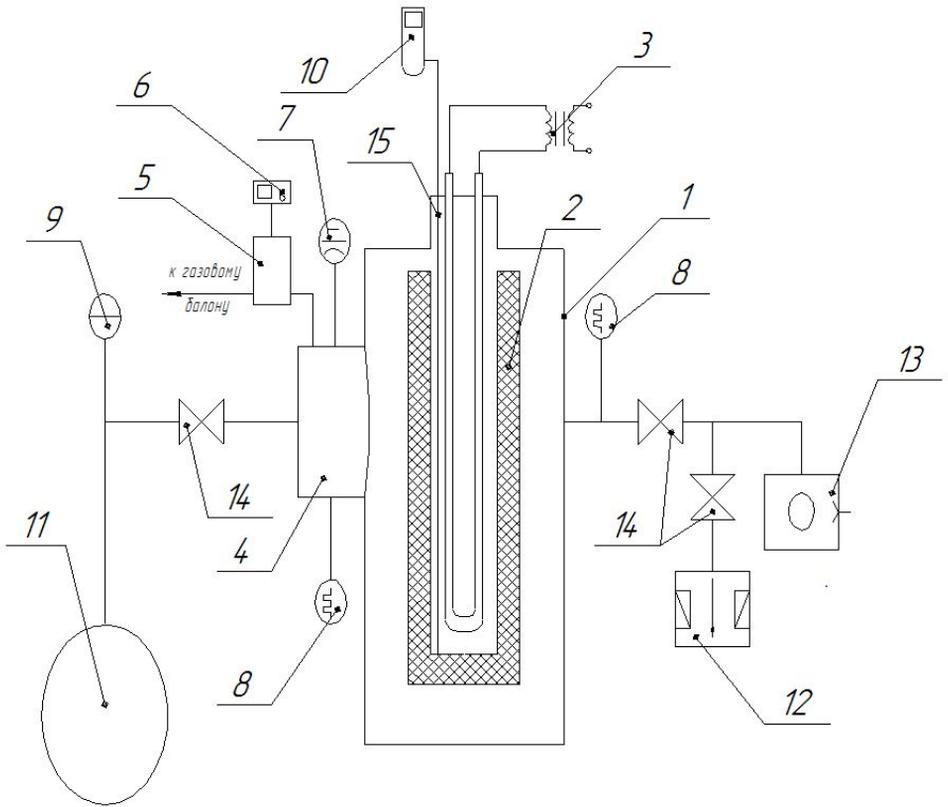


Рис. 1. Схема вакуумной установки:

1 — адсорбционный блок; 2 — исследуемый адсорбент; 3 — ТЭН; 4 — измерительный колпак; 5 — РРГ-9; 6 — вторичный измерительный прибор; 7 — ионизационный вакуумметр; 8 — тепловой вакуумметр; 9 — вакуумметр стрелочного типа; 10 — потенциометр; 11 — калиброванный объем; 12 — течеискатель гелиевый; 13 — вращательный пластинчато-роторный насос; 14 — проходной вентиль; 15 — термопара

в градусах Цельсия фиксируются на жидкокристаллическом экране потенциометра 10. Подача газа в насос производится из калиброванного объема, в качестве которого используется 15-литровый сферический сосуд 11. Нагрев адсорбента осуществляется с помощью ТЭНа 3, вставленного в горловину насоса. Мощность ТЭНа можно изменять с помощью лабораторного трансформатора, вторичная обмотка которого подсоединена к ТЭНу, а первичная — к сетевому напряжению 220 В. Стенд оснащен гелиевым течеискателем ТИ-14 12.

Представляет интерес экспериментальное определение постоянных уравнения адсорбции. Известно, что удельная поглотительная способность зависит от вида и температуры адсорбента, рода поглощаемого газа (адсорбата) и давления над адсорбентом (рабочего давления в вакуумной полости) [1]. Удельная поглотительная способ-

ность для заданных условий может быть рассчитана по термическим уравнениям адсорбции и определена графическим способом по изотермам адсорбции.

Вид термического уравнения адсорбции, которое необходимо использовать в расчете, определяется степенью заполнения адсорбента газом при рабочих условиях адсорбционного устройства (рабочем давлении $P_{\text{раб}}$ и температуре адсорбента T_a).

Степень заполнения для i -го газа при рабочих условиях может быть определена по следующей зависимости:

$$\theta = \frac{v_i}{v_{i\text{max}}}, \quad (1)$$

где v_i — удельная поглотительная способность адсорбента по i -му газу (адсорбату) при рабочих давлении и температуре, $\text{м}^3 \cdot \text{Па}/\text{кг}$; $v_{i\text{max}}$ — максимальная поглотительная способность по i -му газу (адсорбату), $\text{м}^3 \cdot \text{Па}/\text{кг}$.

Значения максимальной удельной поглотительной способности промышленных угольных адсорбентов по различным газам приведены в табл. 1.

Таблица 1

Адсорбент	Максимальная удельная поглотительная способность, $v_{i\text{max}}$, $\text{м}^3 \cdot \text{Па}/\text{кг}$, при адсорбции газов			
	Азот	Кислород	Аргон	Метан
СКТ-4	$2,9 \cdot 10^4$	$3,5 \cdot 10^4$	$3,5 \cdot 10^4$	$2,6 \cdot 10^4$
КУТ-М	$1,6 \cdot 10^4$	$1,9 \cdot 10^4$	$1,9 \cdot 10^4$	$1,4 \cdot 10^4$
Адсорбент	Диоксид углерода	Неон	Водород	Гелий
СКТ-4	$2,0 \cdot 10^4$	$6,4 \cdot 10^4$	$4,7 \cdot 10^4$	$4,8 \cdot 10^4$
КУТ-М	$1,1 \cdot 10^4$	$3,5 \cdot 10^4$	$2,3 \cdot 10^4$	$2,6 \cdot 10^4$

В области малых заполнений (при степени заполнения $\theta \leq 0,15$) удельная поглотительная способность адсорбентов определяется по уравнению Генри [2]:

$$v_i = B_i P_i \exp\left(\frac{\sigma_i}{RT_a}\right), \quad (2)$$

где B_i — постоянная адсорбции, зависящая от рода газа (адсорбата) и вида адсорбента, $\text{м}^3/\text{кг}$; P_i — равновесное давление над адсорбентом

(принимается равным рабочему давлению в вакуумной полости), Па; σ_i — адсорбционный потенциал (теплота адсорбции), Дж/моль; R — универсальная газовая постоянная, $R = 8,314$ Дж/(моль · К).

Значения постоянной адсорбции и адсорбционного потенциала для промышленных угольных адсорбентов по различным газам (адсорбатам) при температурах ниже критических приведены в табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Адсорбат					
	Азот	Кислород	Аргон	Метан	Водород	Гелий
Постоянная адсорбции V_i , м ³ /кг	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$5,0 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$	$2,0 \cdot 10^{-5}$	$3,0 \cdot 10^{-1}$	$1,0 \cdot 10^{-1}$
Адсорбционный потенциал σ_i , Дж/моль	12560	9900	9630	16300	5000	585

В области средних и больших заполнений (при степени заполнения $\theta \geq 0,15$) удельная поглотительная способность адсорбентов может быть определена по уравнению Дубинина—Радушкевича [2]:

$$v_i = \frac{W_0}{V_i^*} \exp \left[-A \frac{T_a^2}{\beta_i^2} \left(\lg \frac{P_s^i}{P_i} \right)^2 \right], \quad (3)$$

где W_0 — предельный удельный объем адсорбента, м³/кг; V_i^* — константа, определяемая видом адсорбата, Па⁻¹; A — константа пористой структуры адсорбента, К⁻²; P_s^i — давление насыщенных паров i -го газа (адсорбата) при температуре адсорбента T_a , Па; β_i — коэффициент аффинности.

Значения предельного удельного объема адсорбционного пространства W_0 и константы пористой структуры A для углеродных адсорбентов приведены в табл. 3.

Таблица 3

Наименование показателя	Адсорбент	
	СКТ-4	КУТ-М
Предельный удельный объем адсорбционного пространства, W_0 , м ³ /кг	$(4,0 \dots 5,0) \cdot 10^{-4}$	$(2,7 \dots 2,9) \cdot 10^{-4}$
Константа пористой структуры, A , К ⁻²	$(5,0 \dots 6,0) \cdot 10^{-7}$	$(3,0 \dots 4,0) \cdot 10^{-7}$

Значения константы пористой структуры адсорбента V_i^* и коэффициента аффинности β_i для различных газов (адсорбатов) при температурах ниже критических приведены в табл. 4.

Таблица 4

Адсорбат	Наименование показателя	
	Константа V_i^* , Па ⁻¹	Коэффициент аффинности β_i
Азот	$1,72 \cdot 10^{-8}$	1,00
Кислород	$1,42 \cdot 10^{-8}$	0,90
Аргон	$1,44 \cdot 10^{-8}$	0,87
Метан	$1,91 \cdot 10^{-8}$	—
Диоксид углерода	$1,91 \cdot 10^{-8}$	2,30
Водород	$1,19 \cdot 10^{-8}$	—
Гелий	$1,04 \cdot 10^{-8}$	—

Расчет удельной поглотительной способности адсорбента по термическим уравнениям адсорбции может быть проведен в следующей последовательности. По уравнению Генри определяем удельную поглотительную способность адсорбента по данному газу при рабочем давлении и средней температуре адсорбента. По рассчитанной удельной поглотительной способности адсорбента определяется степень заполнения.

При степени заполнения $\theta \leq 0,15$ рассчитанная удельная поглотительная способность соответствует искомой удельной поглотительной способности в рабочих условиях.

При степени заполнения $\theta \geq 0,15$ производится перерасчет удельной поглотительной способности по уравнению Дубинина — Радушкевича. Удельная поглотительная способность, рассчитанная в соответствии с этим уравнением, справедлива в случае идеальной регенерации адсорбента. Для режимов регенерации, реализуемых в промышленных адсорбционных устройствах, истинная удельная поглотительная способность отличается от рассчитанной.

Истинная удельная поглотительная способность с учетом режима регенерации может быть определена по следующей зависимости:

$$v_u^i = \beta_{\text{рег}} v_i \quad (4)$$

где $\beta_{\text{рег}}$ — коэффициент регенерации для заданного режима регенерации.

Коэффициент регенерации определяется остаточным влагосодержанием адсорбента.

При проектных расчетах коэффициент регенерации углеродных адсорбентов принимается следующим: при режиме регенерации, характеризующем давлением менее 5 Па, температурой 80...100 °С и временем более 20 ч, значение коэффициента регенерации находится в диапазоне 0,94...0,96; при режиме регенерации, характеризующем давлением менее 5 Па, температурой 20...60 °С и временем более 20 ч, значение коэффициента регенерации находится в диапазоне 0,8...0,9.

Для цеолитов, которые регенерируются значительно труднее углей, требуются более высокие температуры регенерации. Минимальной температурой регенерации для получения коэффициента регенерации на уровне 0,8 является 200 °С.

Для экспериментального определения постоянных, а именно, теплоты адсорбции и константы адсорбции, установка позволяет использовать два метода: постоянного объема [3] и постоянного потока [4]. Знание постоянных позволяет вычислить удельную поглощающую способность адсорбента — важнейшую характеристику, определяющую эффективность работы всего насоса. Приведенные выше значения относились к низким температурам, когда насос заливается жидким азотом. Для температур выше критических значения постоянных будут другими; они позволяют определять оптимальные значения температуры и давления при регенерации адсорбента.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Беляков В.П. *Криогенная техника и технология*. Москва, Энергоиздат, 1982, 272 с.
- [2] Демихов К.Е., Панфилов Ю.В., ред. *Вакуумная техника. Справочник*. Москва, Машиностроение, 2009, 590 с.
- [3] Брунауер С. *Адсорбция газов и паров. Том 1. Физическая адсорбция*. Москва, Гос. изд-во иностр. лит., 1948, 754 с.
- [4] Цеолиты их синтез, свойства и применение. *Сб. научных трудов 2-ого Всесоюзного совещания по цеолитам*. Дубинин М.М., Плаченев Т.Г., ред. 1965, 396 с.
- [5] Батраков Б.П., Гласов Б.В., Лавышев И.В. Автоматическое устройство для поддержания температуры и уровня жидкого азота. *Вопросы атомной науки и техники. сер.: Ядерно-физические исследования (теория и эксперимент)*. 1989, вып. 3, с. 60–63.
- [6] Исаев А.В., Кряковкин В.П. О бездренажном хранении криогенных жидкостей. *Международный научный журнал Альтернативная энергетика и экология ООО НТЦ ТАТА*. Саров, № 6, 2008.
- [7] Исаев А.В., Куприянов В.И. Исследование взаимосвязи адсорбционных характеристик вакуумных цеолитов с температурой. *Вопросы атомной науки и техники*. Харьков, ХФТИ АН УССР, 1977, вып. 2 (8).

- [8] Исаев А.В., Кряковкин В.П. Влияние встроенных адсорбционных насосов на оценку негерметичности. Проблемы криогенной техники. *Сб. науч. тр. НПО Криогенмаш*, 1988.
- [9] Теория тепломассообмена. Леонтьев А.И., ред. Москва, Высшая школа, 1979, 495 с.
- [10] Исаев А.В., Кряковкин В.П. К вопросу о расчете адсорбционных ловушек. *14 НТК «Вакуумная наука и техника»*. Москва, МИЭМ, 2007, с. 81–83.
- [11] Батраков Б.П., Гласов Б.В., Лавышев И.В. Автоматическое устройство для поддержания температуры и уровня жидкого азота. *Вопросы атомной науки и техники. сер.: Ядерно-физические исследования (теория и эксперимент)*, 1989, вып. 3, с. 60–63.
- [12] Исаев А.В., Кряковкин В.П. О бездренажном хранении криогенных жидкостей. *Международный научный журнал Альтернативная энергетика и экология ООО НТЦ ТАТА*. Саров, № 6, 2008.
- [13] Каганер М.Г. *Тепломассообмен в низкотемпературных теплоизоляционных конструкциях*. Москва, Энергия, 1979, 256 с.

Статья поступила в редакцию 31.05.2013

Ссылку на эту статью просим оформлять следующим образом:

Прудников С.Н. Вакуумная установка для исследования процессов физической сорбции. *Инженерный журнал: наука и инновации*, 2013, вып. 5. URL: <http://engjournal.ru/catalog/machin/vacuum/752.html>

Прудников Сергей Николаевич — канд. техн. наук, доцент кафедры «Вакуумная и компрессорная техника» МГТУ им. Н.Э. Баумана. e-mail: sergeyprud@mail.ru