# Wyznaczenie WRPT w rektyfikacyjnej kolumnie z wypełnieniem

#### 1. Wprowadzenie

Jeżeli projektuje się wykonywanie procesu rektyfikacji w kolumnach półkowych, to zasadniczym zagadnieniem jest doświadczalnie wyznaczenie sprawności  $\eta$  danego typu półki, a następnie rachunkowe lub graficzne określenie liczby półek teoretycznych  $n_t$  niezbędnych do uzyskania założonego rozdziału surowca. Znając sprawność  $\eta$  oraz liczbę półek teoretycznych  $n_t$ , łatwo można znaleźć liczbę pólek rzeczywistych  $n_{rz}$ , jaką należy zainstalować w kolumnie, wykorzystując zależność:  $n_{rz} = n_t/\eta$ . Po określeniu odstępu między półkami h (z warunków hydrodynamicznych) oblicza się wysokość H zabudowanej części kolumny.

Inny tok postępowania jest stosowany przy wyznaczaniu wysokości czynnej kolumny H w przypadku, gdy zamiast półek użyte są wsady lub chaotycznie wsypane czy układane warstwy wypełnienia. Wówczas należy posługiwać się pojęciem tzw. wysokości równoważnej półce teoretycznej - w skrócie WRPT. Jest to wysokość warstwy wypełnienia w kolumnie, która w działaniu jest równoważna jednej półce teoretycznej Oznacza to, że stężenia każdego składnika w oparach i w cieczy opuszczających taki odcinek warstwy są równowagowe ( $y_n = k_n x_n$ ). Wysokość czynną kolumny, czyli wysokość warstwy wypełnienia H oblicza się zatem z zależności:  $H = WRPT \cdot n_t$ . Odwrotność WRPT, czyli 1/WRPT określona jest w literaturze jako tzw. zdolność rozdzielcza:

$$\frac{1}{\text{WRPT}} = \frac{n_t}{H} = f(F_0), \tag{1}$$

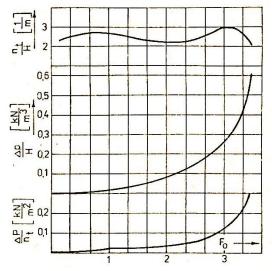
gdzie:  $F_0 = w_{og} \sqrt{\rho_g}$ 

 $w_{og}$  - prędkość liniowa par w kolumnie liczona na pusty przekrój aparatu, m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>·s),  $\rho_g$  - gęstość par, kg/m<sup>3</sup>.

Wykres tej funkcji wykonywany jest zazwyczaj łącznie z krzywą spadku ciśnienia, jaki występuje na warstwie o wysokości 1m  $\Delta p/H = f(F_o)$  i krzywą tzw. właściwego spadku ciśnienia  $\Delta p/n_t = f(F_o)$ , tj. spadku ciśnienia, jaki obserwuje się przy przepływie przez warstwę o wysokości równej *WRPT*.

Typowe przebiegi tego rodzaju krzywych przedstawiono na rys. 1. Kształt krzywych jest charakterystyczny dla kolumn z usypaną warstwą wypełnienia i może być znaleziony tylko doświadczalnie przez wykonanie serii pomiarów. W tym celu wykonuje się proces rektyfikacji mieszaniny dwuskładnikowej (tzw. roztworu testowego) w kolumnie o znanej wysokości wypełnienia H przy stałej prędkości

przepływu par i stałym strumieniu surowca oraz ustalonym stosunku orosienia szczytowego.



Rys. 1. Charakterystyka obciążeń dla kolumny wypełnionej pierścieniami usypanymi .

Mierząc strumienie [kmol/s] i skład destylatu oraz cieczy wyczerpanej uzyskuje się dane niezbędne do określenia liczby półek teoretycznych (np. metodą Mc Cabe'a i Thielego), jaka jest konieczna do tego, aby uzyskać stwierdzony doświadczalnie efekt rozdziału składników roztworu testowanego. Wielkość n<sub>/</sub>/H lub WRPT oblicza się łatwo wg wzoru (1). Zależą one głównie od rozmiaru i kształtu elementów wypełnienia, prędkości przepływu fazy gazowej przez warstwę, średnicy i wysokości warstwy oraz właściwości fizykochemicznych rozdzielanej mieszaniny.

## 2. Metoda graficzna Mc Cabe'a i Thielego wyznaczania liczby pólek teoretycznych

W metodzie Mc Cabe'a i Thielego stosowanej do wyznaczania liczby półek teoretycznych podczas destylacji roztworu dwuskładnikowego w kolumnie wykorzystuje się wykres zależności stężenia równowagowego par od stężenia ciekłego roztworu. Na wykres taki nanosi się dodatkowo górną i dolną linię operacyjną. Linie te wynikają z bilansu masy górnej części kolumny (powyżej punktu zasilania kolumny surowcem) oraz dolnej części kolumny (poniżej punktu zasilania kolumny surowcem).

Równanie górnej linii operacyjnej ma następującą postać:  $y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_D}{R+1}$ 

$$y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_D}{R+1}$$
 (2)

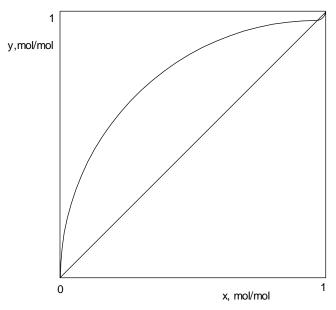
gdzie y oznacza stężenie składnika lotniejszego w parze, x- stężenie składnika lotniejszego w cieczy,  $R = \frac{L}{D}$  to tzw. stosunek orosienia określający stosunek ilości cieczy (mol/s) wprowadzanej do kolumny rektyfikacyjnej na jej szczycie do ilości destylatu (mol/s) odprowadzanego na zewnątrz kolumny.

Jeśli do kolumny rektyfikacyjnej będziemy wprowadzać surowiec w temperaturze wrzenia wówczas liczbę półek teoretycznych wyznaczamy w sposób następujący Rys.2-6):

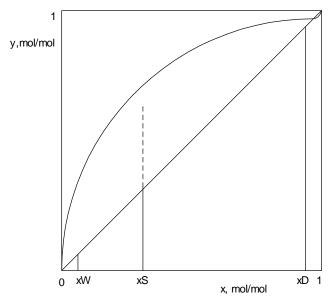
- na wykresie w układzie współrzędnych y vs x (przy czym wartości y i x zmieniają się w zakresie 0-1) rysujemy przekątną, łączącą punkty (0,0) i (1,1),
- na wykres nanosimy dane równowagowe para-ciecz (y=f(x) dla badanego układu dwuskładnikowego, uzyskane z literatury (Rys.2),
- dla znanych wartości stężeń (ułamki molowe): surowca  $(x_S)$ , cieczy wyczerpanej  $(x_W)$ , destylatu  $(x_D)$ , kreślimy w układzie współrzędnych y vs x pionowe linie, wychodząc od punktów na osi x, oznaczających poszczególne stężenia  $(x_S, x_W, x_D)$  (Rys.3),
- na wykres nanosimy linię prostą wynikającą z równania górnej linii operacyjnej (równanie (2)), przy znanym stosunku orosienia  $R = \frac{L}{D}$ . Linia ta przecina przekątną wykresu w miejscu odpowiadającym stężeniu  $x_D$  na osi "x". Ponadto linia przecina pionową linię prostą, wychodzącą z punktu  $x_S$  (Rys.4),
- łączymy linią prostą punkt przecięcia się górnej linii operacyjnej z linią pionową wyznaczoną w punkcie  $x_S$  z punktem wyznaczonym z przecięcia się przekątnej wykresu z linią pionową wyznaczoną w punkcie  $x_W$ . Wyznaczona w ten sposób linia stanowi dolną linię operacyjną (Rys.5),
  - liczbę półek teoretycznych wyznaczamy metodą "schodkowania" (Rys.6):
- \*wychodząc z punktu na przekątnej określającej stężenie składnika lotniejszego w destylacie ( $x_D$ ), rysujemy pomocniczą linię poziomą do osi x, aż do przecięcia się jej z linią równowagi,
- \* z punktu przecięcia się pomocniczej linii poziomej z linią równowagi rysujemy pionową linię pomocniczą, aż do przecięcia się jej z górną linią operacyjną,
- \* poziome i pionowe linie pomocnicze prowadzimy naprzemiennie, jak to pokazano na rysunku 2, przy czym po przekroczeniu przez pionową linię pomocniczą (idąc z prawej strony wykresu ku lewej stronie) punktu przecięcia górnej i dolnej linii operacyjnej proces "schodkowania" wykonujemy do przecięcia się pionowej linii pomocniczej z dolną linią operacyjną, skąd prowadzimy następnie poziomą linię pomocniczą.

Liczba półek teoretycznych w instalacji rektyfikacyjnej równa się liczbie stopni ("schodków"), wyznaczonych graficznie w układzie współrzędnych y vs x. W rzeczywistości stężenie cieczy wyczerpanej, opuszczającej instalację rektyfikacyjną, najczęściej wyznacza się na wylocie z wyparki, zasilającej kolumnę parą, dlatego liczbę półek teoretycznych wyznaczonych sposobem przedstawionym powyżej należy pomniejszyć o jeden, gdyż wyparka stanowi jedną półkę teoretyczną.

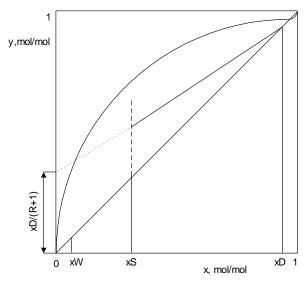
Więcej informacji na temat metody Mc Cabe'a i Thielego można znaleźć w skrypcie "Procesy dyfuzyjne i termodynamiczne" cz. I, Wrocław 1997, str. 58-66, natomiast dokładniejsze informacje na temat kolumn z wypełnieniem na stronach 180-191.



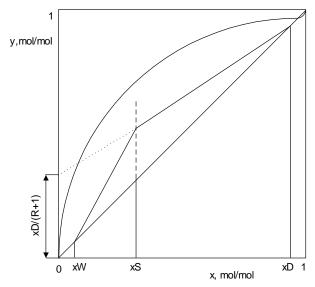
Rys.2.Konstrukcja wykresu Mc-Cabe-Thiele. Wykres równowagi para-ciecz dla dwuskładnikowego układu destylacyjnego



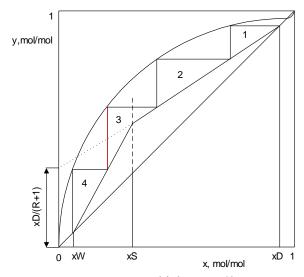
Rys. 3. Konstrukcja wykresu Mc-Cabe-Thiele. Pionowe pomocnicze linie



Rys.4. Konstrukcja wykresu Mc-Cabe-Thiele. Sposób wyznaczania górnej linii operacyjnej.



Rys. 5. Konstrukcja wykresu Mc-Cabe-Thiele. Sposób wyznaczania dolnej linii operacyjnej.



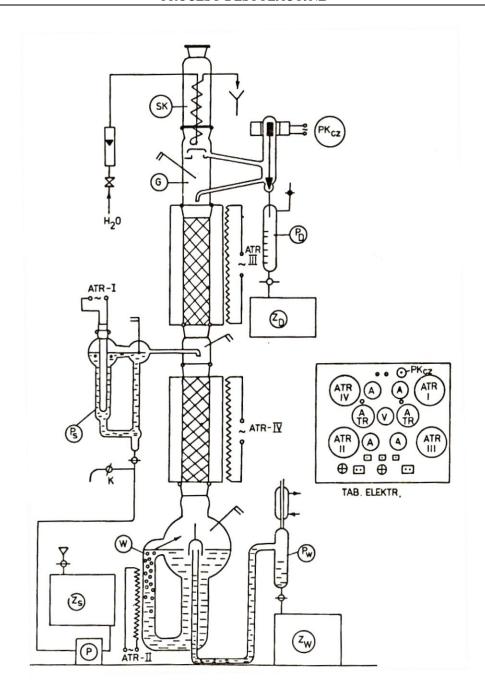
Rys. 6. Konstrukcja wykresu Mc-Cabe-Thiele. Sposób wyznaczania liczby półek teoretycznych.

#### 2. Cel éwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z metodyką stosowaną w badaniach zdolności rozdzielczej kolumn z wypełnieniem.

#### 3. Aparatura

Schemat aparatury przedstawiony jest na rys. 7. Droga przepływu strumieni cieczy i par jest następująca: Surowiec - roztwór testowy - podawany jest do aparatury ze zbiornika  $Z_{\rm S}$  za pomocą pompy P o regulowanym skoku tłoka. Pomiar strumienia surowca wykonuje się mierząc czas napełnienia cylindra miarowego ustawionego pod kranem K.



Rys.7. Schemat aparatury doświadczalnej

Ogrzewanie surowca do temperatury wrzenia odbywa się w podgrzewaczu  $P_S$ , przy czym intensywność podgrzewania reguluje się autotransformatorem ATR - I. W kolumnie wrzący surowiec  $S_L$  miesza się z orosieniem L spływającym z górnej części kolumny i wpływa do wyparki obiegowej. Wytworzona tu para po przepłynięciu przez obie części kolumny ulega całkowitemu skropleniu w skraplaczu SK usytuowanym nad głowicą G. Nadmiar cieczy zawierającej mniej składnika bardziej lotnego wypływa z wyparki samoczynnie przez zamknięcie hydrauliczne, chłodnicę i naczynie pomiarowe  $P_W$  do odbieralnika produktu dolnego  $(Z_W)$ . Kondensat w głowicy dzielony jest na oroszenie szczytowe L i destylat D.

Destylat po przepłynięciu przez chłodnicę i naczynie pomiarowe  $P_D$  gromadzi się w odbieralniku destylatu. Podział strumienia skroplin na destylat i orosienie jest zautomatyzowany za pomocą przekaźnika czasowego  $PK_{CZ}$ . Obie części kolumny zaopatrzone są w płaszcze szklane, zapewniające zmniejszenie strat ciepła w kolumnie.

## 4. Metodyka pomiarów

Wykonanie pomiarów rozpoczyna się od napełnienia wyparki surowcem do takiej wysokości, aby jego nadmiar przelewał się przez zamknięcie hydrauliczne. Po napełnieniu należy włączyć pompę P, dopływ wody do chłodnic i przez autotransformator ATR II ogrzewanie wyparki. W momencie, w którym pary wytworzone w wyparce dotrą na szczyt kolumny włącza się ogrzewanie podgrzewacza surowca P<sub>S</sub> i nastawia takie napięcie na autotransformatorze ATR-I aby utrzymać surowiec w stanie łagodnego wrzenia.

Po ustaleniu się wszystkich temperatur należy włączyć przekaźnik czasowy  $PK_{CZ}$  i rozpocząć pomiary strumieni destylatu D i cieczy wyczerpanej W mierząc stoperem czas napełniania naczyń  $P_D$  i  $P_W$ .

Równolegle z pomiarami strumieni wykonuje się pomiary składu destylatu i cieczy wyczerpanej poprzez pomiar ich gęstości  $\rho$  i odczytanie z tablic stężenia składnika lotniejszego w %mas. Pomiar uważać można za wykonany prawidłowo jeżeli kolejne dwa wyniki uzyskane przy pomiarze strumieni D i W oraz ich stężeń są takie same.

## 5. Opracowanie wyników pomiarów

Korzystając z danych równowagowych ciecz-para dla układu etanol-woda należy wykreślić krzywą równowagi w układzie x, y. Znając gęstość cieczy  $\rho$  w strumieniach S, D i W przeliczamy dane pomiarowe wyrażone w  $[dm^3/s]$  na [kg/s] i dalej - wykorzystując znajomość stężenia alkoholu w % mol. w poszczególnych strumieniach - przeliczamy strumienie objętości (w  $dm^3/s$ ) na strumienie moli (w kmol/s) i podstawiamy do równań linii operacyjnych.

$$y = \frac{L}{V}x + \frac{D}{V}x_D$$
 oraz  $y = \frac{\overline{L}}{\overline{V}}x - \frac{W}{\overline{V}}x_W$ 

#### PROCESY DESTYLACYJNE

Z kolei - zgodnie z otrzymanymi równaniami - wykreślamy linie operacyjne na wykresie x, y i stosując "schodkowanie" znajdujemy liczbę półek teoretycznych  $n_t$ . Wartość WRPT obliczamy dzieląc wysokość warstwy wypełnienia górnej części kolumny przez liczbę półek teoretycznych dla tej części oraz tak samo dla dolnej części kolumny tzn. wysokość tej części dzieli się przez znalezioną graficznie wartość  $n_t$ . Sprawozdanie powinno zawierać tabelę danych pomiarowych oraz wyniki obliczeń i wykres w układzie x,  $y^*$  z wykreśloną liczbą półek teoretycznych.

#### 6. Literatura:

- [1] Belina-Freundlich D. (Red.), Laboratorium inżynierii procesowej cz.II, Przenoszenie ciepła i masy. Politechnika Wrocławska, Wrocław 1981. *Instrukcja pt.* "Wyznaczanie WRPT rektyfikacyjnej kolumny z wypełnieniem", autor: Z. Ługowski.
- [2] Bandrowski J., Troniewski L., Destylacja i rektyfikacja, Wydawnictwo Politechnika Śląska, Gliwice 1996.

Opracowanie: dr Janusz Dziak, Wrocław 2015