

Ćwiczenie 11:

REKTYFIKACJA OKRESOWA MIESZANINY DWUSKŁADNIKOWEJ

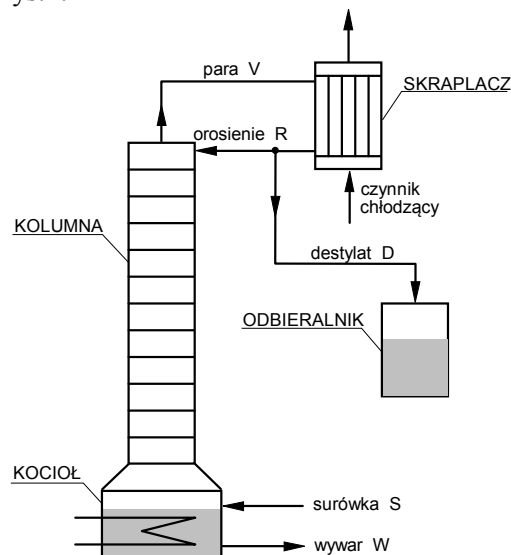
1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zaznajomienie się z pracą wypełnionej kolumny rektyfikacyjnej oraz przeprowadzenie rektyfikacji okresowej mieszaniny dwuskładnikowej przy stałym natężeniu przepływu orosienia.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Rektyfikacją nazywa się proces rozdzielania mieszaniny składników cieczy i pary, polegający na przeciwprądowym zetknięciu się obu faz i równoczesnym przepływie ciepła oraz masy. Kosztem ciepła kondensacji par (głównie ich ciężkich składników) odparowuje pewna ilość cieczy (głównie składników lekkich), przy czym faza ciekła i parowa dążą do osiągnięcia stanu równowagi.

Najprostszy zestaw aparaturowy do prowadzenia rektyfikacji okresowej przedstawiono na rys. 1.



Rys.1. Schemat typowej instalacji do rektyfikacji okresowej

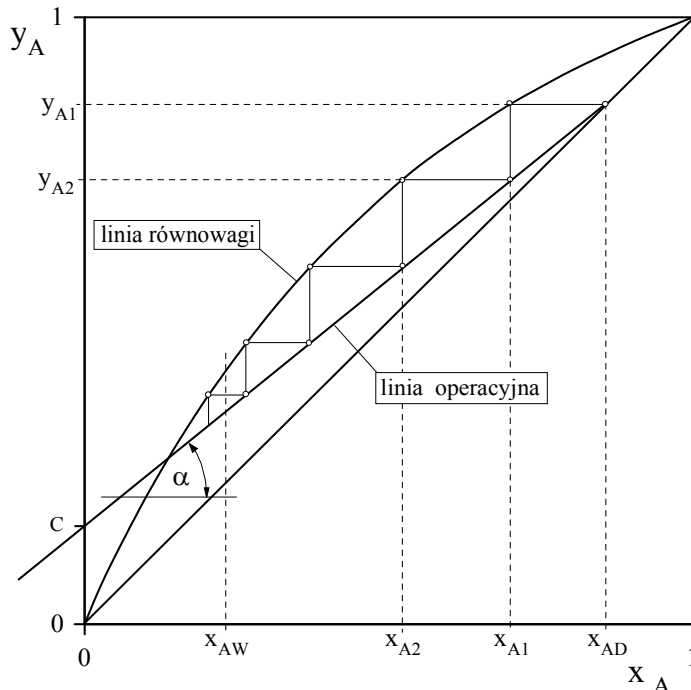
Zestaw ten otrzymuje się wbudowując kolumnę półkową lub wypełnioną między kocioł destylacyjny a skraplacz w instalacji do destylacji kotłowej.

Jeden cykl rektyfikacji okresowej obejmuje następujące czynności:

- napełnienie kotła surówką,
- podgrzanie zawartości kotła do temperatury początkowej wrzenia,
- odbiór destylatu, aż do osiągnięcia założonego stopnia rozdziału,
- opróżnienie kotła z cieczy wyczerpanej.

Istnieją dwa różne sposoby prowadzenia obliczeń procesów rektyfikacyjnych. Pierwszy - oparty na teorii dyfuzji i drugi - posługujący się pojęciem kolumny idealnej o półkach teoretycznych, a uwzględniający opory dyfuzyjne poprzez tzw. sprawność półki.

Przystępując do wyznaczenia wymaganej liczby półek teoretycznych w kolumnie rektyfikacyjnej, należy dysponować danymi dotyczącymi stanu równowagi układu ciecz-para dla mieszaniny poddawanej rektyfikacji. Dane tego rodzaju podaje literatura, np. praca [1]. W przypadku mieszanin dwuskładnikowych, dogodnie jest posługiwać się w obliczeniach wykresem równowagowym $y_A^* = f(x_A)$ sporządzonym dla ciśnienia pod którym przebiegać ma rektyfikacja, a wyznaczanie liczby półek teoretycznych prowadzić w sposób graficzny, rys. 2.



Rys.2. Wyznaczanie liczby pólk teoretycznych metodą McCabe'a - Thielego
 W tym celu, w układzie współrzędnych y_A , x_A wykreśla się krzywą równowagi dla danego układu oraz linię operacyjną, podającą związek między stężeniami cieczy i pary, spotykającymi się pomiędzy półkami. Jej równanie ma postać

$$y_A = \left(\frac{\psi}{\psi + 1} \right) x_A + \left(\frac{1}{\psi + 1} \right) x_{AD},$$

(1)

gdzie: y_A , x_A - udział molowy składnika A w parze i w cieczy w danym przekroju kolumny, -;

x_{AD} - udział składnika A w destylacie, -;

$\psi = \frac{R}{D}$ - liczba powrotu (orosienia).

Do wykreślenia linii operacyjnej potrzebna jest znajomość współrzędnych dwu punktów. Ponieważ przy całkowitej kondensacji par w skraplaczu, stężenie składnika A w orosieniu (zasilającym pierwszą od góry półkę w kolumnie) jest równe stężeniu tego składnika w parze opuszczającej kolumnę, „górny” skrajny punkt linii operacyjnej musi leżeć na linii $y_A = x_A$, a więc na przekątnej. Odmierzając na osi odciętych wartość x_{AD} , znajduje się na przekątnej wartość $y_{AI} = x_{AD}$. Linię operacyjną przechodzącą przez tak znaleziony punkt można wykreślić, odmierzając jej kąt nachylenia α , przy czym

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{\Psi}{\Psi + 1}, \quad (2)$$

lub odmierzając na osi rzędnych dla punktu $x_A = 0$ odcinek

$$\overline{OC} = \left(\frac{1}{\Psi + 1} \right) x_{AD}. \quad (3)$$

Liczba powrotu dla rektyfikacji okresowej wyznaczana jest wg zależności

$$\Psi = z \Psi_{\min}, \quad (4)$$

gdzie: z - współczynnik zwiększający liczbę powrotu,
 Ψ_{\min} - liczba powrotu minimalnego liczona jako

$$\Psi_{\min} = \frac{x_{AD} - y_{AW}^*}{y_{AW}^* - x_{AW}}. \quad (5)$$

Liczba pólk teoretycznych równa jest liczbie schodków (pomniejszonej o jeden schodek odpowiadający cieczy w samym kotle), które można wrysować pomiędzy linię operacyjną a linię równowagi do punktu odpowiadającego założonemu stężeniu x_{AW} składnika A w wywarze.

Półki kolumn rektyfikacyjnych mogą być zastąpione warstwą wypełnienia, po którym ścieka orosienie, przy czym para płynie od dołu ku górze. W tym przypadku dogodnie jest posługiwać się parametrem zwanym „wysokością równoważną półce teoretycznej” (WRPT). Pojęcie to oznacza taką wysokość warstwy wypełnienia, która daje taki sam efekt rektyfikacyjny, jak jedna półka teoretyczna. Wprowadzenie (WRPT) umożliwia przeliczenie kolumny półkowej na równoważną jej kolumnę z warstwą wypełnienia o wysokości

$$H = n_t \text{ (WRPT)} \quad (6)$$

gdzie: n_t - liczba pólk teoretycznych.

Literatura podaje dużo doświadczalnych wartości (WRPT), z równoczesnym wyszczególnieniem wymiarów i wysokości warstwy wypełnienia, średnicy kolumny i (niekiedy) prędkości masowej cieczy lub gazu (liczonych na pustą kolumnę). Istnieją również wzory empiryczne, bez uzasadnienia teoretycznego, określające (WRPT) z pewnym przybliżeniem. Przykładowo

$$\text{WRPT} = 8,8 \cdot 10^{-4} \frac{a_6}{a} \frac{M_c \rho_{c,0}}{T} \quad (7)$$

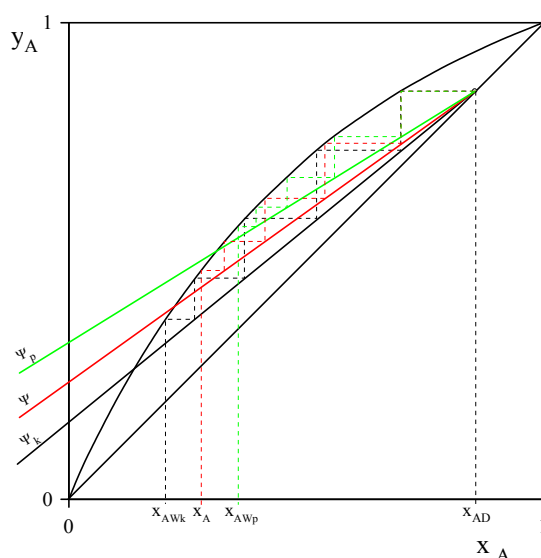
gdzie: $a_6 \approx 790$ - powierzchnia jednostkowa pierścieni Raschiga o średnicy 6 mm, m^2/m^3 ,
 a - powierzchnia jednostkowa wypełnienia rozpatrywanego, m^2/m^3 ,

$\rho_{c,0}$ - gęstość cieczy w temp. 0°C , kg/m^3 ,
 T - temperatura bezwzględna, K ,
 M_c - masa molowa cieczy, kg/kmol .

Istnieją zasadniczo dwa sposoby prowadzenia procesu rektyfikacji okresowej - rektyfikacja przy stałym składzie destylatu ($x_{AD} = \text{const}$) oraz rektyfikacja przy stałym powrocie $\Psi = \text{const}$.

Przebieg rektyfikacji przy stałym składzie destylatu zilustrowano na rys. 3. Wprowadzona do kotła surówka w ilości W_p wykazuje stężenie początkowe składnika bardziej lotnego x_{AWp} . Przy końcu procesu, ilość mieszaniny w kotle W_k jest znacznie mniejsza, a jej stężenie wynosi x_{AWk} . Chcąc utrzymać stały skład destylatu, pomimo zmiany stężenia cieczy w kotle, należy wraz z upływem czasu trwania rektyfikacji zwiększać orosienie. Proces ten na wykresie równowagowym będzie przebiegać w ten sposób, że linia operacyjna stale przechodzi przez punkt A (co odpowiada stałości składu odbieranego destylatu), zmieniając jednocześnie swoje pochylenie odpowiednio do zmienianego powrotu od ψ_p do ψ_k ; przy czym liczba pólek pozostaje stale taka sama. Całkowitą ilość destylatu otrzymanego podczas jednego cyklu oblicza się na podstawie bilansu masy składnika A, wykorzystując równanie

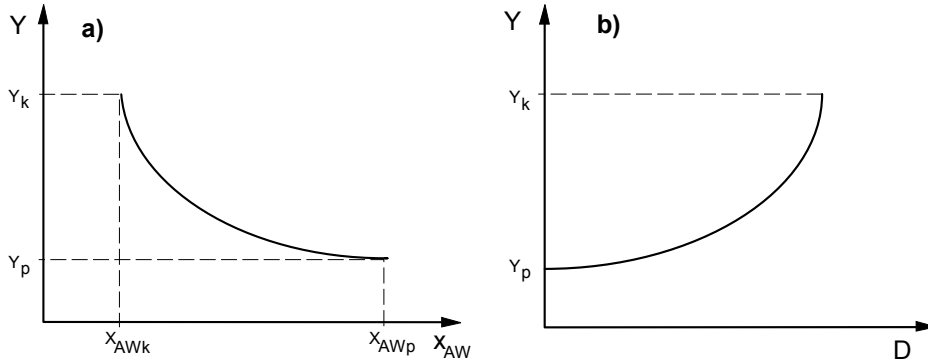
$$D = W_p \frac{x_{AWp} - x_{AWk}}{x_{AD} - x_{AWk}}, \quad (8)$$



Rys.3. Przebieg linii operacyjnych podczas rektyfikacji okresowej przy stałym składzie destylatu

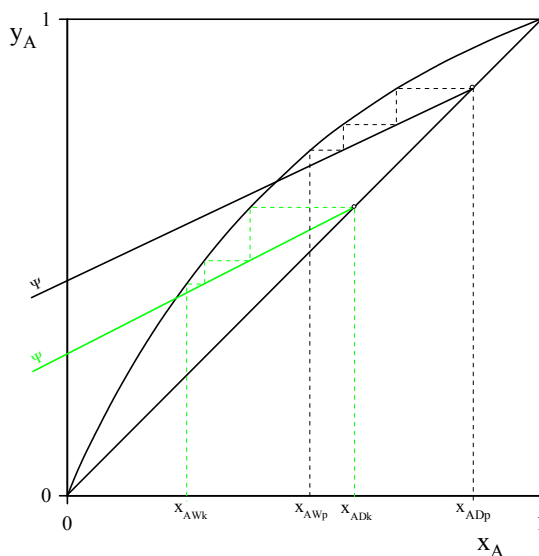
w którym indeksy „p” i „k” dotyczą początku i końca procesu.

Zmiany liczby powrotu podczas rektyfikacji okresowej przy stałym składzie destylatu przedstawiono na rys. 4.



Rys. 4. Zmiana liczby powrotu w rektyfikacji okresowej przy stałym składzie destylatu
a) w zależności od składu wywaru, b) w zależności od ilości otrzymywanego destylatu

Podczas prowadzenia procesu rektyfikacji okresowej przy stałym powrocie, będzie zmieniać się zarówno skład cieczy w kotle jak i skład odbieranego destylatu. Wraz z upływem czasu, stężenie składnika lotniejszego w destylacie maleje, co stanowi wadę tego sposobu prowadzenia rozdzielania składników surowki. Rektyfikacja przy stałym powrocie jest jednak znacznie łatwiejsza do prowadzenia, gdyż nie wymaga stałej regulacji ilości orosienia. Interpretację przebiegu procesu przedstawiono na rys. 5.

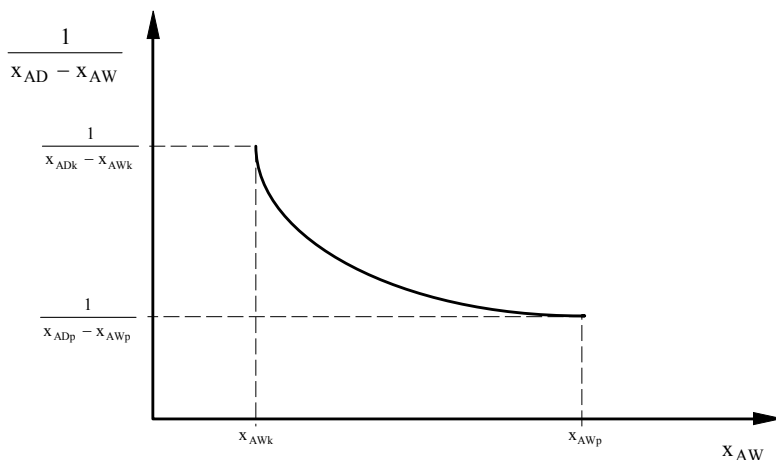


Rys.5. Zmiany stężenia destylatu i wywaru podczas rektyfikacji okresowej przy stałym powrocie

Składy wywaru i destylatu związane są ze sobą szeregiem linii operacyjnych o stałym nachyleniu ($\psi = \text{const}$), przy czym w każdym przypadku pomiędzy linię operacyjną a linię równowagi można wrysować taką samą liczbę „schodków” (półek teoretycznych). Końcową ilość cieczy w kotle, przy założeniu jej końcowego wymaganego składu x_{AWk} oraz znajomości składu surówki x_{AWp} , można wyznaczyć z zależności

$$\ln \frac{W_p}{W_k} = \int_{x_{AWk}}^{x_{AWp}} \frac{dx_{AW}}{x_{AD} - x_{AW}} \quad (9)$$

Rozwiązanie powyższego równania następuje z pewnymi trudnościami wynikającymi ze ścisłego związku pomiędzy (zmiennym w czasie) składem destylatu i wywaru. W celu obliczenia wartości całki w równaniu (9), należy zbudować wykres funkcji $\frac{1}{x_{AD} - x_{AW}} = f(x_{AW})$, (rys.6). Wartości osi odciętych na tym wykresie wynikają ze związków pomiędzy x_{AD} i x_{AW} otrzymanych na podstawie analizy rys. 5. Splanimetrowanie pola powierzchni pod tak powstałą krzywą lub wyznaczenie funkcji matematycznej aproksymującej tę krzywą, a następnie jej analityczne scałkowanie, pozwala na rozwiązanie równania (9) względem końcowej ilości cieczy w kotle.



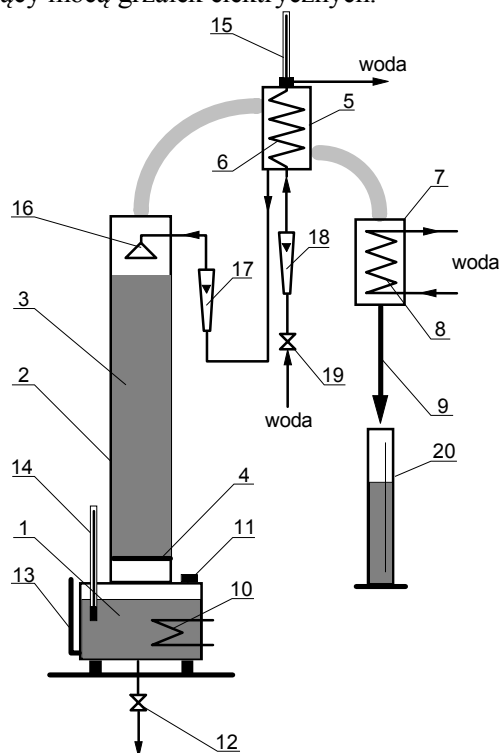
Rys. 6. Wykres ułatwiający wyznaczenie wartości prawej strony równania (9)

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na rys. 7.

W jego skład wchodzi kocioł (1), na którym zamontowano stalową rurę o średnicy 120 mm i wysokości 700 mm stanowiącą płaszcz kolumny rektyfikacyjnej (2). Wewnątrz kolumny, na ruszcie (4) usypana jest warstwa wypełnienia (3) o wysokości 600 mm, utworzonego ze zwykłych pierścieni o wymiarze 10x10x1 mm. Do kotła poprzez otwór (11) wlewana jest surówka do poziomu kontrolowanego cieczowskazem (13). Surówka ta doprowadzana jest do stanu wrzenia grzałkami elektrycznymi (10) zasilanymi poprzez autotransformator. Temperaturę surówki mierzy termometr (14), natomiast spust wywaru po zakończeniu cyklu pracy kolumny, umożliwia zawór (12). Wytworzona w kotle para, po przejściu przez warstwę wypełnienia, trafia do deflegmatora (5) gdzie zostaje częściowo skroplona, a powstały kondensat jest zawracany do kolumny jako orosienie. Strumień orosienia jest mierzony rotametrem (17), a rozprószanie cieczy w kolumnie następuje za pośrednictwem zraszacza (16). Deflegmator chłodzony jest wodą która przepływa wewnętrzną węzownicą miedzianą (6). Strumień wody chłodzącej reguluje zawór (19), a mierzy rotometr (18). Temperatura wody chłodzącej po przejściu przez deflegmator jest wskazywana przez termometr (15). Nieskondensowana w deflegmatorze część oparów, trafia do chłodnicy końcowej (7), w której jest całkowicie skraplana i odbierana w postaci ciekłego destylatu do menzurki (20). Jako ciecz chłodząca w chłodnicy końcowej wykorzystywana jest woda, płynąca wewnątrz miedzianej węzownicy (8). Kocioł wraz z kolumną i skraplaczami zamontowano na stole, na którym umieszczono również układ

elektryczny, sterujący mocą grzałek elektrycznych.



Rys. 7. Schemat kolumny wypełnionej do rektyfikacji okresowej.

1-kocioł, 2-kolumna rektyfikacyjna, 3-wypełnienie, 4-ruszt, 5-deflegmator, 6-spirala miedziana, 7-chłodnica, 8-spirala miedziana, 9-wypływ destylatu, 10-grzałki elektryczne, 11-otwór wlewowy surówki, 12-zawór spustowy wywaru, 13-cieczowskaz, 14-termometr surówki, 15-termometr wody chłodzącej deflegmator, 16-zraszacz, 17-rotametr orosienia, 18-rotametr wody chłodzącej, 19-zawór regulacyjny, 20-menzurka pomiarowa destylatu.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia rektyfikacji okresowej przy stałym powrocie mieszaniny woda-etanol należy:

- przygotować 10 litrów surówki zawierającej (3 ÷ 5) % mas. etanolu;
- wlać surówkę do kotła;
- regulując autotransformatorem moc grzałek w kotle, doprowadzić surówkę do stanu wrzenia (temperatura ok. 95 °C);
- regulując zaworem (19) strumień wody chłodzącej deflegmator doprowadzić do zraszania kolumny stałym strumieniem orosienia. Strumień orosienia

- kontrolować rotametrem (17);
- włączyć przepływ wody chłodzącej w chłodnicy (7);
 - od chwili rozpoczęcia odbioru destylatu z instalacji rektyfikacyjnej, mierzyć czas uzyskiwania w menzurce jego określonej ilości;
 - regulując moc grzania kotła oraz strumień wody chłodzącej deflegmator, (a tym samym utrzymując stałą wartość liczby powrotu), prowadzić proces rektyfikacji do chwili uzyskania 200 ml destylatu;
 - wyniki notować w tabeli;

Rektyfikacja okresowa przy stałym powrocie					
Rodzaj aparatu: kolumna rektyfikacyjna wypełniona					
Rodzaj wypełnienia: pierścienie (10x10x1) mm.					
Skład rektyfikowanej mieszaniny: etanol- woda					
Początkowa ilość surówki: Stężenie etanolu w surówce:					
Ilość otrzymanego destylatu: Stężenie etanolu w destylacie:					
Czas	Objętość destylatu	Temperatura w kotle	Strumień orosienia	Temperatura wody w deflegmatorze	
				wlot	wylot
s	ml	° C	l/h	° C	° C
...					
...					

- po zakończeniu rektyfikacji wyłączyć ogrzewanie kotła i zamknąć przepływ wody przez deflegmator i chłodnicę;
- za pomocą alkoholomierza aerometrycznego określić stężenie uzyskanego destylatu.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

- Na podstawie zaczerpniętych z [1] danych odnośnie do składów równowagowych cieczy i pary układu etanol-woda pod ciśnieniem atmosferycznym, wykreślić krzywą równowagi $y_A^* = f(x_A)$.
- Na podstawie równań (6) i (7) określić liczbę pól teoretycznych w kolumnie.
- Na podstawie zmierzonego rotametrem średniego strumienia orosienia oraz obliczonego średniego strumienia otrzymywanego z chłodnicy końcowej

- destylatu, wyznaczyć liczbę powrotu z równania definicyjnego tej wielkości.
4. Na wykres równowagowy $y_A^* = f(x_A)$ nanieść szereg linii operacyjnych o nachyleniu wynikającym z wartości obliczonej liczby powrotu.
 5. Wrysowując „schodki” (ich liczba wynika z wartości otrzymanej w pkt. 2) pomiędzy linię równowagi i kolejne linie operacyjne, określić związek pomiędzy x_{AD} i x_{AW} i na tej podstawie sporządzić wykres jak na rys. 6.
 6. Stosując metodę najmniejszych kwadratów wyznaczyć matematyczną postać funkcji $\frac{1}{x_{AD}-x_{AW}} = f(x_{AW})$ i scałkować ją w granicach zgodnych z postacią równania (9).
 7. Na podstawie lewej strony równania (9) wyznaczyć końcową ilość cieczy w kotle.
 8. Na podstawie różnicy $W_p - W_k$ określić obliczeniową ilość destylatu i porównać ją z ilością otrzymaną eksperymentalnie.
 9. Obliczyć średni skład destylatu

$$x_{A,W,\text{śr}} = \frac{W_p x_{A,W,p} - W_k x_{A,W,k}}{D}$$

oraz porównać uzyskaną wartość ze składem uzyskanym w pomiarach bezpośrednich.

10. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, skrypt PO, nr 189, Opole 1996
- [2] BANDROWSKI J., TRONIEWSKI L.: Destylacja i rektyfikacja, skrypt Pol. Śl. nr 1954, Gliwice 1996
- [3] FILIPCZK G., WITCZAK St.: Konstrukcja aparatury procesowej, skrypt PO, nr 175, Opole 1995

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Istota procesu rektyfikacji.
2. Sposoby prowadzenia rektyfikacji okresowej.
3. Wyposażenie wewnętrzne kolumn rektyfikacyjnych.
4. Charakterystyka półki teoretycznej i znaczenie (WRPT).
5. Równowaga międzyfazowa ciec-z-para.