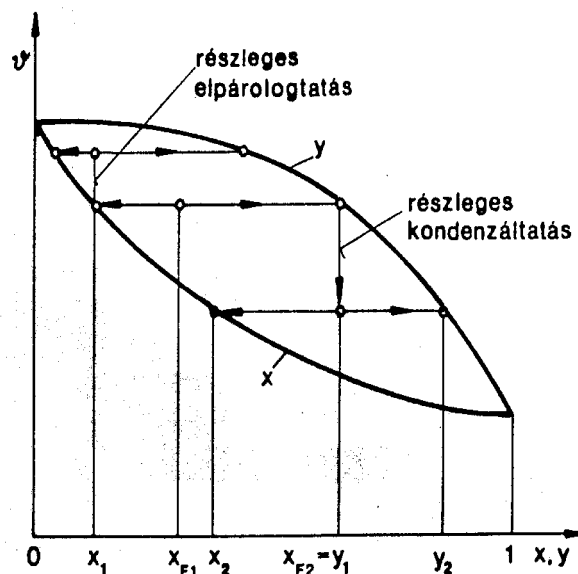


8.9. Folyamatos rektifikálás vizsgálata félüzemi méretű rektifikáló oszlopon.

8.9.1. Bevezetés

Az egyszerű, egyfokozatú reflux nélküli desztillációnál az elválasztás egyetlen egyensúlyi fokozatnak felel meg. Az elválasztás mértéke tehát a komponensek egyensúlyi viszonyainak megfelelően korlátozott.

Az illékonyabb komponens koncentrációját azonban tovább növelhetjük, ha az eddigi egyetlen ún. egyensúlyi fokozat (egyéb használatos elnevezések: elméleti fokozat, elméleti tányér) helyett továbbiakat is alkalmazunk. Ez úgy valósítható meg, hogy az első fokozatból kapott párákat a második fokozatba betáplálva továbbdúsítjuk, és az eljárást többször is megismételjük. Ilyen módon az egyensúlyi desztillációt többszörösen megismételve tetszőleges koncentrációig juthatunk el. Gyakorlatilag ez azt jelenti, hogy a képződő páraáramokat hűtéssel részlegesen kondenzáltatjuk.

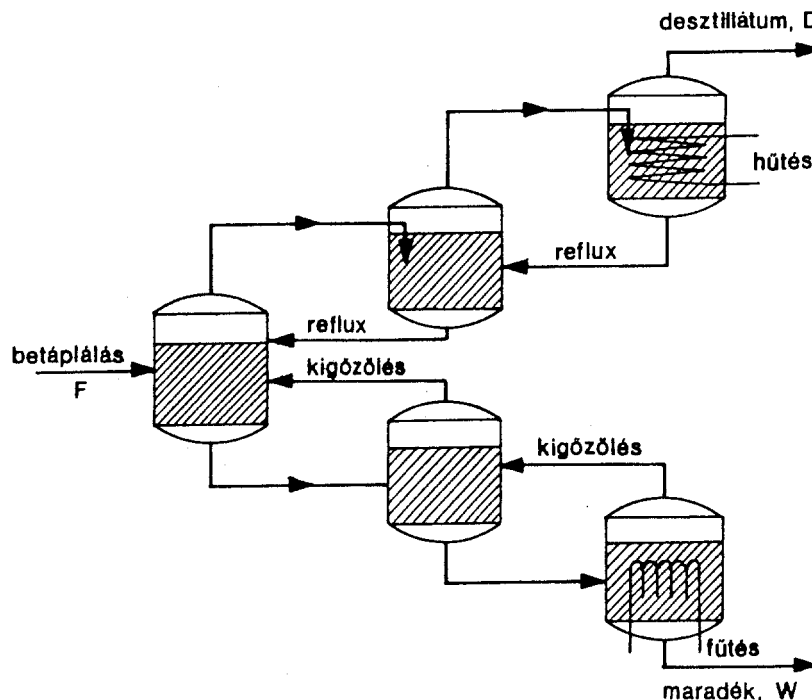


8.9-1. ábra. Részleges kondenzáltatás és részleges elpárolgatás elve

Hasonlóképpen járhatunk el az első egyensúlyi egységből távozó folyadékkal is, amelyet az illékonyabb komponensben való további szegényítés céljából részlegesen elpárolgatunk, és az így kapott pára koncentrációja kisebb lesz az első egy-

ségből távozóénál. Az ily módon megvalósított részleges kondenzáltatást és részleges elpárologatást a forráspontdiagramon az 8.9-1. ábrán mutatjuk be.

Az eljárás gyakorlati alkalmazhatóságát nagymértékben korlátozza az, hogy minden egyes fokozat külön hűtést, ill. fűtést igényel és közbenső gőz-, ill. folyadék-halmazállapotú terméket ad. Kézenfekvő a gondolat, hogy ezeket az áramokat az előző, ill. utána következő fokozatba visszavezetjük és azt ily módon hűtjük, ill. fűtjük. Az elképzelés megvalósításának elvét a 8.9-2. ábra mutatja. Látható, hogy az egész berendezés, egy egyensúlyi kaszkárendszer alkot, amely csak egy helyen igényel fűtést és egy helyen hűtést. A kaszkád két végén két terméket kapunk: egy illékonyabb komponensben dús, gőz-halmazállapotú, és egy illékonyabb komponensben szegény folyadék-halmazállapotú terméket. A gőz-halmazállapotúterméket rendszerint kondenzáltatják, sőt sokszor túlhűtik. A visszavezetett dúsított folyadékot refluxnak (visszafolyásnak), a dúsított terméket desztillátumnak (fejterméknek), az elszegényedett alsó folyadékterméket pedig maradéknak (fenékterméknek) nevezik. A hőenergiát fűtéssel az ún. visszaforralóban vagy visszaforraló üstben (reboilerben) viszik be. Az ilyen műveletet, vagyis a többfokozatú desztillációt rektifikálásnak vagy frakcionált desztillációnak nevezik. Használatos még a rövidített frakcionálás megjelölés is.



8.9-2. ábra Rektifikálás elve

A gyakorlatban a folyamatot egyetlen berendezésben, rendszerint egy függőleges elrendezésű hengeres készülékben valósítjuk meg. Ez a rektifikáló oszlop vagy kolonna, amely a felfelé szálló pára és lefelé csurgó folyadék intenzív érintkeztetése céljából rendszerint vízszintes tányérokat vagy nagy fajlagos felületű részecskékből álló töltetet tartalmaz. A berendezéshez tartozik egy visszaforráló üst (reboiler) a hőközlésre és egy kondenzátor a keletkezett pára kondenzálására.

8.9.2. Elméleti tányérszám meghatározása folyamatos rektifikálás esetén

Az ún. elméleti tányérszámmal jellemezni lehet egy rektifikáló oszlop szétválasztó képességét, vagy egy szétválasztási feladat nehézségét. Elméleti tányérnak nevezük az olyan működő tányért, amelyről a felszálló pára egyensúlyban van a tányérról lecsurgó folyadékkal. Az elméleti tányérszám számítására több módszer ismert. Ezek közül egyszerű számításoknál leggyakrabban a tányérről tányérra való analitikus számítást, vagy az ennek megfelelő McCabe-Thiele féle grafikus módszert használjuk.

Ez a számolásoknál az állandó moláris párolgás tételét alkalmazza, amely szerint az oszlop hossza mentén a felszálló pára (és ezért a lecsurgó folyadék) mólárama állandó. Az állandó moláris párolgás vagy állandó moláris túlfolyás tétele (Lewis-feltétel) úgy értelmezhető, hogy minden egyes mól kondenzálódó pára a tányéron egy mól illékonyabb komponensben dúsabb pára képződését eredményezi. Az állandó moláris túlfolyás tétele feltételezi, hogy:

1. a két komponens moláris párolgáshője azonos,
2. a szenzibilis hőváltozások a párolgáshőkhöz viszonyítva elhanyagolhatók,
3. nincs elegyedési hőeffektus,
4. a hőveszteség elhanyagolható.

8.9.2.1 A rektifikáló kolonna mérlegegyenletei

Egy folyamatos rektifikáló berendezés sematikus rajza a 8.9-3. ábrán látható.

Az $x_D - x_w$ elválasztáshoz szükséges elméleti tányérszám meghatározásához szükségünk van a rektifikálendő elegy egyensúlyi adataira, az anyagáram és a koncentráció értékekre. A meghatározás elve a következő: Az egyes tányérokról lecsurgó folyadék és ugyanazon tányérról felszálló pára koncentrációt jellemző pontok, elméleti tányérok esetén, az egyensúlyi görbén lesznek. Szükségünk van még két szomszédos tányér esetén a felső tányérról lecsurgó folyadék és a vele szemben

felszálló pára koncentrációja közötti összefüggésre, általánosan az $y_{n+1} - x_n$ közötti összefüggésre. Ez az összefüggés az ún. “munkavonal” egyenlete.

8.9.2.1.1. A teljes berendezés anyagmérlege

$$F = D + W \quad (8.9-1)$$

A teljes berendezés komponensmérlege:

$$Fx_F = Dx_D + Wx_W \quad (8.9-2)$$

8.9.2.1.2. A felső oszlop rész anyag- és komponensmérlege.

Ha a be- és kimenő anyagáramokat a kolonna felső, dúsító (rektifikáló) részére vizsgáljuk, a következő egyenlőségeket nyerjük, figyelembe véve az állandó moláris párolgás tételét

$$V_{n+1} = V \quad \text{és} \quad L_{n+1} = L \quad (8.9-3)$$

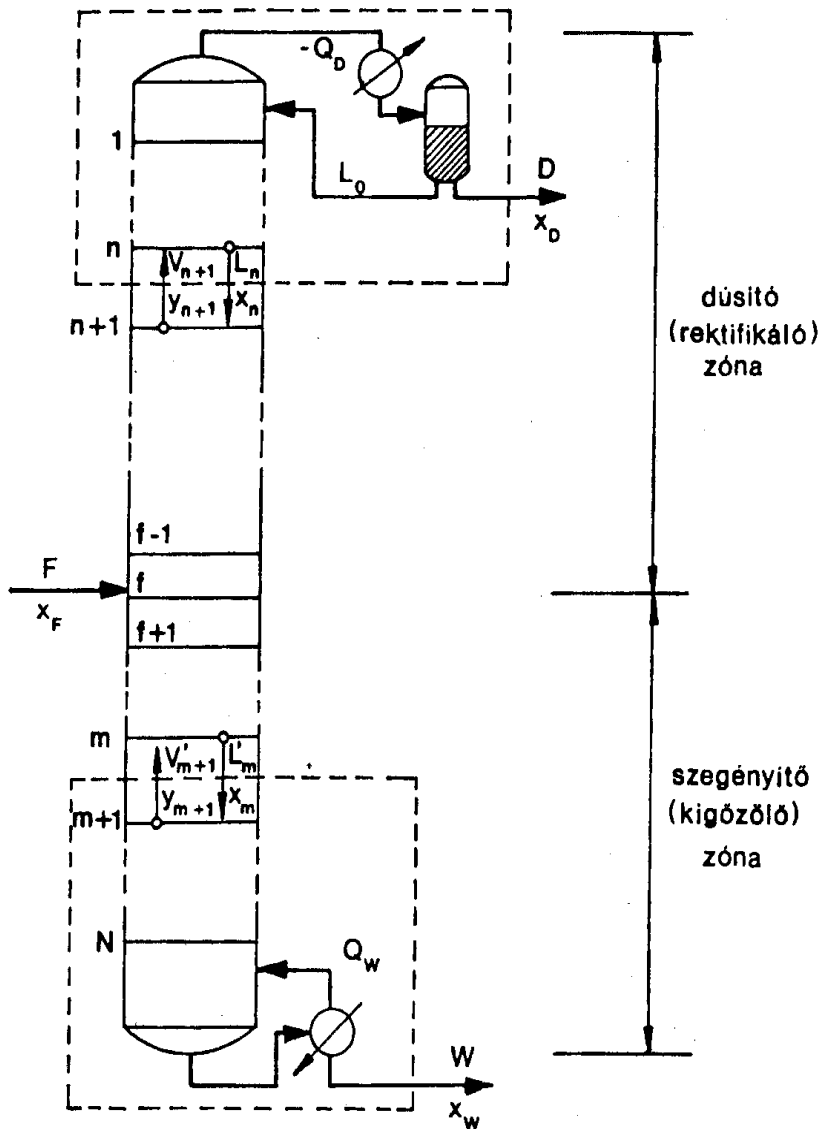
$$V = D + L \quad (8.9-4a)$$

$$Vy_{n+1} = Dx_D + Lx_n \quad (8.9-4b)$$

Az utóbbi egyenlet tartalmazza az általunk keresett $y_{n+1} - x_n$ közötti összefüggést. Ezt az egyenletet átrendezve és felhasználva az ún. “refluxarány” fogalmát, amely a lecsurgó folyadék és a desztillátumáram aránya ($R = L/D$), megkapjuk a rektifikáló oszlop felső oszlop részének munkavonal egyenletét:

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1} x_n + \frac{x_D}{R+1} \quad (8.9-5)$$

A munkavonal egyenlete tehát egy tányérról lecsurgó folyadék és az alatta lévő tányérról felszálló gőzáram koncentrációi közötti összefüggést fejezi ki.



8.9-3. ábra. A folyamatos rektifikáló berendezés sematikus rajza

8.9.2.1.3. Az alsó oszloprész anyag- és komponensmérlege

Hasonló egyenleteket írhatunk fel a kolonna alsó (szegényítő) részére. Az alsó oszloprészben az áramok azonban különböznek a felső oszloprészben folyó áramoktól, jelöljük ezeket L' és V' -vel. A különbség oka a betáplálás, amely a hőállapotától függően a lecsurgó folyadék, ill. a felszálló pára móláramát megváltoztatja.

$$L' = V' + W \quad (8.9-6a)$$

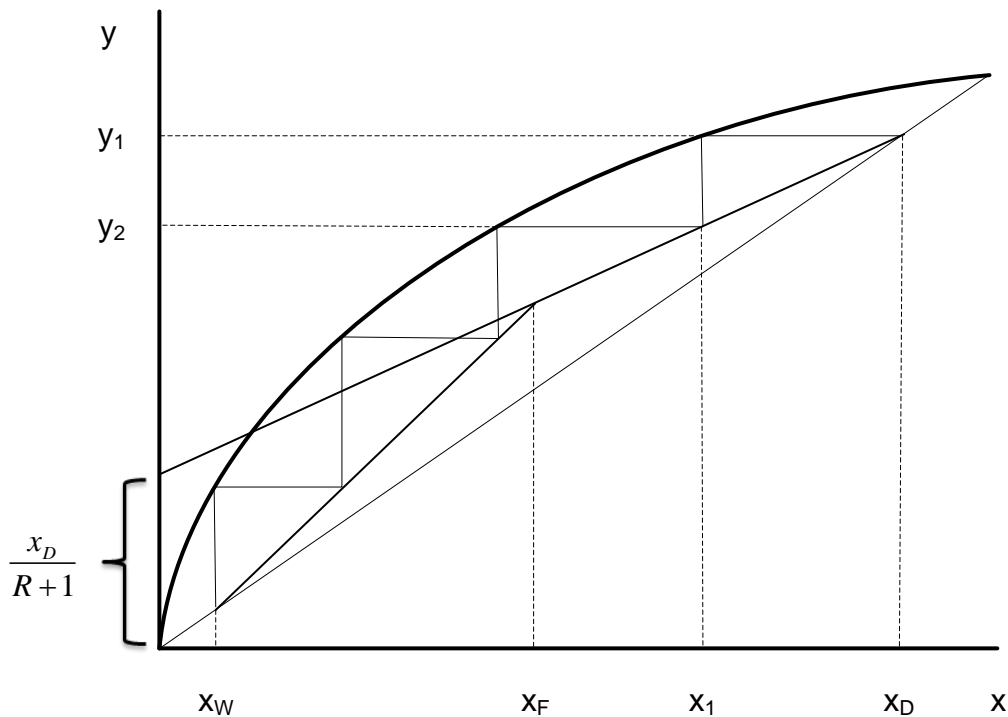
$$L'x_m = V'y_{m+1} + Wx_w ; \quad (8.9-6b)$$

Ebből az egyenletből y_{m+1} -et kifejezve kapjuk az alsó oszloprész munkavonal egyenletét:

$$y_{m+1} = \frac{L'}{V'}x_m - \frac{W}{V'}x_w \quad (8.9-7)$$

8.9.2.1.4. McCabe - Thiele féle grafikus szerkesztés.

A szerkesztés menete a 8.9-4. ábrán látható.



8.9-4. ábra. Elméleti tányérszám meghatározása a McCabe - Thiele féle szerkesztéssel

A szerkesztés első lépéseként elkészítjük a rektifikálandó elegy egyensúlyi diagramját. Berajzoljuk a felső oszloprész munkavonalát. Ezt célszerű $x_D = y_1$ pont és az $\frac{x_D}{R+1}$ tengelymetszet alapján elvégezni. Az alsó oszloprész munkavonal egyenlete, forrponyi folyadék betáplálása esetén mint két ponton átmenő egyenes szerkeszthető meg, a két pont az $y = x = x_w$ pont és a felső munkavonal és az $x = x_F$ egyenes metszéspontja. Következő feladat "lépcsőket" rajzolni az egyensúlyi görbe és a munkavonal közé. A lépcsőknek az egyensúlyi görbén levő pontja az azonos tányéért elhagyó fázisok koncentrációit, a munkavonalon levő pontjai pedig a szom-

szédos tányérok elhagyó két fázis koncentrációit adják meg. A 4. ábrán látható, hogy az első tányérról felszálló y_1 összetételű pára koncentrációja a totálkondenzáció miatt megegyezik x_D desztillátum összetételével. Az első tányérról lecsorgó x_1 összetételű folyadék koncentrációja az egyensúlyi görbéről olvasható le. Az egyes számú tányérról lecsorgó x_1 összetételű folyadékkal szemben a kettes számú tányérról felszálló pára y_2 összetételét x_1 -hez a munkavonalról kapjuk meg. Az x_D és x_w pontok közé így beszerkeszthető "lépcsők" száma megadja az adott elválasztáshoz szükséges elméleti tányérok számát.

Megjegyzés: Vizsgálat céljából gyakran használjuk az un. "teljes reflux" -szal történő rektifikálást, melynek célja lehet adott geometriájú töltött oszlop elválasztóképességének meghatározása. A töltött oszlop elválasztóképessége az elválasztandó komponensek relatív illékonyságától is függ, így minden elegeyre más. A teljes refluxszal történő rektifikálás során $D = 0$; $W = 0$ és így $F = 0$. Ebből következik, hogy a refluxarány R végtelen. A két munkavonal ilyenkor egybeolvad: mindkettő a négyzet átlóján lesz.

8.9.3. A rektifikáló kolonna leírása.

A teljes berendezés elvi folyamatábrája a 8.9-5. ábrán látható. A rektifikáló berendezés fő elemei:

- A** jelű 100 dm³ térfogatú forraló, amelynek köpenytere és belső csőkiyója gőzzel fűthető.
- B** jelű 150 mm belső átmérőjű, $H=1,5$ m hosszúságban VM-350-es rendezett töltettel töltött rektifikáló oszlop.
- C** jelű kondenzátor.
- D** jelű refluxelosztó.

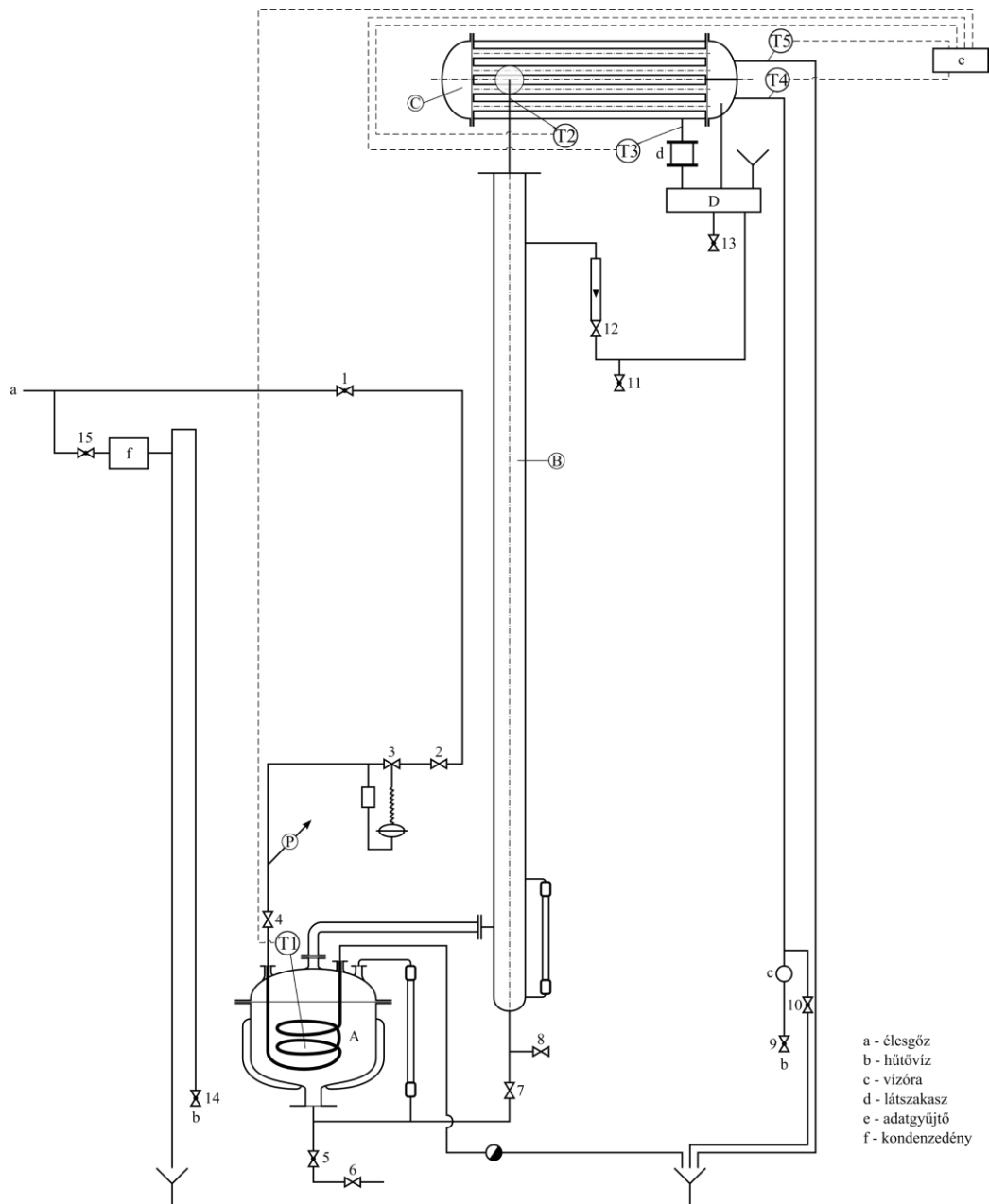
Hőmérsékletmérők:

T1	Üsthőmérséklet
T2	Parahőmérséklet
T3	Parakondenzátum hőmérséklete
T4	Belépő hűtővíz hőmérséklete
T5	Kilépő hűtővíz hőmérséklete

A készüléket a jelenlegi mérés során légköri nyomáson, teljes refluxszal, etanol-víz eleggyel üzemeltetjük, fűtés a csőkiyón keresztül történik.

Meghatározandó:

- a töltet egy méterére jutó elméleti tányérszám,
- az oszlop terhelési tényezője az oszlop fejen és az oszlop alján,
- a kondenzátor hőmérlége.



8.9-5. ábra. A folyamatos rektifikáló berendezés elvi folyamatábrája

A mérés menete:

Ellenőrizzük, hogy (6), (11), (13) csapok zárva vannak-e, illetve, hogy a (4) gőzszelep és a (14) csap nyitott állásban van-e.

A (9) csappal megindítjuk a kondenzátor hűtővizét, amelynek áramát a mérés során úgy állítjuk be, hogy a belépő és a kilépő hűtővíz hőmérsékletkülönbsége legalább 10°C legyen, de ne haladja meg a 40°C-ot. Az átment hűtővíz mennyisége a (c) vízórával mérhető.

A (2) szelep teljes nyitásával ráadjuk a gőzfűtést az üstben lévő csőkígyóra, majd megvárjuk, míg a stacioner állapot beáll, melyet a mért hőmérsékletek állandó értéke jelez. Az instacioner állapot mérési adatait az alábbi fejlécnek megfelelően jegyezzük fel.

Időpont	T1	T2	T3	T4	T5	Reflux rota állása
	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	skr

A stacioner állapot beállása után, az alábbi adatokat olvassuk le majd a (6) és (11) csapokon keresztül mintát veszünk, amelyekből meghatározzuk a fej- és fenéktermék összetételét:

Légköri nyomás	Hgmm
Fűtőgőz nyomása a csőkígyóban	bar
Reflux rotaméter állása (felső úszó)	lit/h
Belépő hűtővíz hőmérséklete	°C
Kilépő hűtővíz hőmérséklete	°C
Parakondenzátum hőmérséklete	°C
Pára hőmérséklete	°C
Üst hőmérséklete	°C
0,1 m ³ hűtővíz átfolyási ideje	min s
Fejtermék sűrűsége	mg/lit °C-on
Fejtermék összetétele	m%
Fenéktermék összetétele	területek aránya m%
<hr/>	
Fejtermék etanol tartalma	mol/mol
Fenéktermék etanol tartalma	mol/mol
Elméleti tényérszám	db

Az üst összetételét gázkromatográfval, a fejtermék összetételét areométerrel határozzuk meg. Az összetétel adatokat ellenőrizni lehet az etanol-víz rendszer egyensúlyi diagramján, 8.9-7 8.9-8 ábrák.

Leállítás: zárjuk (2) fűtőgőz szelepet, megvárjuk, míg a páraáram a fejben nullára csökken, ez után 5 perccel elzárjuk a (9) hűtővíz csapot.

Kiértékelés

a) A töltet egy méterére jutó elméleti tányérszám

A mért fej- és fenéktermék-koncentrációból grafikus tányérszám szerkesztéssel meghatározzuk az elméleti tányérszámot. Ehhez program áll rendelkezésre, hogy a szerkesztés kis és nagy etanol koncentrációknál is pontos legyen. A töltet egy méterére eső tányérszám ebből számolható.

b) Az oszlop terhelési tényezője

$$\text{A terhelési tényező: } F = v\sqrt{\rho_G} \quad (\sqrt{\text{Pa}}) \quad (8.9-8)$$

ahol v gőzsebesség az oszlopban¹ (m/s)

ρ_G gőzsűrűség (kg/m³)

A pára sűrűsége tökéletes gáztörvény alapján számítható

$$\rho_G = \frac{\bar{M}}{22,41} \cdot \frac{P}{P_N} \cdot \frac{T_N}{T} \quad (8.9-9)$$

ahol P_N és T_N a normálállapotú gázok nyomása és hőmérséklete, P a légköri nyomás a mérés idején, T a pára hőmérséklete.

A gőzsebesség a reflux rota állásából kiszámolható. Mivel a rotaméter skálája vízre vonatkozik, a párasebesség számításához a rotaméteren leolvasott (l/h víz) értéket először (l/h etanol-ra) kell átszámítani. Ez az átszámítás a következő összefüggéssel végezhető el:

$$W_{\text{Reflux}} \approx W_{\text{víz}} \sqrt{\frac{\rho_{\text{víz}}}{\rho_{\text{EtOH}}}}, \quad (\text{dm}^3/\text{h}) \quad (8.9-10)$$

¹ A gőz alatt továbbra is a kolonnában felfelé szálló páraáramot értjük, ami nem összetévesztendő a fűtőgőz árammal.

Ezután a folyadék állapotú etanol térfogatáramot az etanol folyadék sűrűségével tömegáramra számítjuk át, ami a teljes reflux miatt megegyezik az oszlopban fel szálló gőz tömegáramával.

$$\dot{m}_{fej} = W_{\text{Reflux}} \cdot \rho_{EtOH} \quad (8.9-11)$$

Ebből a gőzsűrűséggel kapjuk a gőz térfogatáramát,

$$\dot{V}_{\text{pára, fej}} = \frac{\dot{m}_{fej}}{\rho_{G, fej}} \quad (8.9-12)$$

amiből az oszlopátmérő ismeretében számíthatjuk a gőzsebességet,

$$v_{fej} = \frac{\dot{V}_{\text{pára, fej}}}{D^2 \pi / 4}, \text{ ahol } D \text{ az oszlop belső átmérője} \quad (8.9-13)$$

majd a terhelési tényezőt.

A terhelési tényező meghatározását mind a fejtermék, mind a fenéktermék adataival végezzük el, feltételezve az állandó moláris párolgás tételét.

Ez oly módon végezhető el, hogy a fejtermék tömegáramát az összetétel ismeretében moláramra számítjuk át,

$$\dot{n}_{fej} = \frac{\dot{m}_{fej}}{\bar{M}_{fej}}, \text{ ahol } \bar{M}_{fej} \text{ a pára átlagos moláris tömege a fejben} \quad (8.9-14)$$

ez lesz azonos a fenéktermék moláramával, amiből a fenéktermék összetételének ismeretében kiszámíthatjuk fenéktermék tömegáramát,

$$\dot{m}_{fenék} = \dot{n}_{fenék} \cdot \bar{M}_{fenék} \text{ a pára átlagos moláris tömege a fenéken} \quad (8.9-15)$$

majd az összetételhez tartozó gőzsűrűségen keresztül a gőz térfogatáramot

$$\dot{V}_{\text{pára, fenék}} = \frac{\dot{m}_{fenék}}{\rho_{G, fenék}} \quad (8.9-16)$$

és abból a gőzsebességet,

$$v_{fenék} = \frac{\dot{V}_{\text{pára, fenék}}}{D^2 \pi / 4} \quad (8.9-17)$$

majd az alsó oszloprész terhelési tényezőjét.

c) Hőmérleg

A hőmérleget a kondenzátorra írjuk fel (8.9-6. ábra), a hővesztéstől tekintsünk el.

$$V i_V'' + H c_{P_{\text{víz}}} \mathcal{G}_{be} = L c_{PL} \mathcal{G}_L + H c_{P_{\text{víz}}} \mathcal{G}_{ki} \quad (8.9-18)$$

átrendezve:

$$V (i_V'' - i') = V r = H c_{P_{\text{víz}}} (\mathcal{G}_{ki} - \mathcal{G}_{be}) \quad (8.9-19)$$

$V = L$ a totálkondenzáció miatt

ahol

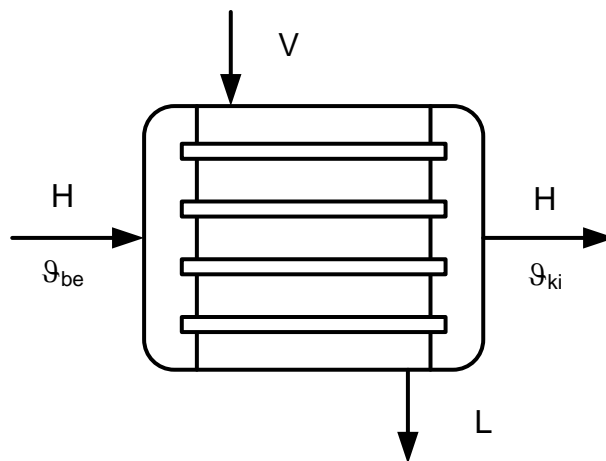
V a párlat mennyisége (kg/h)

L a kondenzátum mennyisége (kg/h)

H a hűtővíz mennyisége (kg/h)

A számítás során a kondenzátorból távozó folyadék forrponi hőmérsékletűnek tekinthető ($c_{pL} \mathcal{Q}_L = i'$).

Adatok: Az etanol párolgáshője $r = 840 \text{ kJ/kg}$
Etanol sűrűsége a közepes hőmérsékleten $\rho_{EtOH} = 782 \text{ kg/m}^3$

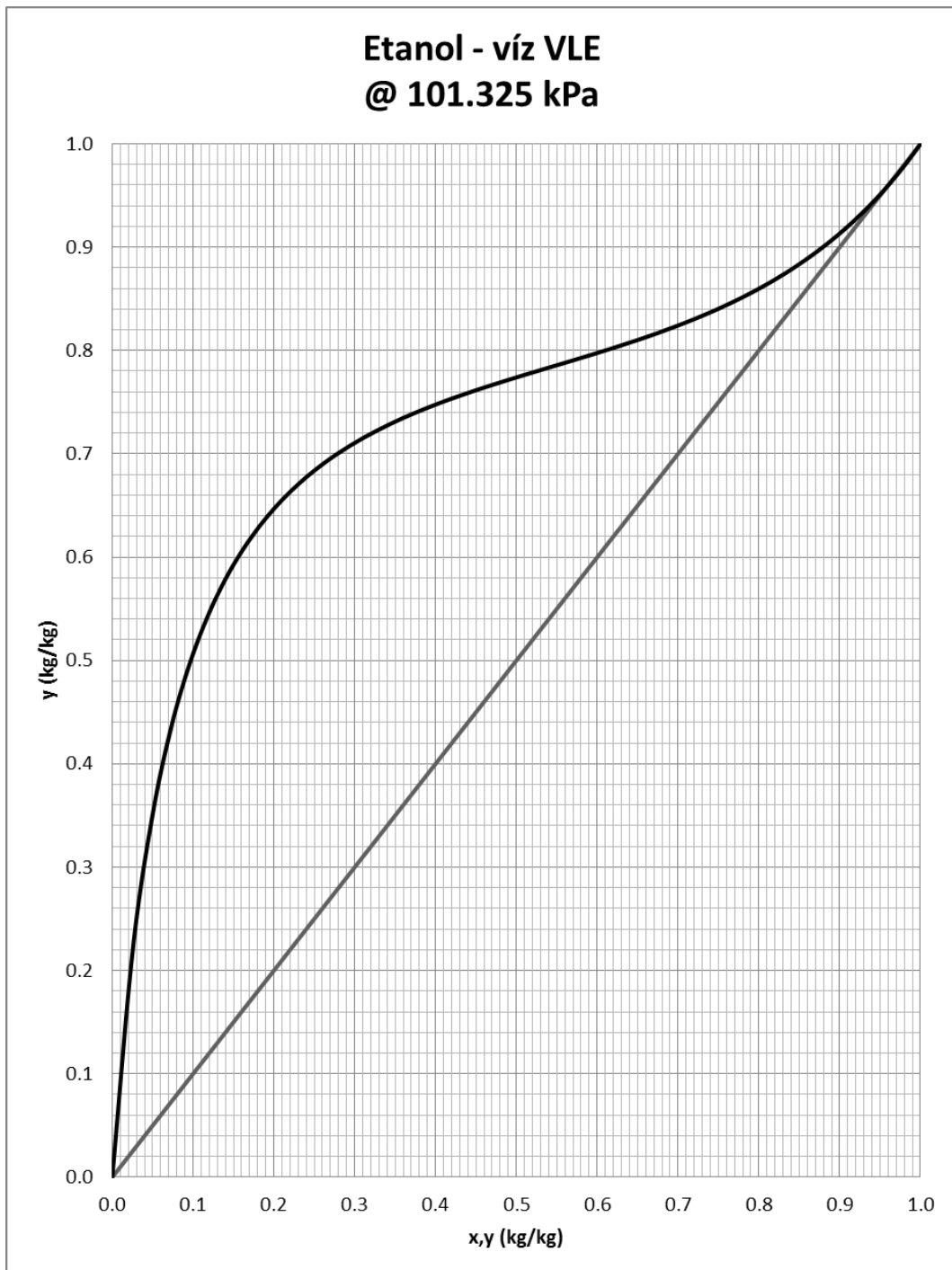


8.9-6. ábra. A kondenzátor vázlatos rajza

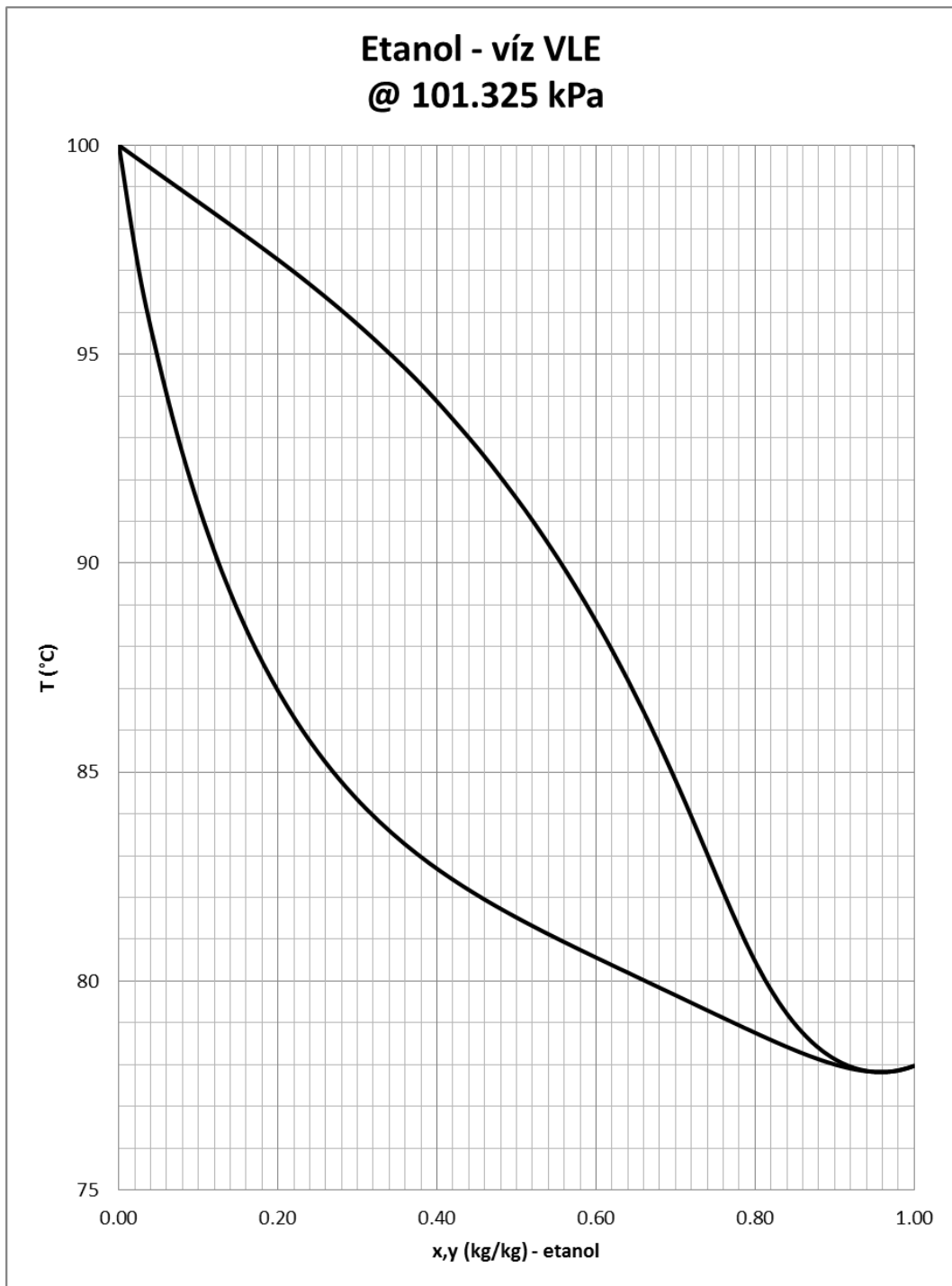
Számolja ki a hőmérleg mindkét oldalát. Diskutálja a hőmérleg hibáját.

Kérdések felkészüléshez

1. Vázoljon fel egy teljes refluxszal üzemeltett rektifikáló oszlopot. Írja fel annak anyag- és komponensmérlegét!
2. A mért paramétereket a kiértékelésnél mire fogja használni?
3. Mitől függ az oszlop elméleti tányérszáma?
4. Mit mutat meg a terhelési tényező, miért fontos paraméter?
5. Mi az areométer, hogyan működik?
6. Hogyan kell összetélt tömegtörtből móltörtbe átszámolni?
7. Hogyan kell egy gázkromatogramot mennyiségi és minőségi elemzés céljából kiértékelni, ha a minta-előkészítés során belső standard-et használunk?



8.9-7. ábra. Etanol-víz rendszer gőz-folyadék egyensúlyi diagramja
(UNIQUAC modell, 1 bar)



8.9-8. ábra. Etanol-víz rendszer forrpoint diagramja
(UNIQUAC modell, 1 bar)

Részletes elméleti összefoglalás a folyamatos rektifikáláshoz:

Fonyó Zs., Fábry Gy.: Vegyipari Műveletteni Alapismeretek, Nemzeti Tankönyvkiadó, Budapest, 1998. pp 626-650.

Készítette:	Manczinger József, Benkő Tamás
Ellenőrizte:	Fonyó Zsolt, Rév Endre
Számítógépes kiértékelés:	Bánsághi György