

Vysoká škola: **strojná a textilní**

Katedra: **technologie a nauky o materiálu**

Fakulta: **strojná**

Školní rok: **1978/79**

DIPLOMOVÝ ÚKOL

pro **s. Jaroslava R E P Č Í K A**

obor **strojírenská technologie**

Protože jste splnil..... požadavky učebního plánu, zadává Vám vedoucí katedry ve smyslu směrnic ministerstva školství a kultury o státních závěrečných zkouškách tento diplomový úkol:

Název tématu: **Čistící aparatura pro inertní plyny (argen, dusík)**

Pokyny pro vypracování:

1. Studium literatury
2. Dokončení čistící aparatury
3. Uvedení aparatury do chodu
4. Zhodnocení funkce čističky a její účinnost
5. Srovnání experimentálních výsledků s teoretickými předpoklady

Autorské právo se řídí směrnicemi
MŠK pro státní záv. zkoušky č.j. 31
727/62-III/2 ze dne 13. července
1962-Věstník MŠK XVIII, sešit 24. ze
dne 31. 8. 1962 § 19 aut. z. č. 715/53 Sb.

V 54/1979 S

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÁ A TEXTILNÍ
Ústřední knihovna
LIBEREC 1, STUDENTSKÁ 5
PSC 461 17

Rozsah grafických laboratorních prací: **schemata, tabulky, grafy**

Rozsah průvodní zprávy: **40 - 50 stran textu**

Seznam odborné literatury:

Teindl J.: Ochranné atmosféry v hutnictví a strojírenství
SNTL Praha, 1961

Časopisy, zprávy, články dle doporučení vedoucího DP

Janda M.: DP - ST - 1341/78 VŠST

Vedoucí diplomové práce: **Doc. Ing. Václav Chaloupecký, CSc**

Konsultanti: **Prom. chem. Jana Kalhánková**

Datum zahájení diplomové práce: **9.10.1978**

Datum odevzdání diplomové práce: **25.10.1978**



Vz Chaloupecký
Doc. Ing. V. Chaloupecký, CSc

Vedoucí katedry

B. Stříž
Doc. RNDr. B. Stříž, CSc

Děkan

v **Liberci** dne **6.10.** 19**78**

V Š S T L I B E R E C

Fakulta strojná

Obor 23-07-8

Strojárska technológia

Zameranie: Strojárska metalurgia

Katedra: Technológia a nauky o materiále

Č I S T I A C A A P A R A T Ú R A P R E I N V E R T -
N É P L Y N Y / A R G Ó N , D U S Í K /

Vypracoval: Repčík Jaroslav

DF - ST - 1487/79

Vedúci práce: Doc. Ing. Chaloupecký Jozef, CSc.
/ KTM, VŠST /

Konzultant: Prom. chem. Kulhánková Jana
/ KTM, VŠST /

Rozsah práce a príloh:

Počet strán 45
Počet príloh a tabuliek 1
Počet obrázkov 17
Počet výkresov

DF: 620.17

25.mája 1979

V Š S T L I B E R E C

Fakulta strojná

Obor 23-07-8

Strojárska technológiaZameranie: Strojárska metalurgiaKatedra: Technológia a náuky o materiáleČ I S T I A C A A P A R A T Ú R A P R E I N E R T -N É P L Y N Y / A R G Ó N , D U S Í K /

Vypracoval: Repčík Jaroslav

DP - ST - 1487/79

Vedúci práce: Doc. Ing. Chaloupecký Václav, CSc.
/ KTM, VŠST /Konzultant: Prom. chem. Kulhánková Jana
/ KTM, VŠST /Rozsah práce a príloh:

Počet strán 45
Počet príloh a tabuliek 1
Počet obrázkov 17
Počet výkresov ---

DT: 620.17

25.mája 1979

Miestoprišažne prehlasujem, že som diplomovú prácu
vypracoval samostatne s použitím uvedenej literatúry.

V Liberci dňa 25.mája 1979

Repčík Jaroslav

Repčík Jaroslav

OBSAH

	Zoznam použitých skratiek a symbolov	5
1	Úvod	7
2	Teoretická časť	8
2.1	Vplyv plynov na kovy	8
2.2	Inertné atmosféry argón, dusík a ich čistenie od vodnej pary a kyslíku	12
3	Experimentálna časť	26
3.1	Popis čistiacej aparatury a vzájomného za- pojenia kolón	26
3.2	Popis jednotlivých funkčných častí	31
3.2.1	Molekulové sito	31
3.2.2	Aktívna meď, tzv. medený katalyzátor	32
3.2.3	Automatický regulátor teploty	33
3.3	Návod k obsluhu čistiacej aparatury	37
3.4	Regenerácia molekulového sita a medeného katalyzátoru	37
3.4.1	Návod k obsluhu pri regenerácii	38
4	Záver	43
5	Literatúra	45

Zoznam použitých skratiek a symbolov

Me	kov
K	rovnovážna konštanta
p	parciálny tlak
K_p	rovnovážna konštanta reakcie
t	teplota
t	čas
T	absolútna teplota
$D_{ef.}$	efektívny difúzny koeficient
Θ	stupeň zaplnenia povrchu
A	plocha molekuly v adsorbovanom tvare
k	Boltzmannova konštanta
Θ	stupeň pokrytia homogenného povrchu
a_m	množstvo adsorbátu nutné k vytvoreniu molekulovej vrstvy
v	adsorbovaný objem
v_m	objem adsorbátu
N	počet adsorbovaných častíc
N_m	počet geometricky rozlíšiteľných miest pre adsorpciu
n	molárny pomer závisiaci na podmienkach syntézy
k	konštanta
m	konštanta
p	konštanta
n	konštanta
x	konštanta
b	konštanta
a	množstvo adsorbovanej vlhkosti
c	koncentrácia vodnej pary v pôvodnom plyne

- v objem plynu ktorý prešiel kolónou
s koeficient uchytenia
 $\frac{dN}{dt}$ rýchlosť adsorpcie
Z počet molekúl uchytených na povrchu kovu
PVC polyvinylchlorid
DOP dioktylfthalát
 U_{KE} napätie na kolektore tranzistoru
 U_G napätie riadiace
 U_P napätie nastavené na potenciometri
 U_{TR} napätie triáku
u napätie termočlánku
 I_{TR} prúd triáku
 I_s stredná hodnota prúdu

1 ÚVOD

Jednou z dôležitých úloh obsiahnutých v Smerniciach hospodárskeho a sociálneho rozvoja v rokoch 1976 až 1980 a v Záveroch XV. zjazdu KSČ je požiadavka na podstatne lepšie využívanie súčasnej výrobnotechnickej základne, na dôrazné uplatňovanie a rýchle zavádzanie výsledkov vedy a techniky do praxe, na zvyšovanie technickej úrovne výrobkov a ich akosti. Neustále sa stupňujúci rozvoj techniky v dobe vedecko-technickej revolúcie kladie stále nové požiadavky na výskum a vývoj nových progresívnych technológií, na výrobu nových vysokoakostných materiálov, odpovedajúcich svojimi parametrami novovznikajúcim požiadavkám vo všetkých odvetviach ľudskej činnosti.

V zlievárenstve sú vysoké nároky okrem iného kladené tiež na kvalitu povrchu odliatkov a ich rozmerovú presnosť. Dokonalosť vyplnenia detailov formy závisí na hodnote zabiehavosti. Táto je závislá na hodnotách povrchového napätia a zmáčavosti.

Povrchové napätie meráme buď v prirodzenej atmosfére, vo vákuu alebo v inertnej atmosfére argónu resp. dusíku.

Úlohou mojej diplomovej práce je realizovať a uviesť do prevádzky zariadenie pre čistenie inertnej atmosféry, konkrétne argónu a dusíku, pre účely merania povrchového napätia a zmáčavosti kovových tavenín s formou.

2 TEORETICKÁ ČASŤ

2.1 Vplyv plynov na kovy

Pri zvýšených teplotách dochádza zpravidla k vzájomnej reakcii kovov so zložkami atmosféry, ktorá ho obklopuje. Podľa toho, ktorá zložka z okolitej atmosféry prevažuje, môže nastať chemická reakcia charakteru oxidačného alebo redukčného. Okrem oxidácie a redukcie môžu nastať aj iné druhy reakcií, ako sú nahličovanie, oduhličovanie, poprípade korózia. Následky takýchto reakcií sú väčšinou zjavne škodlivé, pretože zhoršujú nielen mechanické a povrchové vlastnosti ale aj fyzikálne a chemické vlastnosti kovov a zliatin.

Tieto zmeny nie sú žiaduce v konštrukčných a nástrojových materiáloch ale ani v materiáloch používaných pre experimentálne meranie.

Nežiaduce reakcie možno eliminovať tým, že škodlivo sa prejavujúce zložky z atmosféry vylúčime. Z ekonomických dôvodov a technického prevedenia sa v súčasnosti postupuje tak, že prirodzenú atmosféru nahradzujeme ochrannou atmosférou.

Okrem drahých kovov takmer všetky kovy sú schopné vytvárať zlúčeniny so zložkami pecnej atmosféry [1].

Chemická reakcia okysličovania má nasledovný priebeh:



Na túto reakciu má vplyv celá rada faktorov. Predovšetkým je treba prihliadať na chemickú rovnováhu deja, ktorá je daná vzťahom:

$$K = \frac{P_{\text{MeO}}^2}{P_{\text{Me}} \cdot P_{\text{O}_2}} \quad /2.2/$$

V zjednodušenom prípade môžeme predpokladať, že základný kov

a vznikajúci kysličník sú tuhé látky a vzájomne sa nerozpúšťajú, že teda ich parciálne tlaky sú nezávislé na koncentrácii a že rovnovážna konštanta reakcie je úmerná parciálnemu tlaku kyslíku nad kovom

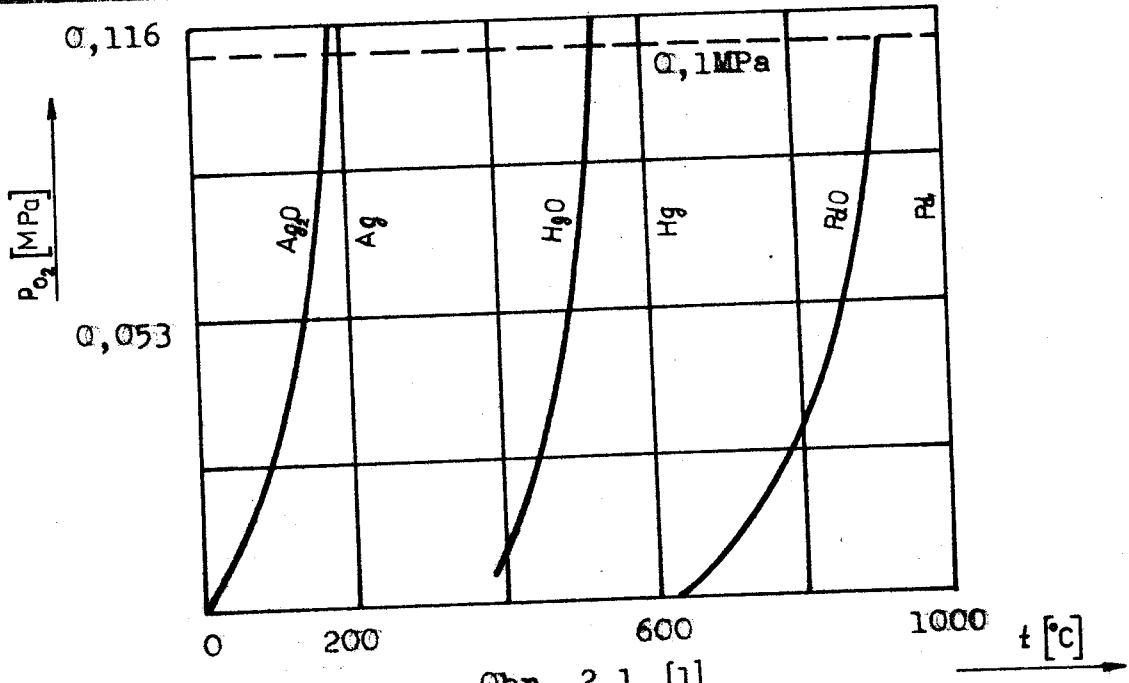
$$K_p = p_{O_2}$$

/2.3/

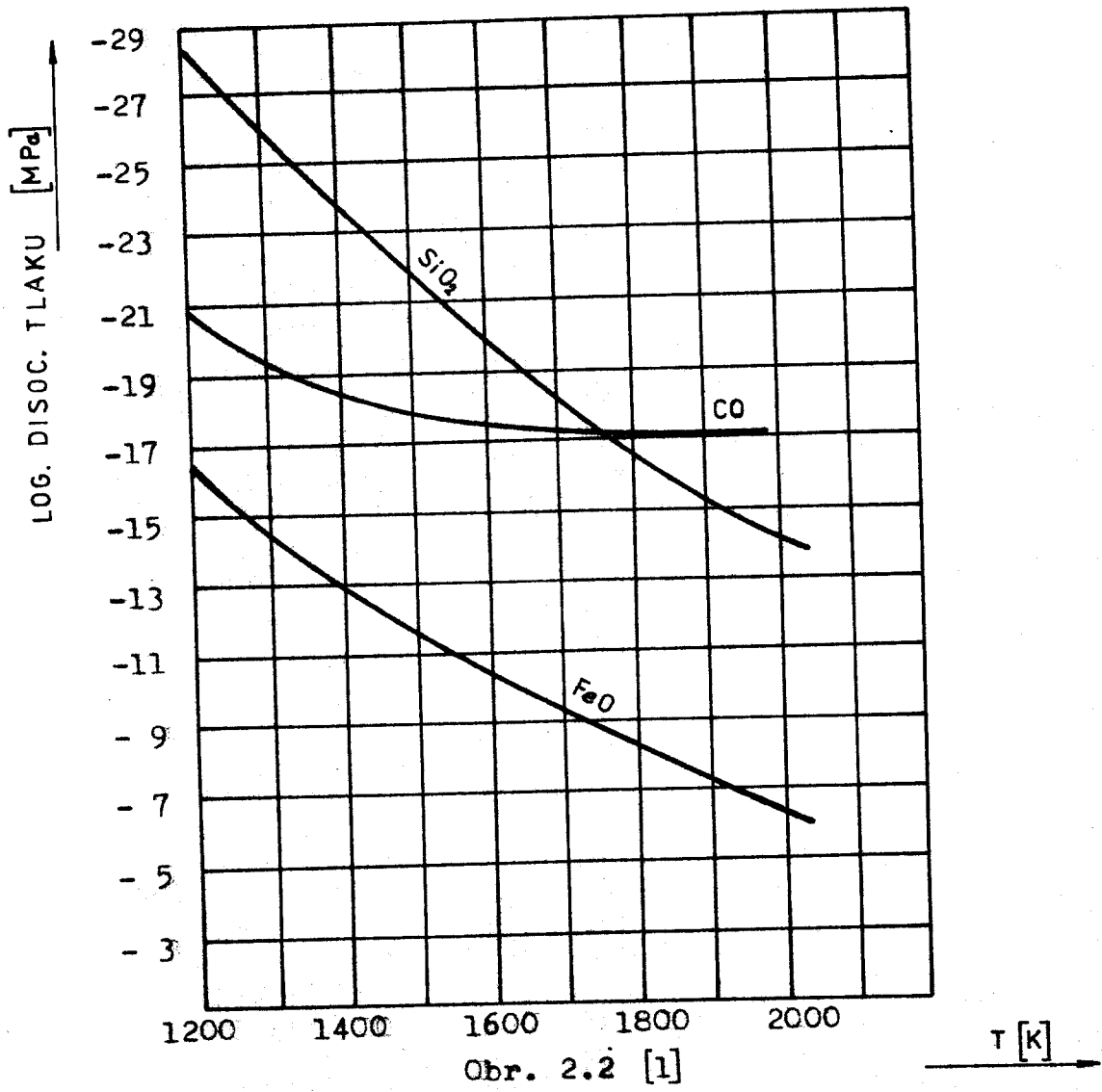
Rovnovážne tlaky kyslíku prípadne rovnovážne konštanty najbežnejších kovov sú uvedené na obr.2.1 a 2.2. Obr.2.1 znázorňuje disociačné tlaky ľahko disociujúcich kysličníkov. Obr.2.2 znázorňuje disociačné tlaky ťažko disociujúcich kysličníkov. Z uvedených diagramov vyplýva, že rovnovážny tlak kyslíku nad kysličníkmi stúpa s teplotou a že niektoré kysličníky /najmä ťažších a ušľachtilých kovov napr. Ag_2O / sa teplotom rozkladajú, vzniká pôvodný kov [1]. V prípade, že koncentrácia kyslíku je nižšia ako odpovedá rovnováhe, kysličníky by sa tvoriť nemali. Ďalej možno dojsť k tomu, že so vzrastajúcou teplotou sa zväčšuje aj prípustná maximálna koncentrácia kyslíku, ktorá ešte nemá vyvolať tvorbu kysličníku. V skutočnosti sú pomery ďaleko zložitejšie, pretože pôsobí viac faktorov súčasne /voľná energia, mechanizmus reakcie, rýchlosť reakcie atď/. Účinkom kyslíku na kov vzniká kysličník, ktorého objem nie je rovnaký ako objem pôvodného kovu. Môžu nastať dva krajné prípady:

a/ Kysličník zaoberá menší objem ako mal pôvodný kov - ľahké a ultraľahké kovy. V tomto prípade vzniká pórovitá vrstva, ktorá kov nechráni pred ďalšími účinkami prostredia.

b/ Kysličník zaoberá väčší objem ako mal pôvodný kov - ťažké kovy. V tomto prípade vzniká celistvá vrstva kysličníkov, ktorá zabráňuje priamemu styku prostredia s kovom. Deje pokračuje len na základe difúzie kovových iónov resp. aj kyslíku vrstvou okují.

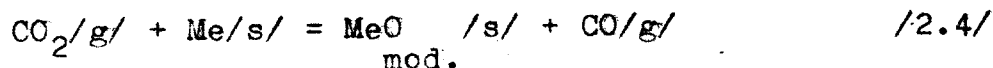


Obr. 2.1 [1]



Obr. 2.2 [1]

Oduhličovanie je druh chemickej reakcie, pri ktorej je základný kov ochudobňovaný o uhlík. Tento dej môžeme naznačiť chemickou reakciou:



MeOzmena modifikácie kovu.
mod.

Plyny, ktoré oduhličujú kov, sú CO_2 a vodík. Konštanta rovnováhy reakcie je:

$$K = \frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}} \quad \text{/2.5/}$$

Oduhličenie povrchu ocele má rovnako nepriaznivé následky na mechanické vlastnosti ako zokujenie.

Nauhličovanie spôsobujú plyny ako napr. metan. Vplyv síry sa uplatňuje hlavne v jej zlúčeninách ako $\text{SO}_3, \text{SO}_2, \text{H}_2\text{S}$, čo sú zložky pecnej atmosféry. Pochod prenikania síry okujami je difúzny. Avšak najviac škodlivou vlastnosťou síry je vytváranie eutektík a sírníkov kovov za vyšších teplôt.

Vodná para spôsobuje obvykle koróziu. Rýchlosť korózie závisí na rýchlosti prúdenia pary a jej teplote, ktorá má vlyv na rast rovnovážnej konštanty.

Z vyššie uvedeného vyplýva, že vplyv týchto plynov na kov je škodlivý a tým je aj zdôvodnené používanie ochranných atmosfér.

2.2 Inertné atmosféry argón, dusík a ich čistenie od vodnej pary a kyslíku

Inertné atmosféry patria do skupiny ochranných atmosfér. Sú to v podstate plyny zo skupiny vzácnych plynov, ktoré zaručene s kovmi nereagujú /dusík za určitých okolností tvorí s Mg, Ti, U atď. nitridy/ [1].

Medzi najpoužívanejšie inertné atmosféry patria argón a dusík. Vo svete sa vyrába niekoľko druhov argónu o rôznych čistotách /viz. tab. 2.1/, kde sú uvedené rôzne druhy argónu podľa čistoty. Tak isto existujú viaceré druhy dusíku. Tzv. mokrý dusík sa používa v sklárňach, ďalej technický dusík a najčistejší žiarovkársky dusík. Tento žiarovkársky dusík obsahuje maximálne $0,011\text{g/m}^3$ vodnej pary. Je finančne nákladnejší, takže je výhodnejšie používať dusík technický a ešte ho čistiť.

Jednotlivé druhy argónu a dusíku sa nelíšia len svojou čistotou ale aj cenovým rozdielom. Napr. výberový spektrálne čistý argón sa čistotou vyrovná argónu vyrábanému v ZSSR alebo vo Veľkej Británii, avšak jeho cena je veľmi vysoká. Jedna tlaková nádoba tohto argónu o čistote 99,98 % o obsahu 6000 l stojí 36 000 Kčs [2]. Použitie takejto ochrannej atmosféry je jednak finančne nákladné a jednak obsah kyslíku je vysoký. Z tohto dôvodu je finančne výhodnejšie používať technický argón 3N5 a zhotoviť čistiacu aparatúru, v ktorej sa odstránia nežiadúce stopové nečistoty, kyslík a vodná para.

Pre čistenie argónu a dusíku od kyslíku a vodnej pary existuje niekoľko spôsobov:

1/ Fyzikálne metódy čistenia - tieto metódy zahrňujú rôzne spôsoby čistenia, v ktorých sa využíva vlastností ako sú vyparovanie, kondenzácia, destilácia a adsorpcia.

Druh plynu výrobca	Čistota / % /	Obsah O ₂ /ppm/	Obsah N ₂ /ppm/	Obsah H ₂ O	Obsah H ₂ /ppm/
ZSSR	99,99	30	100	300ppm	---
V. Británie	99,98	5	500	0,5ppm	0,5
ČSSR 2N7	99,7	---	---	---	---
ČSSR 3N	99,9	---	---	---	---
ČSSR 3N5	99,95	20	400	200g/m ³	---
ČSSR 3N8	99,98	20	300	---	50

Tab. 2.1

Argón 2N7
 Argón 3N } zvarací argón
 Argón 3N5 technický argón
 Argón 3N8 výberový spektrálne čistý argón

Fyzikálna adsorpcia plynov na tuhých látkach prebieha takmer okamžite. Meranie akomodačného koeficientu pravdepodobnosti uchytenia a ďalšie nepriame merania vedú k tomu, že pravdepodobnosť uchytenia v stave fyzikálnej adsorpcie /kondenzačný koeficient/ sa blíži k jednej. Fyzikálna adsorpcia v podstate je bez aktivačnej energie a jej rýchlosť má byť úmerná tlaku v prvom ráde

$$r_{\text{dif.}} = D_{\text{ef.}} \left[e_p \frac{\partial e}{\partial p} + e^2 \right] \quad /2.6/$$

- $r_{dif.}$ rýchlosť prenosu adsorbátu cez jednotku plochy adsorbentu
 p jednotkový tlakový spád
 $D_{ef.}$ efektívny difúzny koeficient
 θ stupeň zaplnenia povrchu

Pri fyzikálnej adsorpcii sú tuhé látky zachytávané len povrchom tuhej fázy. Častice adsorbátu neprenikajú do mriežky adsorbentu a nemenia podstatne jeho objem, ale zostávajú vo fázovom rozhraní. Tuhá látka pôsobiaca ako adsorbent ovplyvňuje adsorpciu vlhkosťou a energetickým charakterom svojho povrchu. Látky s vnútornou pórovitosťou sú z hľadiska adsorpčnej mohutnosti lepšími adsorbentmi ako látky nepórovité.

Adsorpčné javy sú podmienené energetickými vlastnosťami medzifází, v ktorých na častice pôsobia pozitívne a negatívne väzobné sily, z ktorých najdôležitejšie sú sily disperzné a elektrostatické. Pôsobenie týchto síl je aditívne a ich vzájomné pôsobenie je nasledovné:

a/ Disperzné sily majú snahu hromadiť molekuly adsorbátu na povrchu adsorbentu v pozíciách, aby bol zaistený čo najväčší kontakt molekúl adsorbátu s množstvom povrchových atómov. Elektrostatické sily majú snahu lokalizovať častice adsorbátu nad elektricky nabitými časticami povrchu adsorbentu a orientovať ich tak, aby dosiahli minimum elektrostatických energií. Pôsobenie oboch druhov energií môže byť protichodné.

b/ Pri adsorpcii nepolárnych plynov na iontových povrchoch prevažuje obyčajne disperzná energia nad elektrostatickou energiou.

c/ Pri adsorpcii molekúl, ktoré majú silný dipól alebo

kvadrupólový moment, môžu elektrostatické väzbné energie prevyšovať energie disperzné [3].

Adsorpcia je dej exotermický. Adsorpčné teplo, ktoré systém adsorbent - adsorbát odovzdáva svojmu okoliu, delíme na teplo:

1/ Integrálne teplo adsorpcie - je to celkové uvoľnené teplo, ktoré sa uvoľní zachytením určitého váhového množstva adsorbátu jednotkovým váhovým množstvom čistého adsorbentu. Vyjadruje sa obyčajne v J/g adsorbentu pri adsorpcii určitého počtu gramov adsorbátu.

2/ Diferenciálne adsorpčné teplo - je teplo, ktoré sa uvoľní pri adsorpcii, ak je adsorbent obsadený určitým hoci aj nulovým množstvom adsorbátu a ešte prijme ďalšie veľmi malé /diferenciálne/ množstvo adsorbátu za predpokladu, že systém nekoná vonkajšiu prácu. Závisťnosť adsorbovaného množstva na tlaku alebo koncentrácii adsorbátu vyjadruje adsorpčné izoterma na obr.2.3.

Rovnica 2.6 bola odvodená za toho predpokladu, že častice adsorbátu sa adsorbujú ako celok v tých adsorpčných centrách, ktoré sú si navzájom energeticky rovnocenné a zachytávajú len jedinou časticu, pričom energie adsorbovaných častíc sú na sebe vzájomne závislé [3].

Predpokladá sa, že chovanie adsorbátu na povrchu adsorbentu možno popísať stavovou rovnicou pre dvojrozmerný plyn

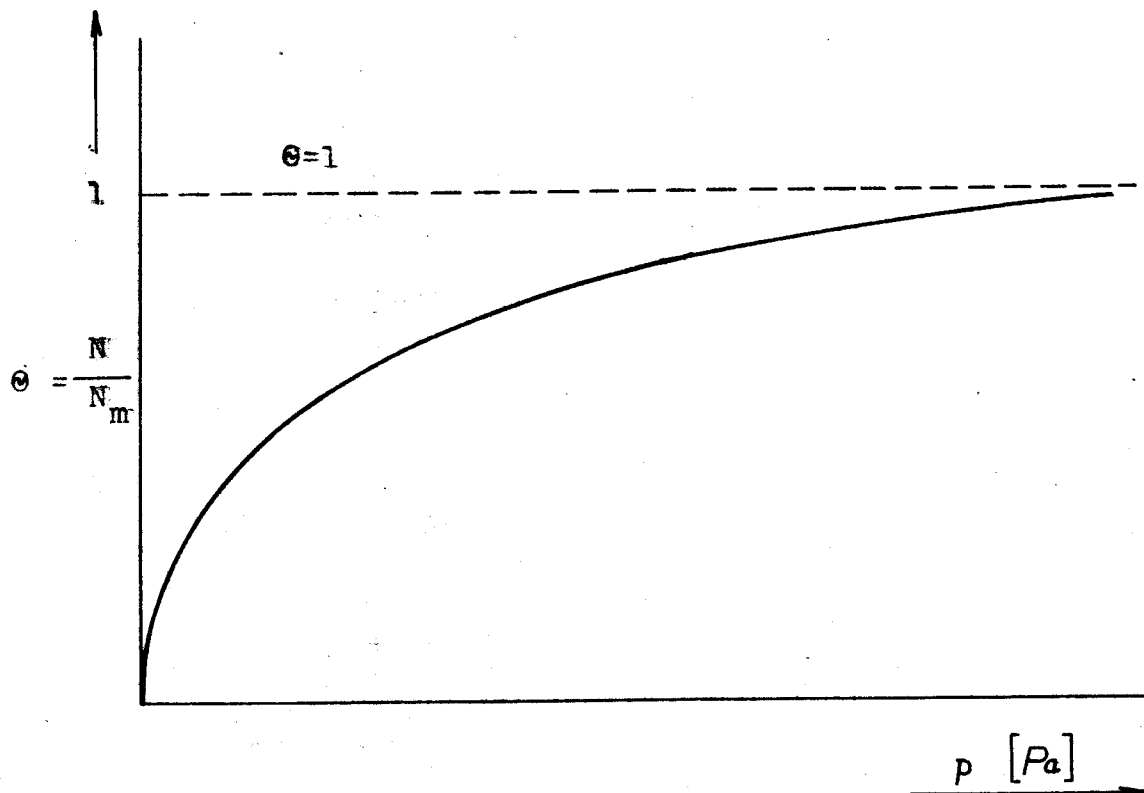
$$F = \left[A - N \cdot \beta \right] = NkT \quad /2.7/$$

F povrchový tlak

A plocha molekuly v adsorbovanom tvare

N počet adsorbovaných molekúl

k Boltzmannova konštanta [3].



obr. 2.3

$$\theta = \frac{a}{a_m} = \frac{v}{v_m} = \frac{N}{N_m} = \frac{bp}{1+bp} \quad /2.8/$$

θ ...stupeň pokrytia homogénneho povrchu

a ...adsorbované množstvo

a_m ...množstvo adsorbátu nutné k vytvoreniu monomolekulovej vrstvy

v ...adsorbovaný objem

v_m ...objem adsorbátu

N ...počet adsorbovaných častíc

N_m ...počet geometricky rozlíšateľných miest pre adsorpciu

b ...konštanta

p ...rovnovážny tlak adsorbátu

2/ Technické adsorbenty

Technické adsorbenty môžeme rozdeliť do troch skupín:

a/ Kovalentné adsorbenty - aktívne uhlie /medzi molekulami plynu a adsorbentom je nepolárna väzba/.

b/ Aniontové adsorbenty - napr. silikagel, alumina /molekuly plynu sú v styku s aniontami kyslíku.

c/ Heteroiontové adsorbenty - napr. molekulové sitá /molekuly plynu prichádzajú do styku s kationtami na povrchu molekulového sita. Tieto kationty sú Na^+ , Ca^{2+} /.

Prí adsorpcii sa jedná buď o obtok molekúl menších rozmerov ako sú rozmery pórov adsorbentu, alebo sa uplatňuje afinita medzi molekulami rôznej polarítity.

Aktívne uhlie - vyrába sa karbonyzáciou alebo aktiváciou látok bohatých na uhlík. Sú to materiály obvykle rastlinného pôvodu ako napr. drevo, rašelina a iné. Východzí materiál sa pyrolyzuje za neprítomnosti vzduchu. Pórovitosť sa získava aktiváciou, ktorá sa prevádza vodnou parou alebo CO_2 pri teplote 700°C až 1100°C 3. Štruktúra je tvorená elementárnymi mikrokryštálmi, ktoré sú vo svojich rozmeroch analogické grafitu. Póry v aktívnom uhlí delíme na mikropóry, prechodné póry a makropóry. Mikropóry majú efektívny polomer menší ako $18-20 \cdot 10^{-8}$ cm a objem je v rozmedzí $0,15-0,50 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$.

K prechodovým pórom sa počítajú tie póry, v ktorých dochádza ku kapilárnej kondenzácii pár. Efektívny polomer týchto pórov činí $20-1000 \cdot 10^{-8}$ cm a objem $0,02-0,10 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$.

Efektívny polomer makropórov sa nachádza v rozmedzí $5000-20\ 000 \cdot 10^{-8}$ cm a objem je $0,2-0,5 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$.

Aktívne uhlie je pomerne univerzálnym adsorbentom s veľkou adsorbočnou kapacitou. Niektoré druhy uhlia sa vyznačujú tým, že adsorbujú molekuly, ktoré neprekračujú svojim rozme-

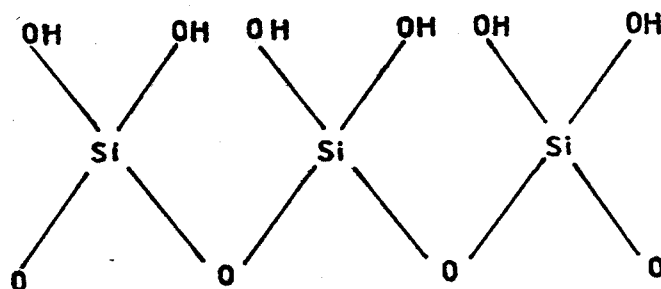
rom veľkosť pórov. Tento jav je podstatou sieťového efektu. Adsorbenty z aktívneho uhlia sa dodávajú vo forme prášku alebo granuliek.

Spodium - vyrába sa pyrolýzou vhodných druhov kostí. Jeho hlavnú zložku tvorí fosforečnan vápenatý / $\text{Ca}_3/\text{PO}_4/2$ /. Využíva sa predovšetkým pre adsorpciu rozpustených solí, odfarbovanie a rafináciu.

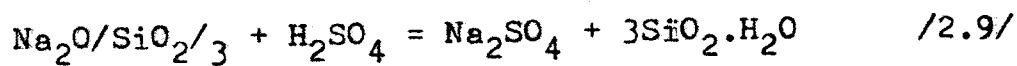
Silikagel - je čiastočne dehydratovaná forma polymerovanej koloidnej kyseliny kremičitej. Jeho chemické zloženie možno vyjadriť vzorcom:



Obsah vody tvorí asi 5 % váhy. Táto voda je súčasťou štruktúry v gele vo forme hydroxydových skupín chemicky viazaných s atómami kremíka.



Silikagel sa pripravuje hydrolýzou rozpustných kremičitanov alkalických kovov kyselinami alebo kyslími solami. Túto reakciu možno zapísať chemickou rovnicou:



Reťazce a siete sa zhlukujú do guľových základných častíc o priemere 50-200 Å. Priestory medzi týmito časticami slúžia ako póry.

Silikagel adsorbuje vodu predovšetkým za vyšších parciál-

nych tlakov, z čoho vyplýva aj jeho použitie. Veľkosť jeho povrchu je $600 \text{ m}^2/\text{g}$.

Alumina - základnou zložkou tejto skupiny látok je Al_2O_3 . Aktivovaná alumina sa získava buď z ťažkého trihydrátu $[\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ alebo gelu monohydrátu $[\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$. K aktivácii týchto materiálov dochádza účinkom teploty. Aktivácia spočíva v dehydratácii a rekryštalizácii a tým sa vytvorí póry. Alumina sa pre jej polárnosť povrchu používa v oblasti adsorpčnej techniky ako sušidlo nepolárnych plynov. Veľkosť jej povrchu je $250 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$. Regeneračné teploty síkagelu a alumíny sú 250°C a 300°C .

Molekulové sitá - sú prírodné a syntetické kryštalické hlinitokremičitany /zeolity/ typu A, X, Y. Sú tvorené tetraedrami SiO_4 , ktoré sú čiastočne nahradené AlO_4 . Skupina SiO_4 je v dôsledku výmeny kyslíkových atómov so susednými skupinami elektricky neutrálna. Každá skupina AlO_4 je nositeľkou jedného záporného náboja. Tento záporný náboj je kompenzovaný kladnými iontami kovov, to znamená, že počet kovových iontov sa musí rovnať počtu hlinitanových skupín. Molekulové sito typu A má v sodnej forme chemické zloženie vyjadrené vzorcom:

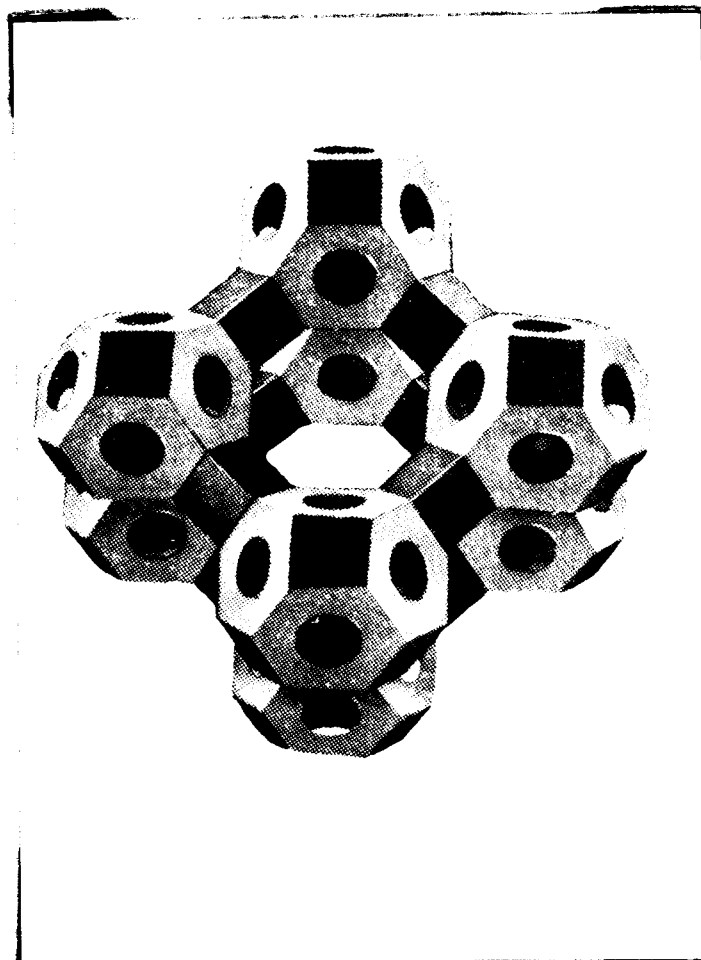


m molárny pomer závisiaci na podmienkach syntézy

$$r = \frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} \quad /2.10/$$

Skeletový model kryštalografickej štruktúry molekulového sita typu A je na obr.2.4.

Z kryštalografického hľadiska je toto molekulové sito vy-

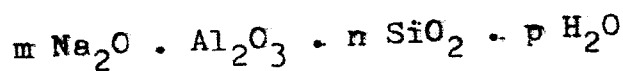


Obr. 2.4

budované z kubo-oktaedrických jednotiek. Každá jednotka obsahuje 24 základných kremičitanových resp. hlinitanových tetraedrov. Vo vstupných otvoroch o priemere 2,5 Å, ktoré vedú do dutiny o priemere 6,6 Å vo vnútri každého kubo-oktaedru, je umiestnená časť sodíkových kationtov kompenzujúcich náboj hlinitanových aniontov a molekuly vody, ak je síto v hydratovanom stave. Každá táto kubo-oktaedrická jednotka je pomocou štvorčlenných kyslíkových prstencov, v kto-

rých môžu byť umiestnené kationty kovov, spojená so svojimi šiestimi susednými kubooktaedrickými jednotkami. Osem kubooktaedrov vzájomne spojených do kubickej štruktúry vytvára dutinu o priemere 11,4 Å. Táto dutina je prístupná šiestimi otvormi o priemere 4,2 Å. Pokiaľ majú molekuly plynov a kvapalín rovnaký alebo menší priemer ako vstupné otvory, môžu sa v dutinách adsorbovať. To je podstatou sieťového efektu adsorbentu voči molekulám rôznej veľkosti. Sodíkové kationty možno ľahko vymeniť za kationty iného kovu. Ak sa napríklad nahradia vápenatými iontami, rozšíri sa efektívny priemer vstupných otvorov. Nahradením sodíkových iontov draslíkovými iontami sa priemer vstupných otvorov zmenší.

Molekulové sito typu X má totožné chemické zloženie v sodnej forme ako sito typu A, ale líši sa kryštalografickým usporiadaním. Jeho chemické zloženie možno vyjadriť vzorcom:



Sito typu X je vybudované z rovnakých kubooktaedrov ako sito typu A, ale každý tento kubooktaeder je viazaný so štyrmi susednými kubooktaedrami šesťčlennými kyslíkovými prstencami. Kubooktaedry majú tetraedrické usporiadanie. Desiat vzájomne spojených kubooktaedrov vytvára dutinu o priemere 11,6 Å, ktorá je prístupná štyrmi vstupnými otvormi, vytvorenými dvanásťčlennými kyslíkovými prstencami. Efektívny priemer vstupných otvorov sa zmenší výmenou sodíku za vápnik.

Molekulové sito typu Y sa kryštalograficky veľmi podobá molekulovému sítu typu X, avšak počet kovových kationtov je menší v dôsledku menšieho počtu hlinitanových skupín prítomných v kryštalografickej mriežke. Priemery vstup-

ných otvorov sa menia podľa typu kationtov kovov a podľa toho sa tiež molekulové sítá delia na jednotlivé typy:

Potasit ... typ 3A - m K_2O .. Al_2O_3 .. n SiO_2 .. p H_2O
 Nalsit typ 4A - m Na_2O .. Al_2O_3 .. n SiO_2 .. p H_2O
 Calsit typ 5A - m CaO .. Al_2O_3 .. n SiO_2 .. p H_2O
 typ 10X - m CaO .. Al_2O_3 .. n SiO_2 .. p H_2O
 typ 13X - m Na_2O .. Al_2O_3 .. n SiO_2 .. p H_2O

Veľkosť povrchu molekulového sítá je $800 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$.

Molekulové sítá - chabasit / $CaAl_2Si_4O_{12} \cdot 6H_2O$ / je minerál. Molekulové sítá vydržia bez porušenia kryštálovej mriežky až 700°C , čoho sa využíva pri ich regenerácii. Táto regenerácia prebieha tak, že sa molekulové sítá vystaví po dobu 6 hodín teplote 450°C alebo po dobu 24 hodín teplote 300°C . Množstvo adsorbovanej vlhkosti sa vypočíta podľa vzorca:

$$a = c \cdot v \quad /2.11/$$

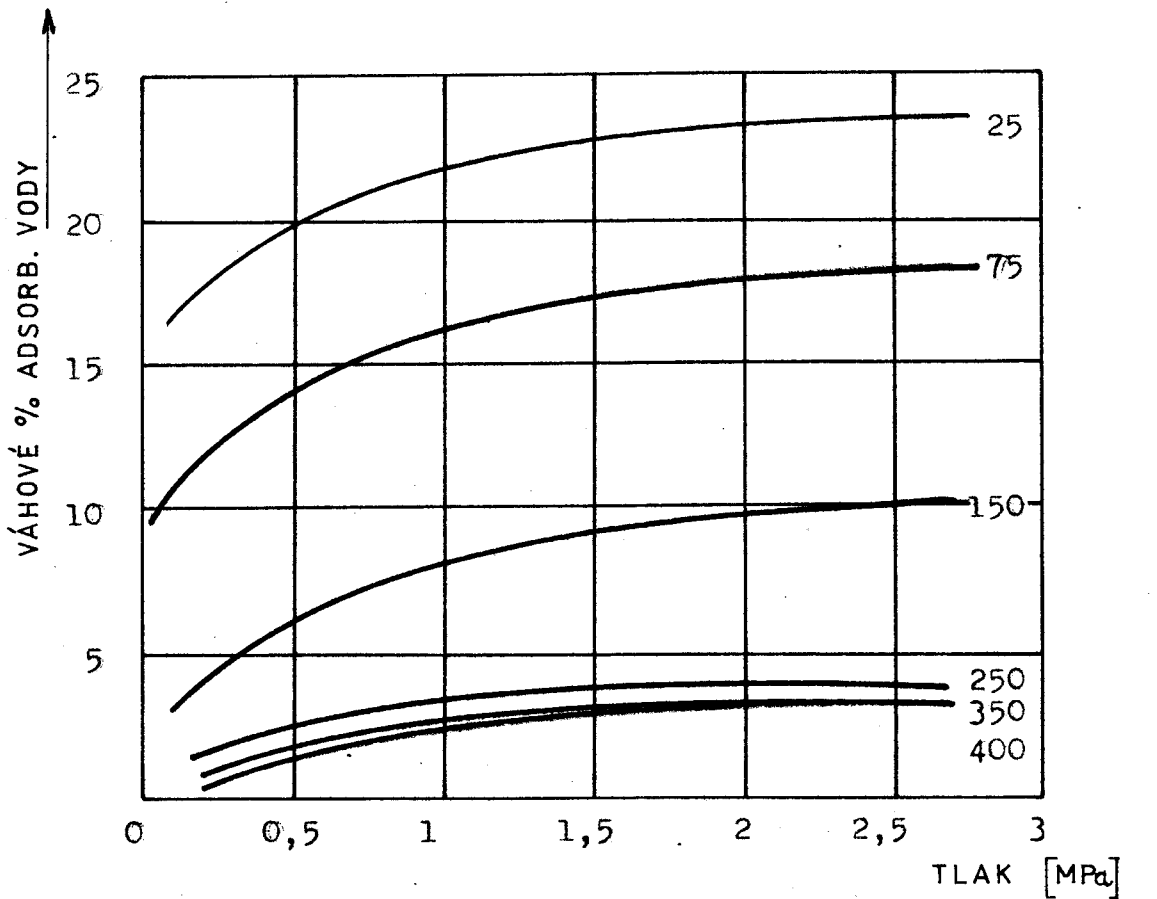
a množstvo adsorbovanej vlhkosti
 c koncentrácia vodnej pary v pôvodnom plyne
 v objem plynu ktorý prešiel kolónou

Závisťnosť adsorbovanej vlhkosti a a tlaku p pri konštantnej teplote je daná "Freunlichovou izotermou":

$$a = k \cdot p^n \quad /2.12/$$

k, n konštanty ktoré sa stanovujú z Harryho diagramu /obr.2.5/.

Molekulové sítá typu 5A má adsorpčnú schopnosť udávanú výrobcom $24 \text{ g } H_2O \cdot \text{g}^{-1}$ adsorbentu.



Obr. 2.5

3/ Chemická metóda čistenia

Molekula kyslíku je paramagnetická, ale atomárny kyslík je diamagnetický. Kyslík adsorbuje molekulárne. Adsorpcia kyslíku na povrchu kovu prebieha tzv. chemisorpciou, ktorá sa uskutočňuje na čistom povrchu kovov veľmi rýchlo aj za značne nízkych teplôt /78 K/. Samotné zachytenie molekuly na povrchu je teda neaktivovaný proces / $E_a = 8,374$ KJ/, ktorý nemožno popísať teóriou aktivovaného komplexu. Tu je dôležité stanovenie koeficientu uchytenia:

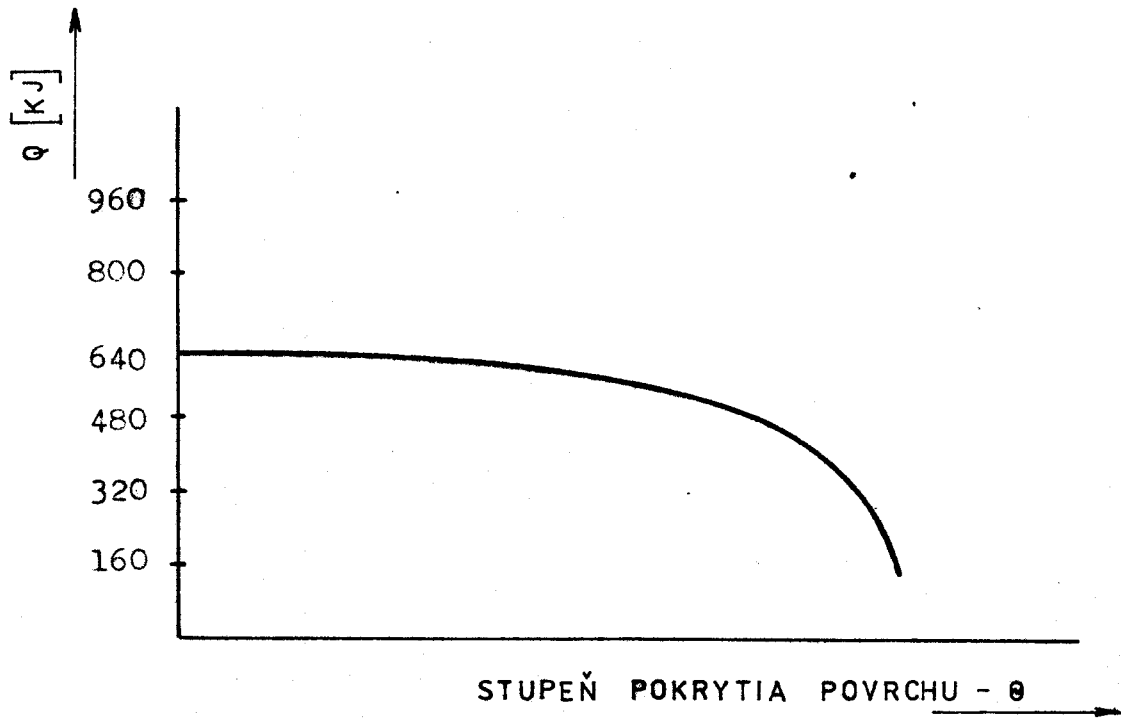
$$s = \frac{\frac{dN}{dt}}{A \cdot Z}$$

/2.13/

s koeficient uchytenia
 $\frac{dN}{dt}$ rýchlosť adsorpcie
A plocha
Z počet molekúl

Pri uchytení molekuly na povrchu kovu vzniká pevná chemisorpčná väzba. Dosiaľ študované plyny sa takmer vždy viazajú k povrchu kovalentnou väzbou. Pri zvýšení teploty nastáva difúzny pohyb častíc adsorbovaných na povrchu. Potom je treba dodať difúzii aktivačnú energiu, ktorá je u kyslíku 104,7 kJ.

Chemisorpcia kyslíku je vždy doprevádzaná tvorbou kysličníkovej vrstvy a adsorpcia môže byť kombinovaná s inkorporáciou. Najsilnejšia kovalentná väzba vzniká u prechodových kovov. Adsorpčné teplo Q u kyslíku je konštantné v širokých medziach pokrytia povrchu a ich závislosť je vyznačená na obr.2.6. Chemické metódy sú charakteristické svojou špecifickou. Ide o chemickú reakciu plynov s tuhými alebo tekutými látkami. Na čistenie inertných plynov existuje veľa chemických metód čistenia. Používajú sa hlavne reaktívne kovy, tvoriace kysličníky - alkalické kovy /eutektická zliatina Na-K/, kovy alkalických zemín /La, Th, Zr, Mg, Ti, Ti-Zr, Fe, Cu/ a iné. Najúčinnšie je čistenie alkalickými kovmi. Ich výhodou je, že pracujú aj pri laboratórnej teplote, ale nevýhodou je obtiažne zaobchádzanie s nimi a jednorázová použiteľnosť /je nemožná regenerácia/. Zatiaľ, čo niektoré kovy ako napríklad Ti vyžadujú až 900 °C, pracujú alkalické kovy a aktívna meď pri laboratórnej teplote.



Obr. 2.6

3 EXPERIMENTÁLNA ČASŤ

3.1 Popis čistiacej aparatúry a vzájomného zapojenia kolón

Základom konštrukcie čistiacej aparatúry je nosný rám. Nosný rám je zhotovený z tyče L 30x30 a dvoch plechov, ktoré slúžia pre upevnenie jednotlivých zásobníkov s molekulovým sítom a s medeným katalyzátorom /obr. 3.1/.

Zásobníky na molekulové sito a medený katalyzátor sú celosklenené, majú tvar válca o priemere 32 mm a výške 450 mm. Tieto válce sú na koncoch zúžené do trubičky o priemere 8 mm. Zásobníky sú vyrobené zo skla SIMAX. Odolnosť tohto skla voči teplotnému rázu je pri hrúbke steny 1-3 mm 312-180 °C. Modul pružnosti $E=0,64 \cdot 10^5$ MPa.

Na zásobníku s molekulovým sítom je cez azbestový povrázok navinutý odporový drôt z kantalu o priemere 0,4 mm a dĺžke 28,545 m, s výkonom 294,64 W. Na celú výšku válca teda pripadá 142 závitov pri stúpaní 3 mm.

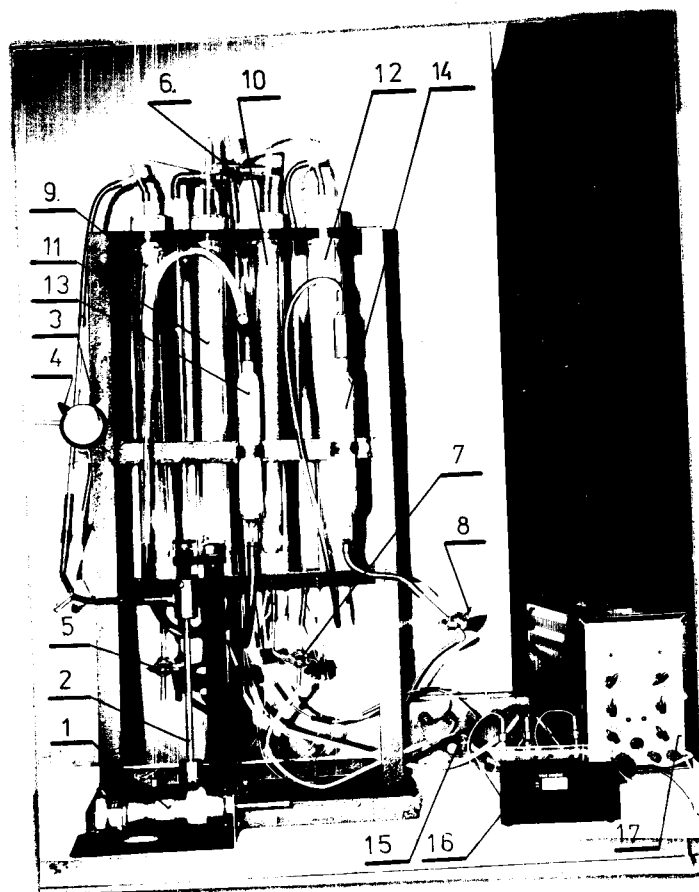
Na zásobníku s medeným katalyzátorom je navinutých 276 závitov pri stúpaní 1,5 mm, s výkonom 151,14 W.

Vlastné zásobníky sú vložené do sklenených ochranných válcov, od ktorých sú oddelené šamotovou zátkou tvaru medzikružia. Zátka je vyrobená zo zmesi šamot-vodné sklo-voda v pomere 6:0,5:1, ktorá bola zaformovaná do formy.

V prednej časti rámu sú objímkami pripojené dva zásobníky s kysličníkom fosforečným naneseným na tehlovú drť. Sklenené zásobníky na kysličník fosforečný majú tvar válca o priemere 30 mm a výške 200 mm. Válce sú na koncoch zúžené do trubičky o priemere 15 mm.

Poslednou časťou pripevnenou k rámu je manometer o rozsahu do 600 kPa.

Jednotlivé časti sú prepojené hadičkami z PVC mäkkče-



Obr. 3.1

Legenda:

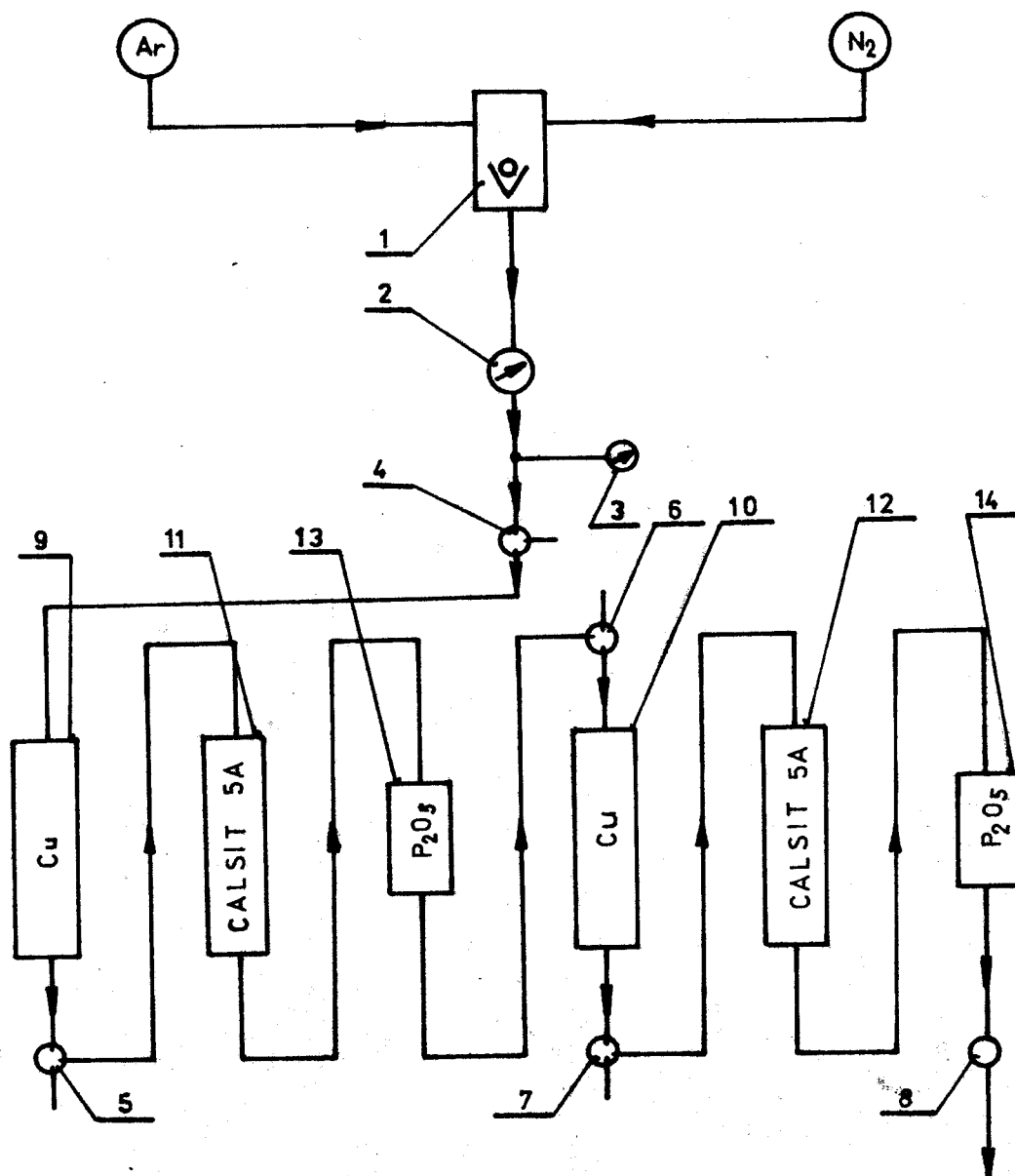
- 1 ihlový ventil
- 2 prietokomer
- 3 manometer
- 4,5,6,7..... trojcestné kohúty
- 8 dvojcestný kohút
- 9,10 zásobníky s medeným katalyzátorom
- 11,12 zásobníky s molekulovým sitom
- 13,14 zásobníky s kysličníkom fosforečným
- 15 automatický regulátor teploty
- 16 ukazovateľ teploty
- 17 stabilizačný zdroj jednosmerného napätia

ného DOP-zmäkčovadlom /DOP-dioktylfthalát/. Priepustnosť týchto hadičiek je pomerne nízka- $25,6 \mu\text{l O}_2 \cdot \text{m}^{-1} \text{hod}^{-1}$. Hadičky sú k sklenenému potrubiu lepené lukoprenom G 6800 a koniec spoja je zakvapnutý dybutylftalátom.

Plyn z tlakovej nádoby prechádza cez redukčný ventil, ihlový ventil, prietokomer a trojcestný kohút do zásobníku s medeným katalyzátorom, do zásobníku s molekulovým sitom a do zásobníku s kysličníkom fosforečným. Ďalej plyn postupuje opäť cez druhý zásobník s medeným katalyzátorom do druhého zásobníku s molekulovým sitom a druhého zásobníku s kysličníkom fosforečným. Plyn postupuje v jednotlivých zásobníkoch zhora nadol. Schéma postupu plynu je znázornené na obr.3.2.

Pri regenerácii molekulového sita a medeného katalyzátoru sa výhrevná špirála zapne cez automatický regulátor teploty /obr.3.3/ do siete elektrického prúdu a vyhrieva zásobníky na regeneračnú teplotu. Regulátor je napájaný zo stabilizačného zdroja jednosmerného napätia ARITMA OP 28045.

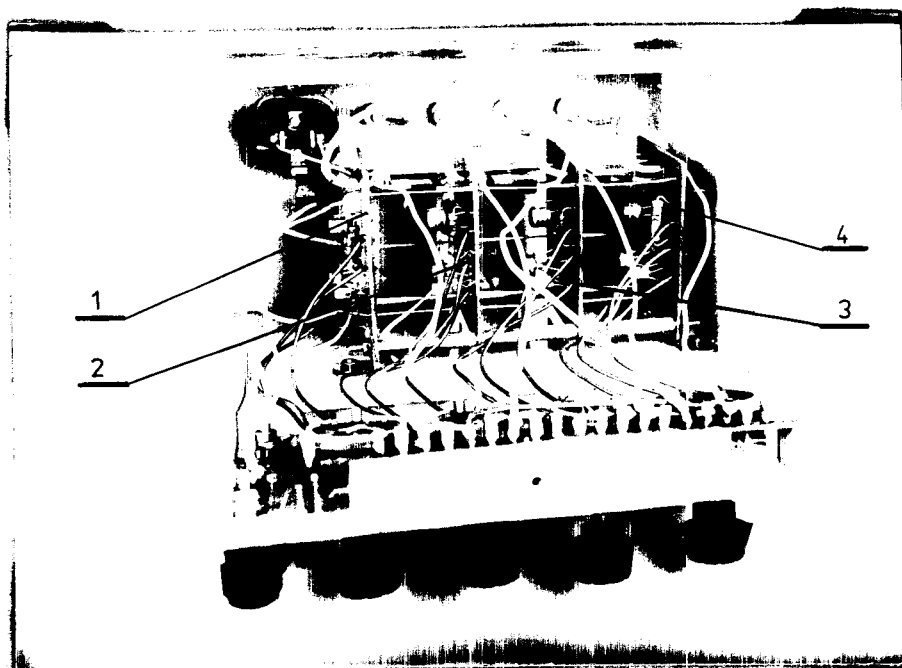
Ako čidlo pre meranie teploty je použitý termočlánok železo-konštantan a ukazovateľ teploty je milivoltmeter, ktorý je kalibrovaný na priame odčítanie teploty v °C.



Obr. 3.2

Legenda:

- 1 ihlový ventil
- 2 prietokomer
- 3 manometer
- 4,5,6,7 .. trojcestné kohúty
- 8 dvojcestný kohút
- 9,10 zásobníky s medeným katalyzátorom
- 11,12 zásobníky s molekulovým sitom
- 13,14 zásobníky s kysličníkom fosforečným



Obr. 3.3.

Legenda :

- 1 automatický regulátor teploty prvního zásobníku smedeným katalyzátorem
- 2 automatický regulátor teploty prvního zásobníku s molekulovým sítem
- 3 automatický regulátor teploty druhého zásobníku s medeným katalyzátorem
- 4 automatický regulátor teploty druhého zásobníku s molekulovým sítem

3.2 Popis jednotlivých funkčních částí

3.2.1 Molekulové síto

Molekulové síta selektivně adsorbují plyny a kvapaliny s určitou velikostí a typem molekul, vykazují vysokou kapacitu při zvýšených teplotách a dají se viackrát regenerovat.

Zeolity patří mezi nejlepší známé selektivně adsorbenty, které suší plyny na extrémně nízké zbytkové obsahy vody / < 5 ppm H_2O / při laboratorní teplotě.

Sušicí kapacita molekulových sít je 24 g H_2O /100 g adsorbentu. Podle výrobce jedna tlaková nádoba technického argónu 3N5 obsahuje 200 mg H_2O /1000 l argónu, to znamená, že na vyčištění jedné tlakové nádoby argónu s obsahem vody 1200 mg je potřebné 5000 mg adsorbentu.

Náplň oboch kolón našej čistiacej aparatury / rozmery oboch kolón sú: priemer 32 mm a výška 450 mm / činí cca 470 g molekulového síta 5A, čo by malo vystačiť na prečistenie 94 tlakových nádob o obsahu 6000 l argónu.

Po kolóne s molekulovými sitami vždy nasleduje zásobník s kysličníkom fosforečným, ktorý je veľmi citlivý na vlhkosť a reaguje ešte na množstvo $7,8 \cdot 10^{-5} \text{ g/m}^3 H_2O$. Kysličník fosforečný je umiestnený v sklenenej trubici, kde je nanesený na tehlovú drť, ktorá bola po dobu 24 hodín vyžíhaná pri teplote 300 °C.

Táto úprava má niekoľko výhod:

- a/ lepšia manipulácia s náplňou
- b/ väčšie telesá tehlovej drte obalené kysličníkom fosforečným, narúšajú laminárne prúdenie plynu
- c/ kysličník fosforečný týmto získava väčší adsorpčný povrch a do zásobníka vojde väčšie množstvo kyslič-

níku fosforečného.

3.2.2 Aktívna meď, tzv. medený katalyzátor

Na čistenie plynu od kyslíku sme použili aktívovanú meď. Táto pracuje podľa exotermickej reakcie:



pri laboratórnej teplote.

Vyrába sa z kysličníku mednatého, ktorý sa redukuje metanolom pri teplote červeného žiaru medi /cca 500 °C/ na kremennej miske. Vzniká pritom formaldehyd a kyselina mravenčia, ktoré sa odvádzajú. Vzniknutá meď sa potom aktivuje vodíkom.

Teoretická kapacita medeného katalyzátoru je 44,5 l O₂ na 1 kg za laboratórnej teploty [4].

Keby sme uvažovali len 50 % účinnosť katalyzátoru, bola by jeho kapacita cca 20 l O₂/1 kg.

Keďže argón 3N5 podľa výrobcu obsahuje maximálne 40ppm O₂, v jednej tlakovej nádobe by malo byť 0,24 l O₂.

Pretože náplň medeného katalyzátoru v našej čistiacej aparátúre má hmotnosť 1,85 kg v oboch kolónach, môžeme predpokladať, že táto náplň pohltí kyslík zo 148 tlakových nádob argónu.

Obsah kyslíku sa po prechode plynu medeným katalyzátorom zníži z počítaných 4.10⁻³ obj.% až na hodnotu približne 8.10⁻⁵ obj.% [4].

3.2.3 Automatický regulátor teploty

Schéma zapojenia automatického regulátoru teploty je na obr.3.4.

Čidlom regulátoru je termočlánok železo-konštantan, ktorý je umiestnený priamo vo vnútri náplne kolóny.

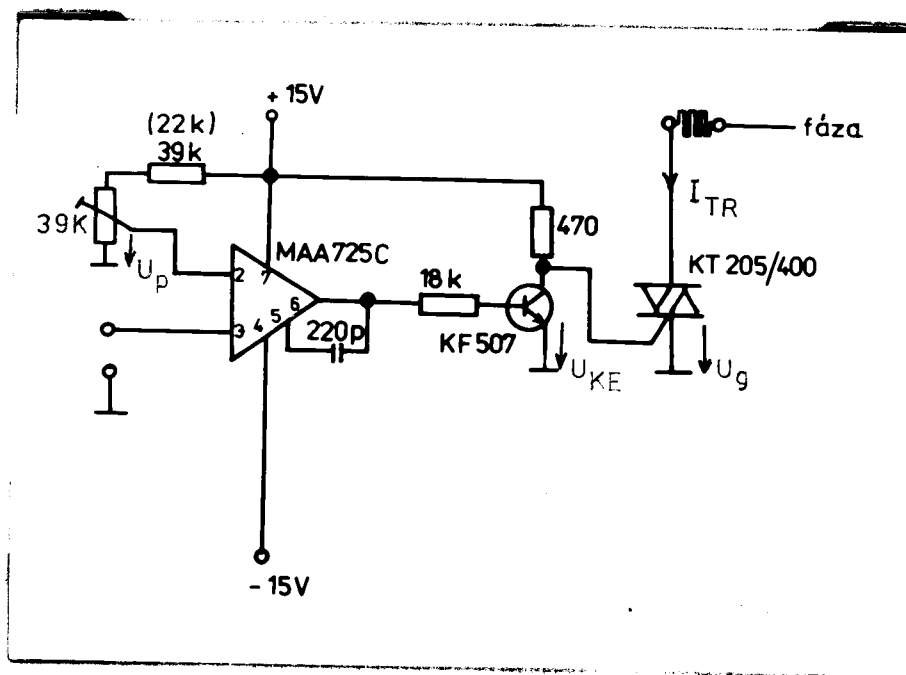
Vlastný regulátor pozostáva z operačného zosilovača MAA 725 C, ktorý je napojený ako kompenzátor napätia z tranzistorového spínača a triáku.

Napätie termočlánku je privádzané na neinvertujúci vstup operačného zosilovača, na invertujúci vstup je privádzané napätie z napäťového deliča tvoreného potenciometrom.

Na potenciometri je nastavený úbytok napätia odpovedajúci požadovanej teplote v zásobníku s molekulovým sitom/resp. v zásobníku s meďeným katalyzátorom/. Ak je teplota v zásobníku nižšia ako je odpovedajúca nastavená poloha potenciometru, tak napätie termočlánku je nižšie ako napätie na invertujúcom vstupe, to znamená, že na výstupe operačného zosilovača je záporný potenciál proti nulovému bodu.

Spínací tranzistor KF 507 je uzatvorený a cez odpor $R=470\Omega$ preteká prúd do riadiacej elektródy triáku. Triák je otvorený a prepúšťa prúd do vyhrievacej špirály, ktorá je s ním zapojená do série. Grafické znázornenie činnosti spínacieho obvodu pri napätí z termočlánku $u < U_p$ a uzatvorenom tranzistore v závislosti na čase je na obr.3.5.

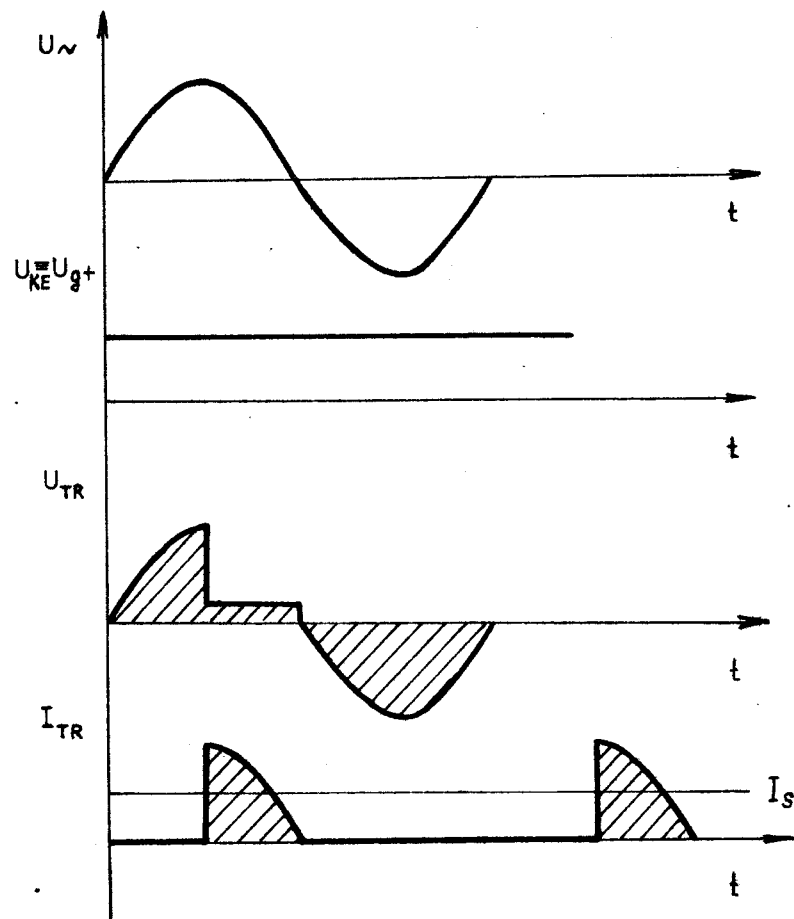
Ak napätie na termočlánku pri zvýšení teploty v kolóne presiahne hodnotu nastavenú na potenciometri, na výstupe operačného zosilovača dosiahne napätie kladnej hodnoty, tranzistor KF 507 sa otvorí, takže na jeho



Obr. 3.4

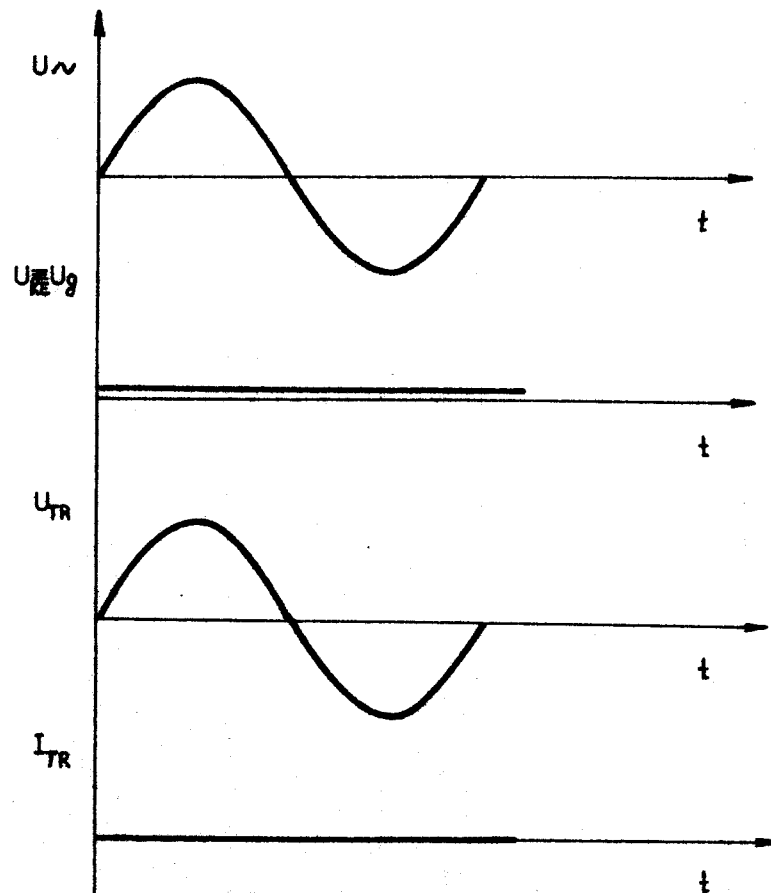
- KT 205/400 spínací prvok TRIÁK
 MAA 725 C operačný zosilovač
 KF 507 tranzistor

kolektore bude prakticky potenciál nulového bodu, čím prestane prechádzať prúd riadiacou elektródou triáku. Tento sa uzavrie a prestane prechádzať prúd do vyhrievacej špirály. Pri opätovnom poklese teploty sa dej opakuje. Grafické znázornenie činnosti spínacieho obvodu pri napätí z termočlánku $u > U_p$ a otvorenom tranzistore v závislosti na čase je na obr.3.6.



Obr. 3.5

- $u < U_p$
 U_g riadiace napätie
 u napätie termočlánku
 U_p napätie nastavené na potenciometri
 U_{KE} napätie na kolektore tranzistoru
 U_{TR} napätie triáku
 I_{TR} prúd triáku
 I_S stredná hodnota prúdu



Obr. 3.6

- $u > U_p$
 U_g riadiace napätie
 u napätie termočlánku
 U_p napätie nastavené na potenciometri
 U_{KE} napätie na kolektore tranzistoru
 U_{TR} napätie triáku
 I_{TR} prúd triáku

3.3 Návod k obsluhu čistiackej aparatúry

Pred vstupom plynu z tlakovej nádoby do čistiackej aparatúry /obr.3.2/ je potrebné nastaviť trojcestný kohút 4 do polohy, ktorá zabránuje postupu plynu do aparatúry, ale umožňuje vytlačenie vzduchu nachádzajúceho sa v spojovacích hadičkách do ovzdušia. Zároveň sa trojcestné kohúty 5, 6, 7 nastavia v smere prietoku plynu čistiacou aparatúrou. Potom sa po otvorení hlavného ventilu na tlakovej nádobe redukčným ventilom nastaví na prietokomere 2 požadovaný prietok /menší ako 5 l.min.^{-1} /. Presné prietokové množstvo sa upraví pomocou ihlového ventilu 1. Na manometri 3 sledujeme pretlak plynu v aparatúre.

Po odstránení vzduchu zo spojovacích hadičiek sa do pracovnej polohy, to znamená, do polohy umožňujúcej prietok plynu len čistiacou aparatúrou, prestaví aj trojcestný kohút 4. Súčasne sa musí nastaviť aj dvojcestný kohút 8 v smere prietoku plynu.

V prípade ukončenia čistiacoho procesu sa uzavrie prívod plynu na tlakovej nádobe, trojcestný kohút 4 sa nastaví do medzipolohy, čím sa zabráni prístupu vzduchu do aparatúry a do spojovacích hadičiek. Za rovnakým účelom sa nastaví aj dvojcestný kohút 8 do polohy, ktorá zabráni prístupu vzduchu do aparatúry.

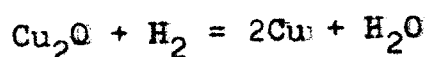
3.4 Regenerácia molekulového síta a medeného katalyzátoru

Aby molekulové sito bolo po nasorbovaní určitého množstva vody schopné prevádzky, je nutné ho regenerovať.

Regenerácia sa prevádza pri teplote $350 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 6 hodín za stáleho prefukovania argónom. Počas regenerácie sa

uvoľňuje voda z pórov molekulového síta.

Medený katalyzátor sa regeneruje vodíkom



/3.2/

Za stáleho prietoku vodíku zahrievame katalyzátor po dobu 1 hodiny na teplotu 124 °C a potom ho necháme v prúde vodíku vychladnúť. Proces opakujeme najmenej štyrikrát [4].

3.4.1 Návod k obsluhu pri regenerácii

Po vyčerpaní čistiacej schopnosti molekulového síta resp. medeného katalyzátoru je možno ich regenerovať. Molekulové sito sa regeneruje zahriatím na 350 °C za súčasného prefukovania argónom, pričom dvojcestný kohút 8, trojcestný kohút 6 sú nastavené v smere prietoku plynu z tlakovej nádoby do zásobníku s molekuloým sitom. Trojcestné kohúty 5, 7 sú nastavené v smere prietoku plynu z aparatury do ovzdušia.

Medený katalyzátor regenerujeme vodíkom. Pri tomto katalyzátore striedavo zahrievame na teplotu 124 °C za stáleho prefukovania vodíkom. Na trojcestné kohúty 4, 6 pritom pripojíme hadičky, ktorých druhé konce sú ponorené do nádoby s vodou. Taktiež na trojcestné kohúty 5, 7 pripojíme hadičky, ktorých voľné konce spojíme pomocou sklenenej trubice tvaru T. Voľný koniec sklenenej T-trubice sa pomocou spojovacích hadičiek pripojí cez prietokomer na vodíkovú tlakovú nádobu.

Trojcestné kohúty 5, 7 sa prestavia do polohy, ktorá umožnuje

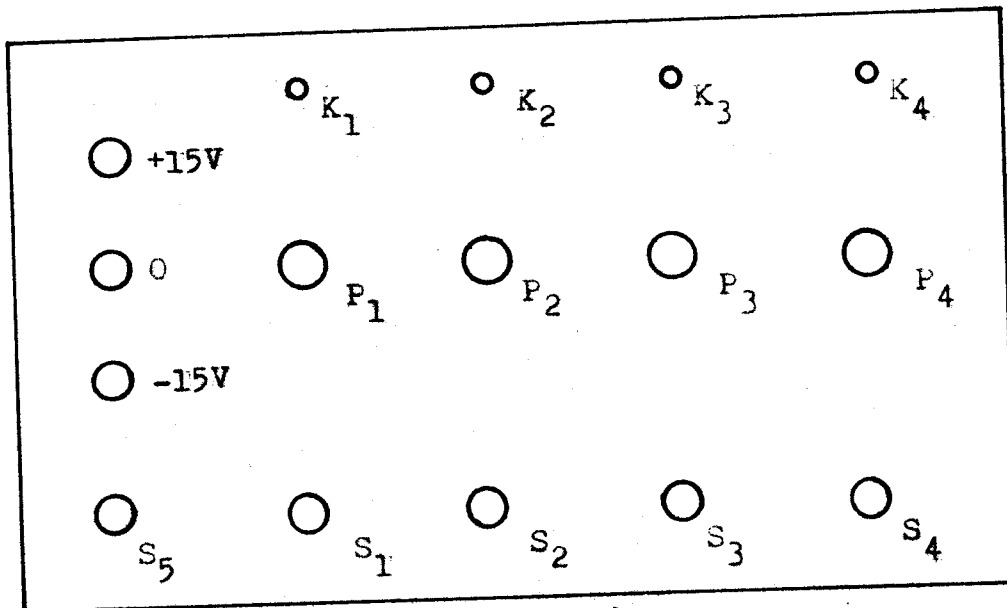
je prietok vodíku len cez zásobník s medeným katalyzátorom. Trojcestné kohúty 4,6 sa prestavia do polohy, ktorá umožňuje prietok plynu z medeného katalyzátoru do nádoby s vodou.

Po tomto prestavení trojcestných kohútov sa otvorí hlavný ventil na tlakovej nádobe s vodíkom. Redukčným ventilom sa nastaví prietokové množstvo vodíku $1 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$. Prietok vodíku medeným katalyzátorom sa overí prebublávaním vodíku v nádobe s vodou.

Pretože vodík so vzduchom tvorí výbušnú zmes, musí sa ním vzduch zo spojovacích hadičiek vytlačiť do nádoby s vodou. O prítomnosti vzduchu sa presvedčíme tak, že vodou naplnenú skúmavku zakryjeme prstom, prevrátíme a ponoríme ju do nádoby s vodou, v ktorej prebubláva zmes vodíku a vzduchu. Koniec hadičky pod hladinou zasunieme asi 10 mm do skúmavky. Plyn vodu zo skúmavky vytlačí. Potom skúmavku opäť zakryjeme prstom a priložíme ju k plameňu. Prítomnosť vzduchu vo vodíku sa prejaví pri uvoľnení prstu malým vzbíknutím zmesi. V tomto prípade musíme po krátkej dobe túto skúšku plameňom opakovať. Túto skúšku musíme previesť pre obidva zásobníky s medeným katalyzátorom. [4].

V prípade, že vodík vzduch vytlačil, zapneme automatický regulátor teploty a stabilizačný zdroj jednosmerného napätia podľa obrázku 3.9 a 3.10. Potenciometrom 1,3 /obr.3.9/ na automatickom regulátore teploty nastavíme úbytok napätia, ktorý odpovedá teplote v zásobníku s medeným katalyzátorom. Táto teplota žmí $124 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Činnosť automatického regulátoru teploty kontrolujeme pomocou svetelnej signalizácie K_1, K_3 /obr.3.9/.

Za 1 hodinu po dosiahnutí teploty $124 \text{ }^{\circ}\text{C}$ v zásobníku s medeným katalyzátorom za stáleho prietoku vodíku prerušíme vyhrievanie. Medený katalyzátor necháme prúdom vodíku vychladnúť na teplotu okolia. Potom opäť zapojíme vyhrieva-



Obr. 3.9

Legenda:

K ... kontrolná signalizácia

P ... potenciometer

S₁₋₄ ... svorky pre výstupné napätie termočlánku Fe-Ko

Poznámka:

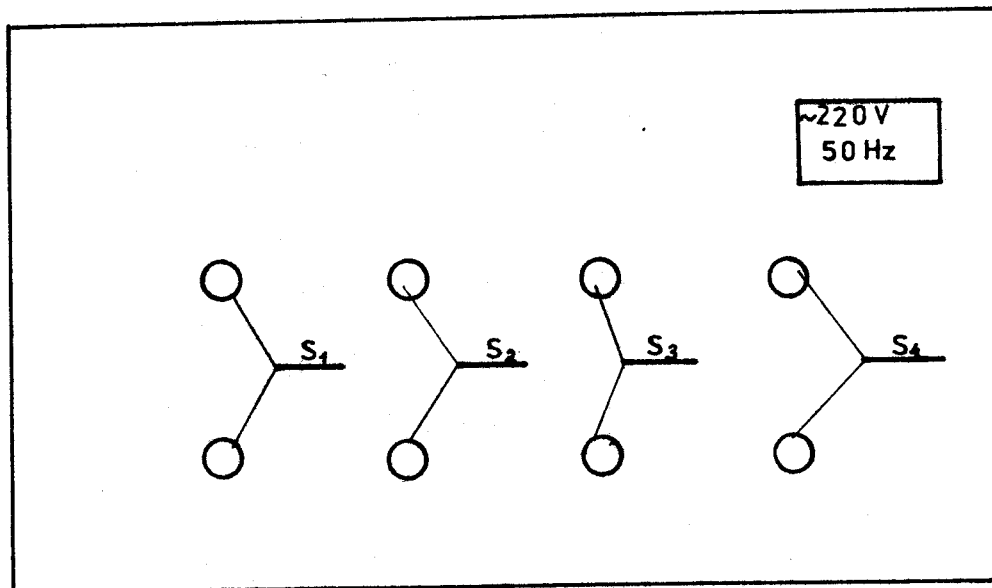
-index "1" sa vzťahuje na prvý zásobník s medeným katalyzátorom

-index "2" sa vzťahuje na prvý zásobník s molekulovým sítom

-index "3" sa vzťahuje na druhý zásobník s medeným katalyzátorom

-index "4" sa vzťahuje na druhý zásobník s molekulovým sítom

S₅ ... svorka pre spoločný výstup termočlánku Fe-Ko na strane konštantanu



Obr. 3.10

Legenda:

- S₁ svorky pre zapojenie vyhrievacej špirály prvého zásobníku s medeným katalyzátorom
- S₂ svorky pre zapojenie vyhrievacej špirály prvého zásobníku s molekulovým sitom
- S₃ svorky pre zapojenie vyhrievacej špirály druhého zásobníku s medeným katalyzátorom
- S₄ svorky pre zapojenie vyhrievacej špirály druhého zásobníku s molekulovým sitom

nie. Tento proces opakujeme najmenej štyrikrát.

Po ukončení regenerácie uzavrieme prívod vodíku na tlakovej nádobe. Trojcestné kohúty 5,6,7 prestavíme do pracovnej polohy. Trojcestný kohút 4 prestavíme do medzipolohy, aby sa zabránilo prístupu vzduchu do aparatury.

Takto zregenerované molekulové sito a medený katalyzátor sú opäť schopné prevádzky.

4 ZÁVER

Úlohou mojej diplomovej práce bolo dokončiť čistiacu aparatúru na čistenie argónu a dusíku od kyslíku a vodnej pary, uviesť ju do prevádzky a previesť experimentálne meranie povrchového napätia vo vyčistenom inertnom plyne. Zapojenie čistiacej aparatúry plynu a pece, v ktorej dochádza k roztaveniu kovu, resp. zliatiny, je na obr.3.11.

Pri dokončovaní čistiacej aparatúry som vychádzal z teoretických poznatkov uvedených v literatúre.

Táto čistiaca aparatúra môže podľa potreby pracovať dvoma spôsobmi:

a/ V pracovnej činnosti sú súčasne všetky zásobníky s molekulovým síťom, medeným katalyzátorom a kysličníkom fosforečným. Pri regenerácii sa regeneruje celá čistiaca aparatúra.

b/ Prvá polovica čistiacej aparatúry sa oddelí pred vstupom do trojcestného kohútu 6 /obr.3.2/. V tomto prípade je v činnosti jeden zásobník s molekulovým síťom, jeden zásobník s medeným katalyzátorom a jeden zásobník s kysličníkom fosforečným, pričom v druhej časti čistiacej aparatúry môže prebiehať regenerácia a opačne. Výhodou tohto spôsobu je, že čistenie plynu môže prebiehať bez prestávky.

Bol dokončený automatický regulátor teploty, ktorý sa vyznačuje vysokou presnosťou regulácie teploty pri regenerácii.

Na kvalitu vyčisteného plynu môžeme použiť len predpoklad, t.j. vychádzame z údajov popísaných v literatúre. Avšak to, že zliatina, ktorá bola použitá pre meranie povrchového napätia /AlSi 13/ v argéne sa pri teplotách



Obr. 3.11

do 900 °C síce roztavila, ale nevytvorila kvapku pravidelného tvaru, nás núti predpokladať, že experiment nepotvrdil teoretický predpoklad, t. j., že argón obsahoval viac kyslíku ako predpokladaných cca $8 \cdot 10^{-5}$ obj. %.

Záverom by som chcel poďakovať vedúcemu práce s. Doc. Ing. Václavovi Chaloupeckému, CSc a konzultantke prom. chem. s Jany Kulhánkovej ako aj ostatným pracovníkom KTM VŠST za obetavú pomoc pri riešení tejto diplomovej práce.

ZOZNAM POUŽITEJ LITERATURY

- [1] Teindl J.: Ochranné atmosféry v hutnictví a strojírenství /SNTL Praha, 1961/
- [2] Janda M.: DP-ST-1341/78 /VŠST Liberec/
- [3] Ponec V.- Knor Z.- Černý S.:
Adsorpce na tuhých látkách /SNTL Praha, 1968/
- [4] Súkromný odkaz, Ing. Synek
VÚOS Pardubice
Rybitví