

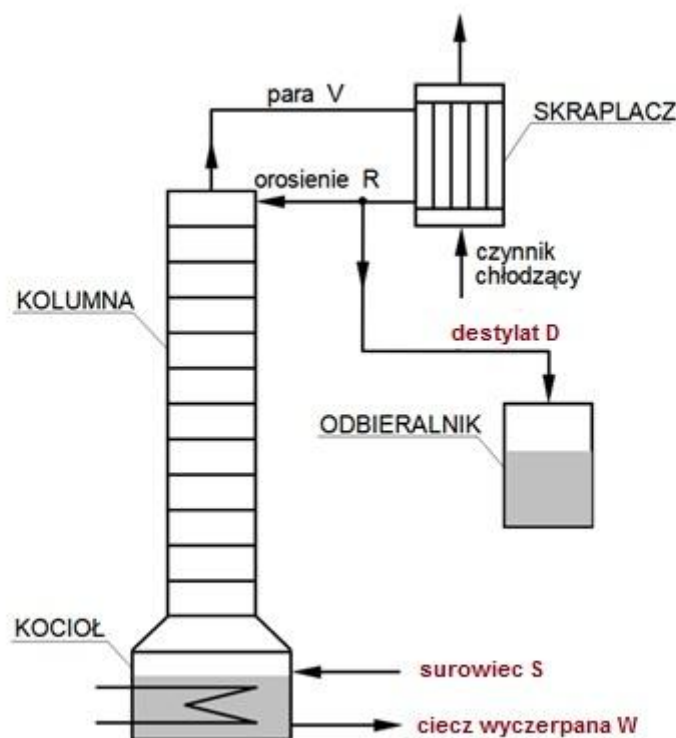
REKTYFIKACJA OKRESOWA W KOLUMNIE

1. Wprowadzenie

Rektyfikacja to operacja jednostkowa, stosowana do rozdzielania mieszanin ciekłych, polegająca na przeciwnieprądowym zetknięciu fazy ciekłej i parowej przy jednoczesnej wymianie ciepła i masy między fazami. Rektyfikacja to inaczej destylacja wielokrotna. Ze względu na sposób prowadzenia rozróżnia się rektyfikację ciągłą i okresową.

W rektyfikacji ciągłej surowiec dozuje się w sposób nieprzerwany na tzw. półkę zasilaną i w sposób ciągły odbiera się destylat oraz ciecz wyczerpaną o stałych składach. W rektyfikacji okresowej kocioł kolumny jednorazowo napełnia się mieszaniną ciekłą, która po ogrzaniu do początkowej temperatury wrzenia zaczyna destylować. Kolejne frakcje destylatu (o coraz wyższych temperaturach wrzenia) odbiera się na górze kolumny z kondensatora (rysunek 1). W trakcie procesu składniki surowca, poczynając od najlotniejszych, kolejno wydestylowują z mieszaniny – w rezultacie następuje stopniowe wydzielenie składników z surowca. Podczas rektyfikacji okresowej obserwuje się stopniowy wzrost zarówno temperatury kondensacji destylatu skraplającego się w kondensatorze, jak i cieczy wyczerpanej znajdującej się w kotle. Efektem pracy okresowej kolumny rektyfikacyjnej jest rozdzielenie wyjściowej mieszaniny ciekłej na frakcje różniące się temperaturami kondensacji.

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



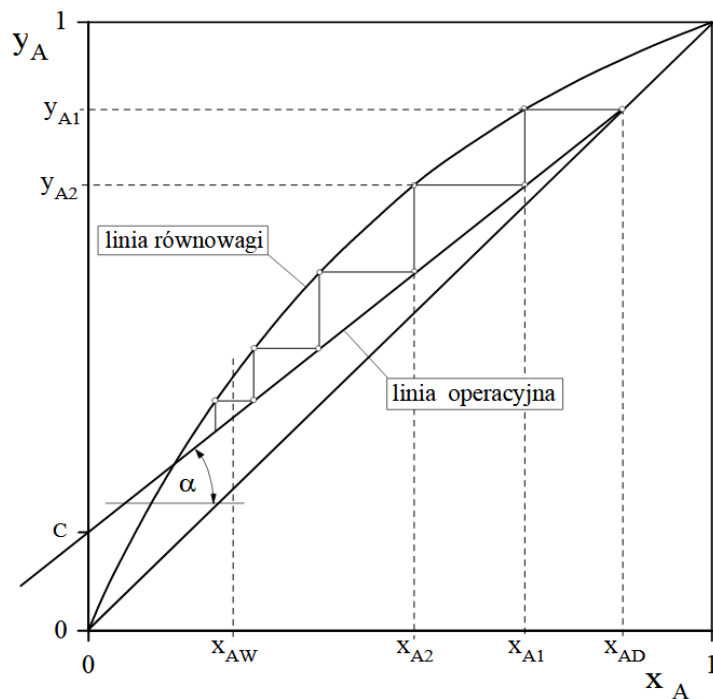
Rysunek 1. Przykładowy schemat instalacji do rektyfikacji okresowej

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 jest oparty na teorii dyfuzji, a drugi posługuje się pojęciem kolumny idealnej o półkach teoretycznych i 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. 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 można prowadzić w sposób graficzny, stosując metodę McCabe'a -Thielego, rys. 2.



Rysunek 2. Wyznaczanie liczby półek teoretycznych metodą McCabe'a -Thielego

W tym celu, w układzie współrzędnych (x, y) 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:

$$y = \frac{R}{R+1}x + \frac{1}{R+1}x_D \quad (1),$$

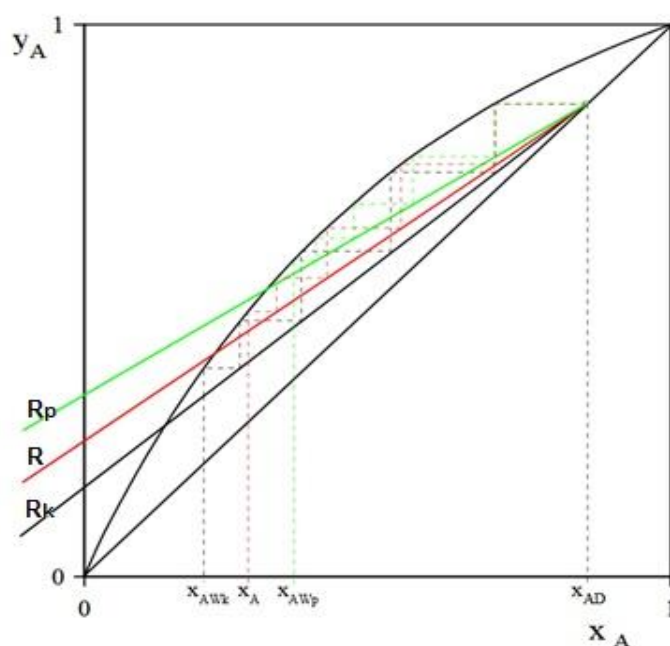
gdzie: x, y – udział molowy składnika A w parze i w cieczy w danym przekroju kolumny,
 x_D – udział składnika A w destylacie,
 R – liczba powrotu (orosienia).

Liczba półek 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_w składnika A w cieczy wyczerpanej.

Istnieją zasadniczo dwa sposoby prowadzenia procesu rektyfikacji okresowej – rektyfikacja przy stałym składzie destylatu ($x_D = \text{const}$) oraz rektyfikacja przy stałym powrocie $R = \text{const}$.

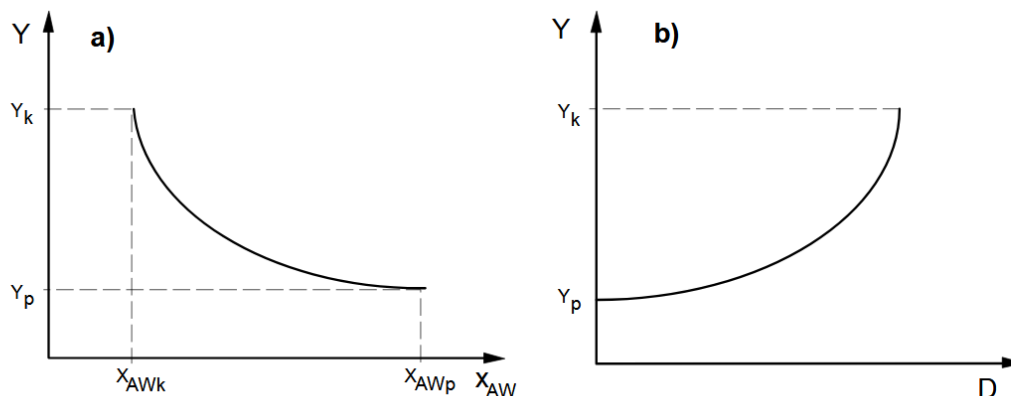
Przebieg rektyfikacji przy stałym składzie destylatu przedstawiono na rys. 3. Wprowadzony do kotła surowiec w ilości W_p wykazuje stężenie początkowe składnika bardziej lotnego x_{AWp} . Przy końcu procesu, ilość mieszaniny w kotle W_k jest znacznie mniejsza, a jej stężenie wynosi x_{AWk} . Chcąc utrzymać stały skład destylatu, pomimo zmiany stężenia cieczy w kotle, należy wraz z upływem czasu trwania rektyfikacji zwiększać orosienie. Proces ten na wykresie równowagowym przebiega 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 R_p do R_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:

$$D = W_p \frac{x_{AWp} - x_{AWk}}{x_{AD} - x_{AWk}} \quad (2),$$



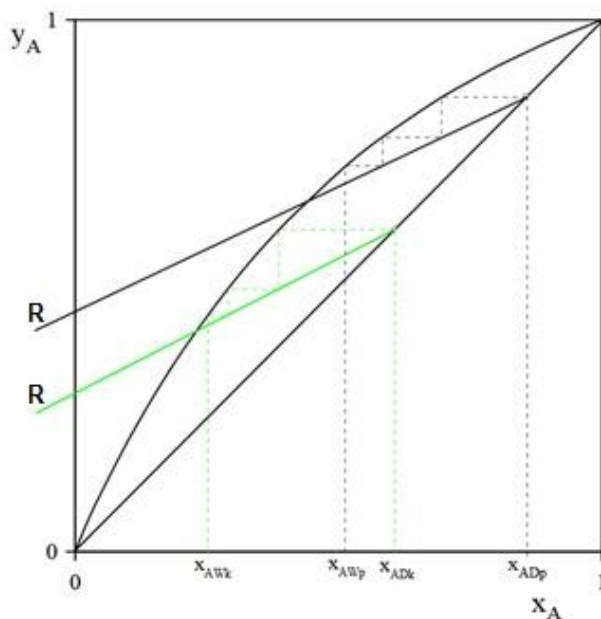
Rysunek 3. Przebieg linii operacyjnych podczas rektyfikacji okresowej przy stałym składzie destylatu

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.



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

Podczas prowadzenia procesu rektyfikacji okresowej przy stałym powrocie orosienia, 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 rozdziału składników surówki. Rektyfikacja przy stałym powrocie jest jednak znacznie łatwiejsza do prowadzenia, gdyż nie wymaga stałej regulacji ilości orosienia. Interpretację przebiegu procesu przedstawiono na rys. 5.

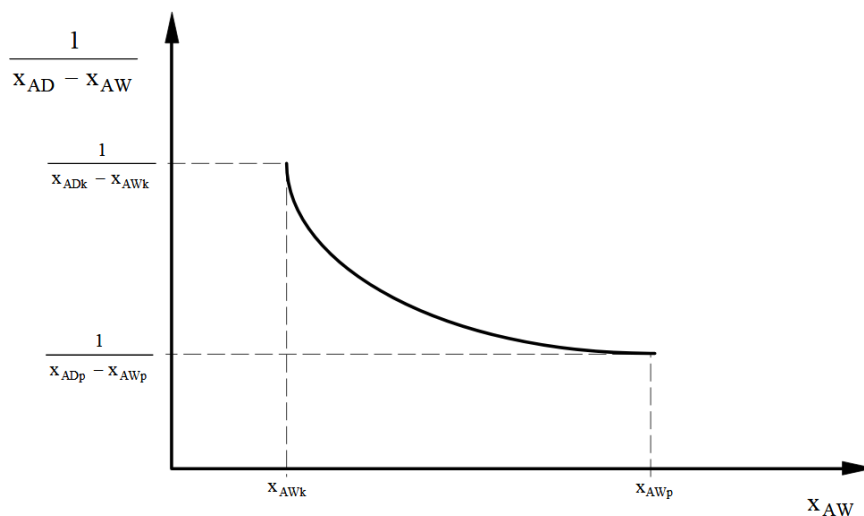


Rysunek 5. Zmiany stężenia destylatu i cieczy wyczerpanej podczas rektyfikacji okresowej przy stałym powrocie orosienia

Składy cieczy wyczerpanej i destylatu związane są ze sobą szeregiem linii operacyjnych o stałym nachyleniu ($R = \text{const}$), 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:

$$\ln \frac{W_p}{W_k} = \int_{x_{AWk}}^{x_{AWp}} \frac{dx_{AW}}{x_{AD} - x_{AW}} \quad (3).$$

W celu obliczenia wartości całki w powyższym równaniu, 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. Obliczenie pola powierzchni pod tak powstałą krzywą lub wyznaczenie funkcji matematycznej aproksymującej tę krzywą, a następnie jej analityczne scałkowanie, pozwala na rozwiązanie równania (3) względem końcowej ilości cieczy w kotle.



Rysunek 6. Wykres ułatwiający wyznaczenie wartości prawej strony równania (3)

2. Cel ćwiczenia

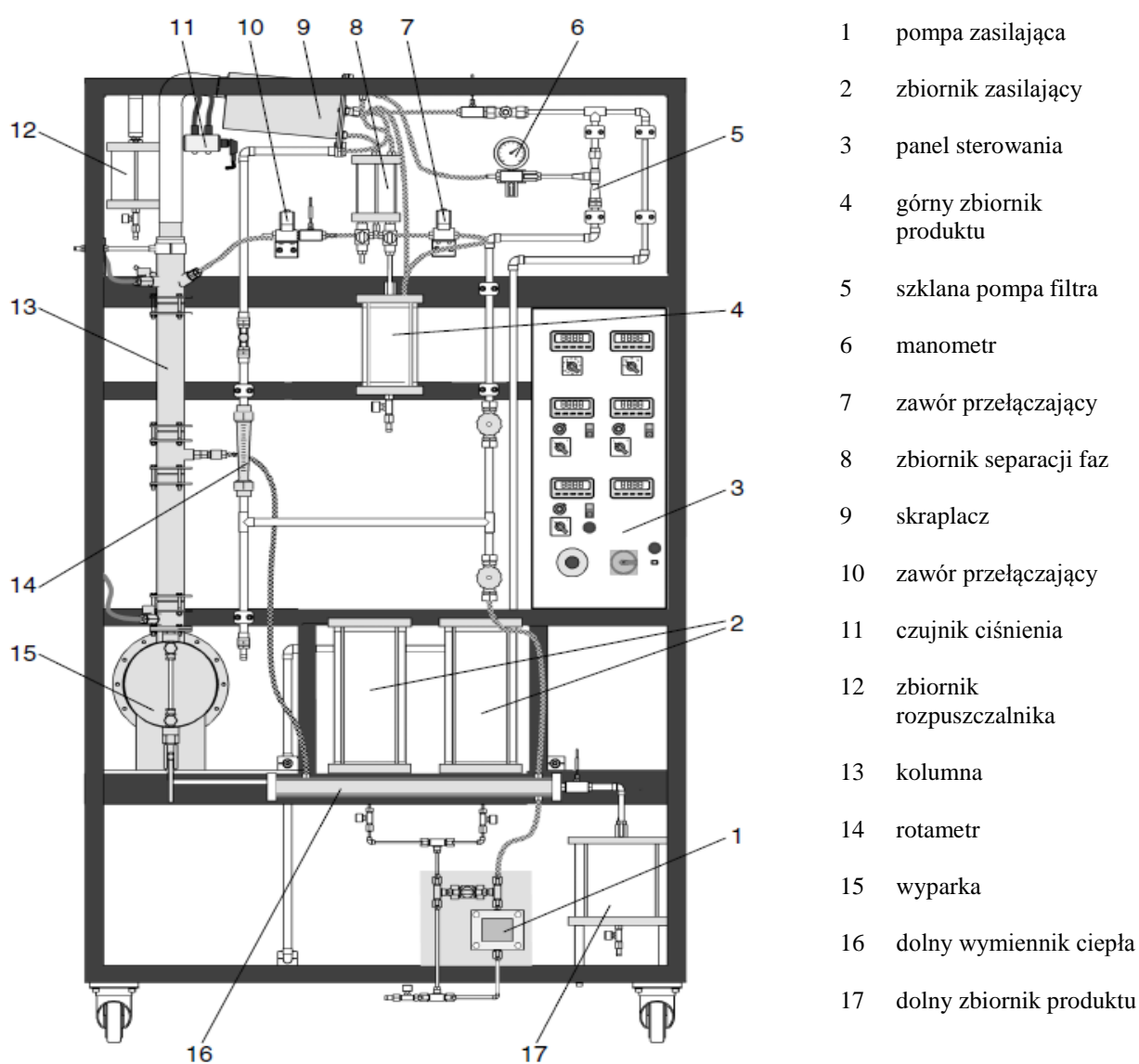
Celem ćwiczenia jest zapoznanie z pracą kolumny rektyfikacyjnej oraz procesem rektyfikacji okresowej.

4. Metodyka pomiarów

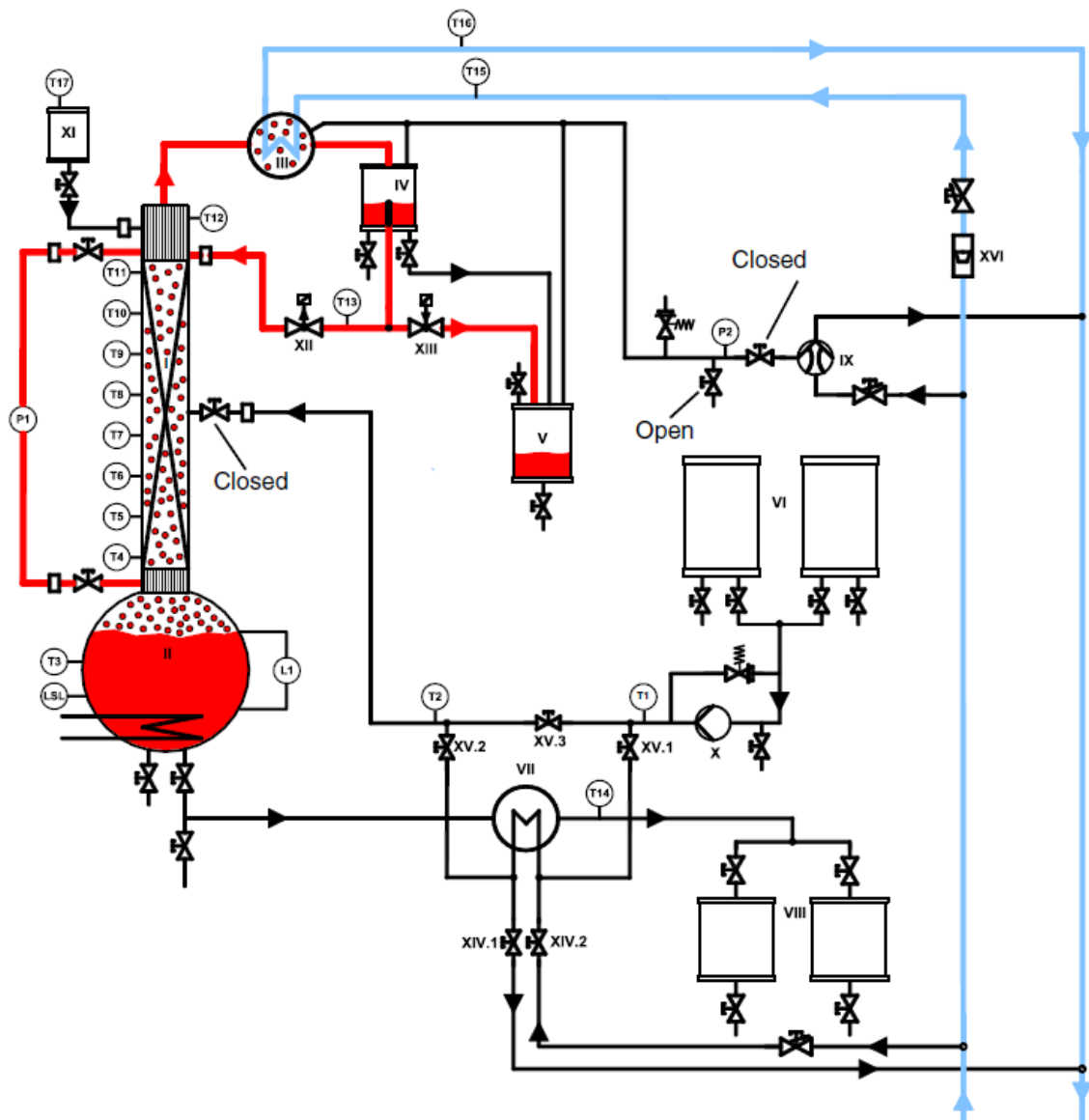
- I. Włączyć komputer.
- II. Badany roztwór cieczy wlać do wyparki instalacji rektyfikacyjnej.
- III. Odkręcić zawór zasilający wodą chłodzącą skraplacz instalacji rektyfikacyjnej i ustalić za pomocą rotametu określone natężenie przepływu wody chłodzącej.
- IV. Włączyć zasilanie elektryczne instalacji badawczej.
- V. Włączyć grzałki w wyparce instalacji rektyfikacyjnej i nastawić określoną moc grzania.
- VI. Ustalić wartość stosunku orosienia w kolumnie rektyfikacyjnej jako całkowity powrót destylatu do kolumny.
- VII. Po ustaleniu się warunków pracy kolumny ustawić stosunek orosienia w kolumnie rektyfikacyjnej na zadaną wartość.

- VIII. W ustalonych odstępach czasu pobierać próbki destylatu i cieczy wyczerpanej celem określenia stężenia przez pomiar gęstości cieczy (przed wprowadzeniem próbek do gęstościomierza próbki powinny być schłodzone do temperatury ok. 20°C).
- IX. Zmierzyć natężenie przepływu destylatu przez odbiór strumienia destylatu do naczynia miarowego w ustalonym czasie.
- X. Pracę kolumny rektyfikacyjnej kontrolować na panelu sterowania instalacji lub na monitorze komputera przy wykorzystaniu dostępnego oprogramowania.
- XI. Po zakończeniu badań wyłączyć grzanie wyparki, odłączyć zasilanie elektryczne instalacji, odczekać ok. 10 minut na wstępne schłodzenie się instalacji i następnie odciąć dopływ wody chłodzącej do skraplacza.

3. Aparatura pomiarowa



Rysunek 7. Aparatura pomiarowa



Rysunek 8. Schemat procesu

= produkt (mieszanina dwóch substancji) = woda chłodząca

- T3 temperatura surowca
- T4-T11 temperatura na półkach w kolumnie
- T12 temperatura na szczycie kolumny
- T13 temperatura destylatu zawracanego do kolumny
- T15 temperatura wody chłodzącej na wlocie do skraplacza
- T16 temperatura wody chłodzącej na wylocie ze skraplacza
- P1 spadek ciśnienia w kolumnie