

РЕКТИФИКАЦИЯ В КОЛОНИ СЪС СЪВРЕМЕННИ НЕНАРЕДЕНИ ПЪЛНЕЖИ ПРИ ПРОМЕНЛИВО ФЛЕГМОВО ЧИСЛО

Симеон Даракчиев, Крум Семков

RECTIFICATION IN COLUMNS WITH MODERN RANDOM PACKINGS AT VARIABLE REFLUX RATIO

Simeon Darakchiev, Krum Semkov

ABSTRACT The efficiency of some modern random packing is investigated in ethanol – water rectification depending on the reflux ratio. It was found that decreasing the reflux ratio the efficiency increase to a certain value and then begin to decline. The value of the reflux ratio at which the packings are most effective is determined. It is also shown packing efficiency at a concrete reflux ratio $R = 3.5$, where most often the process is accomplished for ethanol production. A comparison between the different packings is made in these conditions.

Key words: packed columns, random packings, distillation, rectification, reflux ratio

Въведение

Ректификацията е един от най-често използваните методи за разделяне на смеси в химическата, нефтохимическата, хранително-вкусовата, фармацевтичната и други промишлености. Поради това изучаването на този процес има много голямо значение.

По своята същност процеса представлява непрекъснато изпарение и кондензация на смес, чиито компоненти имат различни температури на кипене като от върха на колоната се отделят парите на по-лесно летливия компонент и след кондензацията им се получава крайният продукт.

За да провеждането на непрекъснат процес в колонни апарати е необходимо част от кондензираните пари да се върнат обратно в колоната (т.нар флегма), за да взаимодействат с издигащите се пари.

В повечето случаи изследванията по ректификация се правят при пълна флегма – т.е. в колоната се връща цялото количество кондензирана пара. Това дава възможност за сравняване на ефективността на пълнежите, но не дава точна представа за тяхната работа в реални (промишлени) условия. Флегмовото число представлява отношението на количеството течност, която се връща в колоната за да взаимодейства с издигащите се пари към крайният продукт, който се отделя (дестилат). Състояние на пълна флегма се постига, когато цялото количество краен продукт се връща в колоната – тогава флегмовото число е безкрайност.

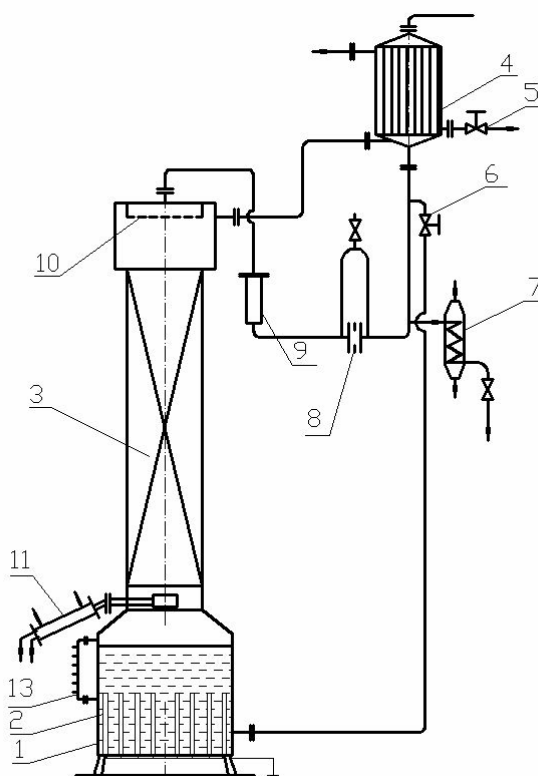
Известно е, че при пълна флегма ефективността на колоната е най-висока и с намаляване на флегмовото число се понижава [8]. Това показват и малкото експериментални изследвания при променливо флегмово число [2, 5].

През последните десетилетия бяха разработени и въведени в употреба т.н. ненаредени пълнежи от трето и четвърто поколение. Това са например Nutter rings, Ralu Flow, IMTP, Raschig Super Rings (RSR) и др. Тези пълнежи се изготвят главно от метал по безотпадна технология, но съществуват варианти и от пластмаса. Характеризират се с висока ефективност при ниско хидравлично съпротивление, което съчетано с високата технологичност на изработка ги прави потенциално много подходящи за индустриално приложение при провеждането на топло- и масообменни процеси. За това е твърде актуално създаването на надеждни методи за определяне на ефективността на колонни апарати със споменатите пълнежи при различни процеси и работни системи.

Целта на настоящата работа е да се изследва експериментално ефективността на някои съвременни пълнежи при ректификация с променливо флегмово число. За работна система е избрана сместа етанол-вода, която има важно промишлено значение.

Опитна инсталация

Схемата на опитната инсталация, на която са проведени експериментите е показана на фиг.1 [3]. Тя се състои от колона, дефлегматор, свързващи тръбопроводи, контролно-измервателни прибори и командно табло. Инсталацията се захранва с трифазен ток, поради което могат да бъдат включвани или изключвани най-малко по три нагревателя едновременно. По такъв начин електрическата мощност може да се променя стъпалообразно на интервали. При всяка промяна на мощността се изчаква около 10 минути - време, необходимо за стационариране на процеса и се взимат проби преди и след слоя пълнеж.



Фиг. 1. Схема на опитната инсталация

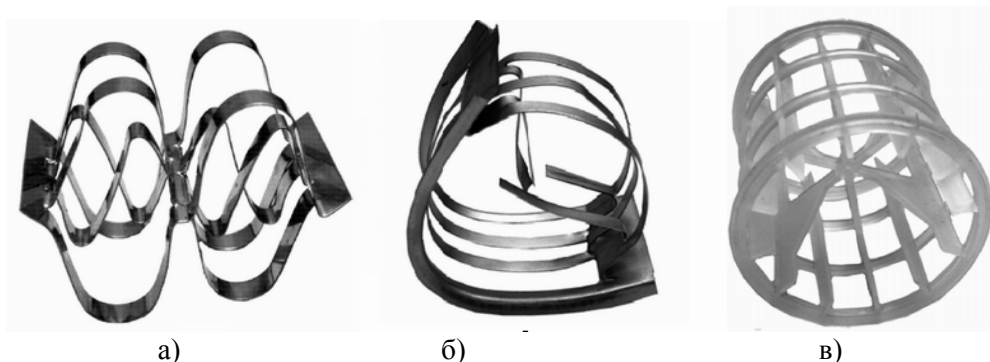
Колоната е изготвена от неръждаема стомана. В долната и част е разположен куб с вместимост около 80 l, в който са вградени електрически нагреватели с обща мощност 45 kW. Върху куба е разположен цилиндричен корпус с вътрешен диаметър 213 mm. Той се състои от отделни звена, свързани с фланцови съединения. Пълнежният слой се разполага върху опорна решетка и има височина съответно 2.8 m.

Изследвани са три вида съвременни ненаредени пълнежи – IMTP [4], Raschig Super – Ring [7] (метален – RSRM и пластмасов – RSRP) и Ralu Flow [6] при ректификация със система етанол – вода. За сравнение са проведени изследвания при същите условия със структурирания метален пълнеж HOLPACK [1], който през последните години намира все по-широко приложение при ректификация на системата етанол-вода.

В горната част на колоната, в разширението, е разположен душовият оросител 10. Той има 21 отвора с диаметър 3 mm, в които са поставени тefлонови дюзи с диаметър на каналите 1,7 mm. За предпазване на дюзите от запушване преди оросителя е монтиран филтър.

Дефлегматорът 4 е кожухотръбен топлообменник, изработен също от неръждаема стомана. Кондензацията на парата протича в тръбите на топлообменника. За охлаждащ агент се използва вода. За измерване дебита на флегмата са използвани бленда 8 и диференциален манометър.

След дефлегматора е монтиран тръбопровод, който позволява връщане на част от флегмата директно в куба, като по този начин се осигурява работа на колоната в режим на непълна флегма.



Фиг. 2. Снимки на изследваните ненаредени пълнежи: а) - Raschig Super – Ring; б) IMTP; в) Ralu Flow

Режим на непълна флегма се постига по два начина – чрез поддържане на постоянна скорост на парите и променлива плътност на оросяване или чрез постоянна плътност на оросяване и променлива скорост на парите.

Поддържане на постоянна скорост на парите се осъществява като се включват нагревателите на пълна мощност, а дебита на връщащата се в оросителя течност се намалява, като се отваря постепенно крана 6 до достигане на минималната допустима плътност на оросяване.

Поддържане на постоянна плътност на оросяване се постига като първоначално се задава определена ниска мощност и се отчита дебита на течността, която се връща в колоната една ниска мощност. След това се увеличава мощността на интервали и се отваря крана 6 при всяка мощност като по този начин част от течността се връща в куба, а с помощта на диференциалния манометър и блендата се поддържа постоянно количеството течност.

Инсталацията се захранва с трифазен ток, поради което могат да бъдат включвани или изключвани най-малко по три нагревателя едновременно. По такъв начин електрическата мощност може да се променя стъпалообразно на интервали. При всяка промяна на мощността се изчаква около 10 минути - време, необходимо за стационариране на процеса и се взимат проби преди и след слоя пълнеж.

Концентрацията на пробите се измерва със спиртомер с точност 0,1 % об. Тегловните концентрации се отчитат от таблици за всяка обемна концентрация, а превръщането им в молни се осъществява по формула:

$$x = \frac{x_T}{2,56 - 1,56 \cdot x_T} \quad (1)$$

Опитни данни

Резултатите са представени като зависимост на NTU от отношението течност / пара (L/G).

Съгласно метода на преносните единици височината на апарата H се изчислява по формулата:

$$H = HTU \cdot NTU, \quad (2)$$

където HTU е височината на преносната единица, а NTU - броя на преносните единици.

$$HTU = \frac{H}{NTU} = \frac{w}{K_G a} \quad (3)$$

$$NTU = \int_{y_w}^{y_D} \frac{dy}{y^* - y} \quad (4)$$

Обемният коефициент на масопренисяне $K_G a$ се определя чрез интегриране на основното уравнение на масообмена, изразяващо модела на идеалното изместване:

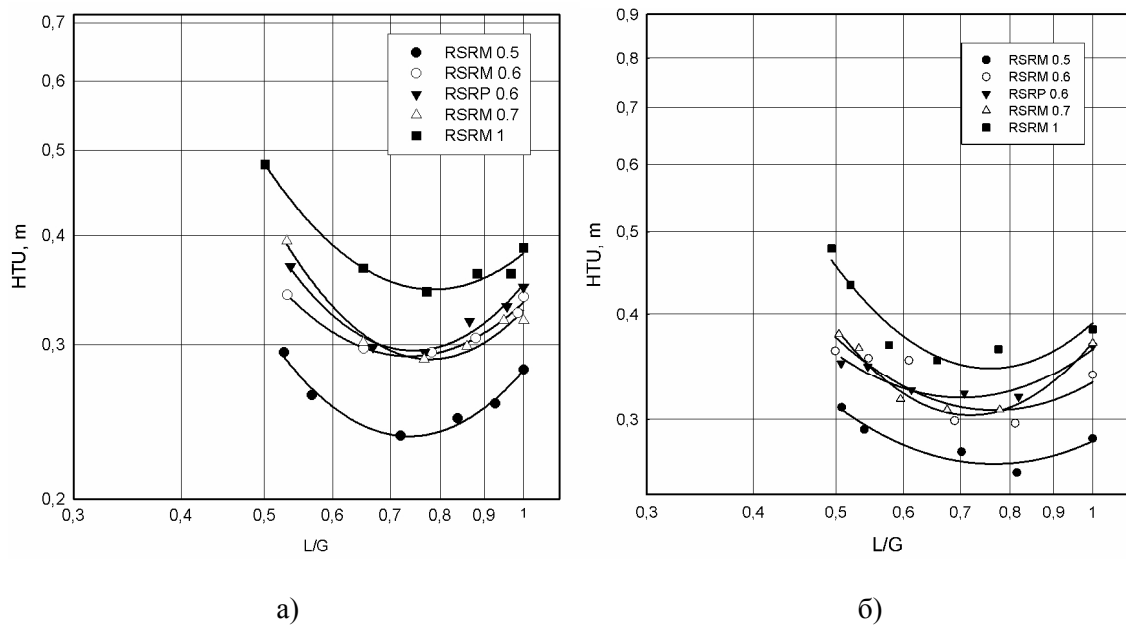
$$w \cdot dy = K_G a (y^* - y) dl, \quad (5)$$

$$K_G a = \frac{w}{H} \int_{y_w}^{y_D} \frac{dy}{y^* - y} \quad (6)$$

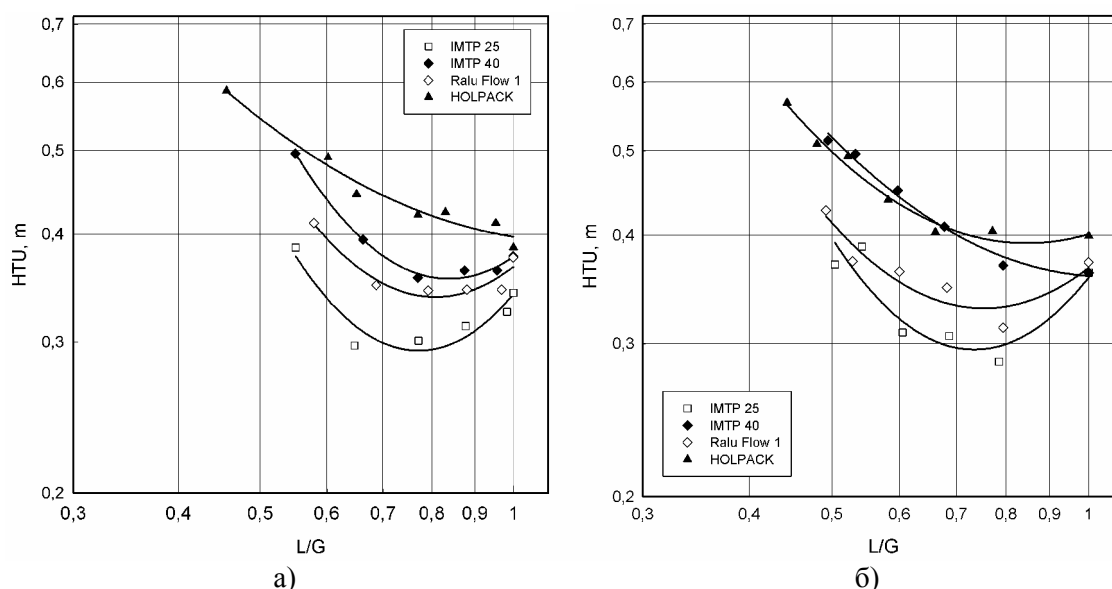
Връзката между L/G и флегмовото число се дава със зависимостта:

$$R = \frac{L/G}{1 - L/G} \quad (7)$$

На фиг.3 са показани резултатите от експериментите с постоянна скорост на парите. Това, което прави впечатление е, че с намаляване на L/G ефективността започва да се увеличава до определена стойност, след което започва рязко да пада. Т.е. получава се максимум на ефективност при L/G около 0,7. Такъв максимум не се наблюдава при пълнежът HОLAPСK, но и тук при по-ниски L/G понижаването на ефективността е по-рязко.



Фиг. 3 Зависимост на височината на преносната единица от отношението течност / пара за пълнежи RSR а) при постоянна скорост на парите; б) при постоянна плътност на оросяване



Фиг. 4 Зависимост на височината на преносната единица от отношението течност / пара за пълнежи IMTP, Ralu Flow и HOLPACK а) при постоянна скорост на парите; б) при постоянна плътност на оросяване

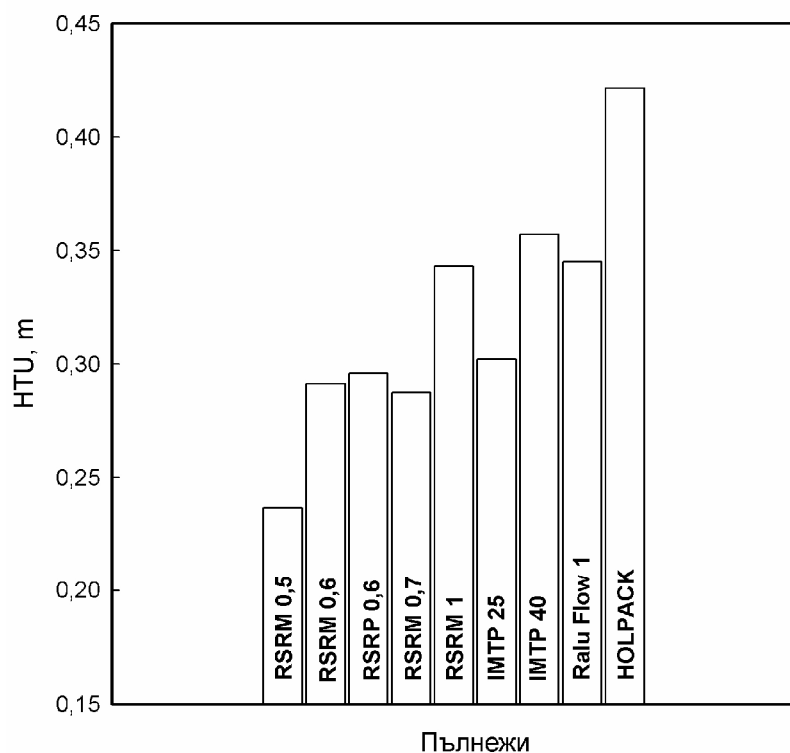
Наблюдава се и, че при някои стойности на флегмовото число едни пълнежи са по-ефективни от други, а при други същите пълнежи са по-ниско ефективни. Например пълнеж RSRM 0,7 показва сравнима ефективност с тази на RSRM 0,6 при пълна флегма, но при $L/G = 0,54$ ефективността му става с около 13 % по-ниска от тази на RSRM 0,6. Интересно е и сравнението между IMTP 40 и HOLPACK. При $L/G = 1$ и $L/G = 0,5$ ефективността им е близка, но при $L/G = 0,77$ IMTP 40 показва около 15 % по-висока ефективност от HOLPACK. Това трябва да се има предвид при избор на пълнеж за дадени конкретни условия.

Тъй като резултатите за пълнежи Raschig Super - Ring се описват достатъчно точно от квадратни полиноми с коефициент на корелация между 0,95 и 0,98, лесно може да се определи стойността на отношението L/G , съответно флегмовото число, при което пълнежите са най-ефективни. Стойностите на L/G , флегмовото число и най-ниската постигната стойност на HTU са дадени в таблица 2. Вижда се, че най-висока ефективност достига пълнежът RSRM 0,5 – $HTU = 0,236$ m при отношение $L/G = 0,769$. Друго, което се забелязва е, че по-малките размери пълнежи достигат най-висока ефективност при по-ниски отношения L/G – около 0,77, а по-големите при около 0,81.

Таблица 2.

Пълнеж	L/G	R	HTU
RSRM 0,5	0,769	3,3290	0,236
RSRM 0,6	0,768	3,3103	0,291
RSRP 0,6	0,777	3,4843	0,296
RSRM 0,7	0,811	4,2910	0,286
RSRM 1	0,817	4,4645	0,341

При останалите пълнежи няма толкова изразен минимум и не може да се направи такъв анализ. При някои от тях кривата има постоянен ход в диапазона на по-високите стойности на L/G . Например при пълнеж IMTP 40 стойността на HTU в диапазона на L/G над 0,77 е около 0,36 m, а при Ralu Flow 1 се получава понижаване на ефективността при най-ниската измерена стойност на $L/G = 0,58$.



Фиг. 5. Ефективност на изследваните пълнежи при флегмово число $R = 3,5$ ($L/G = 0,778$)

Трябва да се отбележи, че реалните промишлени инсталации за производство на етилов алкохол при атмосферно налягане работят най-често при флегмово число $R = 3,5$. Т.е. оказва се, че пълнежите Raschig Super – Ring са особено ефективни именно в такива условия. Това може да се види и от фигура 5, където е показана ефективността на всички изследвани пълнежи при флегмово число $R = 3,5$.

От фигурата се вижда още, че пълнежи с еднаква или близка специфична повърхност имат приблизително еднаква ефективност. Такива са RSRM 0,6, RSRP 0,6, RSRM 0,7 и IMTP 25 със специфична повърхност около $200 \text{ m}^2/\text{m}^3$, а също и RSRM 1 и IMTP 40 със специфична повърхност $a = 150 \text{ m}^2/\text{m}^3$. Най-високи стойности на HTU показва пълнежът HOLPACK, но той има и най-ниска специфична повърхност – $56 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

Заклучение

При проведеното изследване на ефективността на някои съвременни ненаредени пълнежи при ректификация със система етанол – вода в зависимост от флегмовото число е установено, че с намаляване на флегмовото число ефективността нараства до определена стойност, след което започва да намалява. Такъв максимум на ефективността е особено силно изразен при пълнежите Raschig Super – Ring. За тях е определена стойността на флегмовото число, при която те са най-ефективни – по-малките размери са най-ефективни при $L/G = 0,77$, а по-големите при $L/G = 0,81$. Пълнежите IMTP и Ralu Flow поддържат сравнително постоянна ефективност при намаляване на флегмовото число до определена степен, след което и при тях се понижава. При използвания за сравнение структуриран пълнеж HOLPACK се наблюдава изцяло понижаване на ефективността с намаляване на отношението течност/пара в колоната.

Означения

- G - плътност на молния поток на паровата фаза, $\text{mol}/(\text{m}^2\text{s})$;
- H – височина на колоната, m;
- HTU – височина на преносната единица;
- $K_G a$ – обемен коефициент на масопренасяне;

- L - плътност на молния поток на течната фаза, mol/(m²s);
 NTU – брой на преносните единици;
 R - флегмово число;
 w - средна скорост на парите за цялото сечение на колоната, m/s;
 x - концентрация в течната фаза, mol/mol;
 y^* - равновесна концентрация на парите, mol/mol;
 y_w - начална концентрация на парите, mol/mol
 y_D - крайна концентрация на парите, mol/mol,

БЛАГОДАРНОСТИ

Това изследване беше осъществено благодарение на финансовата подкрепа на Европейски социален фонд и Оперативна програма "Развитие на човешките ресурси" 2007-2013, по проект "Програми и инструменти за повишаване на научния потенциал на докторанти, пост-докторанти и млади учени в областта на химичната и биохимичната технология и опазването на околната среда", изпълняван съвместно от Институт по инженерна химия при БАН – София и Университет «Проф. Д-р Асен Златаров» - Бургас, по договор №BG051PO001-3.3.04/ 30 /28.08.2009.

Литература

1. **Колев, Н., Р. Даракчиев**, Авторско свидетелство № 16783, 17.06.1971 г.
2. **Billet R., M. Schultes**, Influence of phase ratio on packing efficiency in columns for mass transfer processes, *Chinese J. of Chem. Eng.*, **5**(2), pp. 117-126 (1997).
3. **Darakchiev S., Kr. Semkov**, "Study of modern high effective random packings for ethanol-water rectification", *Chem. Eng. Technol.*, **31**(7), pp. 1039-1045 (2008).
4. NORTON, Intalox Metal Tower Packing, Bulletin IM-82, 2M-150010302-5/84.
5. **Pavlenko, A. N., N. I. Pecherin, V. Yu. Chekhovich, V. E. Zhukov, S. Sunder, P. Houghton, A. F. Serov, A. D. Nazarov**, Separation of mixtures and distribution of a liquid on a structured packing in a large – scale model of a distillation column, *Theoretical foundations of chemical engineering*, **40**, No 4, pp. 329-338 (2006).
6. **Raschig**. Ralu Flow - A modern high effective packing with excellent performance data, Raschig GmbH, Ludwigshafen, Germany 1997.
7. **Raschig**. Raschig Super-Ring - a high performance packing elements sets new standarts. Raschig GmbH: Ludwigshafen, Germany 1999.
8. **Wankat P. C.**, Equilibrium staged separations, Elsevier, New York–Amsterdam-London 1988.

Симеон Руменов Даракчиев, д-р, Крум Ангелов Семков, ст.н.с. II ст., д-р.
 Българска академия на науките – Институт по инженерна химия
 София 1113, ул. Акад. Г. Бончев, бл. 103. e-mail: s_darakchiev@abv.bg