

Töltött rektifikáló oszlopok vizsgálata

Az ipari gyakorlatban rektifikálásra tányéros vagy töltött oszlopokat használnak. A töltött oszlopokban az 1960-as évekig golyókat, gyűrűket vagy nyeregtesteket alkalmaztak. 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 falratartása miatt hatékonyságuk jelentősen romlott, ami ugyan a folyadék egy-két méterenkénti újra elosztásával javítható volt, de a folyadékelosztó szerkezetek az oszlop magasságot nagymértékben növelték. Jelentős előrelépés történt a töltött oszlopok fejlődésében 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 töltetsomagok gyártása terén a Sulzer cég hosszú ideig egyeduralkodó volt, ma már azonban nemcsak a korábban ömlesztett tölteteket gyártó Raschig cég gyárt saját konstrukciójú rendezett tölteteket, hanem a hagyományosan tányérokat gyártó, pl. Kühni, Montz, Norton cég is forgalmaz saját konstrukciójú töltetsomagokat.

A töltött rektifikáló oszlopok elválasztóképességének számítása és az oszlopok tervezése

A töltött rektifikáló oszlopok előzetes tervezésekor illetve a létező oszlopok működésének vizsgálatakor az elméleti tányérok módszerét, illetve az átviteli egység módszerét használhatjuk. Az elméleti tányérok módszer előnye az egyszerűsége, míg az átviteli egység módszer a desztilláló oszlopban lezajló valós anyagátbocsátási folyamatok leírásán alapszik, így az utóbbi modell közelebb áll az oszlop valós működéséhez. Az oszlopátmérő tervezéséhez a terhelési tényező módszer, az elárasztási sebesség meghatározásán alapuló módszer, valamint az oszlopon való nyomásesés – gőz áramlási sebesség közötti összefüggést felhasználó módszer használata az elfogadott.

Korábbi tanulmányaik során az elméleti tányérszám módszert és az átviteli egység módszert tanulták az töltetmagasság meghatározására, és a terhelési tényező módszert az oszlopátmérő meghatározására. Ezeket kell a mérés során felhasználniuk, ezért ezek ismerete és alkalmazása a mérés során elvárt. A tanultak átismétléséhez a Vegyipari műveletek 2 elektronikus jegyzet 1.3.2.3.1-5, illetve 1.3.3.2 alfejezeteinek, valamint a számolási gyakorlaton tanultak átismétlését javasoljuk.

A HETP számítására az irodalomban számos összefüggés található [1]. Sajnos a különböző egyenletekkel számított HETP értékek között jelentős (sokszor 100 %-nál is nagyobb) eltérések tapasztalhatók [2]. 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 [3] laboratóriumi méretű töltetekkel végzett mérések alapján megadott összefüggést mutatjuk be.

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

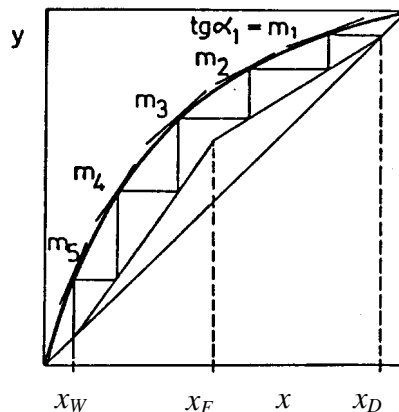
ahol d_p töltetátmérő (m)

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

H töltet magasság (m)

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

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



1. ábra, Az $m_{\text{átl}}$ meghatározása [2]

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

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

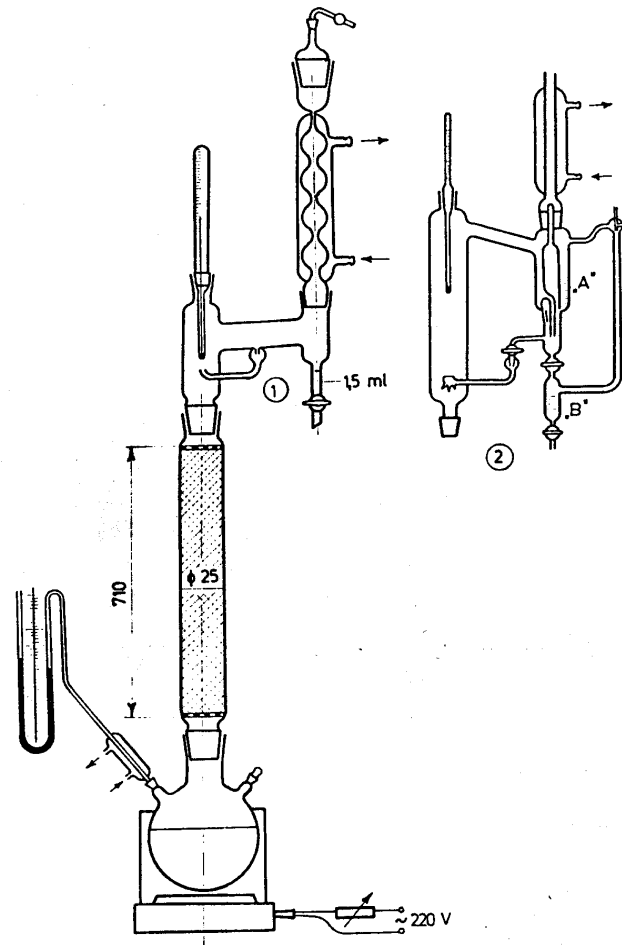
A gyakorlatban is jól használható módszert közöl Beck [4], melynek részletes leírása Sattler [5] könyvében is megtalálható. Rendezett töltetekre általában a hatékonysági számot (n_t) adják meg diagramban, a terhelési tényező (F) függvényében ($F = v\sqrt{\rho_g}$).

Kísérleti rész

A mérési feladat két azonos töltetmagasságú (0,5 méter) és átmérőjű (25 mm) töltött rektifikáló oszlop elválasztóképességének és kapacitásának meghatározása: egy 5 mm-es üveg Raschig-gyűrűvel és egy Sulzer EX töltettel töltött oszlop összehasonlítása. A rektifikáló berendezések részei: szabályozható teljesítményű fűtőlap, mintavevővel ellátott forralólombik, töltött oszlop, hőmérővel és mennyiségmérővel ellátott kolonnafej, visszafolyóhűtő. A mérőberendezés a 2. ábrán látható.

A mérést n -hexán – metil-ciklohexán eleggyel végzik, teljes refluxban. A mérés indítása előtt ellenőrizték le, hogy az üstben van folyadék, az olajfürdő nem vizes, a hőmérők és a berendezés egyéb részei megfelelő helyen, beállításban (pl. csapok) és mérésre alkalmas állapotban vannak. Ezután először indítják meg a hűtővízáramot (kövessék végig a hűtővíz útját), majd

kapcsolják be a forralólombik fűtését. Ha a párlat az oszlopfejbe ért vegyék vissza a fűtési sebességet a mérésnél jelölt értékre, várják meg az állandósult állapot beállítását, ami kb. 30 perc.



2. ábra. Töltött rektifikáló oszlop

Az állandósult állapot elérését a hőmérsékletek állandó értéke mellett a refluxáram állandósága (egymás utáni mérések esetén nincs tendenciaszerű változás, a mért értékek egy átlagérték körül szórnak) jelzi. A refluxáramot az 1 ml térfogatú jelölt szakaszon való köbözéssel mérik meg, minimum háromszor állandósult állapotban is. Állandósult állapotban vegyenek mintát az üstből és a fejtermékből (gyors egymásutánban) is és törésmutató méréssel határozzák meg azok összetételét.

Az üstből való mintavételnél fecskendő használjanak, amely az üst (lombik) aljára lenyúló üvegcsőhöz van illesztve. Mintavétel előtt a fecskendőt töltsék fel levegővel, azt óvatosan nyomják bele az üstbe, ezzel az üvegcsőben levő az üst átlagos összetételétől eltérő összetételű oldatot eltávolították, majd ezután a fecskendőbe szívják fel a mintát. **Vigyázat**, a minta forró, kellően elővigyázatosan vegyenek mintát!

A fejből a mintát csapon keresztül vegyék le a refluxáram mintázásával. Itt is figyeljenek arra, hogy a mintavétel előtt a nem állandósult állapotra jellemző, a csap felett összegyűlt folyadékot ne használják fel a méréshez, hanem rögtön öntsék a regdó edénybe.

A törésmutató mérés előtt a mintát hűtsék le kb. 20°C-ra. A refraktométer termosztált, így a minta hőmérsékletét nem kell pontosan beállítani, de forró mintával nem tudnak értékelhető mérési eredményhez jutni.

A mérés végén minden mintát a regdő edényben gyűjtsenek össze, a refraktométer mintatartóját töröljék szárazra.

A mérés során az alábbi adatokat jegyezzék fel (amit szükséges, többször is).

légnomás (kPa), olajfürdő hőmérséklete (°C), üsthőmérséklet (°C), fejhőmérséklet (°C), 1 ml desztillátum szedési ideje (s), üstminta törésmutatója (-), fejminta törésmutatója (-)

A minták 20°C-on mért törésmutatójából számítható a n-heptán móltörtje:

$$x_{n\text{-heptán}} = 38,525 - 27,0747 \cdot n_D^{20}$$

ahol $x_{n\text{-heptán}}$ n-heptán móltörtje
 n_D^{20} törésmutató 20°C-on

Adatok Raschig-gyűrűs oszlopra:

töltetmagasság: 0,50 m
oszlopátmérő (belső): 25 mm
töltetátmérő: 5 mm
töltet fajlagos felülete: 1000 m²/m³
töltet hézagterfogata: 0,62 m³/m³

Sulzer EX oszlopra

töltetmagasság: 0,50 m
oszlopátmérő: 25 mm

Számítási feladat a Raschig-gyűrűs oszlopra

- 1.) Számítsák ki az üst és fejösszetételt valamint az elméleti tányérszámot (utóbbit a rendelkezésre álló szoftverrel).
- 2.) Számítsák ki a HETP értékét a mért adatokból és a Granville egyenlettel és hasonlítsák össze a két értéket.
- 3.) Számítsák ki a mért üres oszlopra vonatkoztatott gőzsebességet!
- 4.) Számítsák ki a hatékonysági számot!

Számítási feladat Sulzer töltetes oszlopra

- 1.) Számítsák ki az üst és fejösszetételt valamint az elméleti tányérszámot (utóbbit a rendelkezésre álló szoftverrel).
- 2.) Számítsák ki a mért üres oszlopra vonatkoztatott gőzsebességet és a terhelési tényező értékét.
- 3.) Számítsák ki a HETP értékét a mért adatokból!

Beadandó: a mért értékek és a számítások eredménye, valamint értékelése.

Irodalom

1. Perry J.H.: Vegyész mérnökök Kézikönyve. Műszaki Könyvkiadó Bp. 1986.
2. Vegyipari Félüzemi Praktikum, Műegyetemi Kiadó, Budapest, 2000.
3. Granville: Brit. Chem. Eng.: 2, 70 (1957)
4. Beck, T.: Ein neues Verfahren zur Berechnung von Füllkörpersäulen. Weisenthurm, Doktor Druck, 1969.
5. Sattler K.: Termikus elválasztási módszerek. Műszaki Könyvkiadó Bp. 1983.

A mérésleíratot a tanszéki munkaközösség korábbi munkáinak felhasználásával készítette: Székely Edit, ellenőrizte: Angyalné Koczka Katalin és Tóth András József (2018. 02. 09.)