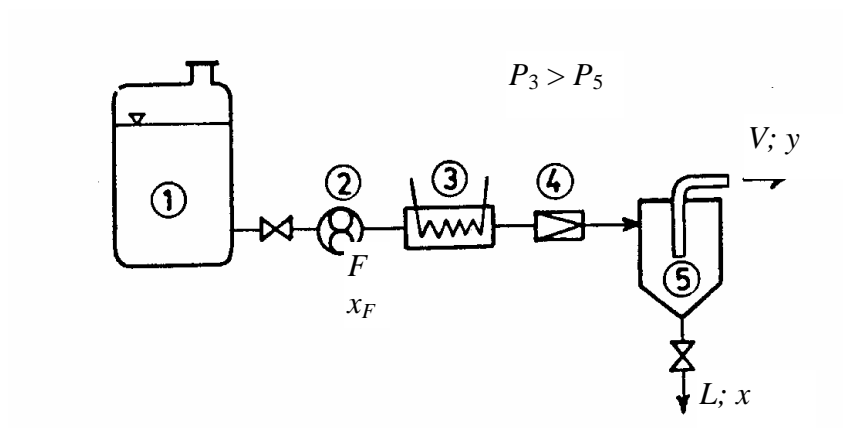


8.8. Folyamatos egyensúlyi desztilláció

8.8.1. Elméleti összefoglalás

Folyamatos egyensúlyi desztillációnak vagy flash lepárlásnak nevezzük azt a desztillációs műveletet, amelynek során egy folyadék elegyet felmelegítés után vagy egyidejű forralással állandó áramban egy desztilláló rendszerbe táplálunk és a keletkező egyensúlyi gőz és folyadékfázist egy fázis szeparátorban (egyensúlyi kamrában) elválasztva külön-külön elvezetjük. A művelet során az idő függvényében a rendszer össznyomása, hőmérséklete, valamint a két egyensúlyi fázis összetétele nem változik.

A művelet egyik gyakorlati megvalósítási módja látható az 8.8-1. ábrán.



8.8-1. ábra

Folyamatos desztilláció (flashing)

E szerint a szétválasztandó elegyet az 1. adagoló tartályból a 2. adagoló szivattyúval a 3. hőcserélőn keresztül P_3 nyomáson a 4. fojtószelep előtt az 5. fáziszszezátorban lévő P_5 nyomáson lévő forráspontjánál magasabb hőmérsékletre hevítjük, majd a P_3 nyomáson felmelegített elegyet P_5 nyomásra expandáltatva (flash vagy fojtásos elpárologtatás) a folyadék egy részét elpárologtatva egyensúlyi összetételű gőz és folyadékfázist kapunk.

Az 8.8-1. ábra alapján a műveletre a következő mérlegegyenletek írhatók fel:
anyagmérleg:

$$F = L + V \quad (8.8-1)$$

komponens mérleg:

$$F x_F = L x + V y \quad (8.8-2)$$

A szükséges számítások az (8.8-1) és (8.8-2) mérlegegyenletek felhasználásával elvégezhetők. A mérlegegyenletek mólamokkal vagy tömegáramokkal is felírha-

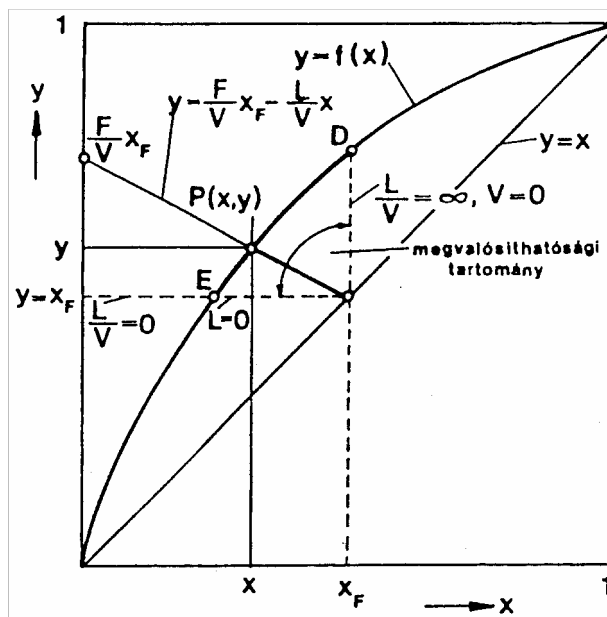
tók. A folyamatos egyensúlyi desztilláció másik gyakorlati megvalósítása történhet oly módon, hogy pl. egy fűtött duplikátorba folyamatos üzemben táplálunk be F mennyiségű és x_F összetételű folyadékkeleget maradékként L mennyiségű és x összetételű maradékot és V mennyiségű és az x folyadék összetétellel egyensúlyban lévő y összetételű gőzfázist kapunk. Folyamatos üzemben erre a rendszerre is az (8.8-1) és (8.8-2) egyenlet írható fel, tehát a két megoldás számítása is azonos módon történik. A második módszer gyakorlati kivitelezését azonban egy felfutási (indítási) szakasznak kell megelőznie, amelynek ismertetésére a későbbiek során térünk ki.

8.8.1.1. A folyamatos egyensúlyi desztilláció számítása

Az (8.8-1) és (8.8-2) egyenletből az egyensúlyi kamrából távozó gőzfázis (y) összetételét kifejezve

$$y = -\frac{L}{V}x + \frac{F}{V}x_F \quad (8.8-3)$$

egyenlethez jutunk. A (8.8-3) egyenlet és az egyensúlyi görbe együttes ábrázolása látható a 8.8-2. ábrán.



8.8-2. ábra

Folyamatos egyensúlyi desztilláció egyensúlyi diagramja

A művelet számításához minden esetben adott a betáplálás mennyisége és összetétele (F, x_F) és vagy a maradék és párlat mennyisége (L, V) vagy pedig az előírt ma-

radék (x) esetleg a párlat koncentrációja (y). A (8.8-3) egyenlet alapján az $x = x_F$ pontból kiinduló $-L/V$ iránytangensű egyenesnek az egyensúlyi görbével való metszéspontja, adja meg az egyensúlyi kamrából távozó egyensúlyi folyadék és gőzfázis összetételét jellemző $P(x, y)$ pontot.

Az ábrából egyik határesetként látható, ha a folyadék teljes mennyiségét elpárologtatjuk ($L = 0; F = V; L/V = 0$), akkor a gőzfázis összetétele megegyezik a betáplált folyadék elegy összetételével ($y = x_F$). Másik határesetben, ha a gőzfázis mennyisége nulla ($V = 0; F = L; L/V = \infty$), akkor $x = x_F$, vagyis a maradék összetétele megegyezik a betáplált folyadék elegy összetételével. A folyamatos egyensúlyi desztilláció során a folyadék és gőzfázis mennyiségének arányát a két határeset között az elpárologtatás mértékének (fűtésnek) változtatásával tudjuk befolyásolni.

A folyamatos egyensúlyi desztillációt a gyakorlatban akkor szokás alkalmazni, ha a komponensek relatív illékonyasága nagy, vagy pedig ha a gőz-folyadék fázis-egyensúlyon alapuló desztillációs szétválasztást egy folyadék-folyadék fázis-egyensúlyon alapuló fizikai elválasztással tudjuk összekapcsolni.

8.8.1.2. Felfutási szakasszal egybekötött folyamatos egyensúlyi desztilláció

A folyamatos egyensúlyi desztilláció felfutási szakasza kétféleképpen valósítható meg:

- a.) A desztilláló üstbe betöltjük a szétválasztandó L_0 mennyiségű és x_0 összetételű elegyet és szakaszos üzemben desztilláljuk az elírt x_w összetételű maradék koncentráció eléréséig. Ekkor megindítjuk a betáplálást és a maradék elvételt is és a fűtést úgy szabályozzuk, hogy folyamatos üzemben állandó összetételű maradékot és desztillátumot vezetünk el.
- b.) A desztilláló üstbe folyamatos üzemben tápláljuk be az F mennyiségű és x_F összetételű elegyet oly módon, hogy maradékot nem vezetünk el, a desztillátumáram pedig megegyezik a betáplálás áramával $F = V$. Mivel a desztillátumban az illékonyabb komponens koncentrációja mindig nagyobb az üstben lévő folyadék koncentrációjánál, az üstben lévő elegy koncentrációja az idő függvényében csökken. Amikor az üstben lévő elegy koncentrációja eléri az előírt x koncentrációt, a betáplálási áramot és vele együtt a fűtést is megnöveljük olyan mértékben, hogy az üstből folyamatos üzemben x koncentrációjú maradékot és a vele egyensúlyban y koncentrációjú desztillátumot vezethessük el.

8.8.1.2.1. A felfutási idő számítása

A felfutási idő számítását a b) esetre a $F = V$ feltétellel végezzük el. Ez a gyakorlatban könnyen megvalósítható oly módon, hogy az üstben egy túlfolyó alkalmazásával állandó folyadékszintet tartunk. Az egész művelet így felfogható egy szakaszos desztilláció utántöltéses változatának.

A felfutási szakaszban a műveletre a következő komponensmérleg írható fel:

$$Fx_F - Vy_{(x)} = L_0 \frac{dx}{dt} \quad (8.8-4)$$

ahol F a táplálék tömegárama kg/h

V a desztillátumáram kg/h

$x_F = x_0$ a táplálék koncentrációja, tömegtört

$y_{(x)}$ a desztillátum időben változó koncentrációja, tömegtört

Figyelembe véve, hogy a felfutási szakaszban $F = V$ a (8.8-4) differenciálegyenletet átrendezve és integrálva a következő formában írhatjuk

$$\int_0^t dt = t = -\frac{L_0}{F} \int_{x_F}^x \frac{dx}{y_{(x)} - x_F} \quad (8.8-5)$$

Az (8.8-5) egyenlet integrálását grafikusán végezhetjük el egy $\frac{1}{y_{(x)} - x_F} - x$ diagram segítségével.

Az (8.8-5) egyenletből látszik, hogy a felfutási idő állandó betáplálási áram esetén annál rövidebb, minél kisebb az üstben lévő L_0 kiindulási elegy mennyisége, adott L_0 kiindulási elegy mennyiség esetén a felfutási idő a betáplálás (F) áramának növelésével csökkenthető.

8.8.2. A kísérleti berendezés leírása

A készülék rajza 8.8-3. ábrán látható.

A készülék egy adagolótartályból (1), áramlás szabályozó csapból (2), áramlásmérőből (3) (kapillométer), belső fűtésű lombikból (4) maradék hűtőből (5) és desztillátumhűtőből (6) áll.

A maradékot és a desztillátumot lombikba gyűjtjük és mivel a desztillátum két fázisra válik szét, a két fázist választótölcsérben szétválasztjuk.

8.8.3. A mérési feladat leírása

A mérés célja etilacetáttal telített vizes oldatból az etilacetát kinyerése. Az etilacetát-víz rendszer oldékonysági és gőz-folyadék egyensúlyi viszonyait a 8.8-4. ábrán közöljük.

Az etilacetát-víz rendszer korlátoltan elegyedik, ezért a párákat kondenzáltatva és a desztillátumot szobahőmérsékletre lehűtve az általában két fázisra válik szét.

Így a desztillációs dúsítást a desztillátum szétválása tovább fokozza. Ilyenkor üzemi körülmények között az etilacetátos fázist, mint végterméket elvezetik, a vizes fázist pedig, mivel annak összetétele rendszerint megegyezik a betáplálás összetételével a desztilláló üstbe visszavezetik.

A számításokhoz az (8.8-1) és (8.8-2) egyenleteket a fázisszétválás miatt ki kell egészíteni a fázisszevártor (florentini edény) mérlegegyenleteivel.

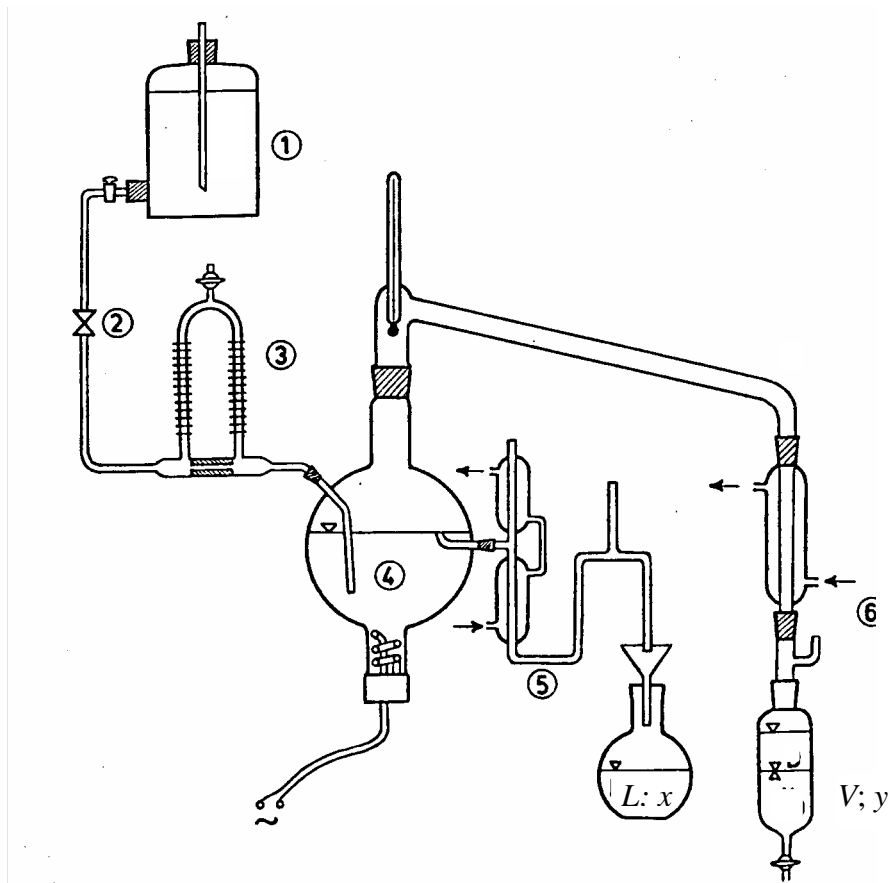
A fázisszevártor anyagmérlege:

$$V = L_1 + L_2 \quad (8.8-6)$$

A fázisszevártor komponensmérlege:

$$Vy = L_1x_1 + L_2x_2 \quad (8.8-7)$$

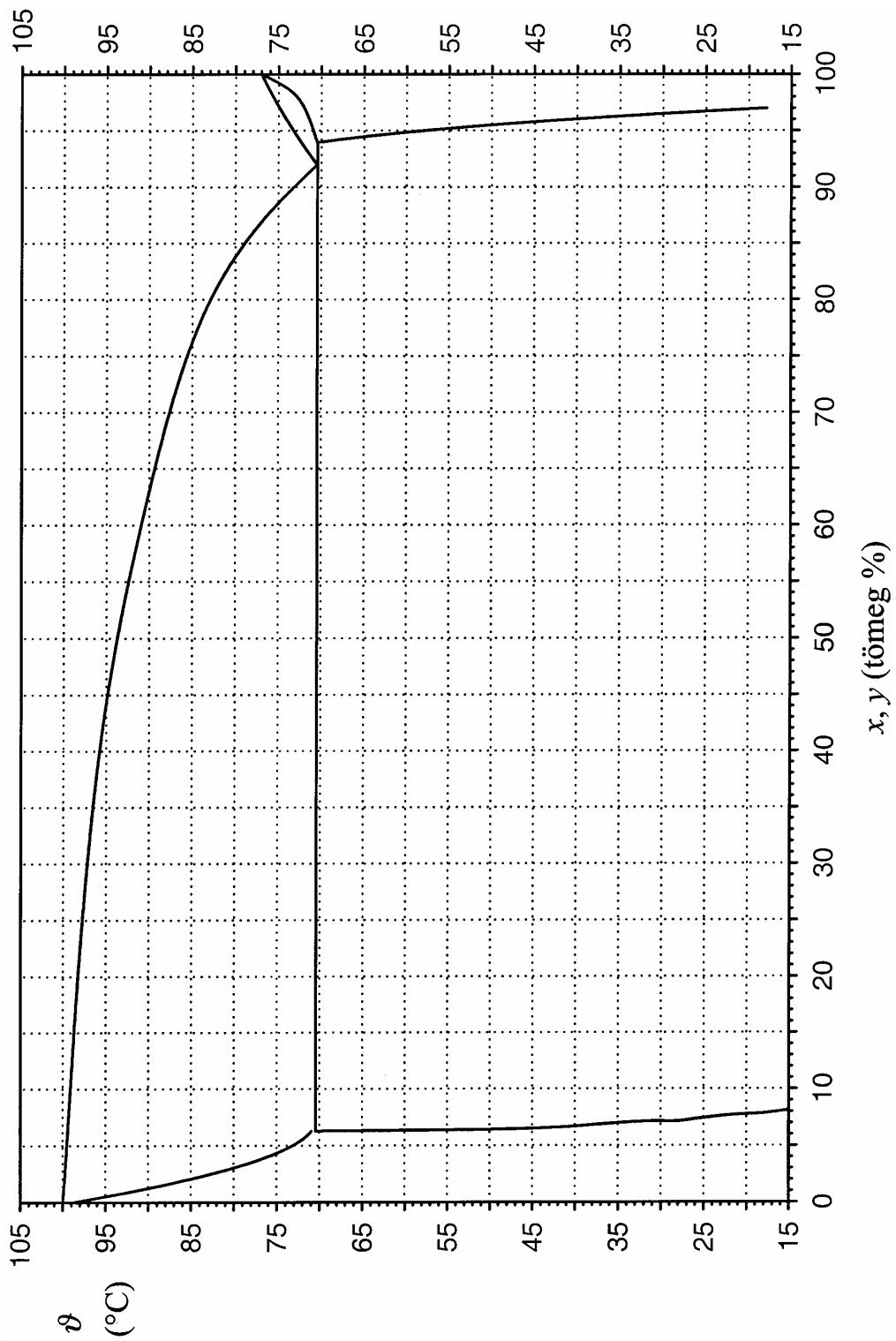
A (8.8-6) és (8.8-7) egyenletben L_1 az etilacetátos fázis, L_2 pedig a vizes fázis mennyisége (kg/h), x_1 az etilacetátos, x_2 pedig a vizes fázis koncentrációja (tömeg-tört). Általában $x_2 = x_0 = x_F$.



8.8-3. ábra
Egyensúlyi desztilláció laboratóriumban

8.8.3.1. A felfutási idő mérése

A 4-es lombikba etilacetáttal telített víz van töltve. Először bekapcsoljuk a hűtővizet, majd a belső fűtésű lombik fűtését 150 V fűtőfeszültséggel. A forrás kezdete pillanatában a fűtőfeszültséget a mérésvezető által megadott 100 V és 120 V közötti értékre állítjuk és az első csepp áthaladásától mérjük a felfutási időt stopperórával. A betáplálást olyan értékre állítjuk be, hogy a folyadék szint az üstben ne változzék ($F = V$), ami általában 5...10 ml/min között van. 90°C-os hőmérséklet elérésekor leállítjuk a stopperórát és a mért időt fogadjuk el felfutási időnek.



8.8-4. ábra
Etilacetát - víz elegy egyensúlyi diagramja

8.8.3.2. Mérés stacioner szakaszban

A 90°C-os forráspont elérésekor a betáplálást az eddigi betáplálás 8-10-szeresére, olyan mértékben növeljük, hogy a forráspont 87 °C és 93 °C között stabilizálódjék. Az állandósult forrási hőmérséklet jelzi a stacioner szakasz beállítását. Ekkor szedőket cserélünk és 20 perc időtartamban állandósult állapotban mérünk. Ha a hőmérséklet csökken, a betáplálást kismértékben csökkentjük, vagy a hőfok növekedése esetén növeljük. 20 perc után mérjük a maradék tömegét, melynek koncentrációját törésmutató mérésel határozzuk meg, mérjük a desztillátum két fázisának mennyiségét, és a két fázis szobahőfokon lévő hőmérsékletét, amelyből az oldékonysági diagram alapján határozzuk meg a két fázis koncentrációját. A betáplálás pontos értékét a maradék és a desztillátum két fázisának együttes tömege adja meg. A kapillométer állása csupán a betáplálás egyenletességét jelzi.

Mérési jegyzőkönyv:

a.) Felfutási szakaszban

kiindulási anyagmennyiség	$L_0 =$	g
fűtőfeszültség	$U =$	V
táplálék hőmérséklete (szobahőmérséklet)	$\vartheta =$	°C
táplálék összetétele hőmérsékletből	$x_F =$	tömeg %
hőmérséklet a felfutás végén	$\vartheta =$	°C
mért felfutási idő	$t =$	min

b.) Stacioner szakaszban

mérés időtartama	$t =$	min
fűtőfeszültség	$U =$	V
betáplálás kapillométeren	$F =$	g/min
forráspont	$\vartheta =$	°C
desztillátum hőmérséklete	$\vartheta =$	°C
maradék törésmutatója	$n_D^{20} =$	

komponens mérleg

Desztillátum				Maradék	
felső fázis		alsó fázis			
L_1	x_1	L_2	x_2	L	x
g	tömeg%	g	tömeg%	g	tömeg%

Beadandó

- 1.) A mért felfutási idő, összehasonlítva az (8.8-5) egyenletből számított értékkel
- 2.) A komponens mérleg hibája az alábbi egyenlet szerint

$$\Delta \% = \frac{Fx_F - (Vy + Lx)}{Fx_F} \cdot 100 = \quad (8.8-8)$$

A (8.8-8) egyenletben szereplő y (átlagos desztillátum) összetétel a (8.8-6) és (8.8-7) egyenletekből számítható.

Készítette: Rezessy Gábor

Átdolgozta: Manczinger József

Ellenőrizte: Sawinsky János