

Folyamatos, kevert tartályreaktor vizsgálata

1. Elméleti összefoglaló

Folyamatos, tökéletesen kevert tartályreaktor

A reagáló anyagokat folyamatosan vezetjük a reaktorba és a reakcióelegy egy részét elvezetjük, hogy az elegy térfogata a reaktorban ne változzék. Ideális esetben a keverés olyan, hogy a belépő reagensek azonnal és egyenletesen elkeverednek a tartály mindenkorai tartalmával és ennek következtében fölveszik a reakcióelegy hőmérsékletét, úgy, hogy sem koncentráció- sem hőmérsékletkülönbség a reakcióelegyben nem keletkezik. A tökéletes keveredés következménye, hogy a reaktorból távozó elegy jellemzői megegyeznek a reaktorban bárhol mérhető jellemzőkkel. A stacionárius komponens- és hőmérleg a reaktorra:

$$\dot{n}_{j_o} - \dot{n}_j + v_j r V = 0 \quad (1)$$

$$\dot{V} \rho c_p (T_o - T) - hA(T - T_h) + rV(-\Delta H_R) = 0 \quad (2)$$

ahol \dot{n}_j a j -edik komponens mólárama (mol/s),
 v_j a j -edik komponens sztöchiometriai együtthatója,
 r reakciósebesség (mol/m³s),
 V a reakcióelegy térfogata (m³),
 \dot{V} a betáplálási térfogatáram (m³/s),
 ρ a reakcióelegy sűrűsége (kg/m³),
 c_p a reakcióelegy fajhője (J/kg K),
 T a reakcióelegy hőmérséklete (K),
 T_h a hűtőközeg (fűtőközeg) átlagos hőmérséklete (K),
 h hőátbocsátási tényező (W/m² K),
 A hőátadó felület (m²),
 ΔH_R reakcióentalpia (J/mol),
 o index a betáplálás állapotára utal.

Izoterm reakcióvezetésnél (1) komponensmérleg egyenletet kell megoldanunk. Ha a reakcióelegy térfogata a reakció folyamán nem változik:

$$\dot{V} c_{j_o} - \dot{V} c_j + v_j r V = 0 \quad (3)$$

Konverzió

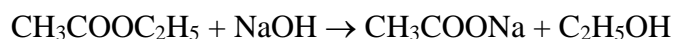
A konverzió a reaktorba beadott kiindulási anyag elreagált hányadával egyenlő:

$$X = \frac{n_{j_o} - n_j}{n_{j_o}} \quad (4)$$

A konverziót mindig a limitáló (korlátozó) komponensre számítjuk.

2. A vizsgált reakció

A reaktorok vizsgálatához az etil-acetát lúgos hidrolízisét választottuk, amely híg oldatban, közönséges hőmérsékleten kényelmesen tanulmányozható sebességgel megy végbe. Az elszappanosodás a következő reakcióegyenlettel írható le:



A választott reakciókörülmények (koncentráció, hőmérséklet) mellett az ellenkező irányú reakció elhanyagolható. A reakció sebességi egyenlete:

$$r = kc_{ACB} \quad (5)$$

ahol c_A a limitáló komponens koncentrációja (mol/dm^3).

A reakciósebességi együttható hőmérséklet függését a következő összefüggéssel írhatjuk le:

$$\ln k = 20,8 - 5640/T; [k] = \left[\frac{\text{dm}^3}{\text{mol} \cdot \text{min}} \right] \quad (6)$$

3. A kísérleti berendezés leírása

A laboratóriumi mérőállomás kevert tartályreaktor vizsgálatára alkalmas (1. ábra). A reaktorok tápáramát 2 db 30 dm^3 térfogatú, Mariotte-palackként kialakított saválló tartály gravitációs úton biztosítja. A tápáramok beállítására rotaméterek szolgálnak.

A vizsgált tartályreaktor leírása:

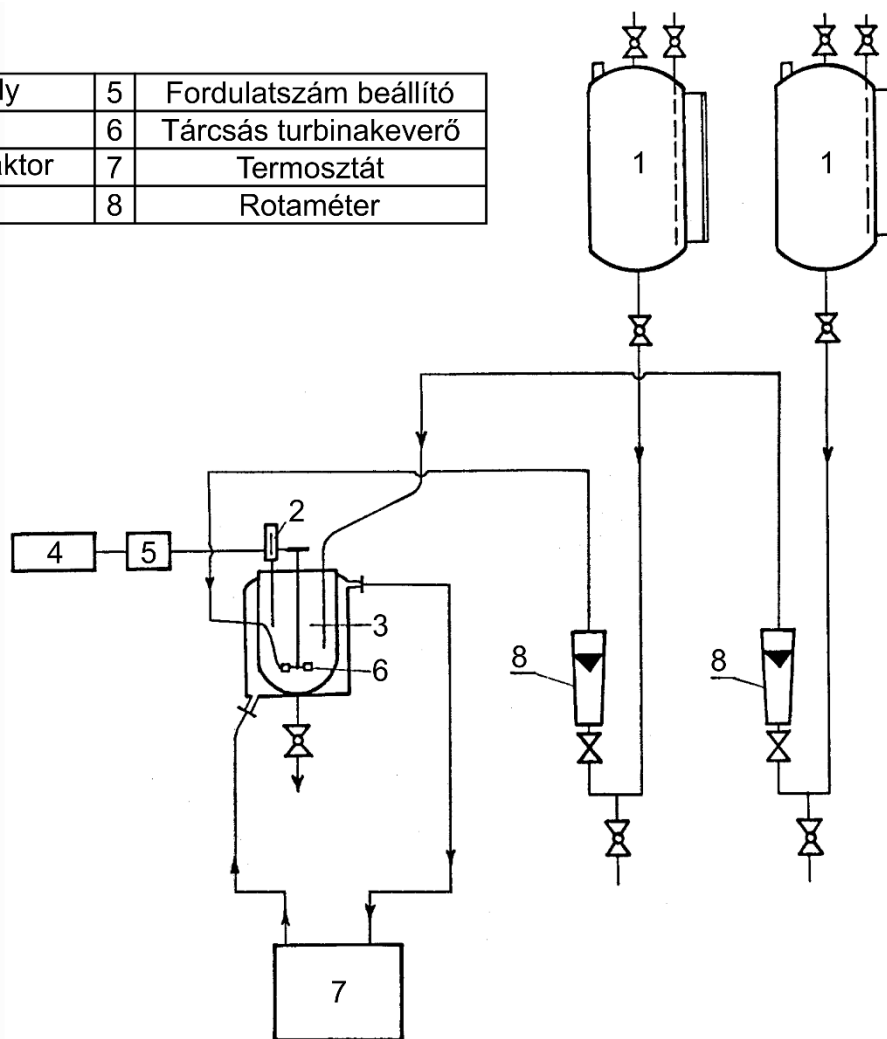
A keverős tartály legfontosabb méretei:

- a reaktor belső átmérője	148 mm,
- a folyadékoszlop magassága	180 mm,
- a keverő távolsága a tartály aljától	63 mm,
- a hatlapátos tárcsás turbina keverő átmérője	49,6 mm.

A reaktor anyaga KO 36-os saválló acél, térfogata 3 dm^3 . A hajtómű a tartály tetejébe csavarmenettel csatlakozik. A reaktor tetején tömszelencén keresztül van átvezetve a keverőtengely. A forgás közben a tömszelencében keletkező hő hűtővíz lassú áramoltatásával vonjuk el. A keverőmotor fordulatszám-szabályozóhoz csatlakozik, amellyel a fordulatszámot 0-600 l/min tartományban fokozatmentesen tudjuk változtatni.

Az etil-acetát oldatot a tartály oldalán vezetjük a reaktorba. Ez a cső a reakcióelegyet a tartály aljára vezeti. A nátrium-hidroxid oldatot a tartály tetején adagoljuk be. A tartály oldalán a tetejétől 37 mm-re található a kivezető csőcsonk. Az ürítés céljára a tartály alján külön ürítőnyílás található. A reaktorba ferdén 121,5 mm hosszú hőmérőcsonk nyúlik be. Mind a hőmérőtok, mind a betáplálócső egyúttal törőelem is, amelyek megakadályozza a folyadéktölcser képződést. A reaktor köpennyel van ellátva, melyen keresztül hűthető vagy fűthető.

1	Adagoló tartály	5	Fordulatszám beállító
2	Hőmérő	6	Tárcsás turbinakeverő
3	Kevert tartályreaktor	7	Termosztát
4	Motor	8	Rotaméter



1. ábra. A kísérleti berendezés vázlatos rajza

4. A mérés kivitelezése

A mérés kezdetén ellenőrizzük, hogy a táptartályok fel vannak-e töltve, majd nyissuk ki a táptartályok csapjait.

Kapcsoljuk be a keverőt és állítsuk be a fordulatszámot a kívánt értékre. Ne felejtsük el megindítani a keverő tömszelence hűtővizét! A rotamétereken állítsuk be a mérésvezető által megadott értéket (9-10 skr). (Ezek állandó értéken tartásáról a mérés folyamán végig gondoskodjunk!) A bemenő térfogatáramok pontos meghatározásához a mérés végén mindkét rotamétert köbözéssel kalibrálni kell. A kimenő térfogatáramot szintén köbözéssel határozzák meg, majd számítsák ki az átlagos tartózkodási időt. A reaktor köpenyében keringtetett termosztáló folyadék hőmérsékletét változtatva a reakcióelegyet a kívánt hőmérsékletre (30-40 °C) melegítjük.

A betáplálások elindítása után vegyünk mintát a betáplált oldatokból és határozzuk meg a kiindulási nátrium-hidroxid és etil-acetát koncentrációt.

Nátrium-hidroxid koncentráció meghatározása: 20 ml mintát 0,1 M sósav oldattal titráljuk. Két párhuzamos mérést végezzenek.

Észtertartalom meghatározása: 20 ml mintát egy 250 ml-es gömblombikba mérünk, amelybe előzőleg 30 ml 0,1 M nátrium-hidroxidot adtunk. Vízfürdőn, visszafolyó hűtővel legalább egy órán át forraljuk. Lehűlés után a lúgfelesleget 0,1 M sósav oldattal visszatitráljuk. Szintén két párhuzamos mintát vegyenek. Ezzel egyidejűleg vakmeghatározást is végezzenek (20 ml desztillált víz + 30 ml 0,1 M nátrium-hidroxid).

Az állandósult állapotban 3-5 mintát veszünk (2-3 percenként) és meghatározzuk a nátrium-hidroxid tartalmát. Az állandósult állapot beállítását a koncentrációk követésével állapítjuk meg. A mintákat, közvetlenül a kilépő csonkból, lemért fölös sósavba engedjük, hogy a reakció azonnal megálljon. A mintát időre vegyük, ezzel egyben köbözünk is. A titráló lombik tömegét mintavétel előtt és után megmérve megkapjuk a minta tömegét. A minta térfogatát a víz adott hőmérséklethez tartozó sűrűségével számolhatjuk. A fölös sósavat 0,1 M nátrium-hidroxid oldattal, fenolftalein indikátor mellett, visszatitráljuk és a reaktorbeli NaOH koncentrációt azonnal kiszámoljuk.

5. A mérés kiértékelése

1. A stacionárius állapotú reaktor mért koncentráció értékéből számolják ki a meghatározó (limitáló) komponensre a konverziót. Ne felejtsek el, hogy belépő koncentráció a két áram összekeverése után kapott elegyben a koncentráció!
2. A kezdeti koncentrációk, a hőmérséklet és az átlagos tartózkodási idő ismeretében az ideális reaktor modell alapján számolják ki az "elméleti" konverziót. Ehhez segítséget a *Simándi Béla (szerk.): Vegyipari műveletek II. Anyagátadó műveletek és kémiai reaktorok, Egyetemi segédanyag* 2.8. függelékében találnak. Hasonlítsák össze a mért konverzió értékkel és indokolják az eltérést.
3. Töltsék ki az összefoglaló táblázatot!

6. Mérési jegyzőkönyv

A keverő fordulatszáma: 1/min

0,1 M NaOH oldat faktora:

0,1 M HCl oldat faktora:

Térfogatáramok:

	NaOH	etil-acetát	kimenő áram
rotaméter (skr)			_____
köbözések adatai			
térfogatáram (dm ³ /h)	$\dot{V}_{NaOH} =$	$\dot{V}_{EtAc} =$	$\dot{V} =$

Egyedi betáplálási áramok koncentrációinak meghatározása:

	NaOH	etil-acetát
titrálás adatai		
koncentráció (dm ³ /h)	$c_{NaOH}^* =$	$c_{EtAc}^* =$

Mintavételek a stacionárius állapotban:

sorszám						
idő	t	(min)				
térfogat- áram	V	(ml)				
	Δt	(s)				
	\dot{V}	(dm ³ /h)				
hőmérséklet	T	(°C)				
	\bar{T}_h	(°C)				
minta tömege	m_1	(g)				
	m_2	(g)				
	$m_2 - m_1$	(g)				
fogyás	0,1 M NaOH	(ml)				
koncentráció	c_{NaOH}	(mol/dm ³)				

7. Összefoglaló táblázat

\dot{V}_{NaOH} (dm ³ /h)		$c_{NaOH,0}$ (mol/dm ³)	
\dot{V}_{EtAc} (dm ³ /h)		$c_{EtAc,0}$ (mol/dm ³)	
$X_{mért}$		c_{NaOH} (mol/dm ³)	
T (°C)			
k (dm ³ /mol*min)			
\dot{V} (dm ³ /h)			
\bar{t} (min)			
$X_{elméleti}$			

Ajánlott irodalom

1. Denbigh, K.G., Turner, J.C.R.: Kémiai reaktorok, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1971.
2. Patat, F., Kirchner, K.: Ipari kémiai praktikum, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1980.
3. Simándi Béla (szerk): Vegyipari műveletek II. Anyagátadó műveletek és kémiai reaktorok, Egyetemi segédanyag, Budapest, 2012. (2.2.4 és 2.8.2 fejezetek ill. 2.8. függelék)

Készítette: Simándi Béla
Sawinsky János
Ellenőrizte: Deák András