

УДК 665.662.24

ВЫБОР АДСОРБЕНТА В УСЛОВИЯХ ПРОМЫШЛЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА

© 2012 Е.Г. Глухова, В.В. Даньшина

Омский государственный технический университет

Поступила в редакцию 04.12.2012

Рассмотрены процессы десорбции воды на разных адсорбентах. Показана степень осушки газов на силикагеле, алюмооксидном сорбенте F-200, цеолите КА и эффективность регенерации адсорбентов. Предложено использовать в реакции получения кумола цеолит КА для тонкой очистки от следов воды.

Ключевые слова: тонкая очистка газов, адсорбенты, цеолит КА

Для повышения конкурентоспособности продукции предприятия на территории Российской Федерации вынуждены действовать в соответствии с нормами и правилами Всемирной Торговой Организации (ВТО), требующих выпускать товары в соответствии с контрактами и директивами «нового подхода», т.е. безопасными (в соответствии с техническим регламентами и другими директивными документами), качественными (производимыми в условиях внедрения на производствах систем менеджмента качества), а также экологичными при сохранении условий безопасности труда товаропроизводителей. Исполнение требований регламента Регистрации, Оценки, Разрешения и Ограничения Химических Веществ (REACH) – неотъемлемая и очень важная часть работы любого предприятия химической и нефтехимической отрасли, поставляющего свою продукцию на рынки Европейского Сообщества, обеспечивает свободный оборот химических веществ как таковых и входящих в состав смесей изделий, повышая при этом конкурентоспособность и стимулируя инновации.

ЗАО «ГК «Титан» имеет множество клиентов в ЕС и серьезно относится к данным требованиям, поэтому в установленные сроки были зарегистрированы следующие вещества, размещаемые на рынках ЕС: МТБЭ (метил-терт-бутиловый эфир), бутан нормальный, бутадиев, ацетон, фенол, пропилен, АМС (альфа-метилстирол). Однако на предприятии ОАО «Омский каучук», входящего в состав группы компаний «Титан», выпускается ещё много продукции, качество которой не отвечает

требованиям регламента REACH. Предприятие модернизирует оборудование и внедряет новые производственные схемы, что позволит в скором времени выпускать продукцию, полностью удовлетворяющую стандартам экологической безопасности ЕС, например, каучук из бесканцерогенного масла, и расширить линейку высокооктановых компонентов для автомобильного топлива. В качестве высокооктанового компонента моторных топлив на предприятии ОАО «Омский каучук» помимо МТБЭ выпускается изопропилбензол технический.

Традиционно в процессе алкилирования в качестве катализаторов применялись серная и фтористоводородная кислоты, но они обладают значительными недостатками, для устранения которых применили катализатор, содержащий литий. Эффективность и экономика алкилирования бензола во многом зависят от присутствия влаги в реакционной среде, которая в свою очередь определяется влажностью перерабатываемого сырья. Это и определило **цель работы**: выбор максимально эффективного сорбента для осушки газов [1].

Для экспресс-измерения изобар десорбции воды на различных адсорбентах и определения режимов их регенерации была смонтирована термодесорбционная приставка к хроматографу ХРОМОС ГХ-1000 модели 3700. Хроматограф разработан и сконструирован по техническому заданию концерна ОАО «Сибур-Нефтехим». Разработка ГХ велась с учетом следующих основных требований:

- высокие технические характеристики;
- надежность в эксплуатации, простота и удобство при ремонте и обслуживании;
- снижение себестоимости при его производстве и ремонте благодаря применению современных цифровых технологий и проработанных технологических решений.

Глухова Евгений Григорьевич, студент. E-mail: jon31_1992@yahoo.com

Даньшина Валентина Владимировна, кандидат химических наук, доцент. E-mail: danshina_v@mail.ru

Для повышения надежности, качества и снижения себестоимости прибора широко используются узлы и детали от ведущих мировых производителей в т.ч. электронные компоненты, чувствительные элементы ДТП, датчики, краны дозирующие и переключающие, пневмосопротивления, автосэмплеры и др.

Газовый хроматограф ХРОМОС представляет собой компактный моноблок, в котором реализована возможность легкого изменения конфигурации и комплектности. Хроматограф оснащён стандартным набором детекторов, устройств ввода пробы (краны-дозаторы и испарители) и дополнительными устройствами (термодесорбер, дозатор равновесного пара, дозатор сжиженных газов, пробоотборники и др.), что позволяет решать большинство аналитических задач. Приставка представляла собой цилиндрический микрореактор из нержавеющей стали с внутренним диаметром 3 мм и длиной 120 мм. К верхней и нижней частям микрореактора припаяны фланцы разъемов конфлэт М8х1. Для фиксации сорбента внутри микрореактора впаян диск из пористой нержавеющей стали с каналами диаметром 7 мкм. Для обеспечения возможности использования микрореактора при температурах до 450°C все спаи выполнены латунным припоем [4]. Микрореактор устанавливался в термостат хроматографа вместо насадочной колонки, и выход его присоединялся к детектору по теплопроводности. Ко второму каналу детектора (ячейке сравнения) подключалась незаполненная насадочная колонка, через которую подавался газ-носитель, в качестве которого применялся гелий. Сорбент, используемый для проведения испытаний, предварительно измельчался в агатовой ступке и просеивался. В микрореактор загружалась фракция 0,2-0,63 мм в количестве 0,5 г.

Отладка методики измерений выполнялась с использованием мелкопористого силикагеля «Силипор-600». Измерение спектра термодесорбции воды с сорбента проводилось при различных скоростях подачи газа-носителя через микрореактор и различных скоростях подъема температуры в термостате. Изменение скорости подачи гелия в интервале 5-50 мл/мин и роста температуры от 2 до 10 К/мин показало полную идентичность спектров, т.е. десорбция в этих условиях полностью определяется лишь температурой, при которой идет процесс. В дальнейшем была выбрана скорость подачи гелия 10 мл/мин и скорость подъема температуры 10 К/мин, поскольку такие условия обеспечивают наибольшую чувствительность при минимальном времени эксперимента. Вид спектра термодесорбции показан на рис. 1. Перед запуском

температурной программы термодесорбции сорбент при температуре 50°C насыщался водой. Для этого через инжектор хроматографа при помощи микрошприца объемом 10 или 50 мкл вводилось заданное количество дистиллированной воды.

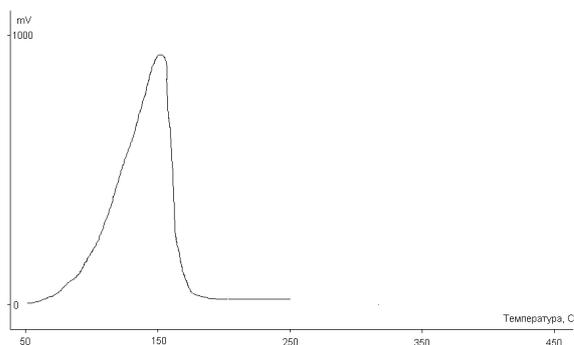


Рис. 1. Спектр термодесорбции воды (микропористый силикагель «Силипор-600» полностью насыщенный водой (300 мкл)

Из рис. 1 видно, что уже при 160°C сорбционная емкость силикагеля близка к нулю, что хорошо согласуется с литературными данными. Характер термодесорбции воды с оксида алюминия F-200 производства Alcoa существенно отличается (рис. 2).

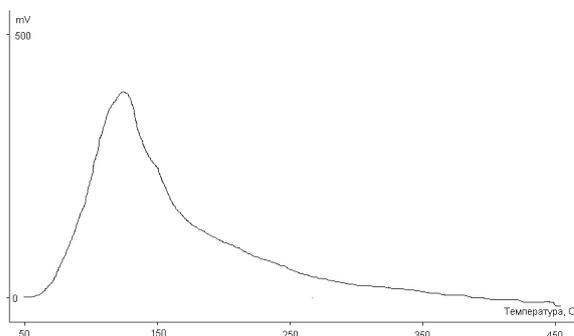


Рис. 2. Спектр термодесорбции воды (сорбент F-200 фирмы Alcoa)

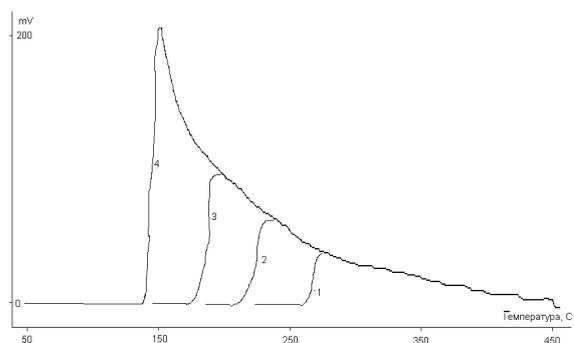


Рис. 3. Спектры термодесорбции воды (сорбент F-200 фирмы Alcoa (0,5 г), насыщенный: 1 – 2 мкл; 2 – 5 мкл; 3 – 10 мкл и 4 – 20 мкл воды)

Для алюмооксидного сорбента F-200 помимо слабосвязанной воды, десорбирующейся при температурах до 160°C, характерно наличие существенного количества трудно десорбируемой воды, которая не удаляется из сорбента даже при 450°C. Результаты дозированного насыщения сорбента влагой приведены на рис. 3.

Из рис. 3 видно, что при адсорбции воды первоначально заполняются адсорбционные центры, на которых сорбат связан наиболее прочно. По мере увеличения количества сорбированной воды она занимает места с все более слабым взаимодействием сорбат – сорбент. В этой связи представлялось интересным сравнить сорбционные параметры воды на F-200 и на цеолитах. Результаты эксперимента для цеолита КА представлены на рис. 4.

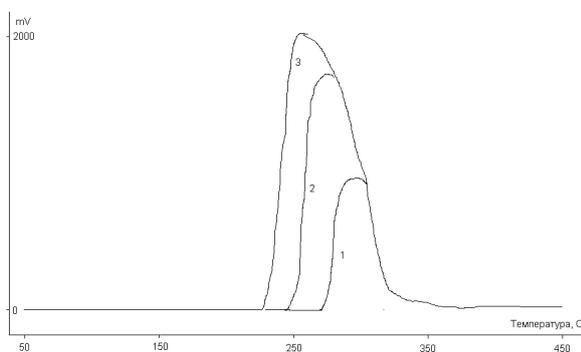


Рис. 4. Спектры термодесорбции воды (цеолит КА (0,5 г), насыщенный: 1 – 5 мкл; 2 – 10 мкл и 3 – 50 мкл воды)

По литературным данным известно, что изотермы адсорбции воды на цеолитах принципиально отличаются от изотерм на других сорбентах: только цеолиты способны адсорбировать значительные количества воды при малых парциальных давлениях ее, то есть при P/P_0 менее 0,1 [1-3]. Одним из преимуществ цеолита КА перед другими осушителями является достаточно узкое распределение энергий адсорбированной воды, его способность поглощать влагу из газов с малым ее содержанием, а также при высоких температурах, процесс регенерации сорбента менее энергозатратный, маленький размер пор цеолита -0,3 нм.

Выводы: проведенный эксперимент показал, что цеолит КА наиболее подходит для тонкой очистки газов от следов воды в процессе получения кумола, непредельный углеводород не проникает в поры цеолита, и эффективность процесса сохраняется высокой.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. *Дмитриев, В.М.* Кинетика и аппаратно-технологическое оформление процесса конвективной сушки гранулированных и пленочных полимерных материалов: автореферат / *В.М. Дмитриев.* – Тамбов: Издательство ТГТУ, 2003. 490 с.
2. *Кельцев, Н.В.* Основы адсорбционной техники: учебное пособие / *Н.В. Кельцев.* – М.: Химия, 1976. 592 с.
3. Рамм, В.М. Адсорбция газов. Изд. 2-е, переработ. и доп.: учебное пособие / *В.М. Рамм.* – М.: Химия, 1966. 754 с.
4. Химическая энциклопедия: 1 т./ Гл. ред. *И.Л. Кнунянц* [до 1992 г.], *Н.С. Зефирова* [с 1995 г.]. – М.: Сов. энцикл.; Большая Рос. энцикл., 1988-1998, 623 с.

ADSORBENT CHOICE IN CONDITIONS OF INDUSTRIAL PRODUCTION

© 2012 E.G. Glukhoverya, V.V. Danshina

Omsk State Technical University

Processes of a water desorption on different adsorbents are considered. Degree of gases drying on silicagel, on aluminium oxide sorbent F-200, on KA zeolite and efficiency of adsorbents regeneration is shown. It is offered to use in reaction of cumene receiving KA zeolite for thin cleaning of water traces.

Key words: *thin gases purification, adsorbents, KA zeolite*