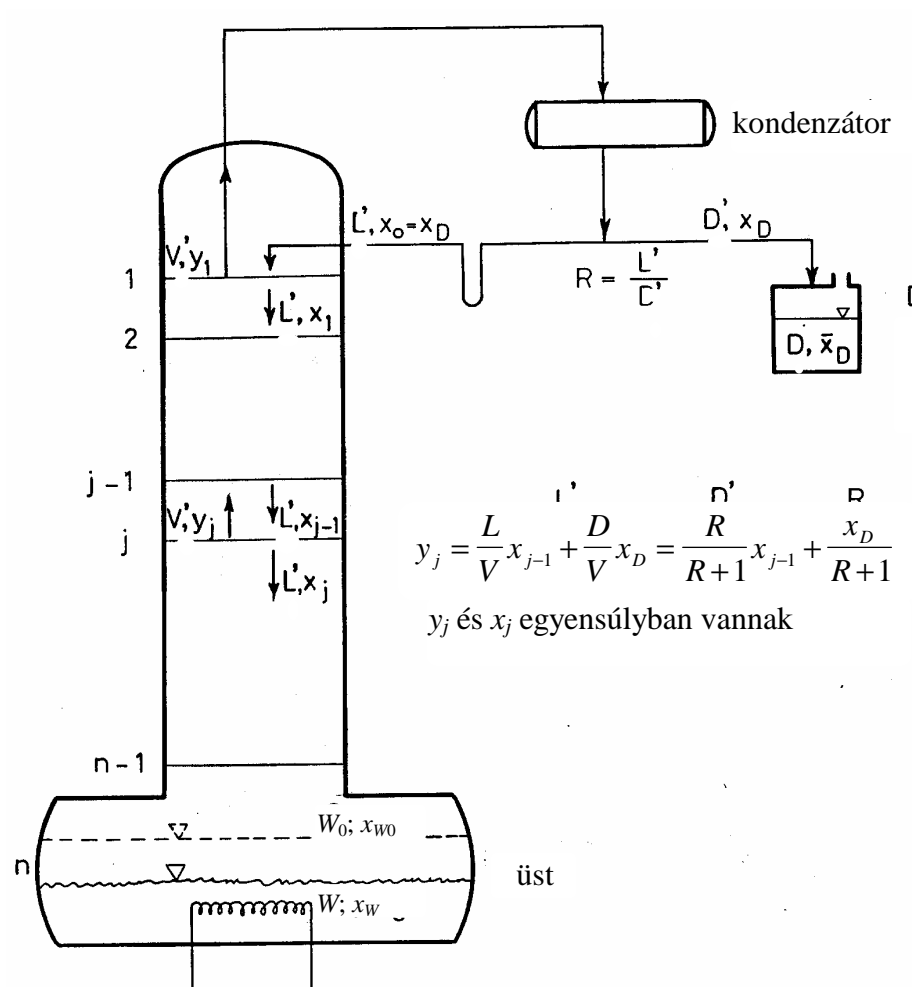


8.11. Szakaszos rektifikálás üveg harangtányéros kolonnán

8.11.1. Elméleti összefoglaló

A mérés célja: laboratóriumi üveg buboréksapkás kolonnán a szakaszos rektifikálás gyakorlati kivitelezése és számítása.

Amikor kisebb anyagmennyiséget akarunk rektifikálással szétválasztani és viszonylag kis tányérszámú kolonnán is éles szétválasztást akarunk elérni, vagy két-több termék akarunk egy kolonnán nyerni, esetleg a feldolgozandó folyadékkelety összetétele gyakran változik, célszerű a rektifikálást szakaszosan végezni.

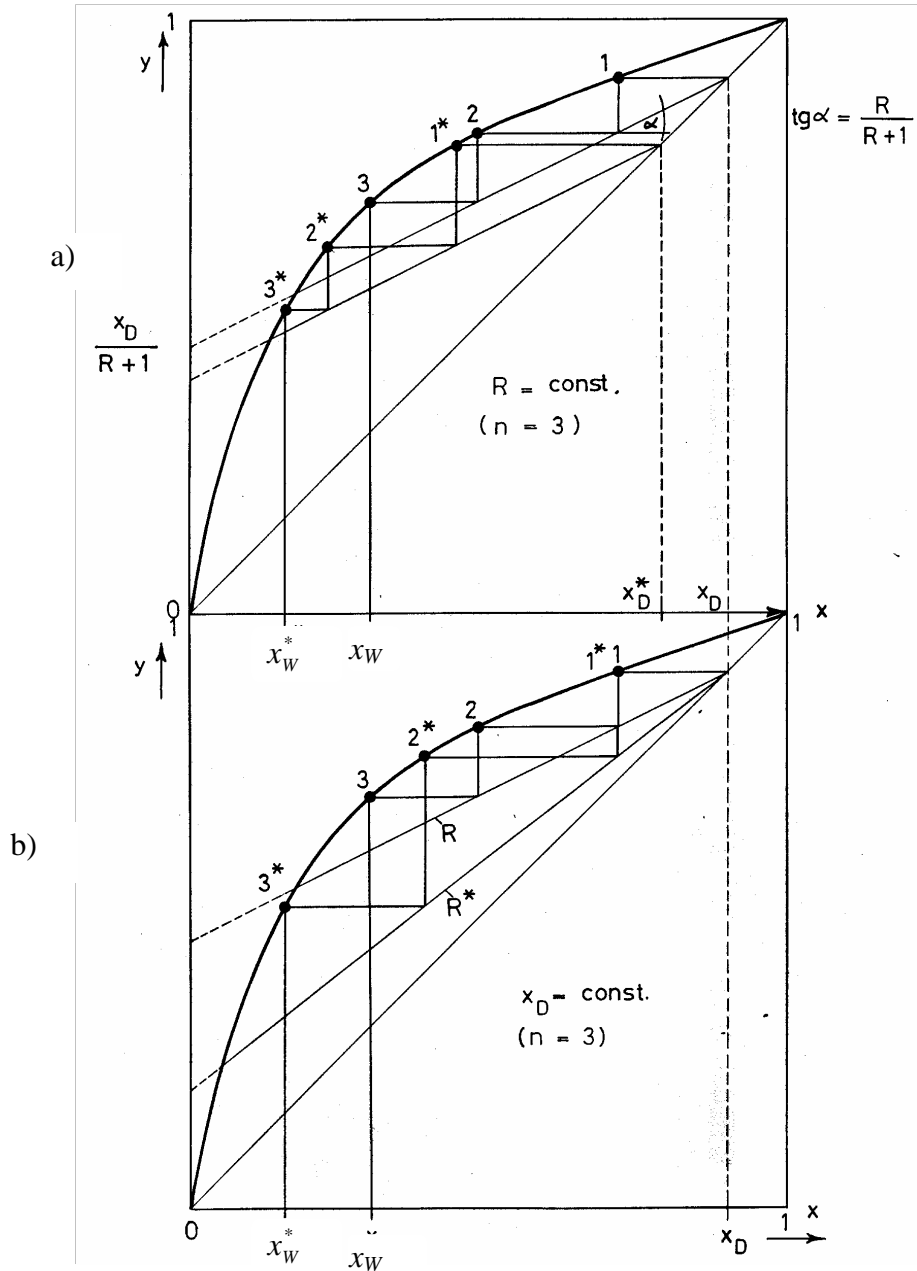


8.11-1. ábra

Szakaszos rektifikáló berendezés elvi vázlata

A szakaszos rektifikálás lényege, hogy – a szakaszos desztillációhoz hasonlóan – az elegyet üstbe töltve folyadék-utánpótlás és - elvezetés nélkül elpárologtatjuk

úgy, hogy a képződő gőzöket a lecsapódott anyagból visszavezetett refluxszal ellenáramban egy tányéros vagy töltött rektifikáló kolonnán keresztül juttatjuk a kondenzátorba. A berendezés egy szegényítő rész (alsó oszloprész) nélküli - csak dúsító szakaszt (felső oszloprész) tartalmazó oszlopnak tekinthető. Szekciós rektifikáló berendezés elvi vázlatát mutatja az 8.11-1. ábra. A szekciós rektifikálást a gyakorlatban kétféleképpen végzik el.



8.11-2. ábra

A szekciós rektifikálás két alapesete

Állandó refluxaránnal többek között akkor célszerű végezni a műveletet, amikor kis mennyiségű illékony szennyezés eltávolítása a feladat. Ha állandó refluxaránnal dolgozunk, a desztillátum összetétele a művelet során változik. Az illékony komponens koncentrációja (x_D) a művelet előrehaladtával csökken, mivel a komponens üstbeli koncentrációja (x_W) is egyre csökken.

Állandó desztillátumösszetétel mellett célszerű végezni a szakaszos rektifikálást például akkor, ha az illékonyabb komponens nagy részét a fejtermékben nagy tisztaságban akarjuk kinyerni.

Mivel az üstben az illékonyabb komponens koncentrációja csökken, állandó desztillátumösszetételt csak a refluxarány folyamatos növelésével biztosíthatunk. A szakaszos rektifikálás két alapesetét a 8.11-2. ábrán szemléltetjük.

8.11.1.1. Szakaszos rektifikálás állandó refluxaránnal

Szakaszos rektifikálás folyamatát differenciális és véges anyag- és komponens-mérlegekkel írhatjuk le. Ha az oszlopban levő anyagmennyiséget és annak változását elhanyagoljuk, a differenciális anyag – illetve komponensmérleg a következő:

$$dD = dW, \quad (8.11-1)$$

$$Wx_W = (W - dW)(x_W - dx_W) + x_D dW, \quad (8.11-2)$$

ahol W az üstben lévő anyagmennyisége
 D a desztillátum mennyisége
 x_D a desztillátum koncentrációja
 x_W a maradék koncentrációja

Az előbbi egyenletekből levezethető összefüggés a szakaszos desztilláció Rayleigh egyenletéhez hasonló alakú (ld. Földes-Fonyó: Rektifikálás p. 48):

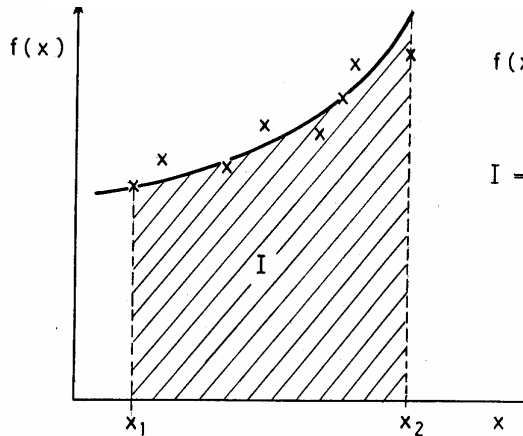
$$\frac{dW}{W} = \frac{dx_W}{x_D - x_W}. \quad (8.11-3)$$

Ezt az egyenletet integrálva a következő összefüggéshez jutunk:

$$\ln \frac{W_o}{W} = \int_{x_W}^{x_{W_0}} \frac{dx_W}{x_D - x_W} = I \quad (8.11-4)$$

Az integrál értéke grafikusán meghatározható. A grafikus integrálással járó kényelmetlenségek elkerülhetők, ha az összetartozó x_W és $1/(x_D - x_W)$ pontokra polinomot illesztünk a legkisebb négyzetek módszere szerint, mert a polinomok analitikusan integrálhatóak. A polinom együtthatóinak és az integrál értékének meghatározása számítógép segítségével igen gyorsan elvégezhető.

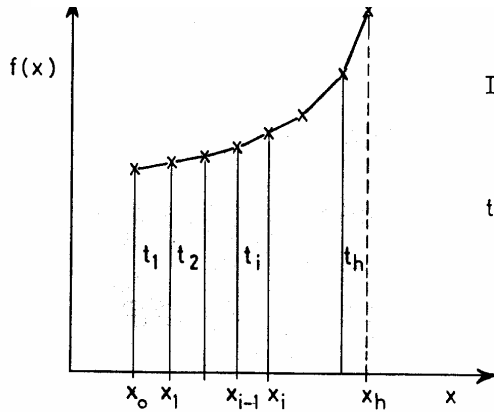
a) Polinom illesztése legkisebb négyzetek módszerével



$$f(x) = \sum_{k=0}^p a_k \cdot x^k \quad \text{A polinom fokszáma: } p$$

$$I = \int_{x_1}^{x_2} f(x) dx = \sum_{k=0}^p \frac{a_k \cdot x_2^{k+1}}{k+1} - \sum_{k=0}^p \frac{a_k \cdot x_1^{k+1}}{k+1}$$

b) numerikus integrálás, közelítés húrokkal



$$I = \int_{x_0}^{x_h} f(x) dx = \sum_{i=1}^h t_i \quad \text{A húrok száma: } h$$

$$t_i = (x_i - x_{i-1}) \cdot \left(\frac{f(x_i) + f(x_{i-1})}{2} \right)$$

8.11-3. ábra

Numerikus integrálási módszerek

Számítógép segítségével az integrálást numerikusan is elvégezhetjük. Ennek egyik lehetséges módja, hogy az integrálandó függvényt lineáris szakaszokkal (húrokkal) közelítjük. A 8.11-3. ábra az utóbbi két integrálási módszert mutatja.

A 4. egyenletből a maradék mennyiségére a következő összefüggés adódik:

$$W = \frac{W_0}{e^I} \quad (8.11-5)$$

A desztillátum mennyiségét az egész folyamatra felírt anyagmérlegből számolhatjuk ki:

$$D = W_0 - W \quad (8.11-6)$$

A desztillátum átlagos összetételét a folyamatra felírt komponensmérlegből számoljuk ki:

$$\bar{x}_D = \frac{W_0 x_{W_0} - W x_W}{D} \quad (8.11-7)$$

Az elpárologtatandó gőzmennyiség a refluxarány és a desztillátum mennyiségének ismeretében számolható:

$$V = (R + 1)D \quad (8.11-8)$$

8.11.1.2. Szakaszos rektifikálás állandó desztillátumösszetétellel

Állandó desztillátumösszetétel mellett történő rektifikálás esetén a maradék végső mennyiségének meghatározása nem igényli differenciálegyenlet megoldását, hanem az üstben levő elegy kezdeti mennyiségének, kezdeti és végső koncentrációjának, valamint a desztillátum összetételének ismeretében az egész folyamatra felírt anyag- és komponensmérlegből számítható:

$$W = \frac{W_0(x_D - x_{W_0})}{x_D - x_W} \quad (8.11-9)$$

A desztillátum mennyiségének számítását ezúttal is a (8.11-6) anyagmérleg-egyenlet segítségével végezhetjük el. Az elpárologtatandó gőzmennyiség meghatározására viszont nem használhatjuk a (8.11-8) egyenletet, mert a refluxarány a művelet során változik.

A (8.11-8) egyenletet – a változást figyelembe véve – differenciális alakba írva a következő egyenlethez jutunk:

$$dV = dL + dD; \quad R = \frac{dL}{dD} \quad (8.11-10a)$$

$$dV = (R + 1)dD \quad (8.11-10b)$$

Integrálva:

$$V = \int_0^D (R + 1)dD \quad (8.11-11)$$

Ez az integrál az összetartozó R és D értékek ismeretében kiszámítható. Az összetartozó R és D értékek meghatározása a következőképpen történik. A berendezés elméleti tányérszáma, valamint a kiindulási elegy összetétele és az előírt desztillátum koncentrációja adott. Az x_D és az átló metszéspontjából kiinduló munkavonal meredekségét és ezzel a refluxarányt a minimális refluxarányból kiindulva addig növeljük, míg a munkavonal és az egyensúlyi görbe közé berajzolható elméleti tányérszám megegyezik a berendezés elméleti tányérszámával. Ez

azt jelenti, hogy a desztillációt ezzel a refluxaránnal kell kezdeni (R_{kezdeti}) ahhoz, hogy a kiindulási elegy összetételből kiindulva, az adott refluxaránnal és tányérszámmal éppen megkapjuk az előírt desztillátum összetételt. A desztillátum mennyisége a nulla időpontban $D = 0$, de a refluxarány nem végtelen, hanem az előbbiek szerint számított R_{kezdeti} érték. Ezek után a refluxarányt tovább növeljük és az egyes refluxarányokhoz a berendezés adott elméleti tányérszámát berajzolva megkapjuk az egyes refluxarányokhoz tartozó maradék koncentrációk értékét (x_W), majd az anyag és komponens mérlegből kapott

$$D = W_0 \frac{x_{W_0} - x_W}{x_D - x_W} \quad (8.11-12)$$

egyenlettel kapjuk egy x_W maradék összetételhez és a hozzá tartozó R refluxarányhoz a megfelelő D desztillátum mennyiséget. Néhány refluxaránnal elvégezve a szerkesztést összetartozó R és D értékpárokat kapunk, amelyekből $R + 1 - D$ diagramot szerkesztve a (8.11-11) egyenletnek megfelelő grafikus integrálással kapjuk meg a V páraáram mennyiségét.

Amikor viszont az összetartozó R és x_W értékeket ismerjük (mérésből vagy számításból) az előbbi egyenletet célszerű átalakítani, az (8.11-1) differenciális anyagmérleget felhasználva:

$$V = - \int_{W_0}^W (R + 1) dW \quad (8.11-13)$$

Az előbbi egyenletben dW -t a (8.11-3) egyenletből kifejezve, majd a (8.11-9) egyenletből W -t kifejezve, az állandó tagokat az integrál elé kiemelve, a határokat megcserélve a következő összefüggést nyerjük:

$$V = W_0 \left(x_D - x_{W_0} \right) \int_{x_W}^{x_{W_0}} \frac{R + 1}{(x_D - x_W)^2} dx_W \quad (8.11-14)$$

Ez az egyenlet összetartozó R és x_W értékek birtokában felhasználható az elpárolgotatandó gőzmennyiség számítására. Az integrál értéke kiszámítható grafikusan és számítógéppel numerikusan, polinom illesztése után pedig analitikusan is.

8.11.2. Laboratóriumi mérés

8.11.2.1. Alapkérdések

A munka megkezdése előtti megbeszélés során az e praktikumban leírtakon túlmenően a következő alapismereteket kérjük számon: elméleti tányér fogalma, egyensúlyi diagram, forrpontharmatpont diagram, refluxarány, felső munkavonal-egyenlet, McCabe-Thiele módszer, állandó moláris párolgás tétele, grafikus integ-

rálás, szakaszos rektifikálás tervezési menete $R = \text{konst.}$ ill. $x_D = \text{konst.}$ esetben (az összetartozó x_D , x_W , R , D értékek meghatározása).

8.11.2.2. Készülék leírása

A készülék alkalmas állandó refluxarányval, illetve állandó desztillátumösszetétellel történő szakaszos rektifikálásra.

A készülék fő része egy üveg hőszigetelő köpennyel védett 10 darab buborékoló sapkát tartalmazó üveg rektifikáló kolonna, melyhez 1 literes 3 tubusú üveg-lombik üstként, valamint refluxszabályozásra alkalmas desztilláló feltét csatlakozik.

Az üstben a folyadék hőmérséklet, valamint a légkörihez képest megnövekedett nyomás, azaz a rektifikáló kolonna nyomásesése mérhető. Az U-csöves manométerbe töltött folyadék toluol.

Az üst szilikonolaj-fürdőbe merül, melyet transzformátorral változtatható feszültséggel elektromosan fűtünk. Mérjük az olajfürdő hőmérsékletét.

A desztilláló feltétben mérjük a gőz hőmérsékletét higanyos hőmérővel. A refluxszabályozást időkapcsolóval vezérelt elektromágnes végzi. A desztillátum frakciók elkülönítésére forgatható szedő szolgál, 4 mintavevő edénnyel. A rektifikáló kolonnát a hőveszteségek elkerülése végett üveg szigetelőköpennyel vettük körül, melybe elektromos fűtőtestet helyeztünk.

A fűtőfeszültség transzformátorral változtatható. A koncentráció meghatározása törésmutató-méréssel történik, az erre szolgáló refraktométer állandó hőmérsékletét ultratermosztát biztosítja.

A készülék a 8.11-4. ábrán látható.

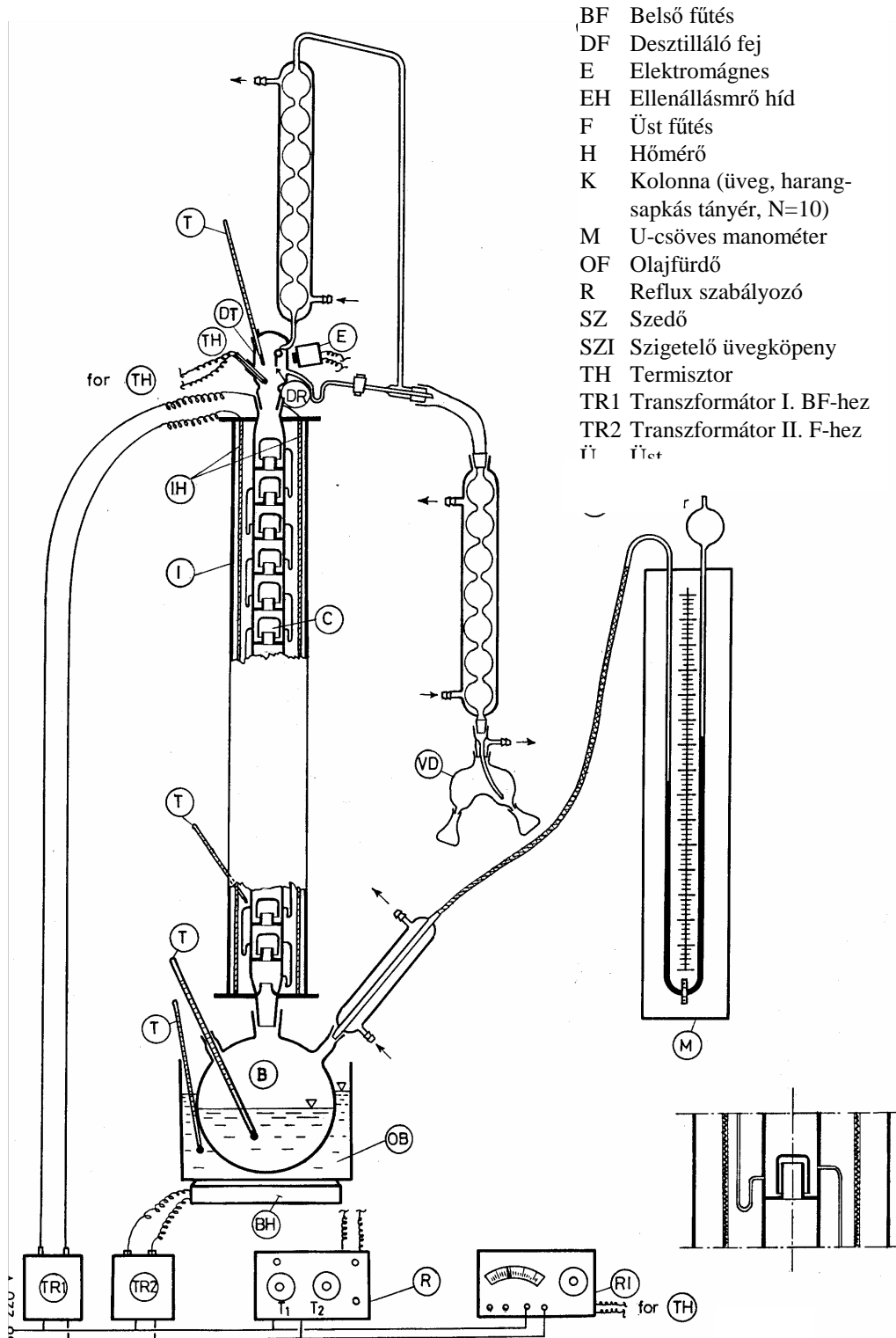
A munka tűzveszélyes!

8.11.2.3. A mérés kivitele

8.11.2.3.1. A mérés indítása

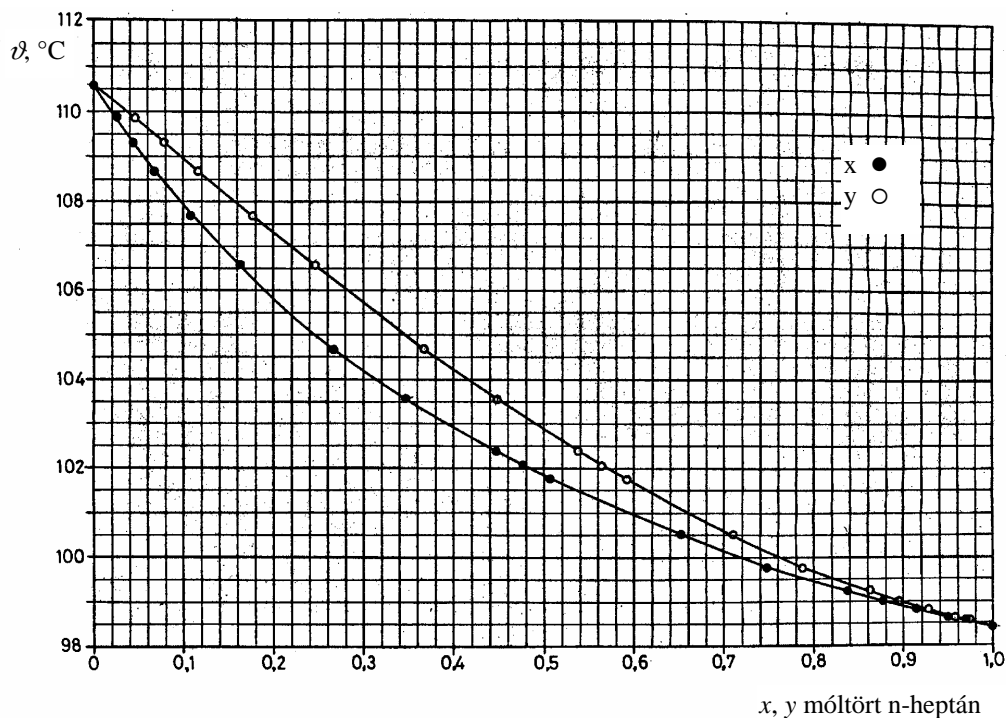
1. Az üstbe betöltöttünk 450...500 g n-heptán (H)-toluol (T) elegyet, melynek heptán tartalma 40...55 m% közötti legyen. A heptán-toluol elegy forrpontharmatpont diagramja a 5., egyensúlyi diagramja pedig a 6. ábrán látható. Amennyiben az üstben már van folyadék, a hőmérőcsonton keresztül kb. félig töltjük heptán vagy toluol adagolásával, hogy a kiindulási összetétel a kívánt értékű legyen. Az elegy törésmutató-koncentráció diagramja a 7. ábrán látható. (A mérés megkezdése előtt az üst a megfelelő mennyiségű és összetételű eleggyel fel van töltve).
2. Megindítjuk a hűtővizet.
3. Az olajfürdőt az üst alatt elkezdjük fűteni, a TR2 transzformátor mutatójának 80...90-es skr. állásánál.

4. Elzárjuk a desztillátum elvezető csövön levő csapot.



8.11-4. ábra

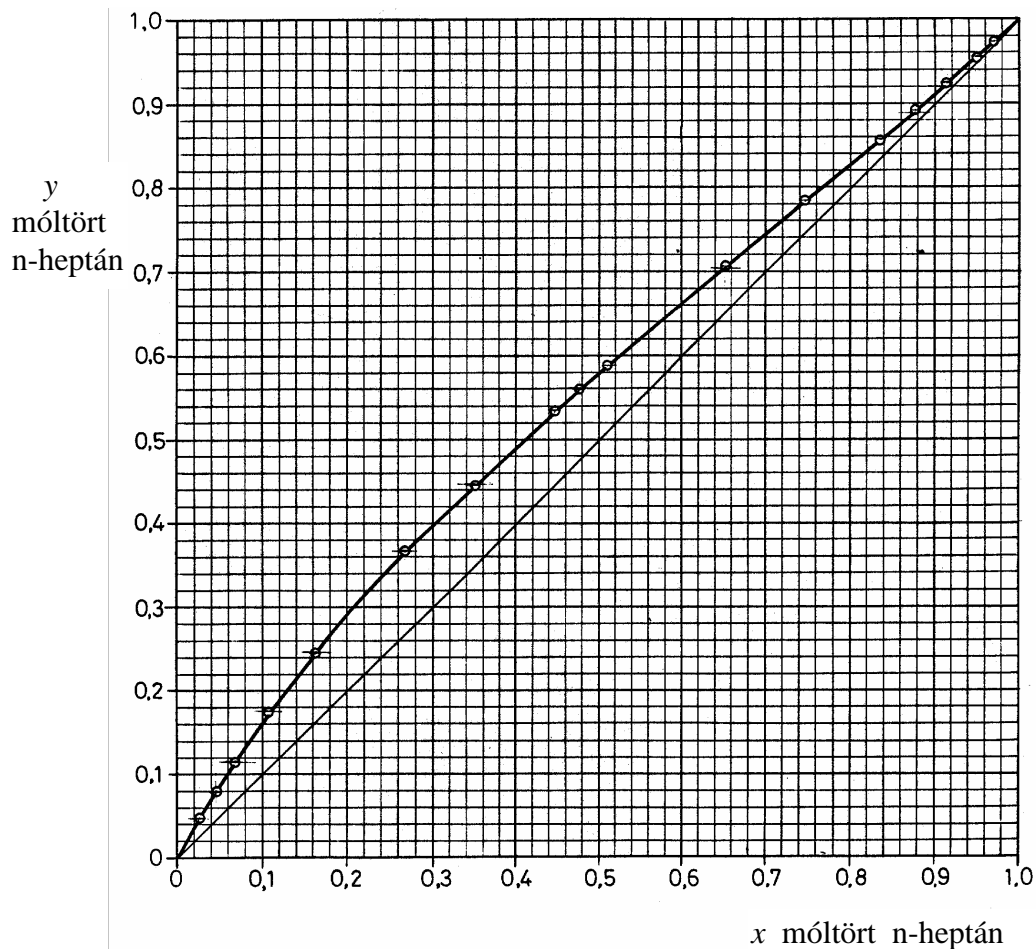
A szakaszos rektifikáló készülék



8.11-5. ábra

A heptán-toluol elegy forrpont-harmatpont diagramja

5. Amikor az üstben levő folyadék forr és a tányérok elkezdenek működni, a TR1 transzformátor mutatójának 20...40 skr-re állításával bekapcsoljuk a hőveszteség megakadályozására szolgáló belső fűtést. Ügyeljünk arra, hogy mérés közben se közelítse meg a köpenyben lévő hőmérséklete 5 °C-nál jobban a fejhőmérsékletet. Célszerű 90...95 °C köpenyhőmérséklet mellett dolgozni, így a hőveszteség miatt kialakuló „vadreflux” elhanyagolható.
6. Néhány percig teljes refluxszal járattuk a berendezést, az olajfürdő hőmérsékletét 130...150 °C közé állítjuk, majd teljes reflux alkalmazásával meghatározzuk a berendezés elméleti tányérszámát a következő módon:
7. A desztillátum elvezető csövön lévő csapot kinyitjuk, hogy a teljes reflux beállása előtt oda kondenzált párlatot eltávolítsuk.
8. Rövid időre bekapcsoljuk a refluxszabályozót és pár csepp anyaggal a vezeték átmoszuk, majd tiszta száraz szedőbe néhány csepp mintát veszünk. Ezt a műveletet gyorsan kell elvégezni, mert csak így jellemző a mért koncentráció a teljes refluxszal elérhető elválasztásra. Ugyanakkor leolvassuk az üst hőmérsékletét, valamint az oszlop nyomáscsökkenését és ebből határozzuk meg az üst koncentrációját a $P = 101325$ Pa nyomáson felvett forráspont diagram alapján.



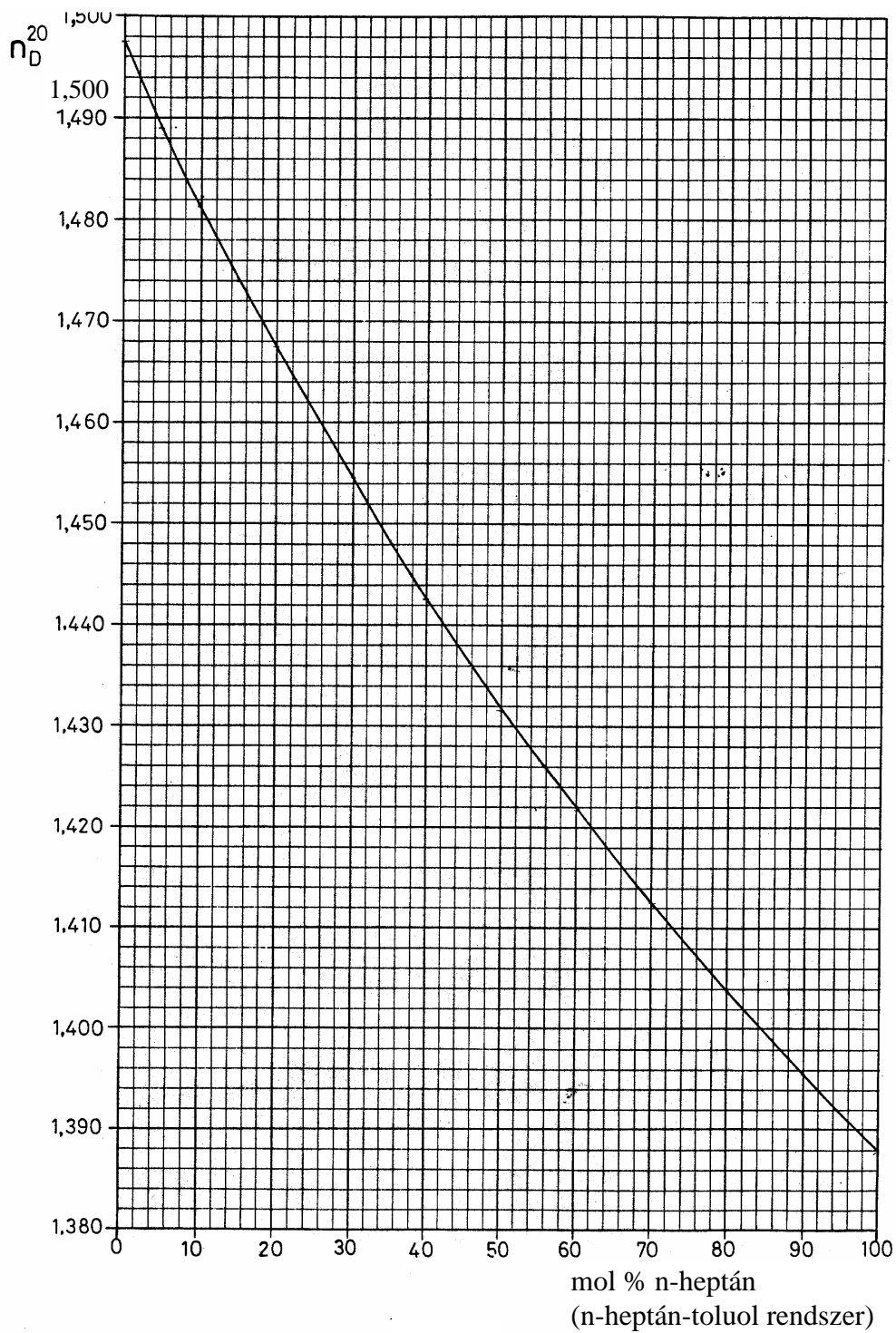
8.11-6. ábra
A n-heptán-toluol elegy egyensúlyi diagramja

8.11.2.3.2 Mérés állandó refluxarány mellett

1. Beállítjuk a mérésvezető által megadott refluxarány értéket 0,5...2 között.

$$R = \frac{T_2 - T_1}{T_1} \quad (8.11-15)$$

ahol (T_2) a refluxszabályozó időkapcsolóján az össződő (s), amelyből T_1 (s) ideig működik az elektromágnes, amikor a hűtőből visszafolyó folyadék a desztillátumelvezető csőbe kerül. A T_1 értéket célszerű 3...4 s-nak választani. A mérés alatt az olajfürdő hőmérsékletét állandó értéken tartjuk.



8.11-7. ábra
Törésmutató-koncentráció kalibráció

2. Kinyitjuk a desztillátum-elvezető csövön levő csapot és megindítjuk a stopperórát.
3. A mérési jegyzőkönyvben megadott időközönként (30...30 s ideig) a tiszta, száraz szedőedényekbe a desztillátumból mintát veszünk, és egy-két csepp folyadék felhasználásával megmérjük a törésmutatóját 20 °C-on, 4 tizedesjegyre. Az egyes mintavételek 30 s időtartama alatt, a mintavétel kezdetétől számított 15. s-ban leolvassuk először az üst hőmérsékletét, majd a jegyzőkönyv kitöltéséhez szükséges többi adatot. A fejhőmérsékletet higanyos hőmérővel mérjük.
4. Az utolsó mintavétel után megállítjuk a stopperórát és feljegyezzük a desztillálás időtartamát.
5. A mintákat és a közbeni időben levett desztillátumot, letárazott, száraz üveg-edényben összegyűjtjük és a mérés végén megmérjük az átlagos desztillátumkoncentrációt, valamint a desztillátum mennyiségét.
6. Az üstkoncentráció meghatározása a 760 torr nyomáson (101325 Pa) felvett forrpon-diagram alapján történik, ezért a mért forráspontot 760 torra (101325 Pa) nyomásra át kell számítani, figyelembe véve a barométerállást és az oszlopon mért nyomásesést:

$$\vartheta_{üst}^{atm} = \vartheta_{üst} + \Delta \quad (8.11-16)$$

ahol

$$\Delta = \left[760 - (P_b + \Delta P) \right] \frac{d\vartheta}{dP} \text{ °C} \quad (8.11-17)$$

P_b a barométerállás, torr

$\frac{d\vartheta}{dP}$ a forráspont nyomás szerinti deriváltja, a toluol megfelelő adatával számolva:

$$\frac{d\vartheta}{dP} = 0,046 \frac{\text{°C}}{\text{torr}},$$

ΔP a nyomásesés az oszlopon:

$$\Delta P = \frac{0,862 \text{ g/cm}^3}{13,6 \text{ g/cm}^3} \Delta P_m, \text{ torr}$$

ΔP_m a mért nyomásesés, toluol mm

Amennyiben a nyomást N/m^2 egységben (Pascal) mérjük, Δ -t a következőképpen lehet számítani:

$$\Delta = \left[101325 - \left(P_b + \frac{0,862}{13,6} \cdot \Delta P_m \cdot 133,32 \right) \right] \cdot 0,000345 \text{ °C} \quad (8.11-18)$$

Mérési jegyzőkönyv

$R = \text{konst.}$

Kiindulási elegy:

törésmutató: n_D^{20}

koncentráció: m%

Barométerállás: torr vagy Pa

Refluxarány: $T_2 =$ s

$T_1 =$ s

$R =$

Üst fűtés: skr. Belső fűtés: skr.

Deszt. indulási időpont: óra perc s

vége: óra perc s

időtartama: perc

idő perc	$\vartheta_{üst}$ °C	$\vartheta_{üst}$ °C	x_W m%	$\vartheta_{fürdő}$ °C	ϑ_{oszlop} °C	ΔP_m toluol, mm	ϑ_{fej} °C	n_D^{20}	x_D m%
4 ³⁰ -5									
9 ³⁰ -10									
19 ³⁰ -20									
29 ³⁰ -30									
39 ³⁰ -40									
49 ³⁰ -50									
59 ³⁰ -60									

Teljes reflux esetén: $\vartheta_{üst} =$ °C

$\vartheta_{üst}^{760} =$ °C; $x_W =$ m%

deszt: $n_D^{20} =$; $x_D =$ m%

Elméleti tányérszám (grafikus szerkesztéssel): $n_{elm} =$

Átlagos tányérhatásfok:

$$\eta = \frac{n_{elm}}{n_{valódi}} =$$

Desztillátummennyiség: g; mól

Desztillátum átlagos összetétele: $n_D^{20} =$; $\bar{x}_D =$ m%

8.11.2.3.3. Mérés állandó desztillátumösszetétel biztosítása mellett

1. Beállítunk $R=1$ refluxarányt, kinyitjuk a desztillátum-elvezető csövön a csapot, fejhőmérséklet ellenőrzése céljából legalább 3 percig $R=1$ refluxarányal desztillátumot vesszünk el.
2. Megindítjuk a stopperórát, és 2 - 2 perces mintákat veszünk 10 - 12-szer, ezeknek megmérjük a törésmutatóját, és a száraz, tiszta, letárazott desztillátum-gyűjtő edénybe öntjük. Vezetjük a mérési jegyzőkönyvet.
3. A refluxszabályozón a T_1 érték állandó, 3 vagy 4 s értéken tartása mellett a T_2 időt, azaz a refluxarányt növeljük olyan mértékben, hogy a hőmérséklet állandó maradjon. (Az állandó desztillátumösszetételt a refluxarány állandó növelésével lehet csak biztosítani. Ha nem növeljük eléggé a refluxarányt a fejhőmérséklet nőni fog). A refluxarány változtatás várható sebessége: a T_2 értéken 1-2 s/perc, azaz 0,25...0,5 refluxarány érték percenként. Félpercenként feljegyzzük a fejhőmérsékletet és a beállított T_2 értéket.
4. A mérés végén megállítjuk a stopperórát és feljegyzzük a desztillálási időt.
5. Az elméleti tényérszám meghatározása lásd. a 2.3.1. fejezet 6. pontját.
6. Az üstkoncentráció meghatározása. Lásd. a 2.3.2. fejezet 6. pontját.
7. Beállítjuk újra az $R = 1$ refluxarányt, és 5 perc múlva elkezdjük egy másik desztillátumösszetétnél a desztillációt. Ugyanúgy járunk el, mint az első esetben. A teljes refluxnál mérhető elválasztáshoz tartozó elméleti tényérszámot, az átlagos hatásfokot nem kell még egyszer meghatározni.

Mérési jegyzőkönyv

$$\bar{x}_D = \text{konst}$$

A jegyzőkönyv ugyanolyan, mint $R=\text{konst.}$ esetben, kivéve az R megadását, és az idő oszlopba 0-2; 2-4; 4-6; ... 20-22; (perc) értékek írandók.

A reflux változtatás jegyzőkönyve:

idő perc	ϑ_{fej}	T_2 (s)	R
1,0			
3,0			
5,0			

8.11.2.3.4. A mérés befejezése

A transzformátorokon a kimenő feszültséget nullára állítjuk a mutatók 0 skr-re forgatásával, majd a csatlakozók kihúzásával a készüléket áramtalanítjuk. A forrás leállása után elzárjuk a hűtővizet. A desztillátum mintákat a desztillátumgyűjtő edénybe öntjük, melyet lezárunk. A mintavevő edényeket kiszárítjuk.

8.11.3. Mérési adatok számítógépes értékelése

8.11.3.1. Az állandó refluxarányal végzett mérés kiértékelése

A desztillátum mennyiségének (mol), a refluxaránynak és a mért x_W és x_D értékek ismeretében számítással meghatározzuk az elpárologtatott gőzmennyiséget, az üstbe töltött anyag mennyiségét és a maradék végső mennyiségét. A mért átlagos desztillátumösszetétel felhasználásával kiszámítjuk a komponensmérleg relatív hibáját.

8.11.3.2. Az állandó desztillátumösszetétellel végzett mérés kiértékelése

A desztillátum összetételének, mennyiségének, valamint a mért x_W és R értékek ismeretében kiszámoljuk a maradék végső mennyiségét, a kiindulási anyagmennyiséget és az elpárologtatott gőzmennyiséget.

8.11.4. Tervezési feladat megoldása

Minden mérőcsoportnak szakaszos rektifikálást kell terveznie, (állandó refluxarányal vagy állandó desztillátumösszetétellel), kész számítógépi program futtatásával.

A tervezési feladat adatait a mérésvezető oktató adja meg. Mindkét esetben adott az oszlop elméleti tányérszáma (n), a szétválasztandó elegy mennyisége, összetétele és a maradék végső összetétele. Ezenkívül állandó refluxarányal történő rektifikálás esetén a refluxarány, állandó desztillátumösszetétellel történő rektifikálás esetén a desztillátumösszetétel is adott. A feladat a maradék végső mennyiségének, a desztillátum mennyiségének és az elpárologtatandó gőzmennyiségnek a meghatározása. Állandó refluxarány esetén az átlagos desztillátumösszetételt is ki kell számítani.

A szétválasztandó elegy gőz-folyadék egyensúlyi viszonyainak leírására szolgáló paraméterek a félüzemi laboratóriumban található J. Gmehling, U. Onken: Vapor-Liquid Equilibrium Data Collection, Dechema Chemistry Data Series könyvekből keresendő ki.

Beadandó:

1. A jegyzőkönyv az eredeti mérési adatokkal.
2. A tényérhatásfok számításához felhasznált diagram a szerkesztéssel.
3. A számítógépes értékelés eredményei.
4. A tervezési feladat megoldását tartalmazó eredménylista.

Készítette: Radnai György, Láng Péter

Átdolgozta: Manczinger József, Lelkes Zoltán

Ellenőrizte: Sawinsky János