

Janusz DZIAK<sup>1</sup>, Tomasz CIOSKA<sup>2</sup>, Robert APIECIONEK<sup>2</sup>

e-mail: janusz.dziak@pwr.edu.pl

<sup>1</sup> Zakład Inżynierii Chemicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Wrocławska, Wrocław<sup>2</sup> Plazmatronika NT Sp. z o.o., Wrocław

## Selektywne usuwanie składnika z ciekłego roztworu w nowym urządzeniu mikrofalowym pracującym w sposób ciągły

### Wstęp

**Wykorzystanie mikrofal** przy rozdzielaniu substancji jest dobrze udokumentowane. Początkowo zastosowanie mikrofal dotyczyło ogrzewania, wrzenia, pasteryzacji i konserwacji żywności [Chandrasekaran i in., 2013]. W miarę rozwoju urządzeń generujących mikrofałe ich zastosowanie uległo znaczącemu rozszerzeniu. Promieniowanie mikrofalowe stosuje się do regeneracji adsorbentów [Chowdhury i in., 2012], w procesie destylacji z parą wodną [Chemat i in., 2006], w procesie wspomaganego ekstrakcji składników roślin za pomocą rozpuszczalników [Costa i in., 2014], do ogrzewania mikrofalowego w procesie perwaporacji [Komorowska-Durka i in., 2014].

Mimo wielu prac badawczych zastosowanie urządzeń mikrofalowych do przerobu surowców w dużej skali jest stosunkowo ograniczone. Podejmowane były badania usuwania zanieczyszczeń z gleby [Robinson i in., 2012] lub przerobu łupków ropoносnych celem wydobycia ropy naftowej [Robinson i in., 2014].

Badania laboratoryjne prowadzono zwykle w sposób okresowy. Materiał badany umieszczony najczęściej w naczyniu szklanym poddawano działaniu promieniowania mikrofalowego w reaktorze mikrofalowym, który zazwyczaj stanowiła typowa kuchonka mikrofalowa lub jej zmodyfikowana wersja. Bardziej zaawansowane rozwiązania wykorzystywały falowód o przekroju prostokątnym, wewnątrz którego umieszczano surowiec. Rozwiązanie takie pozwalało skupić działanie energii mikrofalowej w określonym miejscu falowodu [Dziak, 2008].

**Glikol trójetylenowy** stosowany jest do odwadniania gazu ziemnego i jego regeneracji zainteresowane są firmy wydobywające gaz ziemny. Przy regeneracji glikolu na dużą skalę, najkorzystniejszą byłoby stosować proces ciągłego rozdziału.

Hauser i in. [2008] przedstawili badania usuwania wody z roztworu z glikolem trójetylenowym w skali laboratoryjnej z użyciem urządzenia generującego promieniowanie mikrofalowe o mocy znamionowej 1200 W. Zawartość wody w roztworze z glikolem była mała i wynosiła 0,5÷5% mas. Proces prowadzono w sposób okresowy w stosunkowo małych próbkach (ok. 100 ml) cieczy. Podobne wyniki uzyskał Wójcikowski [2007].

W niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań rozdziału roztworu woda-glikol trójetylenowy prowadzonego w sposób ciągły z użyciem prototypowego urządzenia mikrofalowego firmy Plazmatronika NT Sp. z o.o., wykorzystującego powierzchnię dla przepływu cieczy opisaną w patencie [Apiecionek i Cioska, 2013].

### Badania doświadczalne

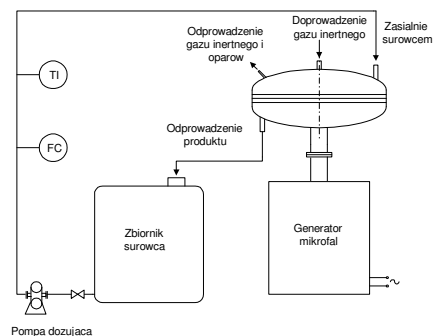
#### Urządzenie mikrofalowe.



Rys. 1. Kanał dla przepływu cieczy w kształcie spirali Fermata

Do generowania energii mikrofalowej zastosowano urządzenie o mocy 3 kW, z płynną regulacją mocy w zakresie 0÷100%, wyposażone w falowód o przekroju kołowym. Falowód połączony był ze zbiornikiem z umieszczoną w nim rowkową płytą, wykonaną z tworzywa transparentnego dla mikrofal. Rowkiem płyty przepływała ciecz, która była ogrzewana i odparowywana w polu mikrofal. Dla zwiększenia czasu przebywania cieczy w zbiorniku, w którym działały mikrofałe, rowek dla przepływu cieczy został uformowany w kształcie spirali Fermata (Rys.1).

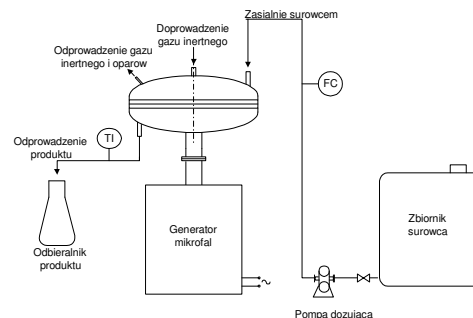
**Badania czasu przebywania cieczy** w urządzeniu mikrofalowym prowadzono w instalacji przedstawionej na rys. 2. Ciecz ze zbiornika surowca podawana była za pomocą pompy dozującej do zbiornika wyposażonego w płytę z kanałem w kształcie spirali Fermata. W trakcie



Rys. 2. Schemat instalacji do badania przepływu cieczy

badan mierzona była wysokość cieczy przepływającej korytem kanału z dokładnością 0,1 mm za pomocą suwmiarki z cyfrowym wskazaniem wartości mierzonej. Pomiary wysokości wykonywano co 5 cm wzdłuż drogi spirali, która wynosiła 270 cm.

**Badania ogrzewania i odparowania** mikrofalowego roztworu woda-glikol trójetylenowy wykonano w instalacji przedstawionej na rys. 3.



Rys. 3. Schemat instalacji do badania zateżenia roztworu glikolu

Instalacja składała się z generatora mikrofal, zbiornika w którym zachodzi proces generowania ciepła w cieczy, wodnej pompki próżniowej usuwającej opary z badanego układu, zbiornika surowca, pompy dozującej ciecz, odbieralnika ogrzewanej cieczy.

W trakcie wykonywania badania ciecz ze zbiornika surowca podawano do kanału płyty umieszczonej w zbiorniku, do którego falowodem wprowadzano mikrofałe. W trakcie pomiaru kontrolowano natężenie przepływu cieczy oraz jej temperaturę na wlocie i wylocie zbiornika. Stężenie wody w cieczy ustalano za pomocą pomiaru współczynnika załamania światła (miernik Atago 5000α).

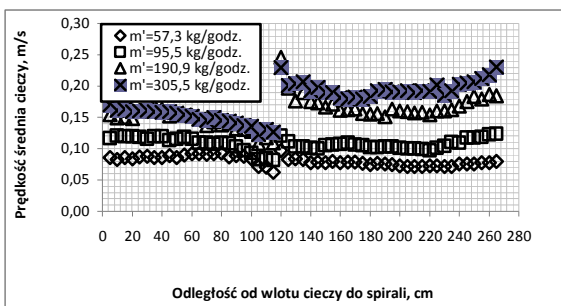
**Materiały.** Badania wykonano dla wody (w temperaturze 14°C) i glikolu trójetylenowego w temperaturze otoczenia (24°C).

### Wyniki i analiza

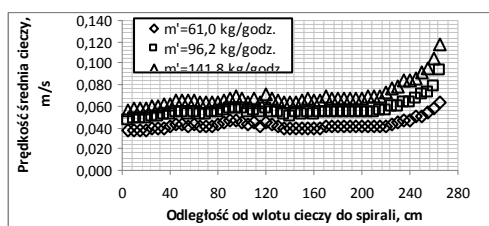
**Badania przepływu cieczy** w kanale ukształtowanym w spiralę Fermata (Rys. 2) miały na celu określenie rozkładu wysokości cieczy wzdłuż kanału, a następnie określenie rozkładu prędkości cieczy wzdłuż jej drogi przepływu oraz czasu przebywania cieczy w kanale. Wyniki badań dla wody przedstawiono na rys. 4, a dla glikolu etylenowego na rys. 5.

Na podstawie przeprowadzonych badań określono całkowity czas przebywania cieczy w kanale spirali Fermata w zależności od masowego natężenia przepływu cieczy. Wyniki przedstawiono w tab. 1.

**Badania ogrzewania i odparowania roztworu** woda-glikol trójetylenowy z użyciem mikrofal przeprowadzono w instalacji przedstawionej na rys. 3.



Rys. 4. Prędkość wody w korycie spirali Fermata w zależności od odległości od wlotu cieczy do spirali



Rys. 5. Prędkość glikolu trójetylenowego w korycie spirali Fermata w zależności od odległości od wlotu cieczy do spirali

Ilość energii  $Q_{grz}$  zużytej na ogrzewanie roztworu woda-glikol trójetylenowy obliczano z równania

$$Q_{grz} = m' C_p \Delta T \quad (1)$$

przy znajomości natężenia przepływu cieczy  $m'$ , ciepła właściwego roztworu  $C_p$  oraz różnicy temperatur cieczy  $\Delta T$  na wlocie i wylocie z aparatu.

Ilość ciepła zużyta na odparowanie cieczy obliczano z równania

$$Q_{par.} = m'_{woda} r_{par} \quad (2)$$

na podstawie znajomości ilości wody  $m'_{woda}$  odparowanej z roztworu oraz ciepła parowania wody  $r_{par}$ .

Tab. 1. Czas przebywania cieczy w kanale spirali Fermata w zależności od natężenia przepływu cieczy

Woda	Natężenie przepływu cieczy $m'$ , [kg/h]	57,3	95,5	190,9	305,5
	Całkowity czas przebywania, [s]	33,1	24,8	17,0	15,4
Glikol	Natężenie przepływu cieczy $m'$ , [kg/h]	61,0	96,2	141,8	-
	Całkowity czas przebywania, [s]	62,8	48,0	39,2	-

Badania ogrzewania i odparowania roztworów woda-glikol trójetylenowy wykonano w dwóch etapach. I etap obejmował badania wykonane dla natężenia przepływu cieczy 60 kg/h, które jest odpowiednie dla potencjalnego wykorzystania w celach komercyjnych. W trakcie badań zmieniano moc grzania mikrofalowego. Badania I etapu wykonano dla temperatury początkowej surowca  $t_{wlot} = 26,5^{\circ}C$  i stężenia początkowego cieczy  $w_p = 3,9\%$  mas. wody. Wyniki badań zamieszczono w tab. 2.

Ponieważ wyniki I etapu badań nie były satysfakcjonujące, jeśli chodzi o możliwość odparowania wody, dlatego w II etapie badań przebadano ogrzewanie i odparowanie roztworów woda-glikol trójetylenowy dla stosunkowo małych natężeń przepływu cieczy i przy zmiennej

Tab. 2. Wyniki badań ogrzewania i odparowania roztworu woda-glikol trójetylenowy przy zmiennej mocy grzania mikrofalowego dla natężenia przepływu surowca wynoszącego 60 kg/h

Moc grzania mikrofalowego, [W]	$w_K$ [% mas]	$\Delta t$	$C_{pir}$ [J/(kgK)]	$Q_{grz}$ [W]	Sprawność grzania [%]
400	3,9	4,4	2270,4	166,5	41,6
800	3,9	11,3	2290,1	431,30	53,9
1500	3,9	22,5	2322,1	870,8	58,0
2500	3,9	35,8	2360,3	1408,2	56,3
3000	3,9	45,5	2387,9	1810,8	60,4

Tab. 3. Wyniki badań ogrzewania i odparowania roztworu woda-glikol trójetylenowy dla stosunkowo małych natężeń przepływu surowca

$m'_{s}$ [kg/h]	Moc [W]	$w_K$ [% mas]	$Q_{grz}$ [W]	$Q_{par}$ [W]	Sprawność grzania [%]	$\frac{Q_{par}}{Q_{grz} + Q_{par}} \cdot 100$
9,54	400	3,72	179,3	1,93	45,3	1,06
9,54	600	3,64	248,2	4,48	42,1	1,77
9,54	800	3,51	353,0	8,63	45,2	2,39
9,54	1100	3,42	498,2	11,49	46,3	2,25
9,54	1500	3,06	571,9	23,56	39,7	3,96
9,54	1800	2,56	643,8	39,69	37,9	5,81
5,17	800	2,95	286,4	14,66	37,6	4,87
5,17	1200	2,15	344,4	28,85	31,1	7,73
3,92	1200	1,45	274,1	31,13	25,4	10,20

nastawie mocy grzania mikrofalowego. Temperatura początkowa surowca wynosiła  $t_{wlot} = 22,9^{\circ}C$ , a jego stężenie początkowe wynosiło  $w_p = 3,9\%$  mas. wody. Wyniki II etapu badań zamieszczono w tab. 3.

## Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono wyraźny wpływ ukształtowania kanału dla przepływu cieczy w formie spirali Fermata na rozkład prędkości cieczy w kanale i czas przebywania cieczy w urządzeniu.

Dla zbliżonego masowego natężenia przepływu cieczy wartości grubości ciekiego filmu i czasu przebywania cieczy w urządzeniu są znacząco większe dla glikolu trójetylenowego niż dla wody.

Ze zmniejszaniem grubości filmu cieczy ogrzewanej mikrofalowo spada sprawność grzania mikrofalowego do 25% całkowitej mocy generowanej przez urządzenie.

Przy dużych wartościach grubości filmu sprawność grzania mikrofalowego jest wyraźnie większa, ale stopień usunięcia wody zdecydowanie maleje. Ciepło jest zużywane głównie na podgrzewanie cieczy, a w małym stopniu na odparowanie wody.

## LITERATURA

- Apiecionek R., Cioska T., (2013). *Method and device for distilling or thickening fluids*. Patent US20130206582 A1, pierwotny właściciel: Plazmatronika NT Sp. z o.o.
- Chandrasekaran S., Ramanathan S., Basak T., (2013). Microwave food processing - A review. *Food Res. Int.*, 52(1), 243-261. DOI: 10.1016/j.foodres.2013.02.033
- Chemat F., Lucchesi M.E., Smadja J., Favretto L., Colnaghi G., Visinoni F., (2006). Microwave accelerated steam distillation of essential oil from lavender: A rapid, clean and environmentally friendly approach. *Anal. Chim. Acta*, 555(1), 157-160. DOI: 10.1016/j.aca.2005.08.071
- Chowdhury T., Shi M., Hashisho Z., Sawada J. A., Kuznicki S. M., (2012). Regeneration of Na-ETS-10 using microwave and conductive heating. *Chem. Eng. Sci.*, 75, 282-288. DOI: 10.1016/j.ces.2012.03.039
- Costa S.S., Gariepy Y., Rocha S.C.S., Raghavan V., (2014). Microwave extraction of mint essential oil - Temperature calibration for the oven. *J. Food Eng.*, 126, 1-6. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2013.10.033
- Dziak J., 2008. Application of radio-frequency wave and micro-wave devices in drying and bleaching of wooden pulp. *Appl. Therm. Eng.*, 28(10), 1189-1195. DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2007.08.002
- Hauser J., Domke K., Pokrzywniak C., 2008. Wykorzystanie ogrzewania mikrofalowego w procesie regeneracji glikolu. *Przegl. Elektrotech.*, (84)7, 80-82
- Komorowska-Durka M., Van Houten R., Stefanidis G.D., (2014). Application of microwave heating to pervaporation: A case study for separation of ethanol-water mixtures. *Chem. Eng. Proc.* 81, 35-40. DOI: 10.1016/j.ccep.2014.04.009
- Robinson J., Binner E., Saeid A., Al-Harashsheh M., Kingman S., (2014). Microwave processing of oil sands and contribution of clay minerals. *Fuel*. 135, 153-161. DOI: 10.1016/j.fuel.2014.06.057
- Robinson J.P., Kingman S.W., Lester E.H., Yi C., (2012). Microwave remediation of hydrocarbon-contaminated soils - Scale-up using batch reactors. *Separation and Purific. Technol.* 96, 12-19. DOI: 10.1016/j.seppur.2012.05.020
- Wójcikowski M., (2007). Badania laboratoryjne regeneracji glikolu trójetylenowego (TEG) z wykorzystaniem promieniowania mikrofalowego. *Wiertnictwo, Nafta, Gaz*, 24, 1, 619-6266