

Rektifikace

František Jonáš Rejl, Lukáš Valenz, Jan Haidl

I. Celkový přehled práce:

Skupina, která má v rozvrhu úlohu „Rektifikace“, si vyzvedne již týden před provedením práce u asistentů formulář s konkrétními daty pro své zadání úlohy obecně uvedené v části III. Během domácí přípravy vypočte příkon do vařáku, se kterým má pracovat pokusná rektifikační kolona, a rozmezí teploty par, odpovídající žádané separaci. Výsledky předloží asistentovi v rámci přezkoušení v den práce.

Vlastní práce spočívá ve sběru dat potřebných pro stanovení HETP za podmínek vyplývajících ze zadání úlohy. Těmito daty jsou teploty páry ve vhodně zvolených odběrových místech kolony (tak aby místní složení páry bylo co nejbližší žádanému složení destilátu respektive zbytku).

Při tvorbě protokolu skupina s využitím získaných dat stanoví HETP výplně a na základě zakreslení separace do x-y diagramu stanoví rovněž počet teoretických pater, jimiž musí disponovat reálná kolona, provádějící žádanou separaci. Následně určí její potřebnou výšku výplně.

II. Základní vztahy a definice:

Destilace a rektifikace jsou metody dělení kapalných směsí na základě odlišného složení rovnovážné kapaliny a páry. Destilace je jednostupňový proces s malou dělicí schopností. Vícestupňovou destilaci se zpětným tokem nazýváme rektifikací. Rektifikace se provádí v kolonových zařízeních, kolony se podle vnitřní konstrukce dělí na patrové a výplňové. Rektifikaci je možné provádět kontinuálně i vsádkově, zde se omezíme na popis rektifikace kontinuální.

V patrových kolonách se fáze stýkají stupňovitě na tzv. patrech, v kolonách plněných se stýkají nepřetržitě na smočeném povrchu výplně. Výplň je tvořena buď vrstvou sypaných tělísek, nebo uspořádanými segmenty výplně strukturované. Kolony menších průměrů, vakuové kolony a takové, ve kterých nehrozí usazování tuhých částic, se dnes obvykle konstruují jako výplňové. Naopak jako patrové se obvykle stále konstruují velké kolony v petrochemickém průmyslu a kolony pro tlakové aplikace. V rámci této práce se bude pracovat s kolonou plněnou strukturovanou výplní.

Z technologického hlediska je funkce kolon patrových i výplňových shodná. Páry se vytváří ve vařáku, postupují vlastní „kolonou“, tedy sekcí pater nebo plněným ložem a v kondenzátoru vlivem odebraného tepla kondenzují. Část kondenzátu se odvádí jako produkt, tzv. destilát. Zbylá část kondenzátu se jako tzv. „zpětný tok“ nastříkuje zpět v horní části kolony. Dochází tak ve vlastní koloně k protiproudému styku kapalné a parní fáze. Nástřík je do kolony přiváděn na tzv. nástřikové patro, nebo do distributoru nástřiku. Obvykle je nástřík přiváděn doprostřed kolony a dělí tak kolonu na obohacovací část nad nástřikem a na ochuzovací část pod nástřikem. Destilační zbytek je odváděn přímo z vařáku.

V režimu tzv. "totálního refluxu" (nekonečného poměru zpětného toku) je veškerý kondenzát nástřikován shora zpět do kolony, chybí nástřík suroviny a kolona neprodukuje destilát ani zbytek. Do

tohoto režimu se kolony obvykle nabíhají, využívá se také pro testování dělicích schopností výplní. V tomto režimu bude provozována rektifikační kolona v rámci této práce.

Hmotnostní bilance takto pracující kolony dle Obrázku 1 poskytuje dvě nezávislé rovnice; celkovou bilanci

$$m_F = m_D + m_W \quad (1)$$

a bilanci těkavější složky (metanolu A)

$$m_F \cdot w_{AF} = m_D \cdot w_{AD} + m_W \cdot w_{AW} \quad (2)$$

Jejich použitím lze ze zadaného hmotnostního průtoku nástřiku, m_F , hmotnostního průtoku destilátu, m_D a požadovaného hmotnostního zlomku metanolu v destilátu, w_{AD} , zjistit, jaký bude hmotnostní průtok zbytku m_W a jeho složení w_{AW} .

Celková bilance hlavy kolony je popsána rovnicí

$$m_V = m_D + m_L \quad (3)$$

kde m_V je hmotnostní průtok par z obohacovací části do kondenzátoru a m_L je hmotnostní průtok kapaliny z děliče zpětného toku do obohacovací části. Refluxní poměr je definován jako

$$R = \frac{m_L}{m_D} \quad (4)$$

z čehož vyplývá, že

$$m_V = m_D \cdot (R + 1) \quad (5)$$

Intenzita toku par kolonou je průtokem par vztaženým na průřez kolony

$$J_V = \frac{m_V}{\pi \cdot \frac{D^2}{4}} \quad (6)$$

Intenzita toku par v pokusné koloně má být totožná s kolonou průmyslovou, na základě tohoto požadavku se vypočte průtok par m_V pokusnou kolonou.

Teplota kondenzace par v kondenzátoru je přibližně ztotožnitelná s teplotou rosného bodu par vstupujících do kondenzátoru, ta vyplývá z dat rovnováhy kapalina-pára systému metanol-voda za atmosférického tlaku. Lze ji vyčíslit z regresního vztahu

$$t_V = 8,2091y_A^3 - 22,503y_A^2 - 21,177y_A + 99,844 \quad (7)$$

kde je y_A je složením par vstupujících do kondenzátoru (a které je totožné se složením destilátu) a t_k je teplota kondenzace ve °C.

$$y_A = x_{AD}$$

Výkon kondenzátoru pokusné kolony je potom dán násobkem průtoku kondenzujících par a výparné entalpie směsi při teplotě kondenzace par t_k .

$$\Delta h_{L,V} = w_A \cdot \Delta h_{LV,A}(t_K) + w_B \cdot \Delta h_{LV,B}(t_K) \quad (8)$$

Výparné entalpie metanolu a vody získáte z tabulek.

$$P = m_V \cdot \Delta h_{L,V} \quad (9)$$

V případě kolony pracující v režimu nekonečného zpětného toku (totálního refluxu) je dle entalpické bilance výkon kondenzátoru totožný s výkonem přiváděným do vařáku, za takto vypočteného příkonu budete pokusnou kolonu provozovat.

Dělicí účinnost výplně je možné charakterizovat například veličinou HETP, výškou výplně ekvivalentní teoretickému patru. Její průměrnou hodnotu lze získat vydělením výšky výplně počtem teoretických pater, které odpovídají dělení dosaženému na uvažované výšce výplně.

$$HETP = \frac{H}{N} \quad (10)$$

Lokální složení destilované směsi podél výplně je možné zjistit odběrem vzorků. U systému metanol-voda je však pára v koloně podél výplně téměř dokonale sytá a její teplota tedy odpovídá rosné teplotě; lokální složení par je dobře odhadnutelné z regresního vztahu

$$y_A = -0,00000873t_V^3 + 0,00194736t_V^2 - 0,16858094t_V + 6,11656902 \quad (11)$$

Počet pater průmyslové kolony potřebný k dosažení žádané separace je možné stanovit McCabe-Thieleovou metodou (kapitola 16.3 skript Chemického inženýrství). Z bilancí těkavější složky v obohacovací a ochuzovací části kolony vyplývají vztahy pro pracovní přímky. Pro pracovní přímku obohacovací části platí vztah 12.

$$y_{A,n+1} = \frac{R}{R+1} x_{A,n} + \frac{x_{AD}}{R+1} \quad (12)$$

Přímka má tedy směrnici $R/(R+1)$, na svislé ose x - y diagramu vytíná úsek $x_{AD}/(R+1)$ a prochází bodem $[x_{AD}, x_{AD}]$.

Pro pracovní přímku ochuzovací části platí vztah 13.

$$y_{A,m+1} = \frac{n_L}{n_V} x_{A,m} - \frac{n_W}{n_V} x_{AW} \quad (13)$$

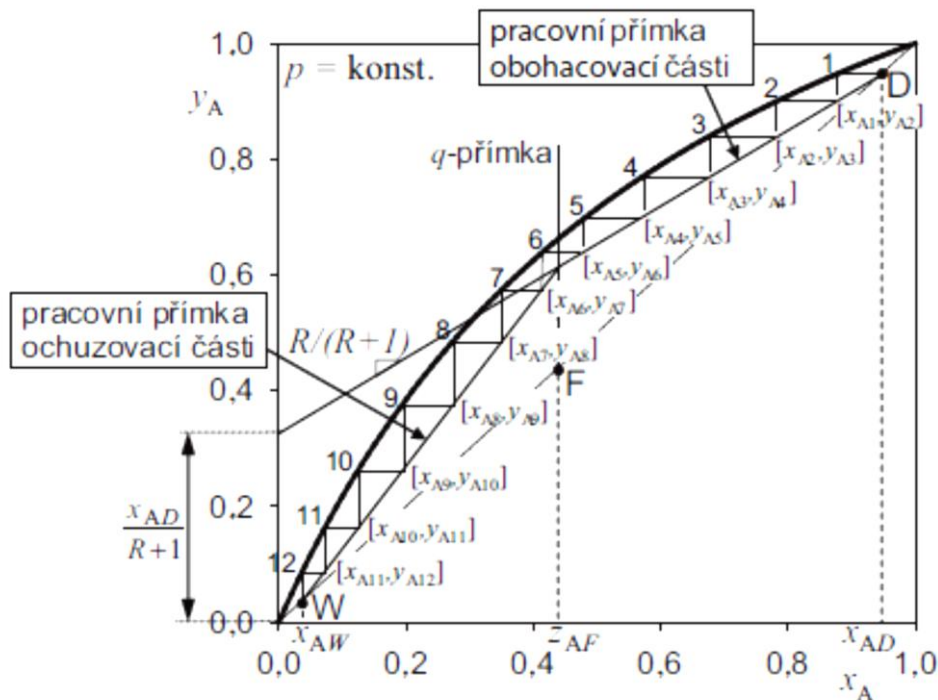
Přímka (13) má směrnici n_L/n_W a prochází bodem $[x_{AW}, x_{AW}]$. Pro nástřík přiváděný při teplotě varu (nasyčená kapalina) je průtok kapaliny ochuzovací částí n_L součtem průtoku nástříku n_F a průtoku zpětného toku n_R .

$$n_L = n_F + n_R \quad (14)$$

$$n_R = R \cdot n_D \quad (15)$$

Zakreslením pracovních přímek do x - y diagramu lze systémem pravouhlých kroků mezi rovnovážnou křivkou a příslušnou pracovní přímkou (obvykle se systém kroků začíná v bodě $[x_{AW}, x_{AW}]$) stanovit počet pater potřebný k dosažení požadované separace. K přechodu mezi pracovními přímkami dochází v jejich průsečíku (viz. Obr. 1).

Pro případ kolony provozované v režimu totálního zpětného toku ($R = \infty$) splývá pracovní přímka obohacovací části s uhlopříčkou x - y diagramu.



Obrázek 1: Postup určení počtu rovnovážných pater McCabe-Thielovou metodou

Výpočet HETP se provádí z jeho definice (10).

III. Zadání

Průmyslová atmosférická rektifikační kolona o vnitřním průměru D má sloužit ke koncentraci vodného roztoku metanolu $w_A=35\%$ s průtokem F , který bude do kolony přiváděn jako sytá kapalina při atmosférickém tlaku. Destilát s hmotnostním tokem m_D má mít hmotnostní zlomek metanolu w_{AD} a zbytek w_{AW} . Kolona má být naplněna výplní Mellapak 250Y a provozována s refluxním poměrem R .

Experimentem na pokusné atmosférické rektifikační koloně s vnitřním průměrem $D=150\text{mm}$ naplněné výplní Mellapak 250Y a pracující v režimu totálního zpětného toku zjistíte potřebnou výšku výplně, kterou má být vybavena průmyslová kolona.

Výška výplně bude vypočtena na základě HETP výplně změřeného za shodné intenzity toku par pokusnou kolonou jako kolonou průmyslovou a na části lože kolony, kde koncentrační rozmezí odpovídá přibližně rozmezí koncentrace destilátu a zbytku v průmyslové koloně.

IV. Cíle práce:

Ze zadání a z údajů poskytnutých vám ve formuláři zjistíte rozpětí složení destilované směsi podél výplně průmyslové kolony (tj. $w_{AW} - w_{AD}$ resp. $y_{AW} - y_{AD}$) a průtok par kolonou m_V . Vypočtete příkon do

vařáku pokusné laboratorní kolony tak, aby intenzita toku par v této koloně odpovídala intenzitě toku par v průmyslové koloně. Vypočtete teplotu nasycené parní fáze se složením zbytku a destilátu.

Najedte pokusnou rektifikační kolonu do režimu nekonečného poměru zpětného toku, zvýšte příkon do vařáku na vypočtenou hodnotu a společně s asistentem zajistěte takové rozložení metanolu podél lože, aby se v jeho rámci vyskytovala oblast se složením odpovídajícím složení zbytku a destilátu průmyslové kolony (složení určujete na základě teplot páry snímané v odběrových místech kolony). Manipulaci se zádrží metanolu v hlavě kolony, resp. přidávání metanolu do vsádky (tyto činnosti ovlivňují rozložení metanolu podél lože) provádí asistent. Nechte kolonu ustálit alespoň 30 minut.

Stanovte výšku ekvivalentní teoretickému patru v pokusné koloně za intenzity toku par odpovídající průmyslové koloně (tj. za výše vypočteného příkonu do vařáku) a to v úseku výplně, na kterém je dosaženo rozsahu složení nejvíce podobného žádané separaci v průmyslové koloně (tj. $w_{AW} - w_{AD}$). Toto provedete odečtením teploty páry v odběrových místech, kde je teplota nejbližší vypočtené teplotě destilátu a zbytku v průmyslové koloně a zjištěním vertikální vzdálenosti příslušných odběrových míst. Počet pater odpovídajících výšce výplně mezi odběrovými místy získáme McCabe-Thielovou metodou v x-y diagramu.

Vypočtete potřebnou výšku výplně průmyslové kolony provedením zákresu průmyslové separace (toto je odlišný zákres od předchozího!), odečtením potřebného počtu teoretických pater a násobením pokusně získanou hodnotou *HETP*.

V. Popis aparatury:

Základem stanice "rektifikace" v posluchačské laboratoři je plněná rektifikační kolona **C1** o vnitřním průměru 150 mm (Obr. 1), která je vyrobená z nerezové oceli. Cirkulační vařák **E1** je vytápěn 10 topnými spirálami o celkovém maximálním výkonu 60kW. Mezi kolonou a vařákem je umístěno malé průhledové okénko **O1**, kterým je možné pozorovat parokapalnou směs proudící vařákem. Kolona je vybavena ocelovým spirálovým totálním kondenzátorem **E2** s max. chladicím výkonem kolem 100kW.

Kolona je plněna nerezovou strukturovanou výplní Mellapak 250Y firmy Sulzer s celkovou výškou 2,07m. Destilačním systémem je směs methanol-voda a destilace probíhá za atmosférického tlaku.

Dvojitá válcová nádoba nad distributorem zpětného toku (refluxní hlava) umožňuje parám postupovat z kolony do kondenzátoru vnitřní trubkou. Šikmými plechy je stékající kondenzát sveden do vnějšího, dnem opatřeného meziválcového prostoru. Hladina kondenzátu je snímána vneseným hladinoměrem **L401**. Množství zádrže v refluxní hlavě (výška hladiny) umožňuje ovlivňovat složení (a tedy i teploty) podél kolony. Kondenzát (teplota **T104**) je čerpán čerpadlem **P2** (průtok měřen průtokoměrem **F202**) jako zpětný tok do distributoru kapalné fáze.



Chladicí voda do kondenzátoru **E2** se spouští kulovým kohoutem **V1**, které je umístěno na přívodních trubkách u zdi vedle monitoru (Obr. 2).

VI. Postup práce

- 1) Vypočítejte potřebný příkon do vařáku (rov. 9) a žádaný koncentrační rozsah (rov. 1,2).
- 2) Rektifikační kolona bude asistentem rozběhnuta do režimu totálního zpětného toku (totální reflux) a nastavena na příkon 30kW s průtokem chladicí vody 11 l/min. Jméno vašeho pokusu je zadáno ve tvaru „No_ddmmy“, kde „No“ je číslo vaší laboratorní skupiny.
- 3) Aktivujte si v řídicím programu záložku „Destilační kolona“. Najděte si pole indikující průtok chladicí vody kondenzátorem **F201**. Otevřete ventil **V1** a regulujte průtok chladicí vody dle zobrazené hodnoty **F201**. Nastavte průtok chladicí vody do kondenzátoru na **17 l/min**. **Průtok chladicí vody se v průběhu měření nesmí změnit o více než 1 l/min, odchylky v průtoku korigujte.**
- 4) Vepište do pole „příkon vařáku“ vámi vypočtenou hodnotu v kW a potvrďte stiskem „Enter“ na klávesnici. Sledujte na displeji wattmetru, zda příkon stoupá ke stanovené hodnotě (wattmetr ukazuje příkon ve watech, nikoli kW). Nechte 30 min kolonu ustálit.
- 5) Separační účinnost výplně budete měřit v rozsahu koncentrací, ve kterých bude provozována průmyslová kolona. Pro hmotnostní zlomky methanolu v destilátu a destilačním zbytku vypočtete teploty rosného bodu t_k směsi.
- 6) Nalezněte takovou pozici v koloně, kde se teplota páry nejvíce blíží nižší z vypočtených teplot. V případě, že se teploty navzájem liší o více než 0,5 °C, nechte si asistentem upravit výšku hladiny v refluxní hlavě (**L401**), příp. dolít metanol do vsádky, a nechte dalších 20 min ustálit. Postup opakujte do té doby, než dosáhnete požadovaného rozdílu teplot.

- 7) Nalezněte takovou pozici v koloně, kde se teplota páry nejvíce blíží vyšší z vypočtených teplot a zapište ji společně s ostatními veličinami do protokolu.
- 8) Odstavte kolonu. Nastavte příkon do vařáku 0 kW a potvrďte stiskem „Enter“. Jakmile příkon klesne pod 1 kW, vypněte vařák stiskem grafického tlačítka Tělesa vařáku E1 „vypni“. Snižte průtok chladicí vody na 3 l/min. **Přivolejte asistenta překontrolovat správné závěrečné nastavení ovladačů.**

VII. Stanovení separační účinnosti výplně ve formě HETP

Ze změřených teplot vypočtete složení páry a zakreslete je do x-y diagramu. Systémem pravoúhlých kroků mezi úhlopříčkou a rovnovážnou křivkou v x-y diagramu zjistíte počet teoretických stupňů potřebných k rozdělení směsi methanol-voda odpovídajícímu rozdělení směsi v měřeném úseku výplně. Neúplné rovnovážné stupně aproximujte lineární interpolací. Potřebná rovnovážná data naleznete v tabulce 1. Jednotlivé úseky výplně, mezi nimiž je měřena teplota jsou vysoké 30 cm. Průměrné HETP vypočtete ze vztahu (10).

Příklad postupu práce a vyhodnocení

Ze zadaných hmotnostních zlomků byly vypočteny molární zlomky destilátu (D) ($y^D=0,95$), zbytku (W) ($y^W=0,10$) a jim odpovídající teploty páry ($t_{VD}=66,45$ °C, $t_{VW} = 97,50$ °C). V koloně byla nalezena pozice, ve které se teplota páry blíží nižší z vypočtených teplot (**107**, $t_V^{107}=65,02$ °C). Úpravou výšky hladiny v refluxní hlavě **L401** byla dosažena požadovaná teplota ve zvolené pozici. (V tomto případě byla teplota v místě 107 nižší než požadovaná - směs byla příliš bohatá na methanol, proto byla zádrž v refluxní hlavě – hladina L401 – zvýšena).

Teplotní profil podél kolony v ustáleném stavu byl následující:

105	106	107	108	109	110	111
64,51 °C	65,59 °C	66,88 °C	74,02 °C	90,63 °C	98,20 °C	99,60 °C

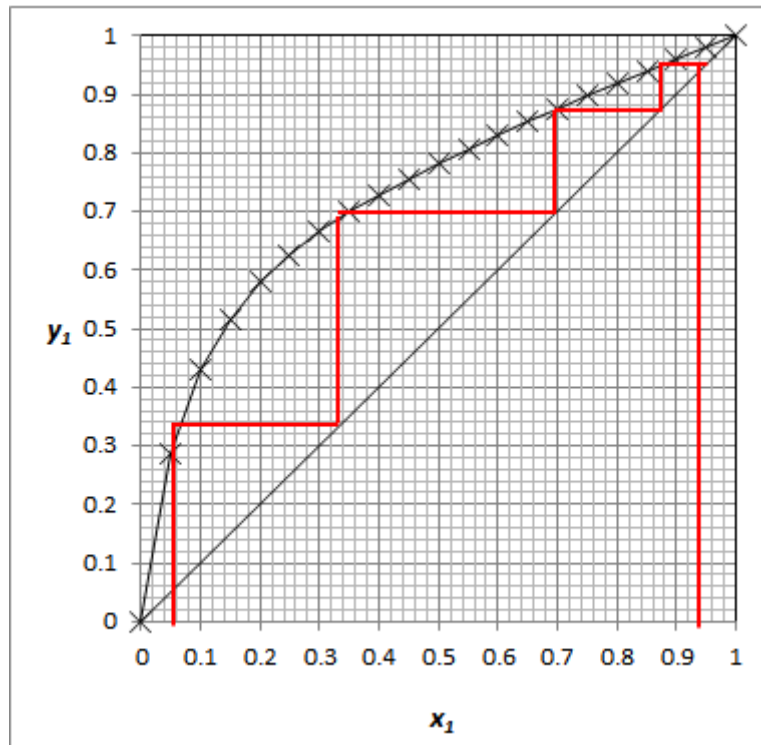
V koloně byla nalezena pozice, ve které se teplota páry blíží k vyšší z vypočtených hodnot (**110**) a byly zapsány čísla a teploty páry v obou zvolených pozicích.

Z teploty páry ve vybraných pozicích byla vypočtena složení páry a vypočtené hodnoty byly zakresleny do x-y diagramu

pozice: 107 $t_V = 66,88$ °C $y_1 = 0,941$

pozice: 110 $t_V = 98,20$ °C $y_1 = 0,074$

Systémem pravoúhlých kroků byl určen počet rovnovážných stupňů: $N = 3,8$. Směs se rozdělila na 3 úsecích výplně, výška výplně je tedy 3×30 cm = 90 cm. HETP výplně je tedy 23,7 cm. Změřená hodnota HETP byla použita pro výpočet výšky výplně v průmyslové destilační koloně.



Obrázek 3: Postup stanovení počtu teoretických (rovnovážných) pater kolony za nekonečného poměru zpětného toku v McCabe- Thieleově diagramu.

Tabulka 1: Rovnovážné složení, teplota varu a teplota rosného bodu směsi methanol-voda při atmosférickém tlaku.

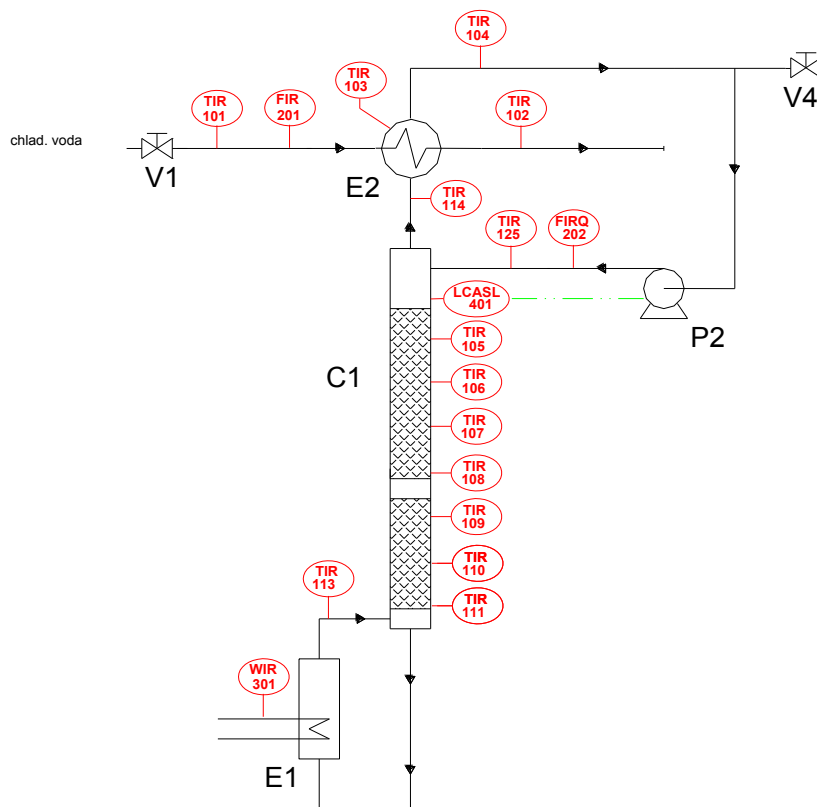
x_1, y_1	$y_1(x_1)$	$t_{\text{var}}(x_1)$	$t_{\text{ros}}(y_1)$
0,00	0,000	100,00	100,00
0,05	0,286	92,08	98,74
0,10	0,429	87,35	97,43
0,15	0,517	84,13	96,07
0,20	0,579	81,73	94,66
0,25	0,626	79,82	93,19
0,30	0,665	78,21	91,65
0,35	0,699	76,81	90,05
0,40	0,729	75,55	88,37
0,45	0,756	74,40	86,61
0,50	0,782	73,31	84,78
0,55	0,807	72,29	82,87
0,60	0,831	71,31	80,89
0,65	0,853	70,38	78,84
0,70	0,876	69,47	76,76
0,75	0,897	68,59	74,67
0,80	0,919	67,73	72,58
0,85	0,940	66,90	70,52
0,90	0,960	66,09	68,48
0,95	0,980	65,29	66,48
1,00	1,000	64,51	64,51

VIII. Seznam symbolů

c_P	měrná tepelná kapacita, $J/kg^\circ C$
h	molární entalpie kapalné fáze, J/mol
m	hmotnostní průtok, kg/s
n	molární průtok, mol/s
x	molární zlomek v kapalině, -
y	molární zlomek v páře, -
H	výška výplně, m
N	počet teoretických pater, -
P	příkon, W
t	teplota, $^\circ C$
R	poměr zpětné toku

INDEXY:

- D destilát
- L kapalná fáze
- V parní fáze
- W zbytek
- F nástřik
- R zpětný tok (reflux)



Obrázek 1: Schematický náčrt rektifikační kolony.