

LABORATÓRNE CVIČENIA ZO SEPARAČNÝCH PROCESOV

Práca č.14

Parciálny koeficient prestupu látky v kvapalnej fáze

V KOCKE

Absorpcia je difúzny separačný proces, ktorého cieľom je odseparovať, alebo odstrániť zložky plynnej zmesi. Princíp absorpcie je založený na rôznej rozpustnosti plynov v kvapalnom rozpúšťadle (absorbent). S absorpciou plynov sa stretávame aj v bežnom živote. Vďaka absorpcii vzdušného kyslíka do vody vedia ryby „dýchať“, no a bublinky v sýtených nápojoch dosiahneme pomocou absorpcie. Pri sýtení nápojov sa vháňa oxid uhličitý do vody pričom sa v nej rozpúšťa - absorbuje sa. Rozpustnosť plynov v kvapalinách závisí od teploty ako aj od tlaku. Vyšší tlak a nižšia teplota napomáhajú absorpcii. Práve preto sa sýtené nápoje vyrábajú pri vyššom tlaku a zníženej teplote. Naopak, ryby v lete môžu trpieť na nedostatok kyslíka v dôsledku zvýšenej teploty a teda aj zhoršenej absorpcii kyslíka do vody. Na pochopenie absorpcie je kľúčové porozumieť teórii prestupu látky a filmovej teórii.

Vo všeobecnosti rozdeľujeme mechanizmus prestupu látky na prestup molekulovou difúziou, a prestup látky prúdením. Molekulová difúzia, skrátene difúzia, prebieha na molekulárnej úrovni a dochádza k nej v nepohybujúcich sa prostrediach. K samotnému transportu látky dochádza z miesta s vyššou koncentráciou do miesta s nižšou koncentráciou transportovanej zložky. Hnacou silou prestupu látky je práve spomínaný rozdiel koncentrácií, nazývaný aj ako koncentračný gradient. Transport látky prebieha až do okamihu, kým sa nedosiahne termodynamická rovnováha. V bežnom živote môžeme difúziu pozorovať pri príprave čaju, kedy dochádza k postupnému zafarbeniu celého objemu pohára (Obr. 1a). Rýchlosť prestupu látky difúziou závisí od koncentračného gradientu, ale aj od odporu prostredia voči prestupujúcej látke.

V prípade pohyblivého prostredia dochádza k transportu látky prúdením. Vyrovnanie koncentračných gradientov sa dosiahne miestnymi prúdmi a vírmi. Rýchlosť transportu látky prúdením závisí od charakteru prúdenia (hydrodynamických podmienok). V porovnaní s difúziou je rýchlosť transportu látky prúdením výrazne vyššia. Môžeme sa o tom presvedčiť opäť pri príprave čaju. Po vložení vrecúška premiešame celý objem pohára, pričom pozorujeme rýchlejšie zafarbenie vody (Obr. 1b).



a) Prestup látky difúziou



b) Prestup látky prúdením

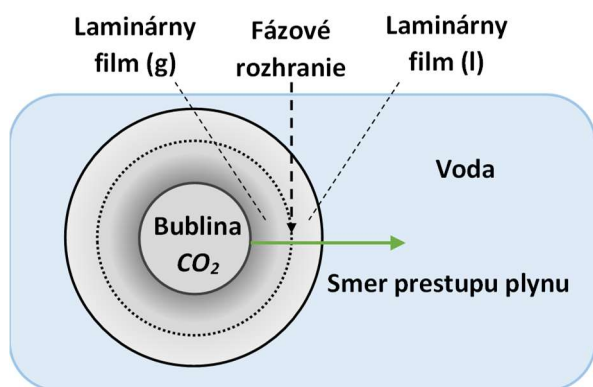
Obr. 1 Ukážka prestupu látky difúziou a prúdením pri lúhovaní čaju

V praxi sa takmer vždy uplatňujú oba spomínané mechanizmy prestupu látky súčasne, jedná sa o kombinovaný prestup látky prúdením a difúziou.

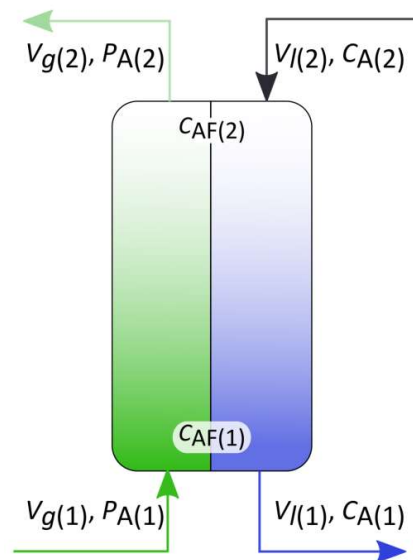
V odbornej literatúre bolo publikovaných niekoľko modelov kombinovaného prestupu látky, z ktorých najčastejšie sa používajú filmová a penetračná teória. Prednosti filmovej teórie prestupu látky súvisia s jej názornosťou, jednoduchosťou a pomerne dobrou zhodou s experimentálnymi údajmi. Kvôli týmto výhodám sa ďalej budeme zaoberať filmovou teóriou prestupu látky.

Pri adsorpcii dochádza ku kontaktu dvoch fáz. Plynnej, v ktorej sa nachádza absorbovaná zložka, a kvapalnej, do ktorej sa absorbuje. Miesto vzájomného kontaktu sa nazýva fázové rozhranie (Obr. 1). V blízkosti fázového rozhrania sa vytvára laminárny film (medzná vrstva) na strane kvapalnej ako aj plynnej fázy. Prestup látky v laminárnej oblasti prebieha difúziou. Mimo laminárnu oblasť dochádza hlavne k transportu látky prúdením. Rýchlosť určujúcim krokom pri kombinovanom prestepe látky je najpomalší proces, v tomto prípade to je difúzia. Čím väčšia je rýchlosť prúdenia fáz (väčšia turbulencia), tým menší je vplyv difúzie na prestup látky a naopak, pri nižšej intenzite prúdenia je vplyv difúzie na prestup látky výraznejší. Súvisí to s hrúbkou laminárneho filmu, ktorá závisí od turbulencie.

V priemysle sa často používajú protiprúdové absorpčné kolóny do ktorých sa na dno privádza plyná zmes a na hlavu kolóny sa privádza kvapalný absorbent (Obr. 3). Absorbent steká z hlavy kolóny smerom nadol, zatiaľ čo plyná zmes prúdi opačným smerom. Vo vnútri kolóny sa nachádza náplň s veľkým povrchom, ktorá zabezpečuje dostatočný kontakt kvapalnej a plynnej fázy. Z dna kolóny sa odvádza absorbent obohatený o absorbovanú plynú zložku a z hlavy odchádza plyn ochudobnený o túto zložku.



Obr. 2 Ilustračné znázornenie filmovej teórie absorpcie CO_2 do vody

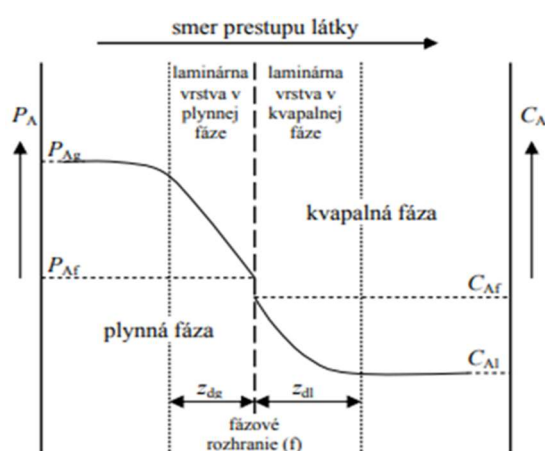


Obr. 3 Prúdové schéma protiprúdového absorbéra. Dolným indexom (1) označujeme vstupujúce, respektíve vystupujúce prúdy na dno kolóny, indexom (2) prúdy na hlave kolóny. Zelenou farbou sú znázornené prúdy v plynnom skupenstve, modrou v kvapalnom. Farebný gradient vyjadruje zastúpenie absorbovanej zložky pozdĺž kolóny.

• TEÓRIA

Absorbujúcu sa zložku (A) v plynnej fáze nazývame absorptívom a v kvapalnej fáze absorbátom. Okrem tejto zložky môže plynú fázu tvoriť aj ďalšia zložka (zložky). Ak sa táto zložka v kvapalnej fáze nepohlcuje, nazývame ju inertom (i). Majoritnou zložkou kvapalnej fázy je absorbent (I), ktorý môže byť tvorený jednou alebo viacerými neprchavými zložkami. V ďalších úvahách budeme predpokladať, že sledovaná sústava je dvojfázová (plyn–kvapalina) dvojzložková (oxid uhličitý–voda), pričom prestup látky sa uskutočňuje len v jednom smere, CO_2 prestupuje z plynnej do kvapalnej fázy.

V chemickoinžinierskej praxi je zaužívané kvantifikovať zloženie plynu pomocou parciálnych tlakov a v kvapalnom roztoku koncentráciou. Mechanizmus kombinovaného prestupu látky filmovou teóriou tak možno graficky znázorniť nasledovne:



Obr. 4 Koncentračný profil absorbujúcej sa zložky pri jednosmernom prestupe látky

kde symbol P_{Ag} (Pa) predstavuje tlak zložky (A) v jadre toku plynu, P_{Af} (Pa) tlak zložky na fázovom rozhraní g-l, z_{dg} (m) hrúbku laminárnej vrstvy zo strany plynu, z_{dl} (m) hrúbku laminárneho filmu na strane kvapaliny, C_{Af} (mol m^{-3}) koncentrácia zložky na fázovom rozhraní a C_{Al} (mol m^{-3}) koncentrácia zložky v jadre toku kvapaliny.

Filmová teória prestupu látky predpokladá, že na oboch stranách fázového rozhrania sa nachádza laminárna vrstva. Hrúbky laminárnych vrstiev na strane plynnej aj kvapalnej fázy závisia od intenzity turbulencie v hlavnom prúde jednotlivých fáz (vieme vyjadriť pomocou Reynoldsovho kritéria, Re).

Za ustálených podmienok sa množstvo látky, ktorá prestupuje z turbulentného jadra prúdiacej plynnej fázy cez laminárny film na fázové rozhranie musí rovnať množstvu látky prestupujúcej z fázového rozhrania cez laminárny film kvapalnej fázy do jej turbulentného jadra. Filmová teória prestupu látky ďalej predpokladá dosiahnutie rovnováhy na fázovom rozhraní, t.j. rýchlosť prestupu látky cez fázové rozhranie je veľmi veľká a naopak, odpor proti prestupu látky cez fázové rozhranie je zanedbateľne malý. Rýchlosť prestupu látky z plynnej do kvapalnej fázy zodpovedá rýchlosti najpomalšieho deja, t.j. difúzii absorbovanej zložky cez laminárny film v blízkosti fázového rozhrania. Nakoľko je v našom prípade plyná fáza tvorená

len čistým oxidom uhličitým, tak parciálny tlak absorptíva v plynnej fáze ako aj na fázovom rozhraní je prakticky rovnaký a nezávislý od polohy v adsorbéri:

$$P_A = P_{A(1)} = P_{A(2)} = P_{Af(1)} = P_{Af(2)} = P_{Af} \quad (1)$$

Preto sa odpor voči prestupu látky sústreďuje do laminárnej vrstvy kvapalnej fázy. Na základe kinetickej teórie plynov bol pre prestup látky difúziou z medzifázového rozhrania do turbulentného jadra prúdiacej kvapalnej fázy odvodený nasledujúci vzťah:

$$\dot{n}_A = \frac{D_l \sum_{i=1}^N C_i}{z_{dl} C_1^{ls}} A (C_{Af} - C_{Al}) \quad (2)$$

kde $\dot{n}_A$ (mol s^{-1}) je tok látkového množstva absorbujúcej sa zložky (oxid uhličitý) z fázového rozhrania do turbulentného jadra kvapalnej fázy, D_l ($\text{m}^2 \text{s}^{-1}$) je binárny difúzny koeficient prestupujúcej látky v kvapalnej fáze, $\sum_{i=1}^N C_i$ (mol m^{-3}) je súčet koncentrácií všetkých zložiek v kvapalnej fáze, v našom prípade je to koncentrácia vody a oxidu uhličitého vo vode. z_{dl} (m) je hrúbka laminárneho filmu na strane kvapaliny, C_1^{ls} (mol m^{-3}) je logaritmický stred koncentrácií zložiek v kvapalnej fáze, A (m^2) je plocha fázového rozhrania. Zátvorka predstavuje hnaciu silu prestupu látky, kde C_{Af} (mol m^{-3}) je koncentrácia zložky (A) na fázovom rozhraní a C_{Al} (mol m^{-3}) je koncentrácia zložky v turbulentnom jadre kvapaliny. Rýchlostnú rovnicu (2) vieme prepísať do skráteného tvaru:

$$\dot{n}_A = k_{lc} (C_{Af} - C_{Al}) A \quad (3)$$

kde parciálny koeficient prestupu látky k_{lc} (m s^{-1}) je definovaný ako zlomok na pravej strane rovnice (2).

Absorbéry obvykle pracujú ako protiprúdové zariadenia, v ktorých sa kvapalina pohybuje zhora nadol samospádom, zatiaľ čo plyná fáza prúdi zdola nahor. Preto sa koncentrácia absorbovanej zložky v kvapalnej fáze a tiež na fázovom rozhraní mení, zvyšuje sa od hlavy kolóny po jej dno ($C_{A(2)} < C_{A(1)}$, $C_{Af(2)} < C_{Af(1)}$), ako je to znázornené na Obr. 3. Preto sa aj hnacia sila prestupu látky mení a rovnica (3) platí pre infinitezimálnu plochu povrchu fázového rozhrania:

$$d\dot{n}_A = k_{lc} (C_{Af} - C_{Al}) dA \quad (4)$$

Množstvo transportovanej zložky do kvapalnej fázy pre infinitezimálnu plochu povrchu fázového rozhrania možno vyjadriť aj materiálou bilanciou prestupujúcej zložky v kvapalnej fáze:

$$d\dot{n}_A = \dot{V}_l dC_{Al} \quad (5)$$

kde $\dot{V}_l$ ($\text{m}^3 \text{ s}^{-1}$) je objemový prietok kvapalnej fázy.

Predpokladajme, že rozpustnosť absorbujúcej sa zložky je nízka, z čoho vyplýva, že objemový prietok kvapalnej aj plynnej fázy pozdĺž kolóny sa nemení ($\dot{V}_1 = \dot{V}_{11} = \dot{V}_{12}$). Vychádzajúc zo vzťahu (1) sa nebude meniť ani koncentrácia na medzifázovom rozhraní ($C_{Af} = C_{Al(1)} = C_{Al(2)}$). Kombináciou rovníc (4) a (5) a ich následnou integráciou od hlavy až po spodok kolóny pre celkovú plochu fázového rozhrania A , dostaneme vzťah na výpočet parciálneho koeficientu prestupu látky v kvapalnej fáze:

$$k_{lc} = \frac{\dot{V}_l}{A} \ln \left(\frac{C_{Af} - C_{Al(2)}}{C_{Af} - C_{Al(1)}} \right) \quad (6)$$

Podobne, integráciou rovnice materiálovej bilancie (5) získame jej integrálny tvar:

$$\dot{n}_A = \dot{V}_l (C_{Al(2)} - C_{Al(1)}) \quad (7)$$

V predošlých rovniciach vystupuje koncentrácia oxidu uhličitého na fázovom rozhraní. Túto hodnotu je možné získať viacerými postupmi. Najčastejšie sa aplikuje Henryho zákon, ktorý pre sústavu g-l je definovaný:

$$P_{Af} = H_A x_{Af} \quad (8)$$

kde, P_{Af} (Pa) je parciálny tlak plynnej zložky na fázovom rozhraní, symbol H_A (Pa) predstavuje Henryho konštantu a x_{Af} molový zlomok absorbovanej zložky v kvapalnej fáze. Koncentráciu zložky na fázovom rozhraní možno vyjadriť nasledovne:

$$C_{Af} = \frac{x_{Af} \rho_l}{M_l} \quad (9)$$

Kde symbol ρ_l (kg m^{-3}) je hustota a M_l (kg kmol^{-1}) molová hmotnosť kvapalnej fázy. Absorpčná kolóna je otvorená do atmosféry, preto môžeme predpokladať, že tlak oxidu uhličitého v kolóne ako aj na medzifázovom rozhraní sa rovná atmosférickému tlaku:

$$P_A = P_{Af} = P_{atm} \quad (10)$$

Henryho konštanta je funkciou teploty. Kombináciou rovníc (8), (9) a (10), dostaneme výsledný vzťah pre výpočet koncentrácie absorbovanej zložky na fázovom rozhraní:

$$C_{Af} = \frac{P_{\text{atm}} \rho_l}{H_A M_1} = f(t) \quad (11)$$

Pri určení hodnoty parciálneho koeficienta prestupu látky v kvapalnej fáze podľa rovnice (6) potrebujeme poznať objemový prietok kvapalnej fázy, veľkosť plochy fázového rozhrania a koncentráciu absorbovanej zložky v kvapalnej fáze na dne a na hlave kolóny. Ich hodnoty dokážeme zistiť experimentálne v diskovej kolóne. V literatúre bol na základe experimentálnych dát získaných v štandardnej absorpčnej kolóne určený empirický vzťah na výpočet hodnoty parciálneho koeficienta prestupu látky v kvapalnej fáze ako funkcia fyzikálnych vlastností kvapalnej fázy, hydrodynamických podmienok a vlastností sledovaného systému z hľadiska prestupu látky. Za predpokladu izotermických podmienok v kolóne nadobúda tento empirický vzťah tvar:

$$k_{lc} = a(I)^b \quad (12)$$

kde a a b sú parametre empirického modelu a I ($\text{m}^2 \text{s}^{-1}$) predstavuje objemovú intenzitu zmáčania definovanú vzťahom:

$$I = \frac{\dot{V}_l}{O_z} \quad (13)$$

kde premenná O_z (m) predstavuje priemernú hodnotu obvodu disku, ktorý je zmáčaný kvapalnou fázou. V prípade diskovej kolóny sa O_z vypočíta zo vzťahu:

$$O_z = \pi \left(\frac{d}{2} + \delta \right) \quad (14)$$

kde parameter d (m) predstavuje priemer disku a δ (m) jeho hrúbku.

• CIELE PRÁCE

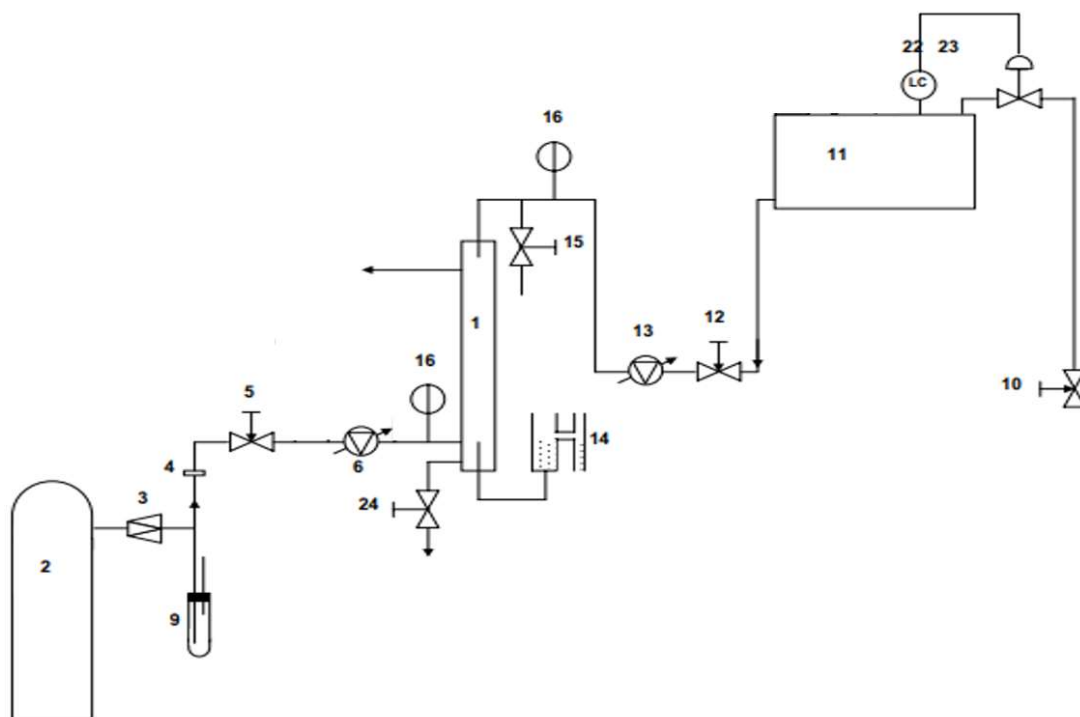
1. Experimentálne získať údaje potrebné na určenie hodnoty parciálneho koeficienta prestupu látky v kvapalnej fáze pre sústavu oxid uhličitý-voda a jeho závislosti od prietoku kvapalnej fázy.
2. Nelineárnou regresiou určiť parametre korelačného vzťahu (12). Následne vypočítané hodnoty k_{lc} z modelu porovnať s experimentálnymi. Určite spoľahlivosť modelu voči experimentu.

• ZADANIE PRÁCE

1. Určite hodnoty parciálneho koeficienta prestupu látky v kvapalnej fáze, k_{lc} pre sústavu oxid uhličitý–voda pri piatich prietokoch kvapalnej fázy. Poloha plaváka rotametra (6) na určenie prietoku oxidu uhličitého je $h_{CO_2} = \dots$ mm.
2. Zo získaných údajov vypočítajte hodnotu parametrov a a b vo vzťahu (12). Závislosť znázorníte graficky v logaritmickej mierke.

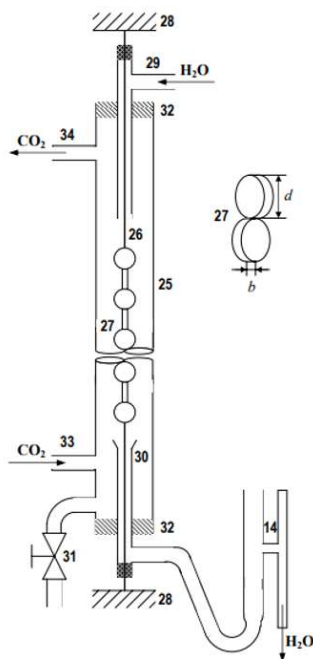
• OPIS ZARIADENIA

Experiment sa uskutočňuje v laboratórnej, náplňovej, protiprúdovej absorpčnej kolóne, ktorej prúdová schéma je znázornená na Obr. 5.



Obr. 5 Schéma zariadenia na určenie parciálneho koeficienta prestupu látky v kvapalnej fáze: absorpčná kolóna (1), tlaková fľaša s CO_2 (2), redukčný ventil (3), frit (4), regulačný ventil na nastavenie prietoku CO_2 (5), rotameter na CO_2 (6), manostat (9), vodovodný ventil (10), zásobná nádrž (11) regulačný ventil nastavenia prietoku H_2O (12), rotameter na H_2O (13), sifón (14), vzorkovací ventil (15), teplomer (16), snímač a regulátor výšky hladiny kvapaliny v nádrži (22), automatický ventil privodu vody do nádrže (23)

Voda sa do zariadenia dávkuje zo zásobnej nádrže (11). Do nádrže (11) sa voda privádza z vodovodu cez ventil (10). Výšku hladiny vody v nádrži udržiava snímač a regulátor (22), ku ktorému je pripojený solenoidový ventil privodu vody (23). Z nádrže voda prechádza cez ihlový regulačný ventil (12) a rotameter (13) do absorpčnej kolóny (1). Teplota vody na vstupe do kolóny (1) sa sleduje teplomerom (16). Vzorky vody, ktorá vstupuje do kolóny (1) sa odoberajú cez vzorkovací ventil (15). Voda z kolóny odteká cez sifón (14), kde sa opäť meria teplota vody a odoberá vzorka vody z výstupu absorbéra.



Obr. 6 Detailný pohľad na diskovú absorpčnú kolónu

Kolónu tvorí sklená rúrka (25) s vnútorným priemerom 25 mm, ktorá je uzatvorená zátkami (32). V osi rúrky je natiahnutý drôt (26), na ktorom sú kolmo na seba pripevnené disky (27). Disky majú priemer $d = 1.5$ cm a hrúbku $\delta = 0.45$ cm, ich počet je $z = 35$. Vodiaci drôt (26) je pripevnený na konštrukciu (28). Voda a oxid uhličitý sa do kolóny privádzajú v protiprúde. Voda vstupuje do kolóny cez rúrku (29) tak, aby stekala po vodiacom drôte (26) a diskoch (27) do odvádzacej rúrky (30). Ďalej postupuje do sifónu (14), kde sa meria teplota vody na výstupe z kolóny, a do odpadu. Sifón (14) slúži ako hydrostatický uzáver proti unikaniu CO_2 . Je nastavený tak, aby hladina vody v odvádzacej rúrke (30) bola 3–4 cm pod jej horným okrajom. Kohút (31) slúži na vypúšťanie vody, ktorá sa nahromadí na dne kolóny mimo odvádzacej rúrky (31). Oxid uhličitý sa do kolóny privádza zospodu cez rúrku (33) a odvádzajú vo vrchnej časti kolóny cez rúrku (34)

• PRACOVNÝ POSTUP

BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA

1. S redukčným ventilom (3) na plynovej fľaši môže manipulovať iba vyučujúci!
2. Počas merania dávame pozor, aby sa nenechal prietok vody a oxidu uhličitého.

PRÍPRAVA NA MERANIE

1. Oboznámime sa so zariadením a skontrolujeme úplnosť príslušenstva podľa dokumentácie. Skontrolujeme či titračné roztoky a indikátor sú doplnené. Do Tab. 1 si zapíšeme koncentrácie oboch roztokov (C_{NaOH} , $C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$) ako aj ich faktory riedenia (f_{NaOH} , $f_{\text{H}_2\text{SO}_4}$).

2. Skontrolujeme, či je zatvorený regulačný ventil (12) na prívod vody do rotametra a otvoríme prívod vody (ventil (10)) do zásobnej nádrže (11).
3. Pomocou ističa na stene zapneme regulátor hladiny v nádrži (11).
4. Z barometra odčítame atmosférický tlak (P_{atm}) v miestnosti a zapíšeme do Tab. 1.
5. Vedúci cvičenia nastaví redukčný ventil (3) tak, aby prietok CO_2 cez manostat (9) bol primeraný.
6. Nastavíme ihlový regulačný ventil (5) na prívod oxidu uhličitého tak, aby výška plaváku v rotameteri (6) zodpovedala požadovanej hodnote zadania. Pomocou kalibračnej závislosti $\dot{V} = f(h)$ (Príloha) vypočítame objemový prietok oxidu uhličitého ($\dot{V}_{\text{CO}_2}$) vstupujúceho do kolóny. Jeho hodnotu si zapíšeme do Tab. 1.
7. Do tabuľky zapíšeme aj parametre kolóny, z = počet diskov, d = priemer disku, δ = hrúbka disku.

MERANIE

1. Otvoríme regulačný ventil (5) na nastavenie prietoku vody. Otáčaním nastavíme najväčší vhodný prietok vody (maximálny prietok vody, pri ktorom nedochádza ku odstrekovaniu vody z diskov (27) na steny absorpčnej kolóny (25). Prietok vody ($\dot{V}_l$) určíme z kalibračnej závislosti $\dot{V} = f(h)$ (Príloha)
2. Počkáme na ustálenie teploty, prietoku CO_2 a vody pretekajúcej cez kolónu.
3. Na začiatku merania určíme obsah oxidu uhličitého vo vode pritekajúcej na hlavu absorpčnej kolóny. Meranie zapisujeme do riadku A Tab. 1. Na teplomere (16) odčítame teplotu ($t_{(2)}$) vody pritekajúcej do kolóny a teplotu ($t_{(1)}$) na výstupe zo sifóna (14). Ich priemernú hodnotu zapíšeme do stĺpca (t_{priem}). Vzorku vody na vstupe do kolóny odoberieme pomocou vzorkovacieho ventila (15).
4. Stanovenie obsahu CO_2 vo vzorke pomocou spätnej titrácie:
 - Medzi jednotlivými úkonmi vždy odvážime titračnú banku pred a po, na základe čoho budeme vedieť presné hmotnosti pridaných roztokov.
 - Do titračnej banky pridáme približne 18 mL roztoku hydroxidu sodného. Presnú hmotnosť pridaného roztoku hydroxidu sodného (m_{NaOH}) zapíšeme do Tab. 1.
 - Do titračnej banky s NaOH pridáme priamo približne 50 ml vzorky stanovovanej vody. Jej presnú hmotnosť (m_{vzork}) si zaznamenáme do Tab. 1. Do zmesi pridáme 1-2 kvapky indikátora.
 - Za stáleho miešania opatrne pridávame roztok kyseliny sírovej až do stabilného zafarbenia roztoku. Hmotnosť pridaného titračného roztoku kyseliny sírovej ($m_{\text{H}_2\text{SO}_4}$) si zapíšeme.
5. Prvé meranie, Tab. 1, robíme pri maximálnom prietoku vody.
6. Zapíšeme si údaje o polohe plaváka rotametra na nastavenie prietoku vody, (h_1), a objemového prietoku vody, ($\dot{V}_1$). Na teplomere (16) odčítame teplotu ($t_{(2)}$) vody pritekajúcej do kolóny a teplotu ($t_{(1)}$) na výstupe zo sifóna (14). Ich priemernú hodnotu zapíšeme do stĺpca (t_{priem}). Stanovíme obsah CO_2 vo vode na výstupe z kolóny. Vzorku

vody na výstupe z kolóny odoberieme zo sifónu (14) a podľa bodu 4. postupujeme pri stanovovaní obsahu CO₂.

7. Meranie podľa bodu 6. opakujeme pri štyroch ďalších objemových prietokoch vody. V každom nasledujúcom meraní znížime prietok o približne 20 mL min⁻¹. Po zmene objemového prietoku vody počkáme na ustálenie teploty a prietoku CO₂ ako aj vody pretekajúcej cez kolónu.
8. Nakoniec zopakujeme stanovenie obsahu CO₂ vo vode pritekajúcej do absorpčnej kolóny podľa bodu 3. Meranie zapíšeme do riadku B Tab. 1.

UKONČENIE MERANIA

1. Ihlovým regulačným ventilom (5) zastavíme prietok vody cez kolónu.
2. Uzatvorením vodovodného kohútika (10) zastavíme prietok vody do termostatu.
3. Ističom vypneme termostat.
4. Zatvoríme ihlový ventil (5) na nastavenie prietoku CO₂
5. Ak zostala na dne kolóny voda, vypustíme ju kohútom (24).

OPIS ZARIADENIA AKO AJ PRACOVNÝ POSTUP SI MÔŽETE POZRIEŤ AJ NA VIDEOU:

<https://www.youtube.com/watch?v=k2jPMC1fD1s&list=PL81QAQg818vjDK7pm9W06tW36sdBpPGYa&index=5>

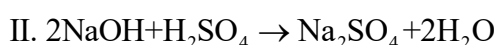
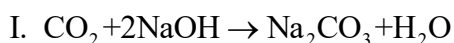


• OTÁZKY – čo sa vás môže opýtať vyučujúci pred experimentom

- Čo je to absorpcia? Na čo sa využíva?
- Aké formy prestupu látky poznáte, a o čom hovorí filmová teória?
- Čo a ako idete merať?
- Čo rozumiete pod pojmom ustálený stav?
- Ako budete robiť spätnú titráciu.

• SPRACOVANIE NAMERANÝCH ÚDAJOV

1. Obsah oxidu uhličitého vo všetkých vzorkách stanovíme spätnou titráciou. Spätnú titráciu možno chápať ako dve následné chemické reakcie vyjadrené stechiometrickými rovnicami:



- Za predpokladu 100% konverzie a stechiometrickej spotreby H₂SO₄ v druhej reakcii vieme vypočítať látkové množstvo nadbytku NaOH z materiállovej bilancie.

$$n_{\text{NaOH}}^{\text{II}} = 2n_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 2 \frac{m_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{\rho_{\text{H}_2\text{SO}_4}} C_{\text{H}_2\text{SO}_4} f_{\text{H}_2\text{SO}_4} \quad (15)$$

kde, $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ hmotnosť pridaného roztoku kyseliny sírovej s koncentráciou $C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ a faktorom riedenia $f_{\text{H}_2\text{SO}_4}$. Predpokladáme, že hustota roztoku za daných podmienok sa rovná 1000 kg/m^3

- Množstvo zreagovaného NaOH v prvej reakcii vieme určiť ako:

$$n_{\text{NaOH}}^{\text{I}} = n_{\text{NaOH}} - n_{\text{NaOH}}^{\text{II}} = \frac{m_{\text{NaOH}}}{\rho_{\text{NaOH}}} C_{\text{NaOH}} f_{\text{NaOH}} - n_{\text{NaOH}}^{\text{II}} \quad (16)$$

kde, m_{NaOH} hmotnosť pridaného roztoku hydroxidu sodného s koncentráciou C_{NaOH} a faktorom riedenia f_{NaOH} . Predpokladáme, že hustota roztoku za daných podmienok sa rovná 1000 kg/m^3 .

- Za predpokladu 100% konverzie CO_2 v prvej reakcii potom vieme vypočítať látkové množstvo CO_2 v stanovovanej vzorke:

$$n_{\text{CO}_2} = \frac{n_{\text{NaOH}}^{\text{I}}}{2} \quad (17)$$

- Koncentráciu CO_2 vo vzorkách vypočítame pomocou vzťahu:

$$C_{\text{CO}_2} = \frac{n_{\text{CO}_2}}{V_{\text{vzorka}}} = n_{\text{CO}_2} \frac{\rho_{\text{vzorka}}}{m_{\text{vzorka}}} \quad (18)$$

pričom za hustotu vzorky dosadíme hustotu vody pri priemernej teplote t_{priem} . Vypočítanú koncentráciu CO_2 na výstupe z kolóny v kvapalnej fáze zapíšeme do stĺpca $C_{\text{CO}_2(\text{l})}$ (Tab. 2) pre každé meranie.

2. Koncentráciu oxidu uhličitého v kvapalnej fáze na vstupe do kolóny $C_{\text{CO}_2(\text{g})}$, určíme ako priemernú hodnotu z merania koncentrácie vo vstupnej vode (experiment „A-B“). Túto hodnotu zapíšeme do Tab. 2.
3. Rovnovážnu koncentráciu oxidu uhličitého na fázovom rozhraní $C_{\text{CO}_2\text{f}}$ vypočítame z rovnice (11). Hodnotu Henryho konštanty pri priemernej teplote merania nájdeme v chemickoinžinierskych tabuľkách (strana 82). Koncentráciu zapíšeme do Tab. 2.
4. Vypočítame približnú plochu fázového rozhrania z nižšie uvedeného vzťahu a zapíšeme do Tab. 2.

$$A = z\pi d \left(\frac{d}{2} + \delta \right) \quad (19)$$

kde z (-) je počet diskov, d (m) predstavuje priemer disku a δ (m) jeho hrúbku

- Pre každý objemový prietok vypočítame hodnotu parciálneho koeficienta prestupu látky v kvapalnej fáze k_{lc} podľa rovnice (6). Hodnoty zapíšeme do Tab. 2.
- Zo vzťahov (13) a (14) vypočítame priemerný obvod disku a pre každé meranie vypočítame aj objemovú intenzitu zmáčania. Hodnoty veličín zapíšeme do Tab. 2.
- Regresiou určíme hodnoty parametrov modelu (12) a zapíšeme ich do Tab. 2.
- Zostrojíme graf závislosti $k_{lc} = f(I)$, v ktorom porovnáme stanovené hodnoty parciálneho koeficientu prestupu látky (body) z experimentálnych a modelom vypočítané (čiara), v závislosti od intenzity zmáčania. Obe stupnice diagramu sú logaritmické.

• TABUĽKY

Tab. 1 Záznam nameraných údajov

P_{atm} (Pa)	$\dot{V}_{\text{CO}_2}$ (mL min ⁻¹)	z (-)	d (mm)	δ (mm)	C_{NaOH} (mol L ⁻¹)	f_{NaOH} (-)	$C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ (mol L ⁻¹)	$f_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ (-)
Meranie	Prietok vody		Teploty			Titrácia		
	h_l (mm)	$\dot{V}_l$ (mL min ⁻¹)	t_2 (°C)	t_1 (°C)	t_{priem} (°C)	m_{NaOH} (g)	m_{vzorka} (g)	$m_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ (g)
A								
1								
2								
3								
4								
5								
B								

Tab. 2 Výsledky vyhodnotenia údajov

A = (cm²)		O _z = (cm)		m = (-)		a = (m ⁻¹)	
Meranie	C _{CO₂(1)} (mol L ⁻¹)	C _{CO₂(2)} (mol L ⁻¹)	C _{CO₂f} (mol L ⁻¹)	k _{lc} (m s ⁻¹)		I (m³ s ⁻¹)	
1							
2							
3							
4							
5							

- PRÍLOHY

