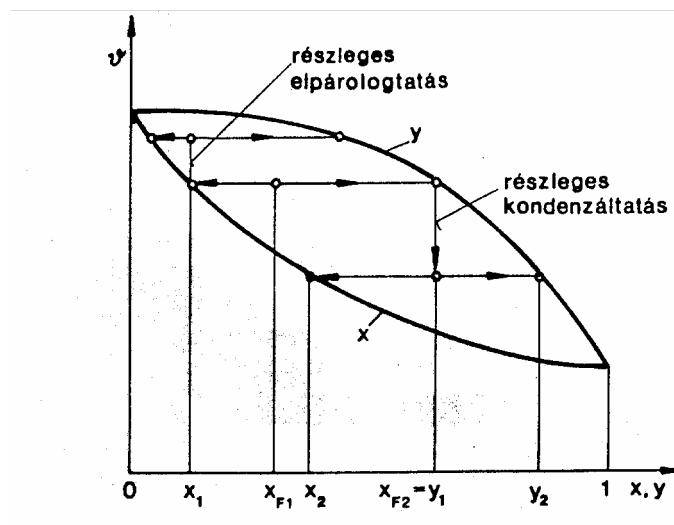


## 8.9. Folyamatos rektifikálás vizsgálata félüzemi méretű rektifikáló oszlopon.

### 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.

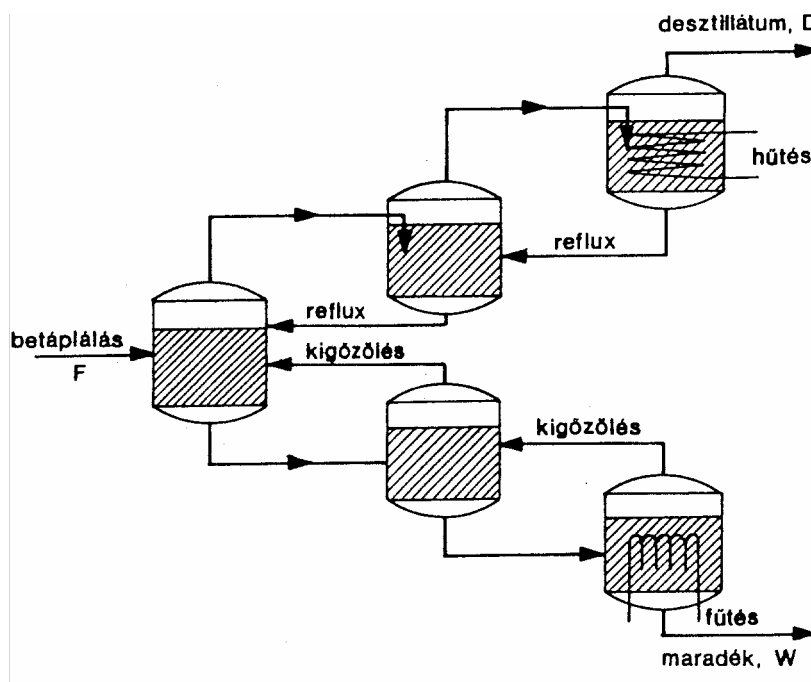
Az illékonyabb komponens koncentrációját azonban tovább növelhetjük, ha az eddigi egyetlen ún. egyensúlyi fokozat (egyéb használatos elnevezések: elméleti fokozat, elméleti tányér) helyett továbbiakat is alkalmazunk. Ez úgy valósítható meg, hogy az első fokozatból kapott gőzt a második fokozatba betáplálva 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 gőzárámokat hűtéssel részlegesen kondenzáltatjuk.



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

Hasonlóképpen járhatunk el az első egyensúlyi egységből távozó folyadékkal is, amelyet az illékonyabb komponensben való további szegényítés céljából részlegesen elpárologatunk, és az így kapott gőz koncentrációja kisebb lesz az első egységből távozóénál. Az így 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 közben 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 gőzterméket 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 gőz és lefelé csurgó folyadék intenzív érintkezése céljából rendszerint vízszintes tányérok vagy nagy fajlagos felületű

részecskékből álló töltetet tartalmaz. A berendezéshez tartozik egy visszaforralló üst (reboiler) a hőközlésre és egy kondenzátor a keletkezett gőzük 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 gőz egyensúlyban van a tányérről lecsurgó folyadékkal. Az elméleti tányérszám számítására több módszer ismeretes. 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 gőz (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 gőz a tányéron egy mól illékonyabb komponensben dúsabb gőz 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 hővesztesség elhanyagolható.

#### 8.9.2.1 A rektifikáló kolonna mérlegegyenletei

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

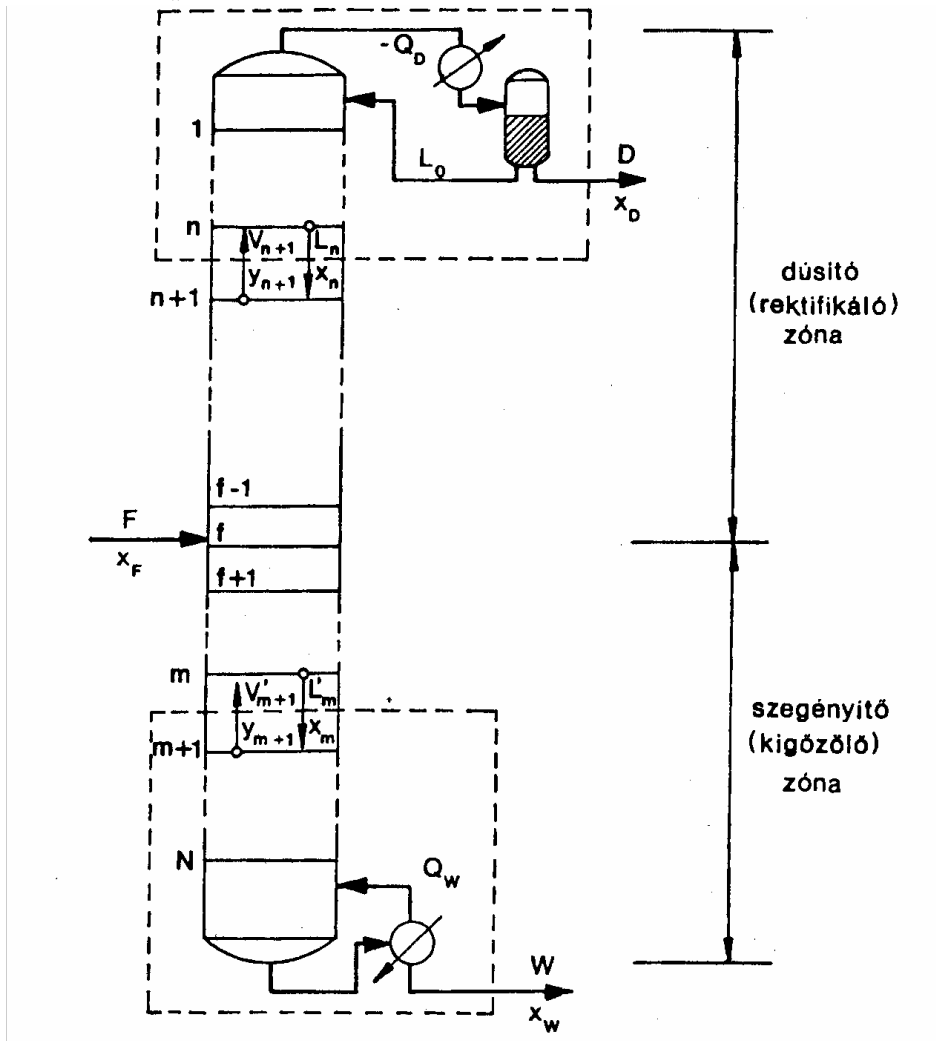
Az  $x_D - x_w$  elválasztáshoz szükséges elméleti tányérszám meghatározásához szükségünk van a rektifikálandó elegy egyensúlyi adataira, az anyagáram és a koncentráció értékekre. A meghatározás elve a következő: Az egyes tányérokról lecsurgó folyadék és ugyanazon tányérről felszálló gőz koncentrációt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

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



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

### 8.9.2.1.2. A felső oszloprész 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 un. "refluxarány" fogalmát, amely a lecsurgó folyadék és a desztillátumáram aránya ( $R = L/D$ ), megkapjuk a rektifikáló oszlop felső oszloprészének 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.

### 8.9.2.1.3. 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 gőz móláramát megváltoztatja.

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

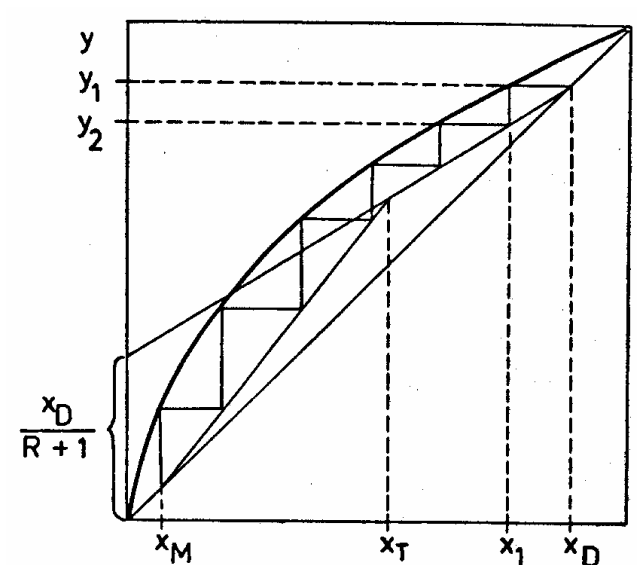
$$L'x_m = V'y_{m+1} + Wx_w; \quad (8.9-6b)$$

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, az alsó 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 pontjai az azonos tányérról felszálló fázis koncentrációit, a munkavonalon levő pontjai pedig a szomszédos tányérokat elhagyó két fázis koncentrációit adják meg. A 4. ábrán látható, hogy az első tányérról felszálló  $y_1$  összetételű gőz 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 felszálló gőz  $y_2$  összetételét  $x_1$ -hez a munkavonalról kapjuk meg. A  $\frac{x_D}{R+1}$  s  $x_w$  pontok közé így beszerkeszthető "lépcsők" száma megadja az adott  $R+1$  sztáshoz szükséges elméleti tányérok számát.

Megjegyzés: Vizsgálat céljából gyakran használjuk az ún. "telies reflux" -al történő rektifikálást. Ilyenkor  $L^{x_w} = 0$ ;  $W = 0$  és  $x_E = F = x_1$  b  $x_D$  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 dm<sup>3</sup> térfogatú forraló, amelynek köpenytere és belső csőkígyója 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.
- E** jelű desztillátum szedő.

A rektifikáló berendezés szakaszos és folyamatos rektifikálásra egyaránt alkalmas, mind atmoszférikus nyomáson, mind vákuumban. A készüléket a jelenlegi mérés során atmoszférikus nyomáson, teljes refluxszal, metanol-víz eleggyel üzemeltetjük.





### Meghatározandó:

- a töltet egy méterére jutó elméleti tényérszám,
- az oszlop terhelési tényezője az oszlop fejben és az oszlop alján,
- a kondenzátor hőmérlege.

### A mérés végzése:

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 vízórával mérhető.

Ráadadjuk a gőzfűtést az üst köpenyére és az üstben lévő csőkígyóra, majd megvárjuk míg a stacioner állapot beáll.

A stacioner állapot beállása után (melyet a mért hőmérsékletek állandó értéke jelez), az alábbi adatokat olvassuk le majd meghatározzuk a fej- és fenéktermék minták összetételét:

Fűtőgőz nyomása	bar
Reflux rota állása	l/h
Belépő hűtővíz hőmérséklete	°C
Kilépő hűtővíz hőmérséklete	°C
Reflux hőmérséklete	°C
0,1 m <sup>3</sup> hűtővíz átfolyási ideje	s
Fejtermék víztartalma	moltört
Fenéktermék metanol tartalma	moltört

A fejtermék víztartalmát Karl-Fischer titrálással, a fenéktermék metanol tartalmát gázkromatográffal határozzuk meg.

### Kiértékelés

- Elméleti tényérszám

A mért fej- és fenéktermék-koncentrációból grafikus tényérszám szerkesztéssel meghatározzuk az elméleti tényérszámot. (Ehhez program áll rendelkezésre, hogy a szerkesztés a kis és nagy metanol koncentrációknál is pontos legyen).

- Az oszlop terhelési tényezője

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

ahol  $v$  gőzsebesség az oszlopban (m/s)  
 $\rho_G$  gőzsűrűség (kg/m<sup>3</sup>)

A gőzsűrűség tökéletes gáztörvény alapján számítható

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

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

$$W_{MeOH} \approx W_{v\acute{e}z} \sqrt{\frac{\rho_{v\acute{e}z}}{\rho_{MeOH}}}, \quad (\text{dm}^3/\text{h}) \quad (8.9-10)$$

Ezután a folyadék állapotú metanol térfogatáramot a metanol folyadék sűrűségével tömegáramra számítjuk át, ami a teljes reflux miatt megegyezik az oszlopban felszálló gőz tömegáramával, ebből a gőzsűrűséggel kapjuk a gőz térfogatáramát, amiből az oszlopátmérő ismeretében számíthatjuk a gőzsebességet, 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, ez lesz azonos a fenéktermék moláramával, amiből a fenéktermék összetételének ismeretében kiszámíthatjuk a fenéktermék tömegáramát, majd az összetételhez tartozó gőzsűrűségen keresztül a gőz térfogatáramot és abból a gőzsebességet, majd az alsó oszloprész terhelési tényezőjét.

c) Hőmérleg

A hőmérleget a kondenzátorra írjuk fel (8.9-6. ábra, a hőveszteséget vegyük nullának)

$$V i_V'' + H c_{p_{v\acute{e}z}} \vartheta_{be} = L c_{p_L} \vartheta_L + H c_{p_{v\acute{e}z}} \vartheta_{ki} \quad (8.9-11)$$

átrendezve:

$$V(i_V'' - i') = Vr = H c_{p_{v\acute{e}z}} (\vartheta_{ki} - \vartheta_{be}) \quad (8.9-12)$$

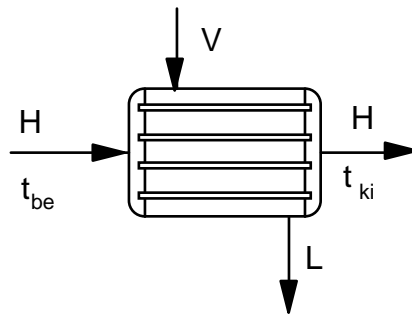
$V = L$  a totálkondenzáció miatt

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 hőmérsékletének tekinthető ( $c_{PL} \vartheta_L = i'$ ).

Adatok: A metanol párolgáshője  $r = 1102 \text{ kJ/kg}$   
Metanol sűrűség  $\rho = 787 \text{ kg/m}^3$



8.9-6. ábra A kondenzátor vázlatos rajza

Részletes elméleti összefoglalás a folyamatos rektifikáláshoz:

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

Készítette: Manczinger József

Ellenőrizte: Fonyó Zsolt