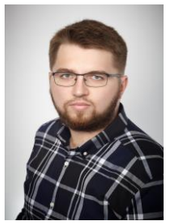
Praca dyplomowa inżynierska

Opracowanie metody quasi-ciągłej analizy chromatograficznej do bilansowania masy w strumieniu gazów



Autor: Marek Wojcieszak

Nr albumu: 258382

Promotor: dr inż. Robert Cherbański

Rok akademicki: 2018/2019

Wprowadzenie

Konieczność przetwarzania i dostosowywania do ludzkich potrzeb zasobów ziemi powoduje, iż materia w formie gazowej jest wykorzystywana coraz częściej. W zastosowaniach przemysłowych materia w stanie gazowym jest paliwem, surowcem oraz produktem zarówno reakcji głównych jak i ubocznych. Z intensywnym przetwarzaniem gazów wiąże się zagrożenie zanieczyszczeniem powierza atmosferycznego, co jest szczególnie istotne w aspekcie ochrony zdrowia.

W przemyśle aceton jest najczęściej stosowanym ketonem. Zanieczyszczenia gazowe, w tym lotne związki organiczne (LZO) mają bardzo duży wpływ na zdrowie człowieka. Pomijając wpływ samego acetonu na życie ludzkie, związek ten jest również prekursorem ozonu troposferycznego. Z uwagi na te zagrożenia poszukuje się rozwiązań pozwalających na zapobieganie emisji LZO oraz na monitorowanie stężeń tych związków, również na stanowiskach pracy.

Cel i zakres pracy

Celem pracy jest opracowanie metody quasi-ciągłej analizy chromatograficznej do bilansowania masy w strumieniu gazu.

Praca swoim zakresem obejmuje:

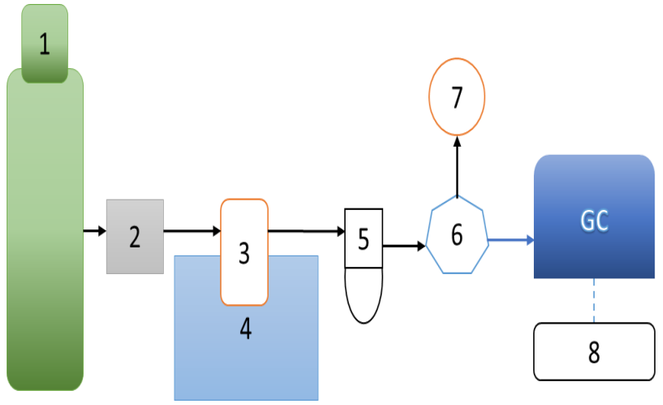
1. Przygotowanie stanowiska pomiarowego umożliwiającego analizę chromatograficzną strumieni gazowych
2. Przeprowadzenie serii analiz chromatograficznych strumienia gazu zawierającego pary acetonu
3. Opracowanie metody analizy chromatograficznej do bilansowania masy w strumieniu gazu
4. Wyznaczenie wartości współczynnika krzywej kalibracyjnej dla analitu
5. Przedstawienie profili stężeniowych oraz masowych acetonu dla wszystkich próbek poddanych analizie chromatograficznej
6. Weryfikację opracowanej metody analizy ilościowej na podstawie pomiaru desorpcji acetonu ze złoża węgla aktywnego.

Część teoretyczna

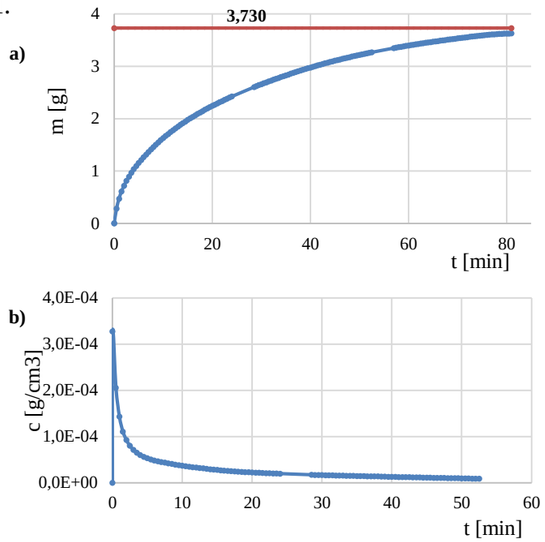
W pracy przedstawiono wybrane zagadnienia chemii analitycznej. Zwrócono uwagę na analizę związków i mieszanin prowadzącą do ustalenia ilościowego składu substancji – analiza ilościowa oraz analizę mającą na celu określenie składu danej mieszaniny – analiza jakościowa. W tej części pracy rozszerzono opis analizy ilościowej z podziałem na analizę chemiczną (zwaną także klasyczną) oraz na analizę instrumentalną. Zaprezentowano wybrane metody analizy ilościowej instrumentalnej, w tym chromatografię gazową (jedna z najczęściej stosowanych technik analizy chemicznej). Wymieniono główne zastosowania chromatografii gazowej.

Część doświadczalna - przeprowadzenie pomiarów oraz weryfikacja metody

Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na rysunku 1.



Rysunek 1. Schemat stanowiska pomiarowego. 1 – Butla ciśnieniowa (azot) z reduktorem, 2 – elektroniczny regulator masowego przepływu gazu, 3 – szklana płuczka z acetonem, 4 – termostat, 5 – łapacz kropel, 6 – zawór sześciodrożny z pętlą dozującą i siłownikiem, 7 – pompa perystaltyczna, 8 – komputer, GC – chromatograf gazowy



Rysunek 2. Profile acetonu dla serii weryfikującej opracowaną metodę: a) masowy, b) stężeniowy.

Pojedynczy pomiar był przeprowadzony w następującej kolejności:

1) Próbkę ciekłego acetonu (cz.d.a.) umieszczano w szklanym naczyniu. Po ustabilizowaniu masy (zmiana masy spowodowana parowaniem próbki) zamykano naczynie korkiem i zapisywano aktualną masę próbki.

2) Naczynie z próbką przenoszono do termostatu. Na miejsce korka mocowano bełkotką zasilaną gazem nośnym i całość zanurzano w kąpieli termostatującej o zadanej temperaturze.

3) Uruchamiano program do sterowania pracą chromatografu oraz przepływ gazu nośnego. Kolejne próbki gazu (azot z parami acetonu) były podawane do chromatografu automatycznie co 30 sekund. Zawór sześciodrożny był sterowany standardowym siłownikiem dwupozycyjnym. Zapisywanie danych przerywano, gdy rejestrowany sygnał detektora FID osiągał wartość zbliżoną do sygnału tła (zbliżone po-wierzchnie pików próbki i tła). Świadczyło to o odparowaniu całej próbki acetonu. Zarejestrowane dane były zapisywane do osobnych plików i eksportowane jako tabele do standardowych arkuszy kalkulacyjnych.

Dane chromatograficzne opracowano, wyznaczono wartość współczynnika krzywej kalibracyjnej dla acetonu obarczoną błędem niższym niż tysięczna część procenta. Przedstawiono profile stężeniowe oraz masowe.

Dokonano weryfikacji opracowanej metody analizy ilościowej przeprowadzając desorpcję acetonu ze złoża węgla aktywnego przy zmieniającej się jego temperaturze (naczynie owinięto izolowanym przewodem grzejnym i utrzymywano stałą moc grzania na poziomie 12 W). Dane opracowano stosując wcześniej stworzoną metodę. Profil masowy i stężeniowy acetonu dla tej serii przedstawiono na Rysunku 2. Błąd względny wynikający z różnicy pomiędzy rzeczywistą masą acetonu (pomiar wagowy) a obliczoną na podstawie danych chromatograficznych wynosił 2,771%.

Wnioski

Układ pomiarowy użyty do bilansowania masy w strumieniu gazu z wykorzystaniem analizy chromatograficznej jest uniwersalny i typowy dla analizy instrumentalnej. Opracowana metoda pozwala na prowadzenie analizy ilościowej lotnych związków organicznych zawartych w strumieniu gazu w czasie rzeczywistym z dość dużą dokładnością. Weryfikacja opracowanej metody została przedstawiona na przykładzie acetonu.

Opracowana metoda analizy ilościowej może być z powodzeniem wykorzystana do badania procesów adsorpcyjnych, ze szczególnym uwzględnieniem dynamiki adsorpcji i desorpcji w sposób automatyczny i praktycznie bezobsługowy.