

8.10. Töltött rektifikáló oszlopok vizsgálata

8.10.1. Bevezetés

Az ipari gyakorlatban rektifikálásra tányéros vagy töltött oszlopokat használnak. A töltött oszlopokban a 60-as évekig golyókat, gyűrűket vagy nyeregtesteket alkalmaztak, melyeket az oszlopba öntve a részecskék rendezetlenül helyezkedtek el, innen ered az ömlesztett töltet elnevezés. Ezeket az oszlopokat általában maximum 0,5...1 m átmérőig építették, mert nagyobb átmérők esetén a lecsorgó folyadék falrattartása miatt hatékonyságuk jelentősen romlott, ami ugyan a folyadék egy-két méterenkénti újra elosztásával javítható, de a folyadékelosztó szerkezetek az oszlop magasságot nagymértékben növelték. Jelentős előre lépés történt a töltött oszlopok fejlődésében a Sulzer cég által a 60-as években kifejlesztett rendezett töltetek megjelenésével.

A rendezett töltetszerkezetek vékony alaklemezekből, vagy huzalszövetből összeállított, szabályos geometriai ismétlődést mutató, járatcsatorna rendszert képező csomagszerű betétszerkezetek, melyekre nagy szétválasztási hatékonyság, alacsony nyomásvesztés és mind folyadék, mind pedig gázterhelésre nagy kapacitás jellemző.

A rendezett töltetcsomagok gyártása terén a Sulzer cég hosszú ideig egyeduralgó volt, ma már azonban nemcsak a korábban ömlesztett tölteteket gyártó Raschig cég gyárt saját konstrukciójú rendezett tölteteket, hanem a hagyományosan tányérok gyártó, pl. Kühni, Montz, Norton cég is forgalmaz saját konstrukciójú töltetcsomagokat.

8.10.2. Elméleti összefoglaló

Töltött rektifikáló oszlopokban egy adott magasságban lecsorgó x összetételű folyadékkal szemben y összetételű gőz áramlik felfelé, köztük tehát a munkavonal adja meg a kapcsolatot. A munkavonal ebben az esetben a tányéros oszlopokkal ellentétben nem diszkrét értékeket vesz fel, hanem a munkavonal minden pontjának fizikai értelme van. A továbbiakban az oszlop egy magasságában lecsorgó x összetételű folyadékkal egyensúlyban lévő gőz összetételét y^* -al jelöljük.

8.10.2.1. A töltött rektifikáló oszlopok elválasztóképességének számítása

A töltött rektifikáló oszlopok elválasztóképességének számítására az elméleti tányérszám és az átviteli egységszám módszere használatos.

8.10.2.1.1. Az elméleti tányérok módszere

Ha a rektifikáló oszlop egy magasságában a lecsorgó folyadék összetétel x , a mellette vele szemben felszálló gőzösszetétel y , akkor ezen pont felett található egy olyan magasság ahol a felszálló gőz koncentrációja a lecsorgó x folyadék összeté-

tellet egyensúlyban van (y^*). Ez a szakasz tehát egy elméleti tányérnak megfelelő oszlopmagasság. (HETP = Height Equivalent a Theoretical Plate). Az oszlop magassága a

$$H = n_{\text{elm}} \cdot \text{HETP}$$

egyenlet alapján számítható.

A HETP számítására az irodalomban számos összefüggés található [1]. Sajnos a különböző egyenletekkel számított HETP értékek között sokszor 100 %-nál is nagyobb eltérések tapasztalhatók. A tervezés során azokból az egyenletekből számított értékek lehetnek megbízhatóbbak, amelynek formáját és a bennük szereplő konstansok értékét a vizsgált elegyhez hasonló fizikai-kémiai tulajdonságú elegyekkel és hasonló terhelési paraméterekkel végzett mérésekből határozták meg.

A HETP értékének számítására példaként Granville [2] laboratóriumi méretű töltetekkel végzett mérések alapján megadott összefüggést mutatjuk be.

$$\text{HETP} = 28d_p m_{\text{átl}} \frac{V}{L} \left(\frac{H}{2,4} \right)^{1/3}, \quad (\text{m}) \quad (8.10-1)$$

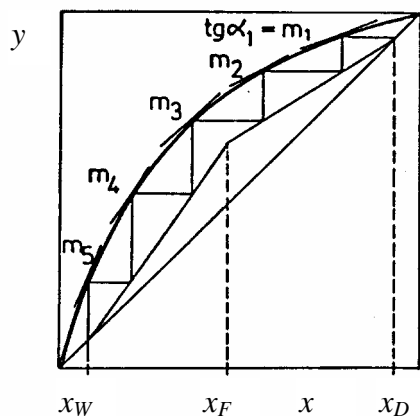
ahol d_p töltetátmérő (m)

V, L a gőz és folyadék mólárama (mol/h)

H töltet magasság (m)

$m_{\text{átl}}$ az egyensúlyi görbe meredeksége a tányérok szerint átlagolva.

Meghatározása az 8.10-1. ábra alapján a McCabe-Thiele diagram alapján történhet.



8.10-1. ábra

Az $m_{\text{átl}}$ meghatározása

Egyes irodalmak a hatékonysági szám (n_t) számítására adnak meg összefüggéseket, ami az egy méter töltetmagasságra jutó elméleti tányérok számát jelenti.

$$\left(n_t = \frac{1}{\text{HETP}} \right)$$

A gyakorlatban is jól használható módszert közöl Beck [3], melynek részletes leírása Sattler [4] könyvében is megtalálható. Rendezett töltetekre általában a hatékonysági számot (n_t) adják meg diagramban, a terhelési tényező (F) függvényében ($F = v\sqrt{\rho_g}$).

8.10.2.1.2. Az átviteli szám módszere

Egy töltött oszlop dH magasságú szakaszán a folyadékfázisból a gőzfázisba átment mólok száma az anyagátbocsátási egyenlet alapján a következő egyenlettel írható le:

$$d\dot{n} = Vdy = K_G(y^* - y)dF \quad (8.10-2)$$

ahol V a felszálló gőz mólárama,

K_G anyagátbocsátási tényező ($\text{mol}/\text{m}^2\text{s}$),

y^*-y a hajtóerő,

$dF = AdH\omega\varphi$ a dH magasságú szakaszban lévő töltet felülete,

A az oszlop keresztmetszete (m^2),

ω a töltet fajlagos felülete (m^2/m^3)

φ nedvesítési tényező, ami azt fejezi ki, hogy a töltet felületének hányad része vesz részt az anyagátadásban

A (8.10-2) egyenletet szeparálva és integrálva

$$\int_0^H dH = \frac{V}{K_G A \omega \varphi} \int_{y_F}^{y_1} \frac{dy}{y^* - y} \quad (8.10-3)$$

ahol y_F a gőzösszetétel a betáplálás helyén

y_1 a gőzösszetétel az oszlop tetején

$$\int_{y_F}^{y_1} \frac{dy}{y^* - y} = \text{NTU}; \text{ az átviteli egységyszám (NTU: Number of Transfer Units)}$$

$$\frac{V}{K_G A \omega \varphi} = \text{HTU}; \text{ az egy átviteli egységyszámnak megfelelő oszlopmagasság}$$

(HTU: Height of Transfer Unit)

A teljes oszlopmagasságot a $H = \text{HTU} \cdot \text{NTU}$ egyenlettel számítjuk.

Az NTU meghatározása adott x összetételhez az egyensúlyi görbéről leolvasott y^* és ugyanezen x összetételhez a munkavonalról leolvasott y összetételek alapján

szerkesztett $\frac{1}{y^* - y} - y$ diagram grafikus integrálásával történik.

Az átviteli szám módszerével történő számítás során a tervezési bizonytalanságot a HTU kifejezésében szereplő K_G anyagátbocsátási tényező meghatározása jelenti

$$K_G = \frac{1}{\frac{1}{\beta_G} + \frac{m}{\beta_L}} \quad (8.10-6)$$

ahol β_G a gőzfázis β_L a folyadékfázis anyagátadási tényezője, m pedig az egyensúlyi görbe meredeksége.

Az irodalomban β_G és β_L számítására ugyan számos összefüggés található, de ezek pontossága nem éri el az analóg hőátadási tényezők számítási pontosságát.

A HTU számítására Kaszatkin és munkatársai [5] által, töltött oszlopok számítására kidolgozott módszert mutatjuk be.

Az Archimedes szám

$$Ar = \frac{d_e^3(\rho_L - \rho_G)\rho_G g}{\eta_G^2} \quad (8.10-7)$$

ahol $d_e = 4 \frac{\varepsilon}{\omega}$.

$$\text{A Reynolds szám: } Re = 0,15 Ar^{0,57} \left(\frac{V}{L}\right)^{0,43} \quad (8.10-8)$$

$$\text{Az optimális gőz sebesség: } v_{opt} = \frac{Re \eta_G}{d_e \rho_G} \quad (8.10-9)$$

$$\text{Schmidt szám: } Sc = \frac{\eta_G}{\rho_G D_G} \quad (8.10-10)$$

$$\text{Sherwood szám: } Sh = 0,35 Re^{0,8} Sc^{0,35} \quad (8.10-11)$$

$$K_G = \frac{Sh D_G}{d_e^2} \quad (8.10-12)$$

$$\text{HTU} = \frac{v_{opt}}{K_G} \quad (8.10-13)$$

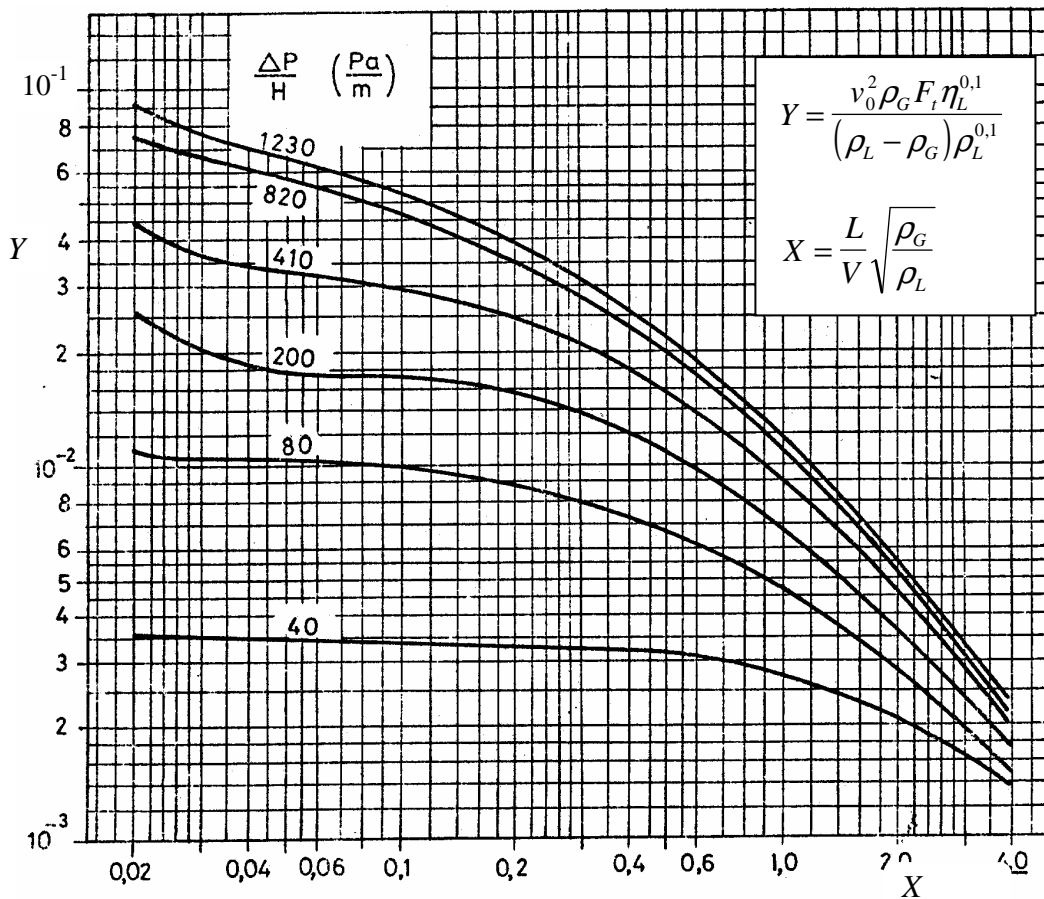
Megjegyzés: a bemutatott módszer csak a gázfilm ellenállását veszi figyelembe, ami desztilláció esetén sok esetben megengedhető, de pl. nagy viszkozitású vagy kis koncentrációban jelenlévő nagy relatív illékonyságú rendszerekben a folyadékoldali ellenállás lehet a döntő.

8.10.3. Töltött rektifikáló oszlopok átmérőjének számítása

8.10.3.1. Átmérőszámítás az általános nyomásesés diagram felhasználásával

A töltött oszlopok számítására alkalmas diagramot Sherwood (1938) dolgozta ki, majd Lobo és munkatársai (1945) sok különböző folyadékkal és gázzal végzett mérések alapján általános terhelési diagrammá dolgozták át. Ezt később többen kiegészítették, illetve módosították így pl. Eckert javaslatára került a diagram ordinátájában szereplő $\omega \varepsilon^3$ helyett az F_t töltettényező. A diagrammok közül a Norton cég katalógusában szereplő általánosított nyomásesés diagram terjedt el leginkább.

Ennek a diagramnak a BME Vegyipari Műveletek Tanszéken SI mértérendszerre átdolgozott formája látható a 8.10-2. ábrán. A diagram használatához szükséges töltettényezők (F_t) értékei az 8.10-1. táblázatban találhatóak.



8.10-2. ábra
Általános terhelési diagram töltött oszlopokra

8.10-1. táblázat. Az F_t töltet tényező értéke

Töltet típus	Anyag	Névleges töltet méret, mm										
		6,35	9,53	12,7	15,9	19	25,4	31,8	38,1	50,8	76,2	88,9
Hy-Pak	Fém						43			18		15
Super Intalox nyereg	Kerámia						60			30		
	Műanyag						33			21		16
Pall gyűrű	Műanyag				97		52		40	24		16
	Fém				70		48		33	20		16
Intalox nyereg	Kerámia	725	330	200		145	92		52	40	22	
Raschig gyűrű	Kerámia	1600	1000	580	380	255	155	125	95	65	37	
Raschig gyűrű 1/32"	Fém	700	390	300	170	155	115					
Raschig gyűrű 1/16"	Fém			410	290	220	137	110	83	57	32	
Berl nyereg	Kerámia	900		240		170	110		65	45		

A diagram abszcisszáján szerepel az áramlási paraméter:

$$X = \frac{L}{V} \sqrt{\frac{\rho_G}{\rho_L}} \quad (8.10-14)$$

az ordinátán pedig a terhelési paraméter

$$Y = \frac{v_0^2 \rho_G F_t \eta_L^{0,1}}{(\rho_L - \rho_G) \rho_L^{0,1}} \quad (8.10-15)$$

ahol L a lecsorgó folyadék tömegárama (kg/s)

V a felszálló gőz tömegárama (kg/s)

F_t töltettényező

η_L a folyadék dinamikus viszkozitása (Pa·s)

A diagramban szereplő görbék paramétere $\Delta p/H$ az 1 méter töltetmagasságra jutó nyomásesés Pa/m. Atmoszférikus desztillációnál ezt célszerű 410...820 Pa/m érték között megválasztani. Vákuumkolonnák esetén a nyomásesés megválasztásánál az anyag hőérzékenységét is figyelembe kell venni. A diagram használatakor a (8.10-14) egyenlettel kiszámítjuk az áramlási paramétert, majd a kiválasztott

nyomásesés görbéhez leolvassuk a terhelési paramétert (Y) értékét, amelyből az üres oszlopra vonatkoztatott gőzsebesség v_0 (m/s) számítható.

A feldolgozandó elegy desztillátum áramából és a refluxarányból számíthatjuk a felszálló gőz tömegáramát (kg/s), a gőzsűrűséggel a térfogatáramát, amelyet a sebességgel osztva megkaphatjuk az oszlop keresztmetszetet.

8.10.3.2. Átmérő számítás az elárasztási sebesség felhasználásával

A Sherwood-Lobo féle általános terhelési diagram alapján Kafarov az elárasztási sebesség számítására a következő egyenletet javasolta

$$\log \frac{v_0^2 \omega \rho_G \eta_L^{0,16}}{g \varepsilon^3 (\rho_L - \rho_G)} = -0,125 - 1,75 \left(\frac{L}{V} \right)^{0,25} \left(\frac{\rho_G}{\rho_L - \rho_G} \right)^{0,125} \quad (8.10-16)$$

ahol v_0 az üres oszlopra vonatkoztatott elárasztási sebesség (m/s),
 ω a töltet fajlagos felülete (m^2/m^3),
 g gravitációs gyorsulás (m/s^2),
 ε hézagtérfogat (m^3/m^3),
 L, V a folyadék és gőz tömegárama (kg/s),
 ρ_G, ρ_L a gőz ill. folyadéksűrűsége (kg/m^3),
 η_L a folyadék viszkozitása (mPas).

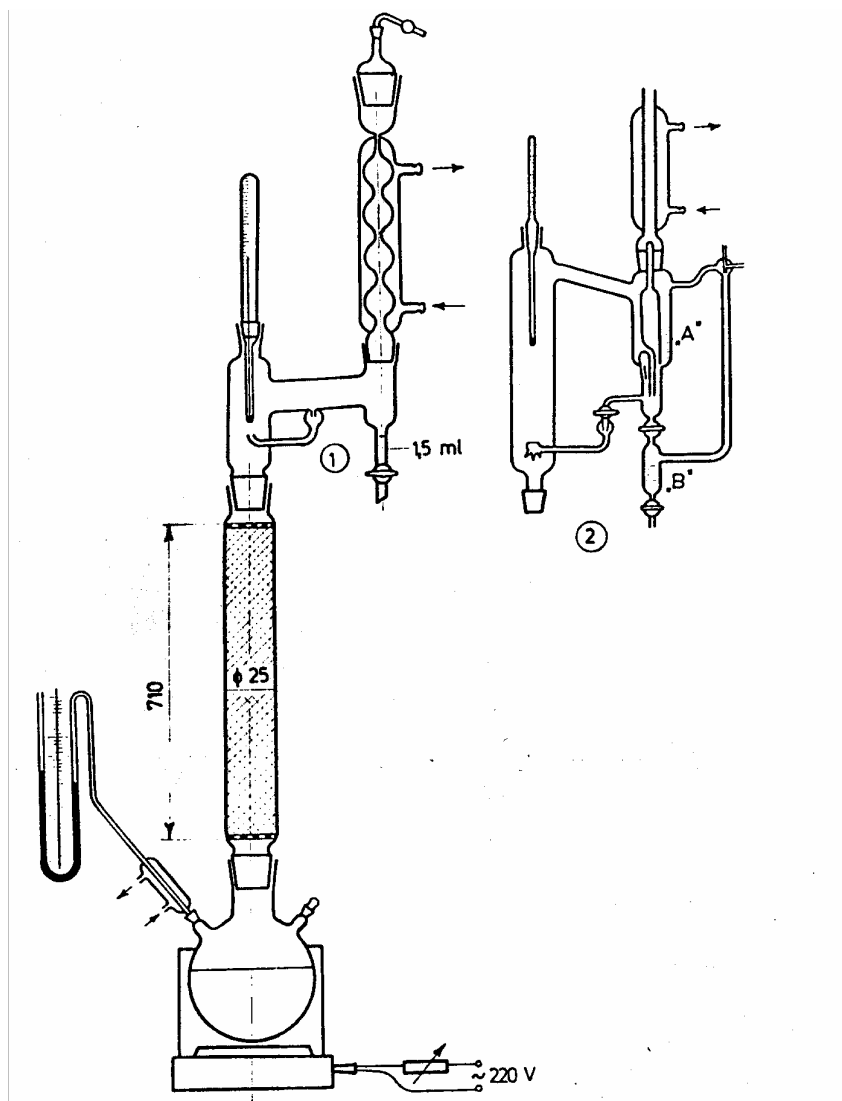
A (8.10-16) képlet felhasználásával előzetes számításra van szükség, ugyanis a töltött oszlopoknál célszerű betartani a $d_p \leq 0,1 \cdot D$ arányt, ahol d_p a töltetátmérő D az oszlopátmérő. Ez azt jelenti, hogy az oszlopban legalább 10 db töltet férjen el egymás mellett. Atmoszférikus oszlopoknál az előzetes oszlopátmérő számításban célszerű 0,5...1 m/s sebességgel számolni és az így kapott átmérőhöz választani meg a töltetméretet, amelynek ω és ε értékének felhasználásával kapjuk a v_0 elárasztási sebességet. Az oszlopot az elárasztási sebesség 60...80 %-ra szokás tervezni.

8.10.3.3. Átmérő számítás az optimális gőzsebesség alapján

A 8.10.2.1. pontban, a HTU számítására bemutatott módszer (8.10-9) egyenletével számítható az optimális gőzsebesség. A felszálló gőz térfogatáramából az optimális gőzsebességgel meghatározható a szükséges oszlopátmérő.

8.10.4. Kísérleti rész

Mérési feladat egy 5 mm-es üveg Raschig gyűrűvel töltött és egy Sulzer EX töltettel töltött rektifikáló oszlop elválasztóképességének és kapacitásának meghatározása. A rektifikáló berendezések részei: szabályozható teljesítményű fűtőlappal, mintavevővel ellátott forralólombik, töltött oszlop, hőmérővel és mennyiségmérővel ellátott kolonnafej, visszafolyóhűtő. A mérőberendezés a 8.10-3. ábrán látható.



8.10-3. ábra
Töltött rektifikáló oszlop

A mérést széntetraklorid - benzol eleggyel végezzük. Először megindítjuk a hűtővizet, majd bekapcsoljuk a forralólombik fűtését. Ha a párlat az oszlopfejbe ért, kb. 30 percet várunk teljes refluxszal való üzemeléssel a stacioner állapot beállásához. Azután mintát veszünk az üstből és a fejtermékből és törésmutató méréssel meghatározzuk azok összetételét. Megmérjük 1 ml reflux átfolyási idejét. A mérés során az alábbi adatokat jegyezzük fel.

üsthőmérséklet	°C;	olajfürdőhőmérséklet	°C
fejhőmérséklet	°C;	1 ml desztillátum szedési ideje	s
üstminta	n_D^{20}	üstminta koncentrációja	móltört
fejminta	n_D^{20}	fejminta koncentrációja	móltört

Adatok Raschig-gyűrűs oszlopra:

oszlophossz:	0,71 m
oszlopátmérő:	25 mm
töltetátmérő:	5 mm
töltet fajlagos felülete:	$1000 \text{ m}^2/\text{m}^3$
töltet hézagterfoga:	$0,62 \text{ m}^3/\text{m}^3$

Sulzer EX oszlopra

oszlophossz:	0,5 m
oszlopátmérő:	25 mm

8.10.4.1. Számítási feladat a Raschig-gyűrűs oszlopra

Számítsuk ki

- 1.) HETP értéket a mért adatokból, a rendelkezésre álló számítógépes programmal
- 2.) HETP értékét Granville egyenlettel
- 3.) a mért gőzsebességet ; és F faktort
az elárasztási gőzsebességet (v_{el})
az optimális gőzsebességet (v_{opt})
- 4.) $NTU_{mért}$, $HTU_{számított}$ (Kaszatkin), $HTU_{mért}$

8.10.4.2. Számítási feladat Sulzer oszlopra

- 1.) HETP értékét a mért adatokból, HETP értékét a Sulzer cég katalógusa alapján [6].
- 2.) mért gőzsebességet és F faktort

Irodalom

1. Perry J.H.: Vegyészmérnökök Kézikönyve. Műszaki Könyvkiadó Bp. 1986.
2. Granville: Brit. Chem. Eng.: 2, 70 (1957)
3. Beck, T.: Ein neues Verfahren zur Berechnung von Füllkörpersäulen. Weisenthurm, Doktor Druck, 1969.
4. Sattler K.: Termikus elválasztási módszerek. Műszaki Könyvkiadó Bp. 1983.
5. Akopjan L.A., Planovszkij A.N., Kaszatkin A.G., Him. Nauk. Prom 3, 745 (1958).
6. Sulzer Chemtech. Ltd.: Structured packings for distillation and absorption, 1997.

Készítette: Rezessy Gábor
Átdolgozta: Manczinger József
Ellenőrizte: Sawinsky János