

REKTIFIKÁCIÓ

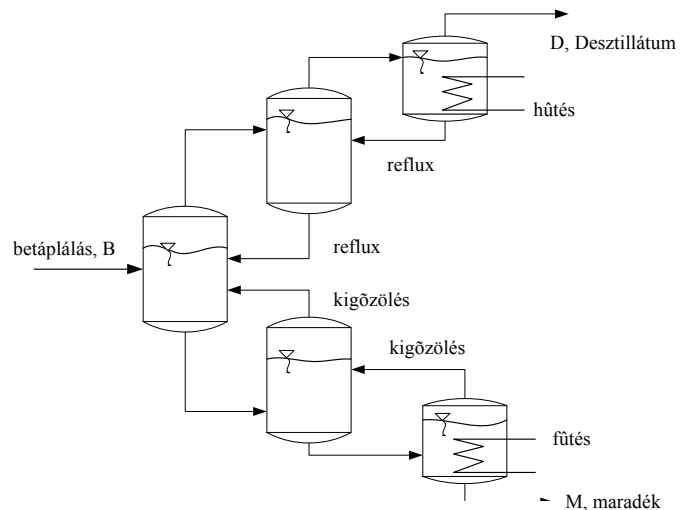
Bevezetés

A folyadékegyesek szétválasztásának egyik leggyakrabban alkalmazott módszere a gőz-folyadék egyensúlyon alapuló desztilláció ill. az ismételt desztilláció: a rektifikálás. Mindkét művelet a szétválasztandó komponensek illékonyságának a különbségén alapszik. A folyadékkal érintkező, vele termodinamikai egyensúlyban lévő gőzfázisban a két, vagy több, eltérő illékonyságú vegyületet tartalmazó rendszer esetén a nagyobb tenziójú (alacsonyabb forráspontú) komponens(ek) koncentrációja nagyobb, mint a folyadékban. Ezt a dúsulási lehetőséget hasznosítjuk a desztilláció (rektifikáció) művelete során, laboratóriumi és ipari méreteken egyaránt. A desztilláció elhelyezése a művelettanon belül: diffúziós vegyipari művelet. A művelet a vegyipar egyik legfontosabb szeparációs művelete, az ipar legkülönbözőbb területein találkozunk vele: kőolajfeldolgozás, élelmiszer- és növényolajipar, gyógyszeripar, szerves anyagok szétválasztása stb.

- Az egyszerű desztillációval elérhető, hogy a párlat összetétele különbözik a maradék összetételétől, de a teljes komponensszétválasztás nem valósul meg.

- A további szeparációhoz a párlatot és a maradékot ismételt lepárlásnak kellene alávetni, ami energetikailag rendkívül rossz hatásfokú a külön készülékekben alkalmazott fűtés és hűtés miatt.

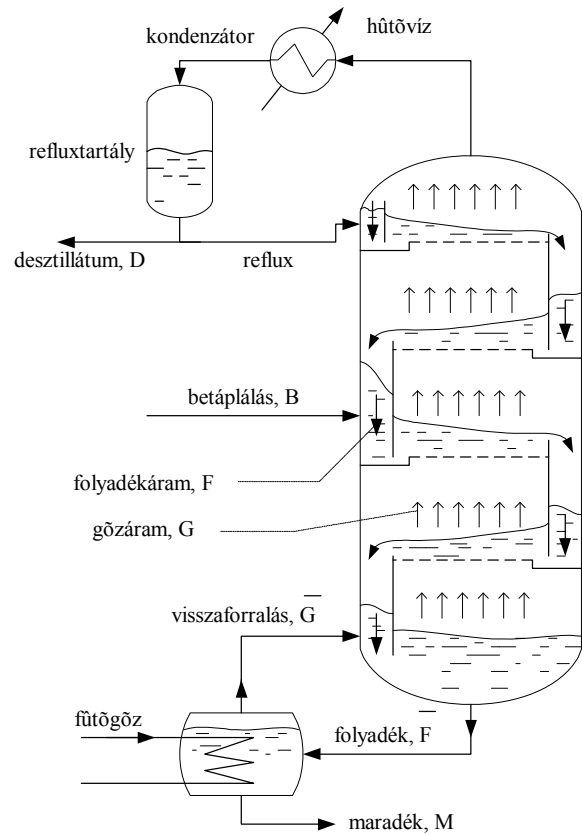
- Az energetikai hatásfokon úgy lehet javítani, hogy az elpárolgó folyadék gőzét nem kondenzáltatjuk külön egységekben, hanem a lepárlandó folyadék-párlatokba vezetjük. Ezen párlatokban (folyadékfázisokban) a gőz kevésbé illékony komponensei kondenzálódnak és a kondenzációs hő illékonyabb komponenseket fog elpárologtatni. Ezen az elven a gőz az illékonyabb a folyadék a kevésbé illékony komponensekben fog dúsulni. A megoldás elvi vázlatát a 1-es ábrán látható.



1. ábra

- A gyakorlati kivitelezés során, nem kaszkádszerű megoldást alkalmaznak, hanem a nehézségi erőteret kihasználva a fázisokat oszlopszerű berendezésben áramoltatják. A fázisok az ún. tányérokra érintkeznek egymással. A fűtés céljából az oszlop aljára hőközlő egységet (reboiler-t), a tetejére hőelvonót (kondenzátort) építenek.

- Egy rektifikáló oszlop vázlata feltüntetve az anyagforgalommal a 2. ábrán látható.
- A tányéros rektifikálószervezetek mellett a leggyakrabban alkalmazott fázisérintkeztető berendezések az ún. töltött vagy töltetes oszlopok. A töltet viszonylag nagy fajlagos felületű részecskék halmaza, amely fázisérintkezésnek nagy felületet képes biztosítani. Az elméleti tányér (egyensúlyi egység) fogalma a töltetekre is kiterjeszhető, hiszen itt is elkülöníthetők olyan egységek, melyekről a távozó fázisok egymással termodinamika egyensúlyban vannak.



Anyagáramok, munkavonalak

Tekintsük egy biner folyadékelegy szétválasztást, ideális gőz – ideális folyadék fázisok esetén egybetáplálásos, kéttermékes folyamatos üzemű, tányéros rektifikáló oszlopban, stacionárius állapotban.

Továbbiakban a jelölések, az illékonyabb komponenre nézve:

x és y : mindig az illékonyabb komponens összetétele

B, x^B : betáplálási áram és összetétele

M, x^M : maradék áram és annak összetétele

D, x^D : desztillátum és annak összetétele

1,2,3...,r-1,r,r+1: az oszlop tányérjainak sorszáma felülről lefelé nézve. (r+1. tányér maga a kiforraló)

R : refluxarány

R_r : visszaforralási arány

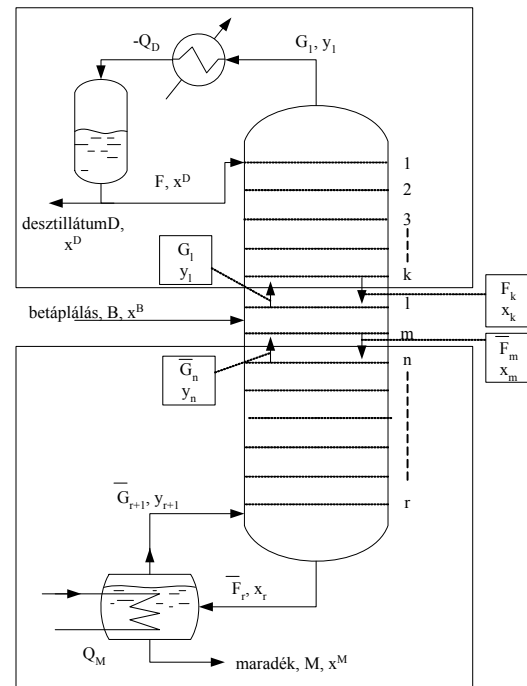
$G_{1...r+1}$: gőzáram jele az indexel jelölt tányéron

$F_{1...r}$: folyadékáram indexe a jelölt tányéron

Q : a kiforraló és a kondenzátor hőforgalma
 ΔH_p : párolgáshő

\bar{F} és \bar{G} : az alsó oszlopprészre érvényes folyadék és gőzáramok

2. ábra



3. ábra

A fenti jelölésekkel egy rektifikáló oszlop a 3-as ábrán látható:

- A bruttó anyagmérleg:

$$B = M + D \quad (1)$$

$$Bx^B = Mx^M + Dx^D \quad (2)$$

- A felső oszloprészre (dúsítóra) felírható mérleg:

$$G_1 = D + F \quad (3)$$

$$G_1 y_1 = Dx^D + Fx^D \quad (4)$$

$$\text{A } k\text{-dik tányérra vonatkozóan } G_1 = D + F_k \quad (5)$$

$$G_1 y_1 = Dx^D + F_k x_k \quad (6)$$

A fenti egyenleteket azonban egyszerűsíthetjük, ha feltételezzük, hogy a moláris túlfolyás esete (azaz az oszlopon felfelé áramló gőz és a lefelé haladó folyadék összmólszáma időben állandó $F=F_1=F_2=\dots=F_k$) érvényesül:

$$G y_1 = Dx^D + F x_k \quad (7)$$

$$\text{Vezessük be a refluxarányt: } R=F/D \quad (8)$$

Ekkor (7) egyenletet átrendezve:

$$y_1 = \frac{F}{G} x_k + \frac{D}{G} x^D = \frac{R}{R+1} x_k + \frac{1}{R+1} x^D, \quad (9)$$

amit a rektifikáló oszlop *felső munkavonal* egyenletének nevezünk.

- Az alsó oszloprészre vagy kigőzőlőre felírható mérlegek:

$$\bar{F}_r = \bar{G}_{r+1} + M \quad (10)$$

$$\bar{F}_r x_r = \bar{G}_{r+1} y_{r+1} + M x^M \quad (11)$$

$$\text{Az } m\text{-dik tányért tekintve: } \bar{F}_m = M + \bar{G}_n \quad (12)$$

$$\bar{F}_m x_m = M x^M + \bar{G}_n y_n \quad (13)$$

Ebben az esetben is alkalmazzuk a moláris túlfolyás feltételét ($F=F_m=F_n=\dots=F_r$) és vezessük be a visszaforralási arányt:

$$R_r = \bar{G}/M \quad (14)$$

A (13) egyenlet átrendezésével:

$$y_n = \frac{\bar{F}_m}{\bar{G}_n} x_m - \frac{M}{\bar{G}_n} x^M = \frac{R_r + 1}{R_r} x_m - \frac{1}{R_r} x^M, \quad (15)$$

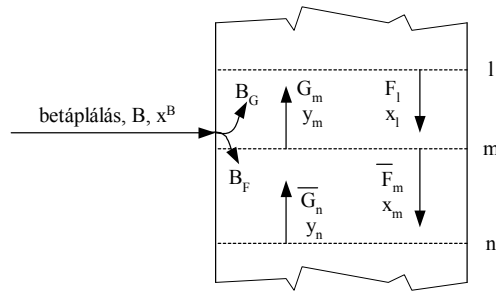
a rektifikáló oszlop *alsó munkavonalát* kapjuk.

- A betáplálási tányérra felírt mérlegek:

Az m -dik (betáplálási tányérra) érkező betáp áram két részre osztható

$$B = B_F + B_G \quad (16)$$

azaz egy gőz- és egy folyadékrészre:



4. ábra

Stacionárius állapot esetén:

$$B + \bar{G}_n + F_1 = G_m + \bar{F}_m \quad (17)$$

$$Bx^B + \bar{G}_n y_n + F_1 x_1 = G_m y_m + \bar{F}_m x_m \quad (18)$$

ha érvényes a moláris túlfolyás, akkor az indexek elhagyhatók:

$$Bx^B + \bar{G}y_n + Fx_1 = Gy_m + \bar{F}x_m \quad (19)$$

az általánosítás érdekében szintén hagyjuk el az összetétel indexeit:

$$Bx^B + \bar{G}y + Fx = Gy + \bar{F}x \quad (20)$$

felhasználva a (16) egyenletet:

$$G = \bar{G} + B_G \quad (21) \quad \text{és} \quad \bar{F} = F + B_F \quad (22)$$

A betáplálás állapotát a folyadékfázisnak az egész betápláláshoz viszonyított értéke jellemzi, melyet q -val jelölünk:

$$q = F / B \quad (23)$$

rendezzük a (20) egyenletet a (21-23) összefüggések segítségével:

$$y = \frac{F - \bar{F}}{G - \bar{G}} x + \frac{B}{G - \bar{G}} x^B = \frac{q}{q-1} x - \frac{1}{q-1} x^B \quad (24)$$

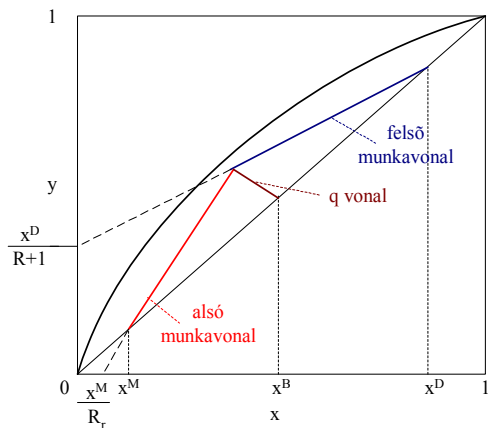
A (24) egyenlet a rektifikáló oszlop q -vonalának egyenlete. A q értékét hőtani szempontból is értelmezhetjük:

$$q = \frac{Q}{\Delta H_p} \quad (25)$$

azaz a betáplált folyadék 1 móljának telített gőzzé alakításához szükséges hőmennyiség és a párolgáshő hányadosa.

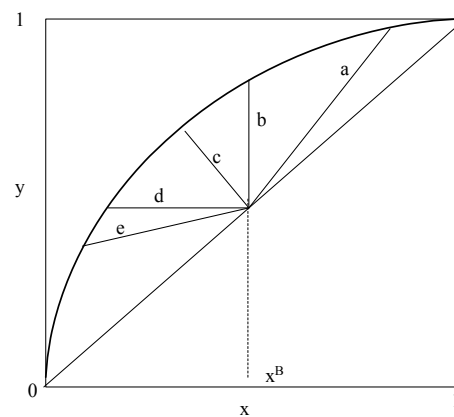
A q -vonal minden esetben átmegy az alsó és felső munkavonal metszéspontján.

A munkavonalakat ábrázolva:



5. ábra

A q-vonal elhelyezkedésének esetei:



6. ábra

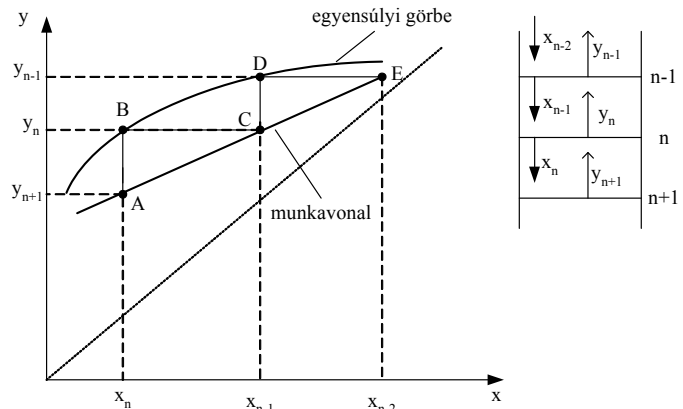
A q-vonal elhelyezkedésének esetei a betáplálásra vonatkozóan

- a: folyadék, $Q > \Delta H_p$ így $q > 1$
- b: forrásponti folyadék, $Q = \Delta H_p$ így $q = 1$
- c: részleges gőz részleges folyadék, $0 < Q < \Delta H_p$ így $0 < q < 1$
- d: telített gőz, $Q = 0$ így $q = 0$
- e: túlhevített gőz, $Q < 0$ így $q < 0$

Az elméleti tányérszám meghatározása MCCABE – THIELE módszerrel

Az alsó (15) és a felső (9) munkavonalak segítségével az adott elválasztáshoz szükséges elméleti tányérok száma egyszerű grafikus módszerrel meghatározható. A meghatározás az egyensúlyi egység és a munkavonal definíciója alapján történik, amelyet a 7. ábrán mutatunk be.

Az n -dik tányért tekintve – C pont – az $n-1$ -dik tányérról lecsorgó folyadék összetétele egyensúlyban van az n -dik tányérról felszálló gőzzel, de az n -dik tányérról távozó fázisok is egyensúlyban vannak, ezért x összetételük közös. Ezzel a B pontba jutottunk, amely a termodinamikai egyensúlyi összetételt adja meg az n -dik tányéron.

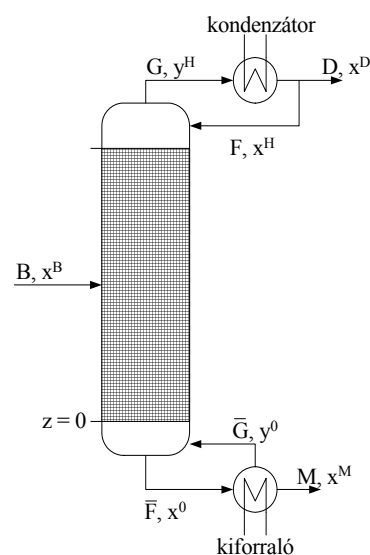


7. ábra

Folyamatos rektifikáció töltetes oszlopban

A folyamatos rektifikálást megvalósíthatjuk töltetes oszlopokban is. Ekkor a kolonnában tányérok helyett töltettesteket helyezünk el (lásd 7 pont alatt).

A folyamatos töltetes rektifikáló oszlop vázlatát a 14. ábrán látható:



8. ábra

Töltettestek

- Lehetnek rendezettek vagy rendezetlenek
- Anyaguk lehet
 - Fém, ha nem korrozív a közeg. Nagy kapacitás és hatásfok jellemzi őket, széles geometriai skála. Nyomásállóak, azonban a nedvesítésük nem olyan jó mint a kerámiáké. Viszonylag drágák, speciális igények esetén jelentős árnövekedés pl.: SS 3-5x árnövekedés.
 - Kerámia: Kis kapacitásúak, mechanikailag kevésbé ellenállóak, azonban a magas hőmérsékletet és a korrozív közeget jól bírják.
 - Műanyag: Olcsóak, de az ellenállóképességgel és a mechanikai szilárdsággal gond lehet (alacsony hőmérsékleten rideggé válnak).
- A töltet hatékonyságára utaló jellemzők:
 - Átviteli egységmagasság (HTU)
 - Elméleti tányérszám (NTP)

Rendezetlen töltettestek:

Első generációs töltettestek (1900-1950)



9.a

9.b

9.c

Második generációs töltetek (1950-70)



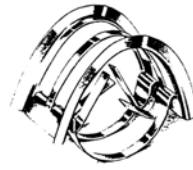
Pall gyűrű

10.a



Intalox nyereg (kerámia)

10.b



Intalox nyereg (fém)

10.c

Nutter ring [Forrás: www.sulzerkemtech.com]

11. ábra

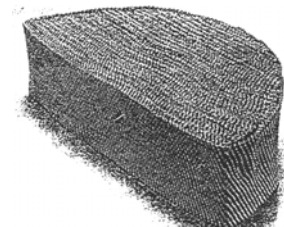
Strukturált töltetek:



Sulzer BX



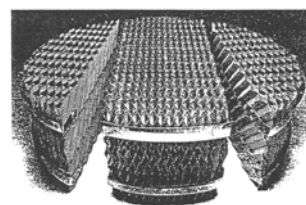
Sulzer töltetek



Glitsch Goodloe



Sulzer BX plastic



Intalox, Norton Co.

[Forrás: www.sulzerkemtech.com]

A berendezés leírása elvégzendő feladatok

A gyakorlaton használt rektifikáló berendezés 80 cm magas 6 cm átmérőjű, 8x8x1.5 mm-es Raschig gyűrűvel töltött oszlop. A töltet fajlagos felülete $570 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

Az oszlopot alulról fűtjük, a tetejéről távozó gőzt vizes hűtőben kondenzáltatjuk. A kondenzátumot két részre osztjuk; egyik részét desztillátumként elvezetjük, másik részét pedig refluxként visszapumpáljuk az oszlopba. A betáplálást szivattyúval valósítjuk meg, a térfogatáramot köbözéssel határozzuk meg.

A mérés során etanol-víz elegy elválasztását végezzük, a termék koncentrációját refraktométerrel határozzuk meg. A törésmutató-koncentráció kalibrációs görbe a mérésnél rendelkezésre áll.

1. Feladat

A rektifikáló oszlop elméleti tányérszámának meghatározása adott fej- és fenéktermék koncentráció esetén.

A mérést a rektifikáló oszlop teljes reflux melletti felfűtésével kezdjük. A kondenzálódás megindulása után megkezdjük a fej- és a fenéktermék elvételét valamint elindítjuk a betáplálást. A terméklevételeket az előzetesen kiszámított értékre állítjuk be. Az áramok beállítása után megvárjuk a stacionárius állapot beálltát, melyet három egymás utáni termékminta-vétellel ellenőrizzük. Ezután a fűtőteljesítményt és a refluxarányt addig változtatjuk amíg a termékek koncentrációja a megadott értéket el nem éri. Minden állítás után megvárjuk a stacionárius állapot beálltát, a folyadékáramokat feljegyezzük.

A folyadékáramok értékeiből és a q vonal ismeretében felírjuk a munkavonaak egyenleteit.

A q vonal felírásához szükséges fajhő adatok:

$$\Delta H_{\text{vap}}\text{EtOH} = 39.3 \text{ kJ/mol} = 204.1 \text{ cal/g} = 854.34 \text{ J/g}$$

$$\Delta H_{\text{vap}}\text{H}_2\text{O} = 40.65 \text{ kJ/mol} = 540.5 \text{ cal/g} = 2258.3 \text{ J/g}$$

Meghatározandó:

- Refluxarány és a visszaforralási arány
- q értéke
- az egyensúlyi egységek száma

2. Feladat

A rektifikáló oszlop minimális tányérszámának meghatározása.

A minimális tányérszám (egyensúlyi egységek száma) adott elegy esetén az oszlop minőségi teljesítőképességét jellemzi. Teljes reflux esetén a számításhoz felhasználható az ún. Fenske egyenlet, amely összefüggést ad meg a minimális tányérszám (N_{min}), a fejtermék koncentrációja (x_D) és a fenéktermék koncentrációja (x_M) között, ha a relatív illékonyság értéke állandó.

Ekkor az egyenlet alakja:

$$N_{\text{min}} = \frac{\lg \left[\frac{1-x_M}{1-x_D} \cdot \frac{x_D}{x_M} \right]}{\lg \alpha} - 1$$

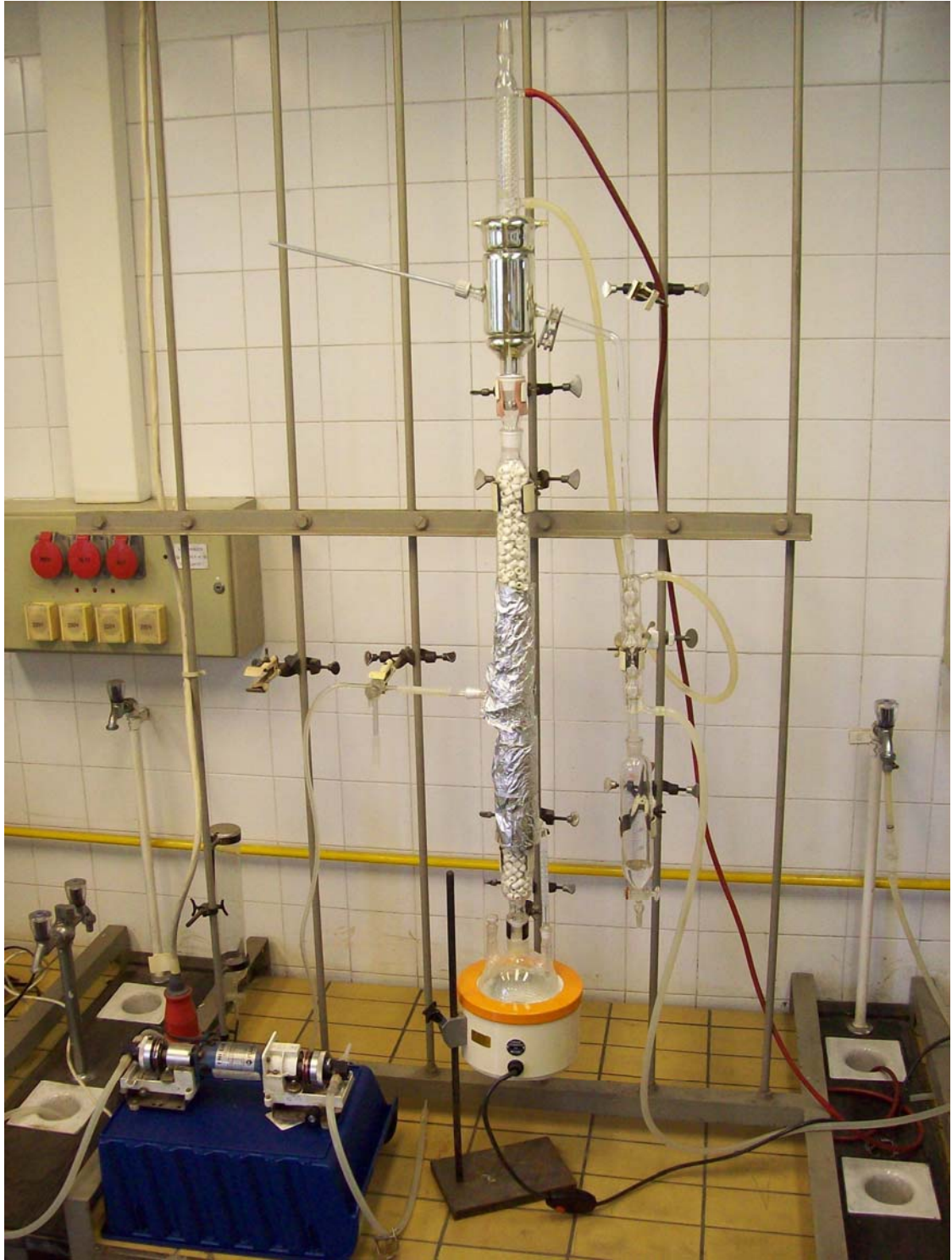
Az etanol-víz elegyre a relatív illékonyság nem állandó, ezért a számításhoz átlagos relatív illékonyságot állapítunk meg. Ehhez az EtOH-víz gőz-folyadék egyensúlyi adataiból, az elválasztásnak megfelelő tartományra különböző (x,y) értékpárookra kiszámítjuk az α értékeket, majd ennek számtani átlagát alkalmazzuk a Fenske egyenlethez.

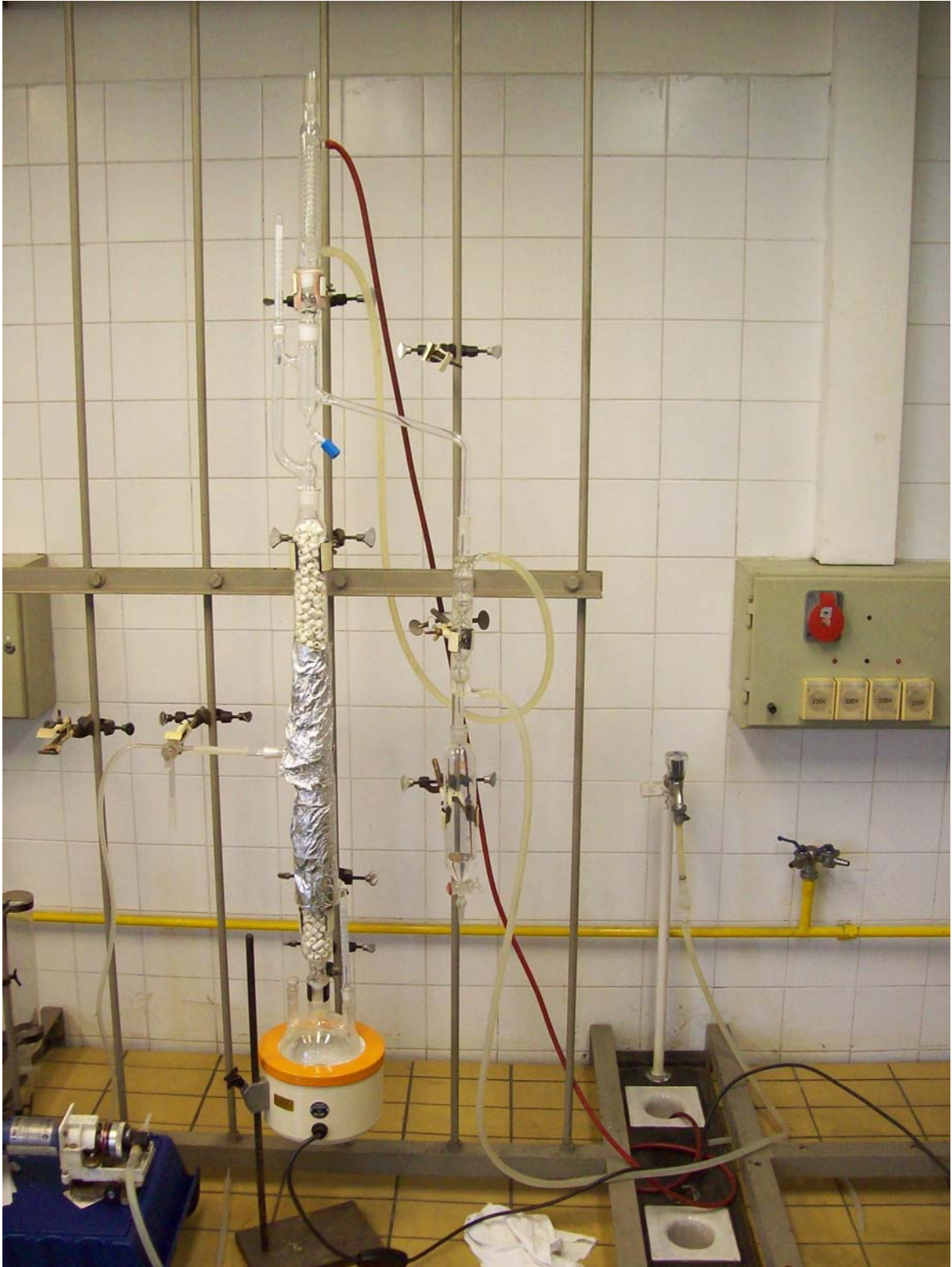
N_{\min} értéke meghatározható grafikusán is (McCabe-Thiele módszer), ekkor a munkavonalak megfelelnek az 1-es iránytangensű diagonálisnak.

A mérést úgy végezzük, hogy megszüntetjük a terméklevételt (a teljes kondenzátumot visszavezetjük). Ezután ismét megvárjuk a stacioner állapot beálltát, kis mennyiségű mintát veszünk, megmérjük a törésmutatót egymást követően három mintából. A minták átlagából számított értéket használjuk a továbbiakban.

Meghatározandó:

- Átlagos relatív illékonyság
- N_{\min} értéke a Fenske egyenlet segítségével
- N_{\min} értéke (McCabe-Thiele módszerrel)





Kis ZH kérdések:

- 1, Milyen feladatokat kell elvégezniük a gyakorlaton?
- 2, Rajzolja fel a rektifikáló oszlop anyagáramait (mérési előírat alapján)!
- 3, Mit nevezünk rektifikálásnak?
- 4, Írja fel a felső (dúsító) szakasz munkavonalát! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 5, Írja fel az alsó (kigőzőlő) szakasz munkavonalát! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 6, Írja fel a kétkomponensű elegy rektifikálásánál, a relatív illékonyság egyenletét!
- 7, Írja fel a refluxarány egyenletét! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 8, Írja fel a visszaforralási arány egyenletét! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 9, Írja fel a teljes oszlop bruttó tömegmérlegét! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 10, Írja fel a dúsító szakasz bruttó tömegmérlegét! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 11, Írja fel a kigőzőlő szakasz bruttó tömegmérlegét! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 12, Minek a mérésére szolgál a refraktométer?

Nagy ZH kérdések:

- 1, Rajzolja le milyen mérőberendezéssel mért a laborban és nevezze el az egyes részeket!
- 2, Írja fel a minimális tányérszám meghatározására vonatkozó egyenletet! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 3, Rajzolja fel a folyamatos töltetes rektifikáló oszlopot, és jelölje az anyagáramokat!
- 4, Mit nevezünk rektifikálásnak? Írja fel a refluxarány és a visszaforralási arány egyenletét! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége.
- 5, Írja fel a felső (dúsító) és az alsó (kigőzőlő) szakasz munkavonalát! Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége!
- 6, Vezesse le az alsó (kigőzőlő) szakasz munkavonalának egyenletét a $\bar{F}_r = \bar{G}_{r+1} + M$ egyenletből kiindulva. Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége!
- 7, Vezesse le a felső (dúsító) szakasz munkavonalának egyenletét a $G_1 = F + D$ egyenletből kiindulva. Az egyenletben szereplő jelölésekhez írja oda, hogy mi-mit jelent, mi a mértékegysége!
- 8, Soroljon fel 2-2 első és második generációs rendezetlen töltetet!