

Analizador dinámico y gravimétrico para la sorción de gases/vapores

Capacidades:

- Isotermas e Isobaras de sorción bajo condiciones estáticas y dinámicas
- Estudios de Adsorción competitiva
- De-gasificación y pre-condicionamiento In-Situ
- Cinéticas de sorción en tiempo real



D V S Vacuum

Analizador dinámico y gravimétrico para la sorción de gases/vapores

El DVS Vacuum es el único sistema de adsorción de gases y/o vapor gravimétrico que ofrece la oportunidad de realizar experimentos estáticos y dinámicos de sorción bajo condiciones atmosféricas y/o sub-atmosféricas y una amplia gama de temperaturas. La capacidad de realizar estudios dinámicos de sorción de vapor/gases permite al investigador simular condiciones reales donde el material está expuesto a ciertas condiciones de temperatura, presión y flujo de gas/vapor. El DVS Vacuum proporciona información detallada de la capacidad de adsorción de materiales y las interacciones que puedan ocurrir al ser expuestos a vapor de agua, vapores orgánicos, gases y sus mezclas. Más importante aún, ofrece datos sobre la comprensión fundamental de procesos de adsorción que pueden ser utilizados en los modelos teóricos existentes.

El DVS Vacuum está diseñado para medir con exactitud y precisión las isotermas e isobaras de adsorción-desorción. El sistema único de control de inyección de moléculas incluido en el DVS Vacuum es controlado aguas arriba y aguas abajo demostrando las cinéticas de adsorción y desorción en tiempo real.

Esto es particularmente atractivo para los ingenieros químicos e Investigadores pioneros trabajando con nuevos materiales para evaluar diversas propiedades de adsorción. Estudios relacionados con sistemas de almacenamiento térmico a base de adsorción, secado, purificación, separación de gases y de captura de CO₂ de los gases de combustión son posibles con este instrumento. Dentro de las aplicaciones adicionales del DVS Vacuum se encuentran estudios fundamentales de secado y sorción de materiales nano-porosos, materiales compuestos, membranas, cerámicas porosas, carbón activado y procesos farmacéuticos. Es posible llevar a cabo experimentos multi-componentes utilizando vapores o moléculas de gases sorbato (estudios de adsorción competitiva) exponiendo la muestra a diferentes mezclas de Gas-Vapor, Vapor-Vapor y/o gas-gas (ej. CO₂-H₂O, Cyclohexano-Metanol, SO₂, etc). El diseño del instrumento permite la de-gasificación in-situ de la muestra con alto vacío y temperaturas hasta 400 °C. Múltiplo ciclos de adsorción/desorción y regeneración de la muestra se puede realizar de forma automática demostrando las cinéticas de sorción en tiempo real utilizando muestras de 5 a 1.000 mg.

Las zeolitas, polímeros porosos, compuestos, Aluminofosfatos (ALPO) y aluminofosfatos sílice (SAPO), geles de sílice, carbón activado y Metal-Organic Frameworks (MOF) son importantes clases de materiales utilizados en diversas tecnologías de sorción. La combinación de sus capacidades de adsorción selectiva y disposición jerárquica de en sus poros permite la entrada de pequeñas moléculas en sus estructuras internas. Tales procesos son típicamente controlados por mecanismos de fisiorción que se rigen por el tamaño molecular, la polaridad y la naturaleza química de la superficie del material adsorbente. En algunos casos, interacciones químicas específicas pueden dar lugar a procesos de quimisorción donde el enlace entre las especie es más fuerte. Esto representa un proceso esencial en el diseño de catalizadores heterogéneos fácilmente evaluables con el DVS Vacuum.

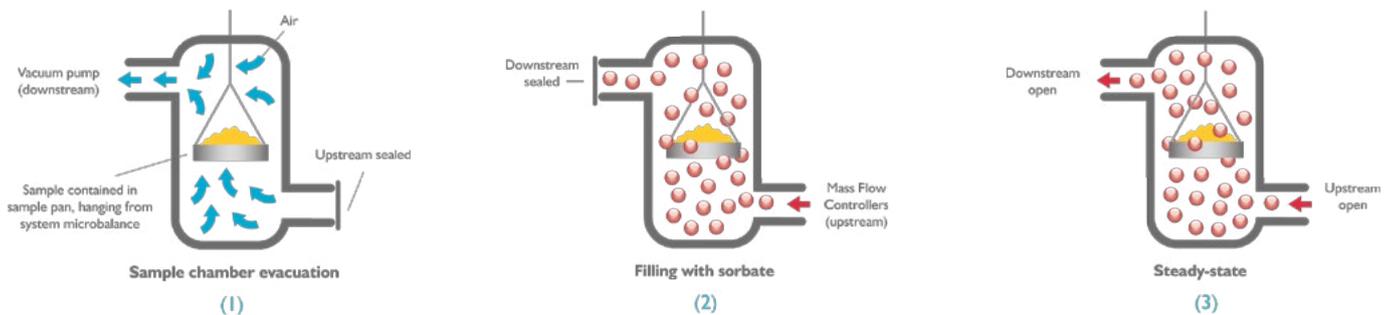
Capacidades únicas del DVS Vacuum:

- Adsorción y desorción bajo condiciones dinámicas/estáticas, isotérmicas o isobáricas
- Estudios de adsorción competitiva de dos moléculas simultáneamente (ej. CO₂-H₂O, Toluene- H₂O, MEOH- H₂O)
- Capacidad de realizar experimentos multi-componentes utilizando diferentes moléculas de vapores (agua, Tolueno, ciclohexano, Octano, Metanol, Etanol, etc) o gases (N₂, CO₂, CO, H₂, O₂, CH₄, NH₃, H₂S, etc).
- Control inigualable de temperatura e inyección de vapores
- De-gasificación In-situ con alto vacío (2x10⁻⁶ Torr) y hasta 400°C
- Generación de múltiples ciclos de sorción/desorción y regeneración
- Cinéticas de sorción y termodinámicas en tiempo real
- Presiones experimentales hasta 2x10⁻⁶ Torr
- Mediciones de adsorción a bajas presiones relativas 0.005 Torr
- Capacidad mínima de entrega de Presión de Vapor relativa del agua a 25°C de 0.05%
- Muestras entre 5 – 1000mg

El DVS Vacuum conceptualizado

Uno de los principios únicos del DVS Vacuum es la capacidad de controlar y medir la entrada y salida del flujo (sorbato: gas y/o vapor); mientras que registra de forma simultánea los cambios en la masa de la muestra. Los beneficios de este principio incluyen: generación de un amplio rango de presiones parciales experimentales, reporte de cinéticas de adsorción en tiempo real, control del tiempo de residencia de la molécula (sorbato) y ciclos térmicos. El DVS Vacuum también cubre una amplia gama de temperaturas permitiendo la determinación de propiedades termodinámicas de la muestra. Esto incluye la capacidad para de-gasificar la muestra in-situ a temperaturas elevadas y alto vacío. Una amplia gama de moléculas, tanto gases como vapores, se controlan a través de un sistema de control de flujo sofisticado. Adicionalmente, el sistema de generación de vapor y la cámara donde se coloca la muestra, se encuentran en equilibrio térmico en una incubadora. Esto permite variar de forma sencilla la molécula de sorbato a inyectar (gas o vapor) y/o variar temperatura sin preocupaciones de condensación o contaminación. La habilidad para seleccionar la molécula sorbato a inyectar abre las puertas a la determinación de una gran cantidad de propiedades y parámetros físico-químicos.

Principio de Adsorción dinámica utilizado en el DVS Vacuum

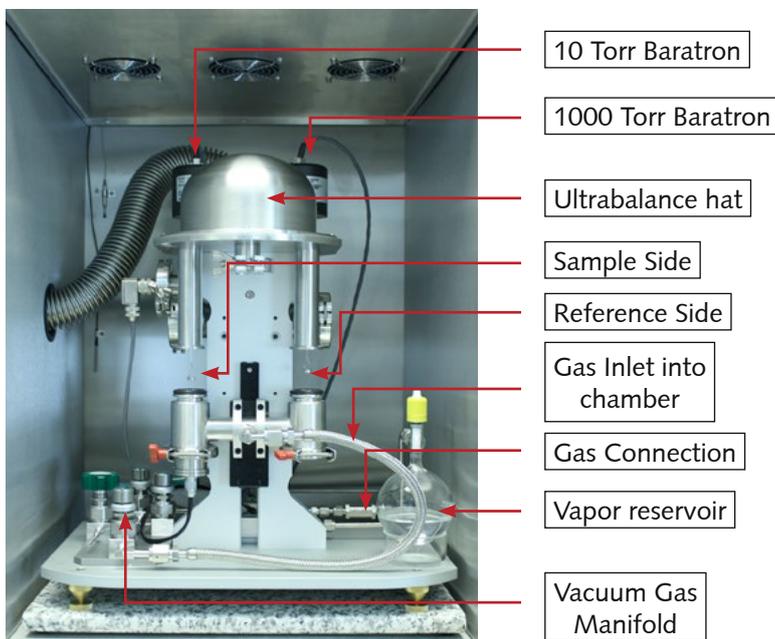


1. Evacuación de la cámara. La muestra es de-gasificada in-situ a alta temperatura y alto vacío. Aguas abajo (downstream) consiste de una válvula mariposa que controla la velocidad de bombeo. En este paso esa válvula se mantiene completamente abierta mientras aguas arriba (upstream) los controladores de flujo másico están cerrados.

2. Llenado de la cámara. Se abren los controladores de flujo másico aguas arriba y se procede a cerrar la válvula mariposa aguas abajo.

3. Estado estable alcanzado. Esto es considerado un estado dinámico, donde la cantidad de moléculas sorbato que entran y salen de la cámara son controladas de forma simultánea.

Diseño del DVS Vacuum



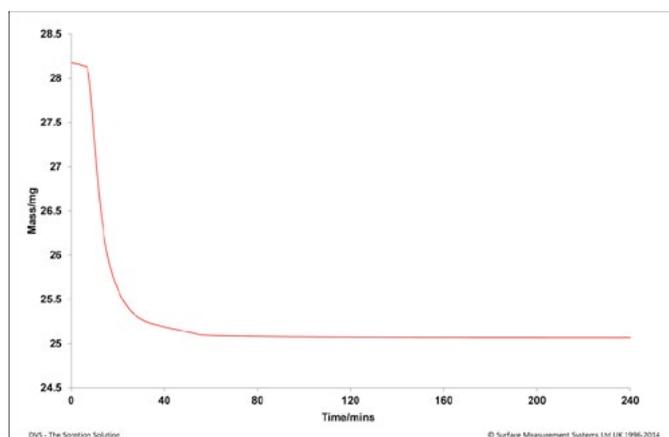
- Modo dinámico (o estático) de operación
- Control del flujo de vapor/gases aguas arriba y debajo de forma simultánea
- Mínima presión medible: 0.005 Torr
- Mínimo incremento programable: 0.05% P/Po
- Sistema cerrado bajo control térmico en el rango de 20 – 70 °C
- Pre-calentador de muestra hasta 400 °C y a alto vacío
- Sistema de inyección de multi-vapores/gases (2 gases, 2 vapores, 1 gas y un vapor)
- Estudios de adsorción de vapor de agua posibles entre 20 y 70 °C hasta 90% P/Po. Rango de P/Po H_2O_{vap} limitado por encima de 70°C
- Baratrons de alta precisión para mediciones de presión
- Transductor para mediciones de presiones de vacío

Aplicaciones del DVS Vacuum

Cinéticas de secado y de-gasificación de muestras

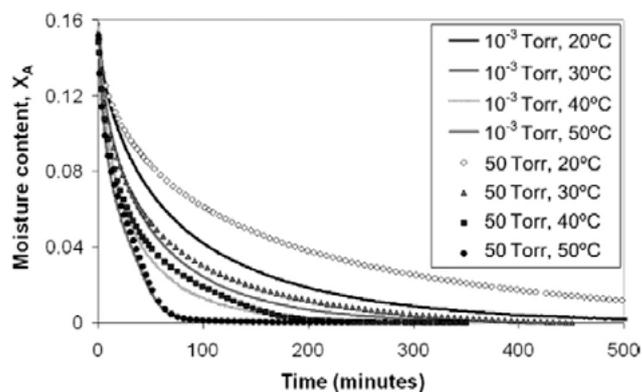
DVS Vacuum amplía la capacidad de de-gasificación de muestras para el estudio de cinéticas de secado y equilibrios de masas antes de iniciar el experimento de sorción. Las muestras pueden ser de-gasificadas a temperaturas de hasta 400°C usando varias velocidades de calentamiento y presiones de vacío de hasta 10^{-7} Torr. Esto es seguido inmediatamente por el experimento de sorción a la temperatura deseada. El operador puede controlar de forma automática el proceso de secado, enfriamiento y sorción sin necesidad de transferir la muestra o retirarla de la cámara experimental.

De-gasificación de Zeolitas 13X



Curva de secado de Zeolita 13X la cual fue expuesta a 400°C y alto vacío

Cinéticas de secado de polvos farmacéuticos

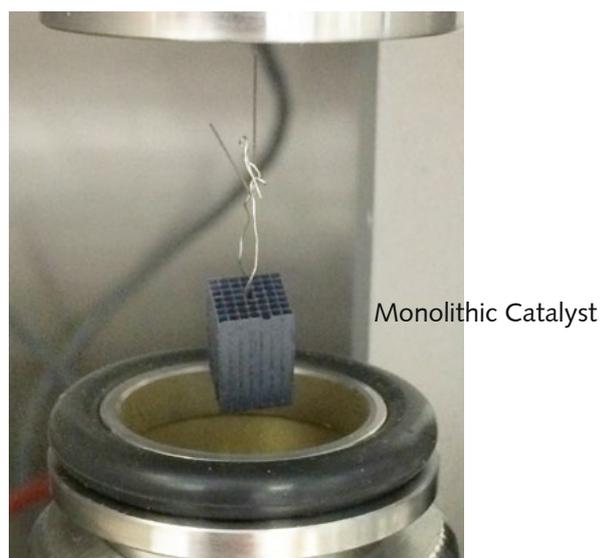


Efecto de la temperatura y presiones de vacío en una muestra de Carbamazepine Dihydrate - Cinéticas de deshidratación

Pre-calentador de alta temperatura y vacío y adaptadores para muestras con diferentes geometrías



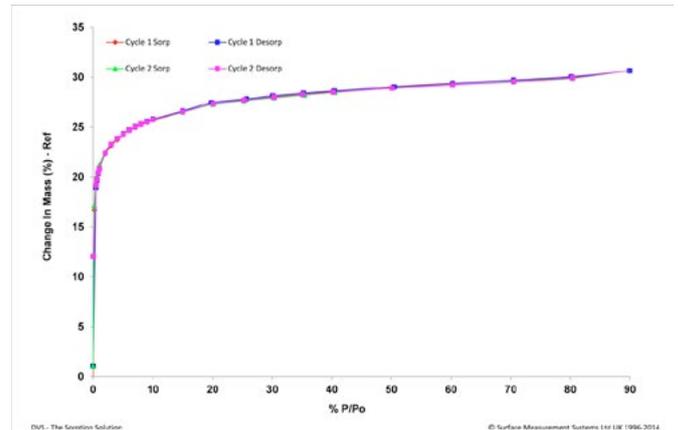
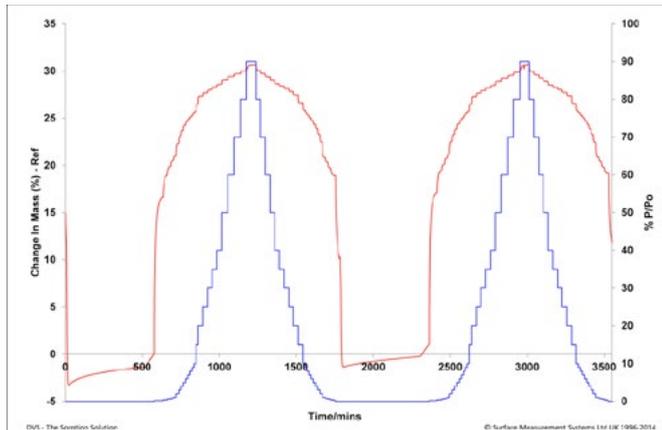
Pre-calentador de alta temperatura para de-gasificación/regeneración in-situ de muestras con capacidad hasta 400 °C. La temperatura es medida con un Pt-100 termopar colocado debajo del Sample Pan o plato de muestra.



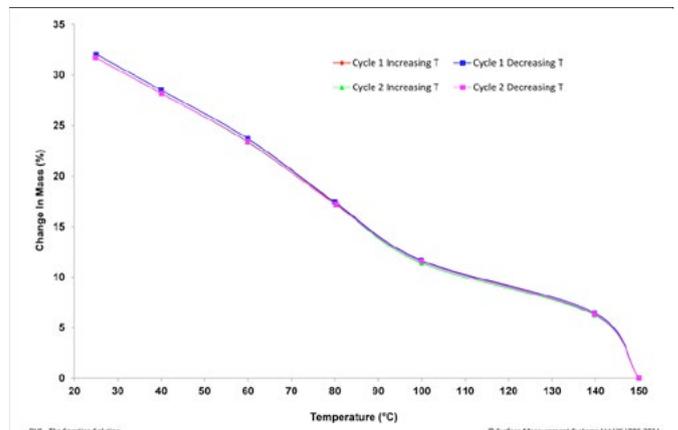
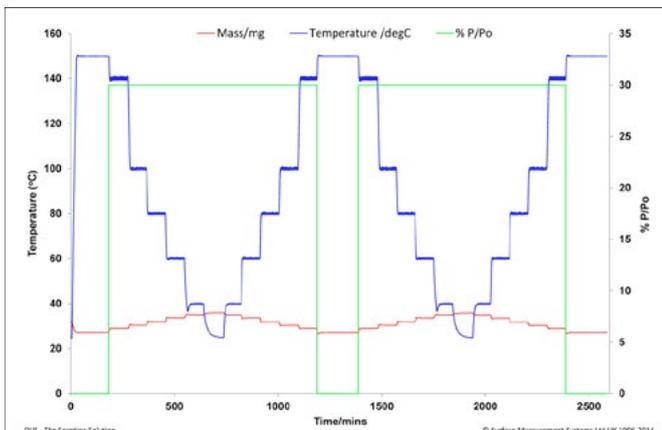
Diferentes muestras como Convertidores catalíticos, películas delgadas y membranas porosas pueden ser examinadas en el DVS Vacuum. Como muestra la figura, es posible utilizar un alambre para conectar la muestra en la cámara experimental. Para experimentos con muestras tradicionales (polvos, bolitas, etc), la muestra se coloca en Sample Pans o platos de muestra fabricados en acero inoxidable. Existen células diseñadas para realizar experimentos con una gran variedad de materiales y aplicaciones (difusión, permeabilidad de películas, celda Knudsen de presiones de vapores, etc).

Adsorción de vapor de agua en Zeolitas y MOFS con aplicaciones para la captura térmica y transformación de calor a través de procesos de adsorción

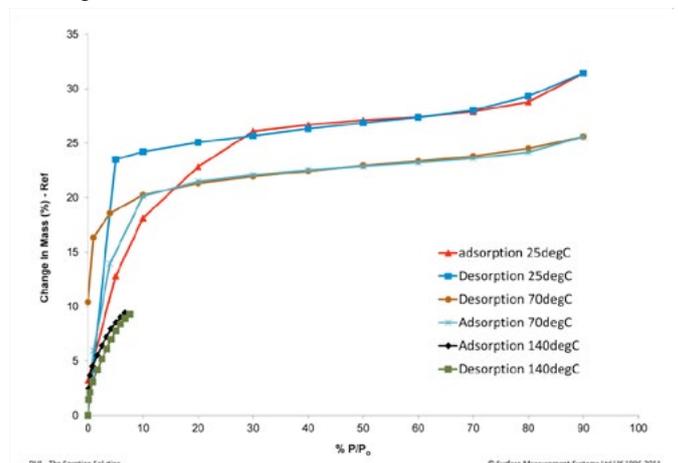
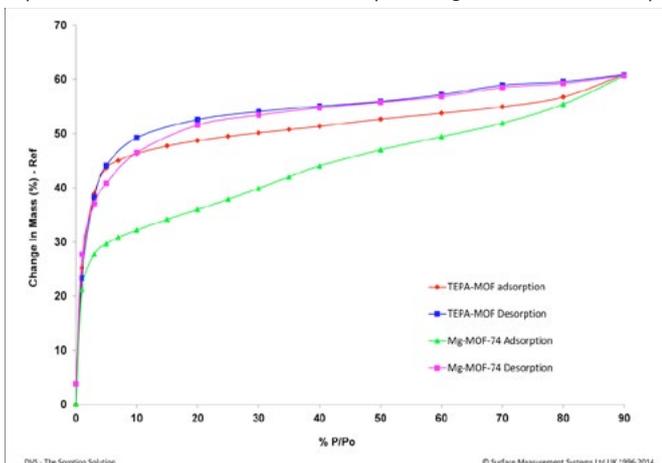
Materiales micro y meso porosos tales como zeolitas 4A, A10 Sylosiv, 13X, MCM-41, aluminofosfatos y MOF's han ganado mucho interés recientemente debido a sus prometedoras aplicaciones en calefacción y tecnologías pioneras de refrigeración. Estos materiales muestran interesantes propiedades de adsorción (con altas o bajas capacidades de absorción de vapor de agua a bajas presiones parciales). Como ilustración, presentamos algunos de los resultados de un amplio estudio con estos materiales en presencia de vapor de agua resaltando: cinéticas de sorción de vapor de agua a presiones parciales bajas, la capacidad total de adsorción, estabilidad del material después de varios ciclos de adsorción/desorción a diferentes temperaturas y la energía requerida para la regeneración de adsorbentes. En adición, la selección de las diferentes moléculas inyectadas y sus mezclas (alcohol- agua) da acceso a parámetros físico-químicos fundamentales para entender el comportamiento de los materiales en condiciones extremas. Ejemplos de isothermas e isobaras de adsorbentes prometedores se muestran a continuación.



Cinéticas de sorción de vapor de agua a 40°C en A10 (polvo, Grace Chemicals) – gráfico izquierdo. Antes de realizar el experimento de sorción, la muestra fue de-gasificada a 180 °C al vacío de 10^{-5} Torr por 480 minutos y posteriormente enfriada a 40°C. La muestra fue regenerada antes de iniciar el segundo ciclo utilizando las mismas condiciones antes descritas. Las isothermas de sorción fueron representadas en el gráfico derecho.



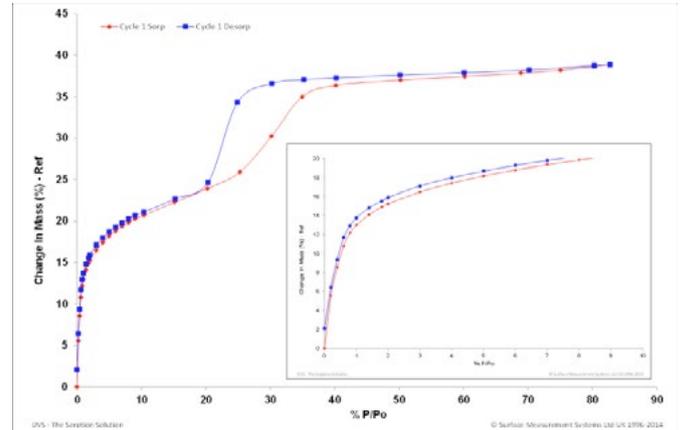
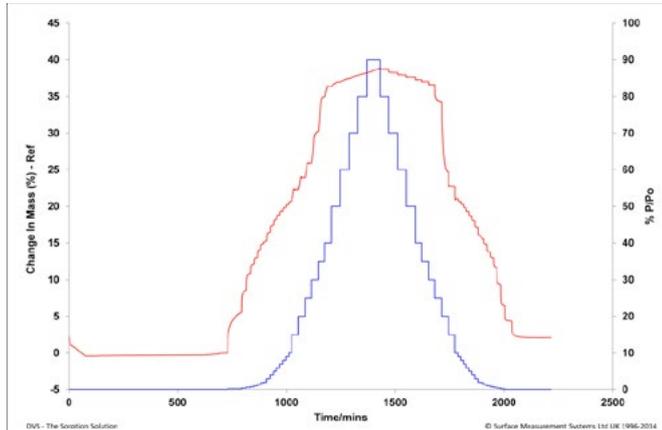
Cinéticas isobaras de sorción a 7.14 Torr en A10 – gráfico izquierdo. Dos ciclos fueron estudiados notando el cambio en la masa (línea roja) durante el paso de adsorción (disminución de la temperatura) y desorción (aumento de la temperatura) ejemplificados como la línea azul. La línea verde representa la presión a 7.14 Torr. Las isobaras de vapor de agua en A10 fueron representadas en el gráfico derecho.



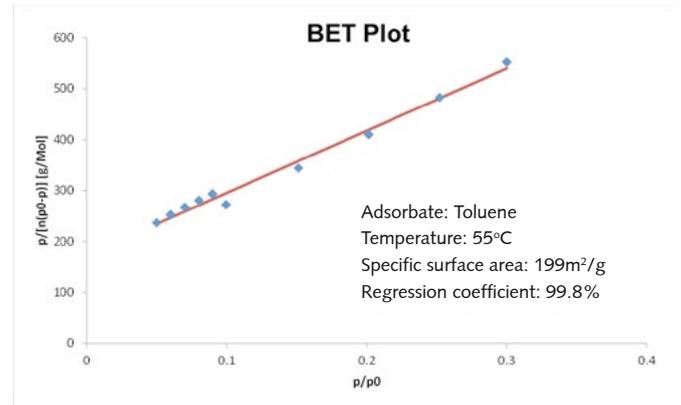
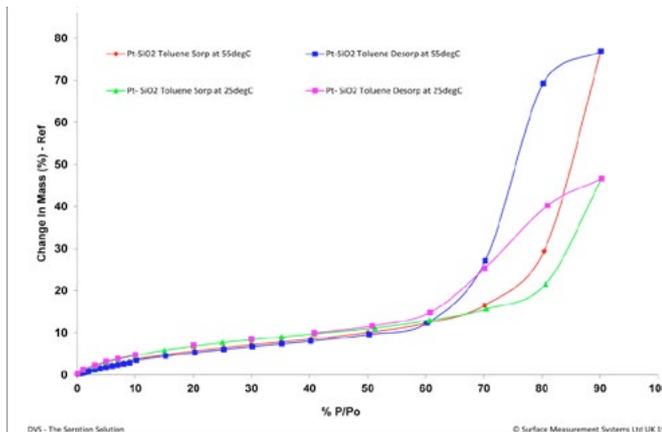
Comparación de isothermas de adsorción/desorción de vapor de agua a 25°C en Mg - MOF- 74 y TEPA - MOF- 74 (Figura izquierda). Mg - MOF y TEPA - MOF fueron preparados por Xiao Su & Lev Bromberg de MIT, depto. Ingeniería Química. Comparación de 4A (Sigma Aldrich, 1/ 16 inch diámetro, bolitas de 1-2mm) isothermas de adsorción/desorción de vapor de agua a 25 , 70 y 140 °C (figura derecha) . La histeresis a 25 °C se debe al hecho de que el equilibrio de masa a baja P / Po no se alcanzó.

Separaciones moleculares de catalizadores y zeolitas

Una amplia gama de moléculas sorbato incluyendo agua, vapores orgánicos (alcoholes, tolueno, benceno, ciclohexano , xileno, acetaldehído , etc.) y los gases son controlados a través de un manifold de flujo sofisticado. Aplicaciones específicas basadas en adsorción requieren la selección estratégica de las moléculas sorbato a estudiar. Dependiendo de la molécula utilizada es posible determinar muchos parámetros físico- químicos, como la selectividad de tamaño y o selectividad química de la muestra.



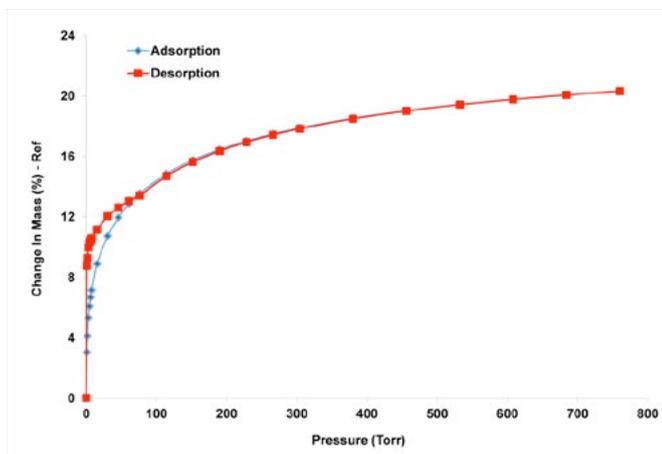
Sorción de benceno a 25 °C en la zeolita Y. Ciclo que muestra la cinética de adsorción/desorción de benceno (gráfico izquierdo) y la isoterma correspondiente (gráfico derecho) a 25 °C. El recuadro muestra la isoterma en la región Henry donde la presión se incrementó en un 0,2 % P / Po .



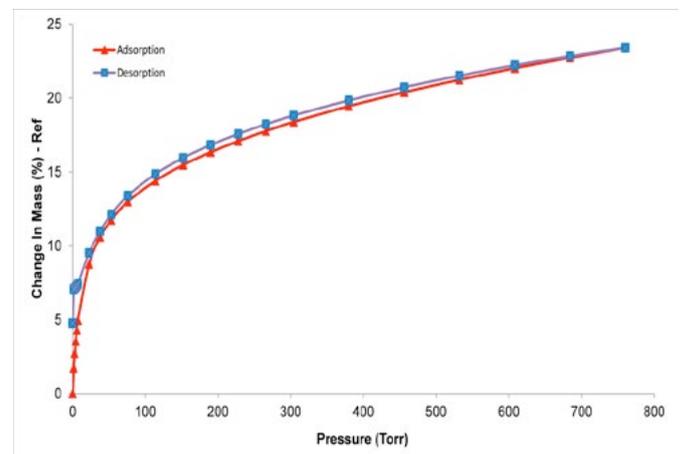
Comparación de isotermas de sorción de Tolueno a 25 y 55°C en Pt-SiO₂ (grafico izquierdo). Determinación del área superficial usando la ecuación BET para sorción de Tolueno a 55°C (gráfico derecho)

MOF y zeolitas como adsorbentes para la captura y almacenamiento de CO₂.

MOF y zeolitas son materiales cristalinos porosos prometedores para la captura de CO₂. Ambos materiales son fuertes candidatos debido a sus altas capacidades de adsorción, viabilidad económica de sus reactivos, así como la facilidad de síntesis.



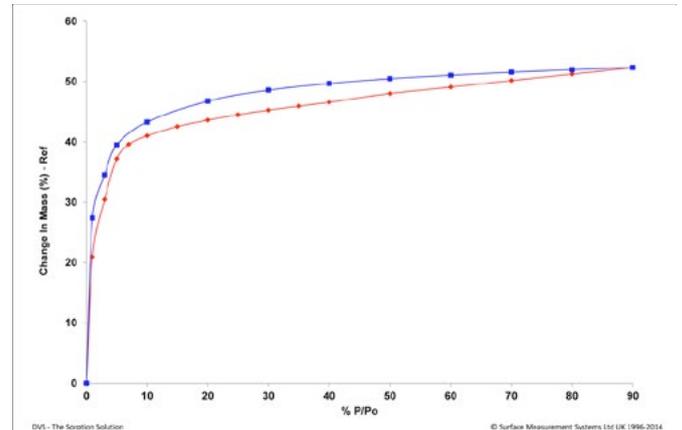
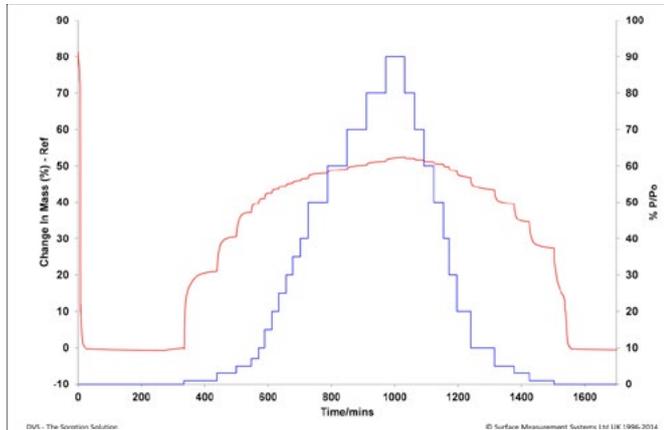
Adsorción- desorción de CO₂ en 13X bajo el intervalo de presión de 0 a 760 Torr a 25°C . 13X estaba en forma de perlas con diámetro de 1-2 mm .



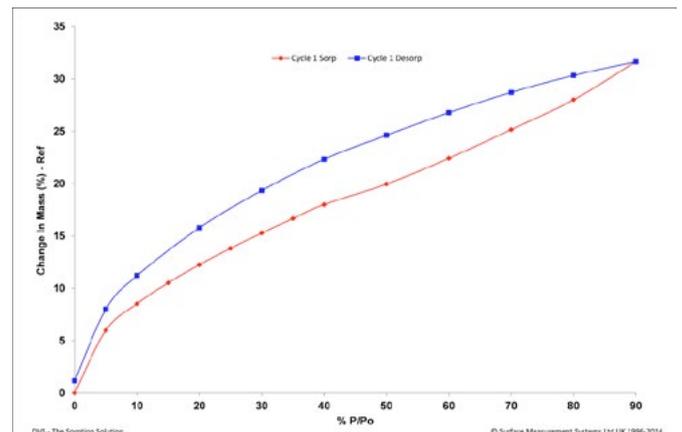
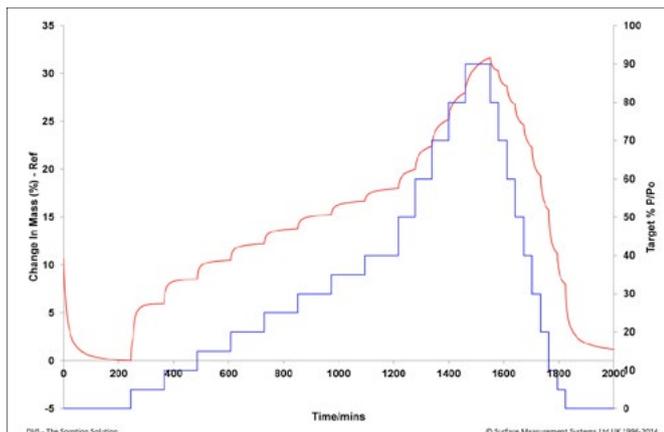
Adsorción- desorción de CO₂ en Mg - MOF- 74 bajo el intervalo de presión de 0 a 760 Torr a 25 °C .

Co- Adsorción en MOF y fibras

Muchos procesos industriales, tales como la purificación de gases, secado, filtración y captura de carbono, utilizan MOFs, sólidos porosos o polímeros porosos para la adsorción de gases o moléculas orgánicas. El vapor de agua a menudo coexiste con gases o moléculas orgánicas y su concentración puede variar en niveles muy bajos a saturados. Por lo tanto es importante entender los efectos de la presencia de vapor de agua en la adsorción de gases o moléculas orgánicas. DVS Vacuum puede ser usado para estudiar la co-adsorción de dos adsorbatos sobre amplios rangos de temperatura presión relativa.



Sorción de 50/50 CO₂/H₂O a 25 °C en una muestra de Mg - MOF- 74. Cinética de sorción (gráfico izquierdo) e isoterma de adsorción/desorción correspondientes en color rojo y azul (gráfico derecho)



Sorción de 50/50 Tolueno/ H₂O a 25 °C en una muestra de Fibra natural. Antes de las medidas de sorción, la fibra fue secada a 25 °C y bajo alto vacío durante 240 min . Ciclos de adsorción/desorción que muestran la cinéticas de Tolueno/H₂O (izquierda) e isoterma resultante (derecha).

Pre-calentador de alta temperatura para de-gasificación y activación

Temperatura máxima: 400°C
Tasas de rampa de Calefacción: 10°C/min
Sensores: Pt-100 Tempopar

Sistema de inyección de gas/vapor (control aguas arriba)

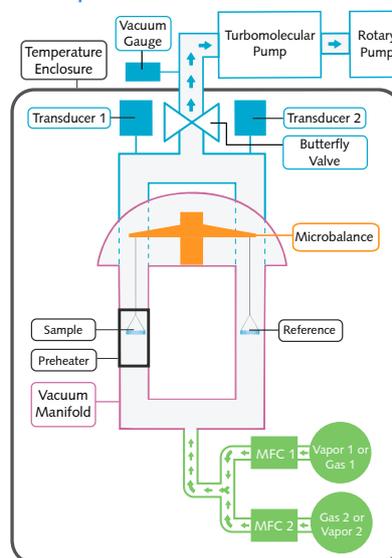
El sistema de inyección consta de controladores de flujo másico (aguas arriba) capaces generar las tasas de flujo deseado para los gases/vapores utilizados

Número de controladores de flujo másico: 2
Escala completa: 200 sccm
Especies de adsorción: disolventes orgánicos es decir, agua, tolueno, metanol, etanol, benceno, acetaldehído
Gases: CO₂, N₂, 2000 ppm NH₄, H₂S

Válvula mariposa (aguas abajo)

La válvula de mariposa regula la cantidad de vapores o gases en el sistema de apertura y cierre dependiendo de la presión dentro de la cámara, mientras que la presión total se mantiene constante.

Esquema del DVS Vacuum



Agua y vapores orgánicos

Es posible generar hasta 90% P/Po vapor de agua en el rango de temperatura entre 20 y 70 °C. Para temperaturas mayores entre 70 y 150 °C , el vapor de agua es generado bajo P/Po limitadas. La generación de vapor de solventes orgánicos está dependerá del punto de ebullición de la sustancia orgánica.

Gases

Adsorción de gases hasta presiones atmosféricas pueden ser realizados utilizando puro o mezclas de gases.

Sistema de Vacío

Bomba de vacío : Bomba rotativa de paletas
Vacío final 1x10⁻³ Torr
Alta bomba de vacío: Bomba turbo molecular
Vacío final: 4x10⁻⁸ Torr .

Soporte de vacío

Manifold : acero inoxidable 316
Válvulas de Diafragma orbital soldada
Sellos : Viton , Kalrez (MFC) , juntas de Cu
Tubo : acero inoxidable de 1/4 pulgada

Especificaciones del sistema

Temperatura

Incubadora cerrada con control de temperatura

Rango de control: entre 20 y 70 °C

Exactitud de regulación: ± 0.2 °C

La incubadora también ofrece protección ante posibles problemas comunes de condensación

Medición de masa

Micro-balance de alta resolución

Masa de la muestra:

Variación de cambio de masa registrable:

± 150 mg

Resolución (precisión): 0.1 μ g

Ruido entre los picos ≤ 0.3 μ g

Medición de la Presión

1000 Torr Baratron: escala completa desde 0.01 hasta

1000 Torr (estándar)

10 Torr Baratron: Escala completa desde 0.005 hasta

10 Torr (estándar)

Otros rangos disponibles bajo pedidos (100 y 500 Torr)

Precisión: ± 0.5 del valor registrado

Resolución: 0.01% de la escala completa

Medición de Presión de Vacío

Transductor de presión de vacío: escala completa desde 1×10^{-8} hasta 760 Torr

Hardware y Software del computador

El sistema está completamente automatizado y puede ser controlado a través del DVS Vacuum software. Es posible analizar la data en tiempo real utilizando el software de análisis propietario de Surface Measurement Systems.

UK (Head office)

Unit 5 Wharfside, Rosemont Road

Alperton, London, HA0 4PE, UK

Phone: +44 (0) 208 795 9400

USA (Regional Office)

2125 28th Street SW, Suite 1

Allentown, PA, 18103

Phone: +1 610 798 8299

Email: sales@surfacemeasurementsystems.com

www.SurfaceMeasurementSystems.com



Surface Measurement Systems

World Leader in Sorption Science