

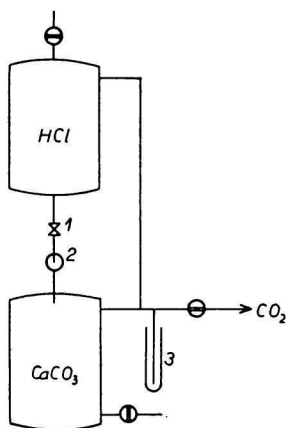
EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

AUTOMATICKÁ REGULÁCIA TLAKU V TLAKOVOM VYVÍJAČI CO_2

JÚLIUS SUROVÝ

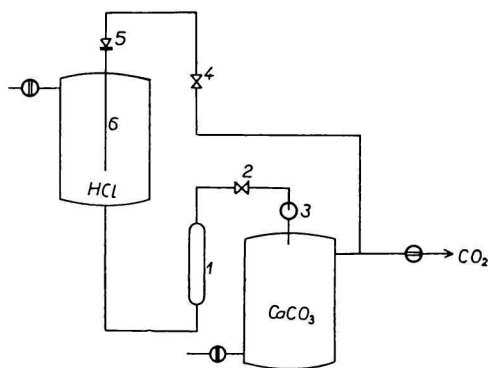
Katedra ropy, procesov a aparátov Chemickej fakulty Slovenskej vysokej školy technickej
v Bratislave

Pre nedostatok priemyselne vyrobeného kysličníka uhličitého vhodnej čistoty sa doteraz bežne používajú pri plynovej chromatografii podľa Janáka tlakové vyvíjače (obr. 1), v ktorých sa CO_2 pripravuje z mramoru pôsobením



Obr. 1. Schéma vyvíjača CO_2 s manostatom.

1. ventil pre reguláciu prítoku HCl ,
2. počítateľ kvapiek, 3. manostat.



Obr. 2. Schéma automatického vyvíjača CO_2 s plavákovým ventilom.

1. poistná nádoba, 2. ventil pre reguláciu prítoku HCl , 3. počítateľ kvapiek, 4. plavákový ventil, 5. spätný ventil, 6. rúrka pre vyrovnávanie tlaku.

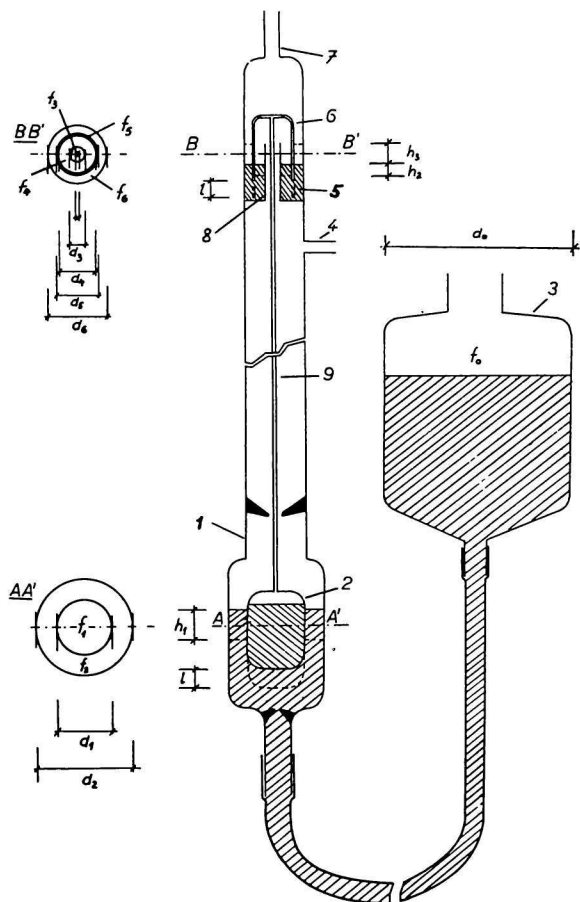
kyseliny solnej. Tlak sa v týchto vyvíjačoch reguluje manostatmi rôznych konštrukcií, ktoré nadbytočný CO_2 vypúšťajú do ovzdušia. Rýchlosť prítoku HCl na mramor sa pritom reguluje ručne pomocou ventila alebo kohúta a sleduje sa počítateľ kvapiek. V dôsledku strát CO_2 cez manostat treba častejšie plniť vyvíjač kyselinou solnou a mramorom, čo je jednak nevhodné, jednak pracné, pretože pritom treba vytlačiť všetok vzduch zo systému. Známe automatické vyvíjače plynu, ako Kippov alebo Küsterov prístroj [1], pre tento účel sa nehodia, pretože majú nádobu s kyselinou solnou otvorenú voči atmosfére a vzduch pohltený v kyseline zväčšuje nulový chod chromatografu. Nevýhodou spomenutých prístrojov je aj to, že značný pretlak v systéme (100 až 200 mm Hg) vyžaduje veľkú kolmú vzdialenosť obidvoch nádob vyvíjača.

Z uvedených dôvodov sme na našom pracovisku zostavili automatický vyvíjač CO₂, ktorý môže pracovať pri ľubovoľnom tlaku, bežnom pri plynovej chromatografii. Konštrukciu vyvíjača opisujeme v tejto práci.

Experimentálna časť

Na obr. 2 je znázornená schéma automatického vyvíjača CO₂, ktorý je vlastne zdokonaleným tvarom Küsterovho prístroja. Kyselina soľná priteká na mramor z Mariottovej fľaše cez poistnú nádobu 1 a počítač kvapiek 3, pričom ventilom (kohútom) 2 sa zhruba nastaví jej prietok. Plynový priestor nádoby s mramorom je spojený s vyrovnávacou rúrkou 6 cez automatický plavákový ventil 4 a spätný ventil 5. Kolmá vzdialenosť ústia vyrovnávacej rúrky od počítača kvapiek je 2—10 cm. Po dosiahnutí požadovaného tlaku v systéme sa plavákový ventil uzavrie, v dôsledku čoho sa prítok HCl na mramor spomalí, prípadne úplne zastaví.

Na obr. 3 je znázornený automatický plavákový ventil. Pozostáva zo sklenej rúrky 1,

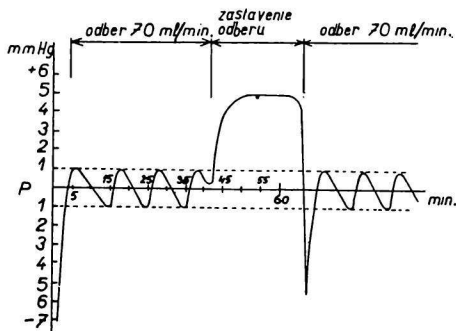


Obr. 3. Schéma automatického plavákového ventilu.

ktorej spodná, rozšírená časť je naplnená asi do polovice ortuťou a je spojená hadicou s vyrovnávacou nádobkou 3. Na hladine ortuti je sklený plavák 2, čiastočne naplnený ortuťou. Na plavák je pritavená rúrka 9, ktorá cez rúrku 8 prechádza do vrchnej časti ventila, a na jej koniec je pritavený zvonček 6, pod ktorým je ortuťový kvapalinový uzáver 5. Rúrka 4 spája ventil s nádobou s mramorom a rúrka 7 s nádobou s kyselinou soľnou.

Funkcia ventila je zrejmá z obrázka. Pri zvyšovaní tlaku v systéme klesá v spodnej časti ventila hladina ortuti spolu s plavákom, až sa pri dosiahnutí požadovaného tlaku zvonček ponorí do kvapalinového uzáveru a tak sa zastaví prívod plynu do nádoby s kyselinou. Veľkosť pracovného tlaku sa nastavuje vyrovnávacou nádobkou.

Na obr. 4 je uvedený graf, ktorý znázorňuje pokusne nameranú závislosť tlaku vo vyvíjači od času. Ako vidieť z grafu, pri odbere CO_2 sa udržiava vo vyvíjači tlak s presnosťou



Obr. 4. Priebeh závislosti tlaku od času v automatickom vyvíjači CO_2 . Prevádzkový tlak $P = 940 \text{ mm Hg}$.

ca $\pm 1 \text{ mm Hg}$. Ak sa CO_2 neodoberá, vzrastie tlak v nádobe s mramorom vplyvom oneskorenej reakcie medzi kyselinou soľnou a mramorom ešte o 5–10 mm Hg nad nastavenú hodnotu. Pri takom veľkom tlakovom rozdieli by mohol CO_2 vniknúť do nádoby s kyselinou zo spodu cez prírodnú rúrku pre kyselinu. Tomuto zabraňuje poistná nádoba 1 (obr. 1). Jej objem volíme asi 2 % objemu nádoby pre kyselinu, takže pre úplné vytlačenie kyseliny z poistnej nádoby by musel vzniknúť v nádobe s mramorom vzhľadom na nádobu s HCl pretlak minimálne 20 mm Hg pri prevádzkovom tlaku 1000 mm Hg.

Diskusia

Aby plavákový ventil správne pracoval, je dôležité vhodne voliť plochy prierezov jeho častí. Ich voľba vyplýva z týchto úvah:

Aby pokles hladiny ortuti v spodnej časti ventila bol dostatočne veľký, použijeme vyrovnávaciu nádobku o veľkom priereze, tak aby jej plocha

$$f_0 \gg f_2, \quad (1)$$

kde f_2 je plocha medzikružia medzi plavákom a stenou ventila (pozri obr. 3).

Pri stúpnutí tlaku o Δp poklesne hladina ortuti v spodnej časti ventila o h_1 , takže plavák bude vtahovaný do ortuti silou $h_1 f_1 \gamma$, kde f_1 je plocha prierezu plaváka a γ špecifická váha ortuti. Plavák pritom poklesne o takú vzdialenosť l , aby bola splnená rovnosť síl

$$\Delta p(f_3 + f_4) + l f_1 \gamma + l f_5 \gamma = h_1 f_1 \gamma, \quad (2)$$

kde $f_3 + f_4$ je plocha vnútorného prierezu zvončeka a f_5 plocha prierezu steny zvončeka. Keďže $l > 0$, musí platiť:

$$\Delta p(f_3 + f_4) < h_1 f_1 \gamma,$$

z čoho:

$$\frac{f_1}{f_4 + f_3} > \frac{\Delta p}{h_1 \gamma} \quad (2a)$$

Pri splnení nerovnosti (1) bude $\Delta p \doteq h_1 \gamma$, takže prierez zvončeka musíme voliť tak, aby

$$f_1 > (f_3 + f_4) \quad (2b)$$

Správna funkcia ventila závisí aj od voľby plôch prierezu kvapalinového uzáveru na obidvoch stranách zvončeka f_4 a f_6 . Tieto plochy totiž vplývajú na veľkosť zmeny hladiny uzáveru h_2 a h_3 (pozri obr. 3), pôsobenej pretlakom vnútri zvončeka, a keď pokles hladiny h_2 je väčší než pokles plaváka, prebubláva plyn cez okraj zvončeka, čím sa poruší tesnosť ventila. Musí teda platiť:

$$h_2 < l \quad (3)$$

Pretlak vnútri zvončeka Δp je kompenzovaný okrem výchylky hladiny uzáveru aj kapilárnou depresiou ortuti v prierezoch f_4 a f_6 , takže:

$$\Delta p = (h_2 + h_3)\gamma + \frac{P_4}{f_4} - \frac{P_6}{f_6} = h_2 \left(1 + \frac{f_4}{f_6}\right)\gamma + \frac{P_4}{f_4} - \frac{P_6}{f_6}, \quad (4)$$

kde P_4 a P_6 sú povrchové sily [2]:

$$P_4 = (\pi d_3 + \pi d_4)\sigma \cos \vartheta, \quad P_6 = (\pi d_5 + \pi d_6)\sigma \cos \vartheta$$

Význam priemerov d_3 až d_6 je uvedený na obr. 3, rez B—B'. Pre ortuť je $\sigma \doteq 500$ dyn/cm a pri styku ortuti a skla $\cos \vartheta = -0,615$.

Zo vzťahu 4 vypočítame pokles hladiny uzáveru:

$$h_2 = \frac{\Delta p - \frac{P_4}{f_4} + \frac{P_6}{f_6}}{\gamma \left(1 + \frac{f_4}{f_6}\right)} \quad (4a)$$

V skutočnosti býva h_2 ešte oniečo menšie, a to vplyvom ortuti vytlačenej stenami zvončeka pri jeho poklese.

Ako príklad správnej voľby uvádzame priemery nami zhotoveného ventila: $d_0 = 45$ mm, $d_1 = 16$ mm, $d_2 = 26$ mm, $d_3 = 6,2$ mm, $d_4 = 8,0$ mm, $d_5 = 9,5$ mm, $d_6 = 10,4$ mm.

Súhrn

V práci je opísaný spôsob automatickej regulácie tlaku vo vyvíjačoch CO_2 , používaných pri plynovej chromatografii podľa Janáka, pomocou ortuťového plavákového ventila, spájajúceho obidve nádoby vyvíjača. Sú odvodené aj podmienky správnej voľby rozmerov plavákového ventila.

АВТОМАТИЧЕСКАЯ РЕГУЛИРОВКА ДАВЛЕНИЯ В ГЕНЕРАТОРЕ CO_2

ЮЛИУС СУРОВЫЙ

Кафедра нефти, процессов а аппаратов Словацкой высшей технической школы
в Братиславе

Выводы

Описывается способ автоматического регулирования давления в генераторах углекислого газа, применяемых при газовой хроматографии по методу Я н а к а. Регулировка осуществляется при помощи ртутного поплавкового реле, соединяющего обоих сосуда генератора. Выведены условия правильного выбора размеров поплавкового вентилля.

Поступило в редакцию 12. 12. 1958 г.

AUTOMATISCHE DRUCKREGULIERUNG IN DRUCKENTWICKLERN FÜR CO_2

JÚLIUS SUROVÝ

Lehrstuhl für Erdöl, Prozesse und Apparate der Chemischen Fakultät
an der Slowakischen Technischen Hochschule in Bratislava

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wird ein Verfahren der automatischen Druckregulierung in CO_2 -Entwicklern beschrieben, wie sie bei der Gaschromatographie nach Janák verwendet werden. Diese Druckregulierung erfolgt mittels eines Quecksilber-Schwimmventils, welches beide Gefäße des Entwicklers miteinander verbindet. Es werden auch die Bedingungen einer richtigen Wahl der Dimensionen des Schwimmventils abgeleitet.

In die Redaktion eingelangt den 12. 12. 1958

LITERATÚRA

1. Blanka B., *Základní práce v chemické laboratoři*, Praha 1953, 200. — 2. Nachti-
kal F., *Technická fyzika*, Praha 1952, 143.

Došlo do redakcie 12. 12. 1958

Adresa autora:

Inž. Július Surový, Bratislava, Kollárovo nám. 2, Chemický pavilón.