

UNIwersytet Warszawski
Wydział Chemii

Zakład Chemii Organicznej i Technologii Chemicznej

Okresowa kolumna rektyfikacyjna

Instrukcja do ćwiczenia nr 4

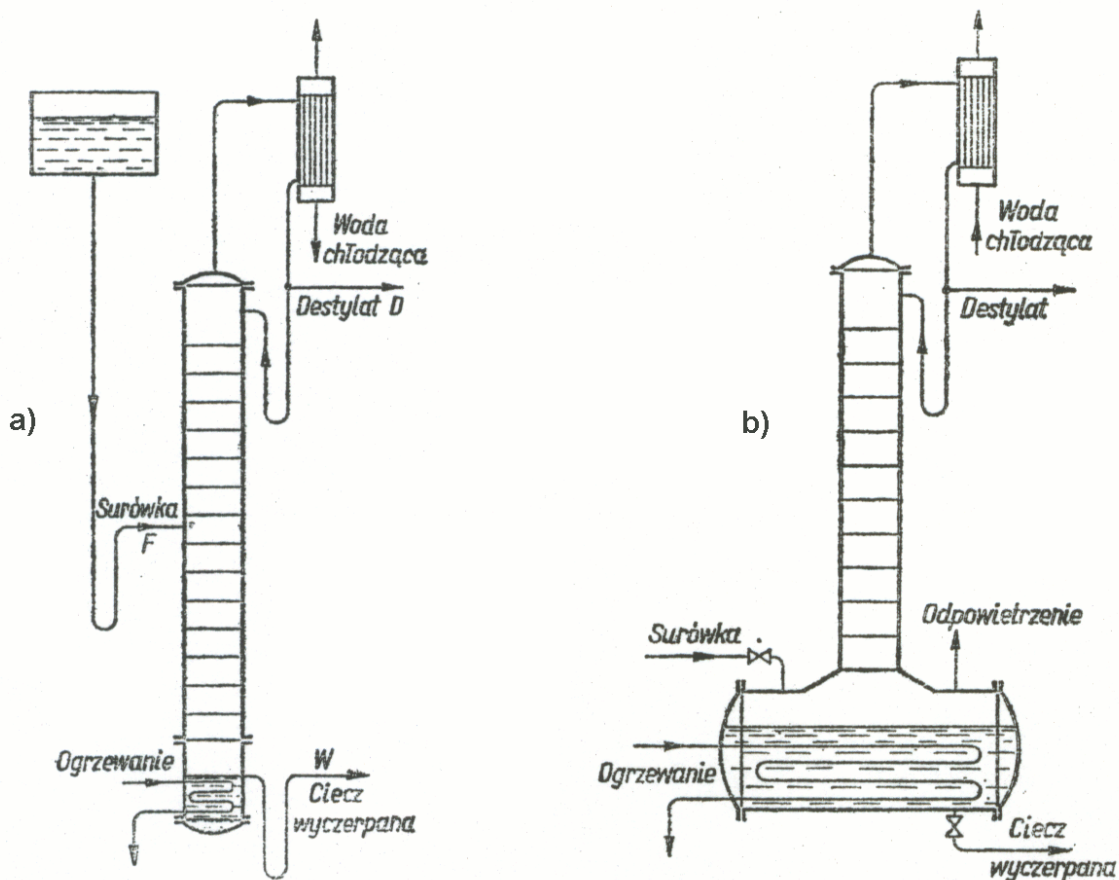
Opracowanie dr Hanna Wilczura-Wachnik

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 (rysunek 1).

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.



Rysunek 1. Kolumna rektyfikacyjna o działaniu: **a)** ciągłym; **b)** okresowym.¹

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 1b). W trakcie procesu składniki surowca poczynając od najlotniejszych kolejno wydestylują z mieszaniny – w rezultacie następuje stopniowe wydzielenie składników z surowca. Podczas rektyfikacji

¹ M. Serwiński, Zasady inżynierii chemicznej, WNT, 1976.

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.

Podstawą działania każdej kolumny rektyfikacyjnej jest przeciwprądowa wymiana masy i ciepła pomiędzy wznoszącą się ku górze wzdłuż kolumny parą a cieczą (tzw. orosienie, odciek) spływającą grawitacyjnie z kondensatora. Opary skraplające się w kondensatorze (skropliny) mogą być częściowo lub w całości zawracane do kolumny. Strumień skroplin odbieranych jako produkt nazywa się destylatem (D) a strumień zawracany do kolumny odciekiem, orosieniem) (O). Stosunek strumienia odcieku do destylatu (O/D) nazywa się powrotem (R).

Analiza pracy kolumny rektyfikacyjnej polega na wyznaczeniu liczby pólk teoretycznych (LPT) potrzebnych do uzyskania destylatu o założonym składzie. Czynność ta bywa nazywana projektowaniem lub testowaniem kolumny rektyfikacyjnej.

PT jest to długość kolumny, na której podczas zetknięcia faz: oparów i odcieku ustala się równowaga termodynamiczna ciecz-para. Stanowi temu odpowiada na wykresie równowag fazowych ciecz-para odcinek izotermo-izobary łączący skład pary z odpowiadającym mu składem cieczy (odcinek równoległy do osi składu x). Spełnienie warunku równowagi termodynamicznej wymagałoby nieskończenie długiego czasu trwania procesu i nieskończenie dużej objętości cieczy, aby mogło nastąpić odparowanie skończonej ilości pary bez zmiany składu, albo ze skończonej ilości cieczy mogła odparować nieskończenie mała ilość pary.

Wyznaczając LPT przyjmuje się następujące założenia:

1. warunek równowagi termodynamicznej ciecz-para na każdej półce
2. wymiana ciepła i masy zachodzi tylko na półce
3. brak wymiany ciepła z otoczeniem
4. równo-molowość przepływu faz
5. znajomość danych równowagi ciecz-para (VLE) dla danego układu

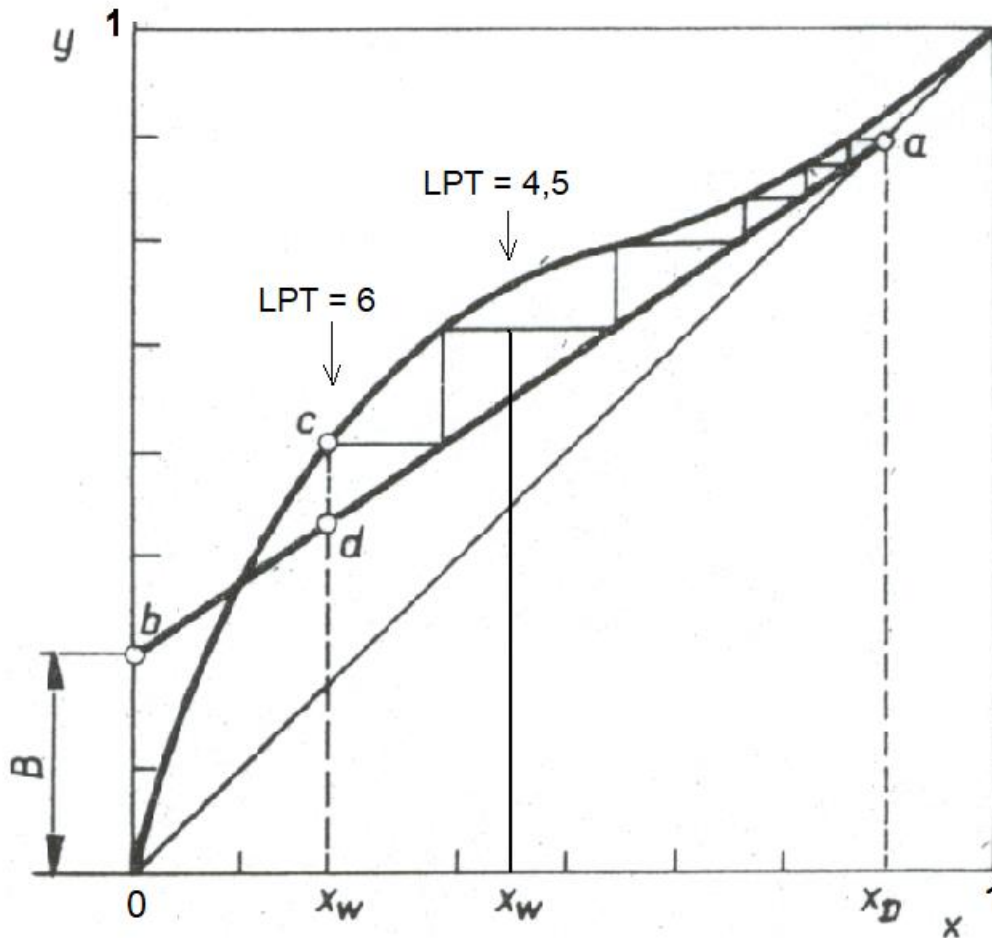
W praktyce rektyfikacja odbywa się w skończonym czasie, zatem nie dochodzi do spełnienia w/w warunków. Aby osiągnąć założony skład destylatu w kolumnie rzeczywistej liczba pólk musi być większa od wyznaczonej liczby PT. Stosunek liczby pólk teoretycznych do liczby pólk rzeczywistych nazywa się sprawnością kolumny.

Wyznaczanie liczby PT metoda Mc Cabe'a i Thielego

Jest to metoda graficzna wykorzystująca **tzw. kwadrat jednostkowy**, którego bok poziomy wyznacza skład cieczy wyrażony w ułamkach molowych a bok pionowy odpowiedni skład pary (rysunek 2). W układzie współrzędnych $y=f(x)$ wykreśla się dla danego układu krzywą równowagi ciecz – para (na podstawie literaturowych danych VLE). Następnie, korzystając z równań bilansu materiałowego kolumny wyznacza się przebieg linii operacyjnej (w przypadku kolumny okresowej występuje tylko górna linia operacyjna, dla kolumny ciągłej: górna i dolna linia operacyjna).

Równanie linii operacyjnej dla kolumny okresowej (górna linia operacyjna kolumny pracującej w sposób ciągły) ma postać: $y = (O/O+D)x + (D/O+D)x_D$. Uwzględniając, że $R=O/D$ równanie to można zapisać w postaci: $y = (R/R+1)x + (1/R+1)x_D$

gdzie: y i x są odpowiednio ułamekami molowymi składnika bardziej lotnego w strumieniu pary i cieczy stykającymi się w przeciwnym kierunku;
 x_D – ułamek molowy składnika bardziej lotnego w destylacie; R – powrót.



Rysunek 2. Wyznaczanie liczby LPT metodą McCabe'a i Thielego.

Przekątna kwadratu (linia $y=x$) odpowiada sytuacji gdy R jest nieskończone. Równanie linii operacyjnej $y=f(x)$ ma postać $y=Ax+B$ gdzie $A=R/R+1$ a $B=x_D/R+1$. Znając skład początkowy mieszaniny w kotle (x_s), odpowiadający mu skład pary (y_s) oraz (x_D) znajduje się minimalną wartość powrotu R odpowiadającą sytuacji nieskończonej liczby pól $R_{min}=(x_D-y_s)/(y_s-x_s)$. Ponieważ w kolumnie rzeczywistej liczba pól jest skończona a zatem $R=k R_{min}$. Jeśli znana jest wartość R to znana jest wartość współczynnika B w równaniu linii operacyjnej.

Korzystając z kwadratu jednostkowego prowadzi się prostopadłą do osi x z punktu odpowiadającego składowi x_D do przecięcia z przekątną kwadratu (punkt a). Na osi y zaznacza się punkt (b) o współrzędnych $(0; B)$. Łączy się prostą punkty a i b otrzymując linię operacyjną. Następnie z punktu a prowadzi się równoległą do osi x do punktu przecięcia z linią równowagi. Z tego punktu wykreśla się prostą prostopadłą do osi x do przecięcia z przekątną kwadratu. Z tego punktu prowadzi się kolejną prostą równoległą do osi x itd. Procedurę prowadzi się do momentu gdy kolejna prosta równoległa do osi x przetnie prostą wystawioną z punktu o współrzędnych $(x_w, 0)$. Wyznaczone trójkąty prostokątne pomiędzy liniami równowagi VLE a linią operacyjną odpowiadają liczbie PT.

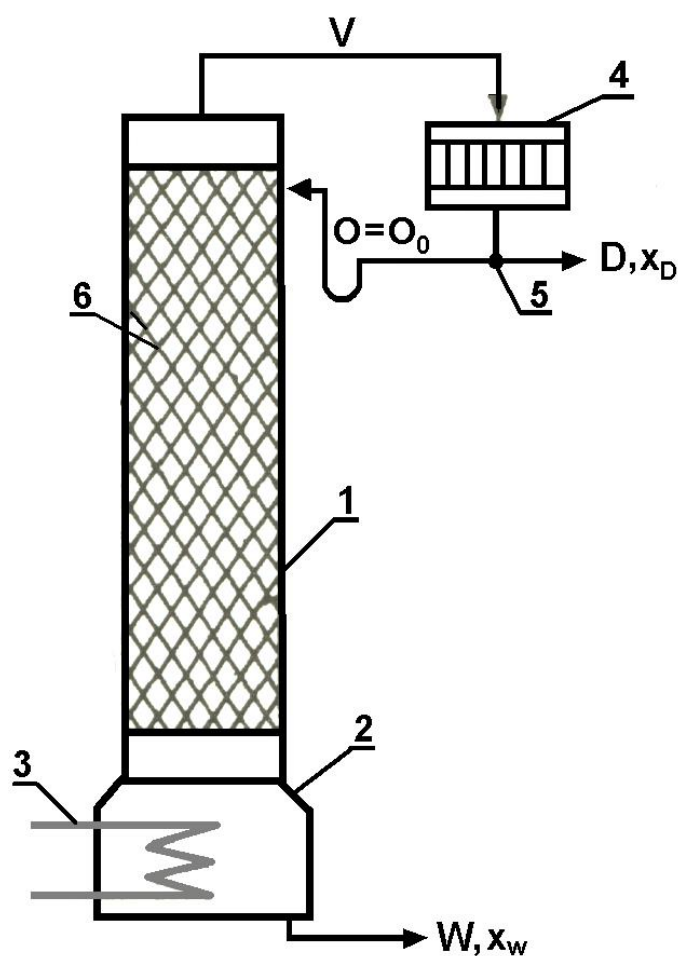
Uwaga: możliwa jest niecałkowita liczba PT np. 5,5; 7,2

Cel ćwiczenia.

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie liczby pólk teoretycznych (testowanie) okresowej kolumny rektyfikacyjnej z wypełnieniem szklanym w warunkach stałości składu destylatu lub stałości powrotu.

Opis ćwiczenia

W ćwiczeniu prowadzi się rektyfikację okresową azeotropowej mieszaniny binarnej (etanol+woda). Skład surowca i produktów oznacza się metodą refraktometryczną w warunkach izotermicznych ($T=20^{\circ}\text{C}$).



Rysunek 1. Schemat instalacji do rektyfikacji okresowej: 1 – kolumna, 2 – kocioł (kolba trójszyjna), 3 – wymiennik ciepła (podgrzewacz), 4 – kondensator (głowica, deflegmator), 5 – dzielnik strumienia kondensatu, 6 – wypełnienie.

Liczbę pólk teoretycznych wyznacza się metodą McCabe'a i Thielego uwzględniając literaturowe dane równowagi ciecz-para (VLE) dla badanego układu.²

² Thermodynamical Data for Technology, Series A, Verified Vapor-Liquid Data Vol.8, p.121; Computer Aided Data Book of Vapor-Liquid Equilibria, M.Hirata, S.Ohe, K.Nagahama.

Wykonanie ćwiczenia

W kolbie dwuszyjnej (kocioł) o pojemności 1000mL przygotować 750mL mieszaniny binarnej etanol+woda o składzie podanym przez asystenta (surówka może być przygotowana wcześniej przez asystenta). Przed rozpoczęciem rektyfikacji należy pobrać próbkę surówki (ok. 2mL) do analizy.

Napełnioną surowcem kolbę podłączyć do kolumny rektyfikacyjnej, włączyć przepływ wody chłodzącej w kondensatorze i uruchomić grzanie kotła (włączyć prąd i jego natężenie ustawić na wartości ok.1,2A). Zanotować godzinę uruchomienia instalacji a następnie obserwować głowicę kolumny i zanotować godzinę pojawienia się w niej tzw. kroplowania.

W czasie oczekiwania na ustalenie się kroplowania przygotować dwuskładnikowe mieszaniny wzorcowe (po 5ml) zawierające wodę i etanol w stosunkach objętościowych podanych w arkuszu wynikowym. Próbkę mieszanin wzorcowych oraz czystych składników umieścić w termostacie (20°C) i po ok.5 minutach zmierzyć współczynnik załamania światła próbek w refraktrometrze Abbe'go. Składy mieszanin wzorcowych w % objętościowych przeliczyć na ułamki molowe uwzględniając odpowiednie wartości gęstości czystych składników w 20°C. Wykreślić krzywą wzorcową w układzie współrzędnych $n_D = f(x)$ (ułamek molowy składnika).

Po uzyskaniu ustalonych warunków pracy kolumny rektyfikacyjnej tzn. ustalonego kroplowania w głowicy, zmienić odbieralnik destylatu, odczytać i zanotować godzinę, temperaturę w głowicy i kotle, oraz ciśnienie atmosferyczne (wskazanie barometru!). Zebrać destylat (ok.20mL) ponownie zanotować godzinę, temperatury w głowicy i kotle oraz ciśnienie atmosferyczne. Zmienić odbieralnik.

W zależności od przyjętego założenia (stałość składu destylatu lub stałość powrotu) po wykonaniu pierwszego pomiaru należy zmienić wskazany przez asystenta parametr pracy kolumny (natężenie prądu, powrót) i powtórzyć czynności pierwszego cyklu pomiarowego (pomiar temperatur, ciśnienia). Liczbę zbieranych frakcji destylatu ustala asystent.

Zmierzyć: objętości zebranych destylatów, ich refrakcje a następnie na podstawie krzywej wzorcowej określić skład destylatów.

Po zakończeniu rektyfikacji obliczyć całkowitą objętość destylatu. Gdy temperatura cieczy w kolbie obniży się wystarczająco pobrać próbkę cieczy wyczerpanej i zmierzyć współczynnik załamania światła a z krzywej wzorcowej odczytać skład.

Uzyskiwane podczas eksperymentu dane liczbowe dotyczące krzywej wzorcowej oraz procesu rektyfikacji wpisywać na bieżąco do arkusza wynikowego. Sprawozdanie z ćwiczenia przygotować zgodnie ze wskazówkami znajdującymi się na końcu instrukcji.

Pomiar współczynnika załamania światła za pomocą refraktometru Abbe'go

Włączyć termostat połączony z refraktometrem, ustawić temperaturę 20°C na termometrze kontaktowym, uruchomić przepływ wody chłodzącej.

W czasie ustalania kroplowania w głowicy kolumny przygotować próbki wzorcowe o objętości 5mL mieszaniny wody i etanolu o składach objętościowych podanych w arkuszu wynikowym. Przygotowane mieszaniny oraz próbki czystych składników kondycjonować w temperaturze 20°C w termostacie wodnym, a następnie zmierzyć ich współczynniki załamania światła.

Składy mieszanin binarnych w % objętościowych przeliczyć na ułamki molowe uwzględniając gęstości składników w 20°C. Otrzymane wyniki zebrać w tabeli:

lp	Skład mieszaniny				Refrakcja n_{D}^{20}
	% objętościowy		ułamek molowy		
	woda	etanol	woda	etanol	
1.	0	100			
2.	5	95			
3.	10	90			
4.	20	80			
5.	25	75			
6.	30	70			
7.	40	60			
8.	50	50			
9.	60	40			
10.	80	20			
11.	90	10			
12.	100	0			

Opracowanie wyników

1. Wykonać wykres zależności $n_{D}^{20} = f(x)$.
2. Korzystając z krzywej wzorcowej określić stężenie składnika bardziej lotnego w surówce, frakcjach destylatu i cieczy wyczerpanej.
3. Obliczyć powrót minimalny i porównać z R rzeczywistym.
4. Napisać równanie linii operacyjnej dla warunków eksperymentu.
4. Wyznaczyć liczbę pól teoretycznych (LPT) metoda graficzną Mc Cabe'a i Thielego.

Dane równowagi fazowej ciecz-para (VLE) dla badanego układu binarnego dostępne są w literaturze ².

Opis ćwiczenia powinien zawierać: realizowany cel ćwiczenia, sposób wykonania, wyniki (załączony arkusz wynikowy), dyskusję wyników (ocenić sensowność uzyskanych wyników), wnioski wynikające z wykonanego eksperymentu w tym czy zrealizowano cel ćwiczenia.

W opisie należy podać źródła literaturowe wykorzystywanych do obliczeń danych liczbowych np. gęstości składników.