



TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOI

INSENERITEADUSKOND

Energiatehnoloogia instituut

**REKTIFIKATSIOONIKOLONNI TÖÖ EKSPERIMENTAALNE
UURIMINE**

**THE EXPERIMENTAL STUDY OF THE RECTIFICATION
COLUMN**

BAKALAUREUSETÖÖ

Üliõpilane: Robert Aleksander Liiv

Üliõpilaskood: 185408 EACB

Juhendaja: Inna Kamenev

Tallinn 2021

AUTORIDEKLARATSIOON

Olen koostanud lõputöö iseseisvalt.

Lõputöö alusel ei ole varem kutse- või teaduskraadi või inseneridiplomit taotletud. Kõik töö koostamisel kasutatud teiste autorite tööd, olulised seisukohad, kirjandusallikatest ja mujalt pärinevad andmed on viidatud.

“02” Juuni 2021

Autor: Robert Aleksander Liiv

/ allkirjastatud digitaalselt /

Töö vastab bakalaureusetöö/magistritööle esitatud nõuetele

“02” juuni 2021

Juhendaja: Inna Kamenev

/ allkirjastatud digitaalselt /

Kaitsmisele lubatud

“.....”20... .

Kaitsmiskomisjoni esimees: Oliver Järvik

/ allkirjastatud digitaalselt /

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja lõputöö üldsusele kättesaadavaks tegemiseks¹

Mina Robert Aleksander Liiv (sünnikuupäev: 03.10.1997)

1. Annan Tallinna Tehnikaülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose Bakalaureusetöö „Rektifikatsioonikolonna töö eksperimentaalne uurimine“,

mille juhendaja on Inna Kamenev,

1.1 reprodutseerimiseks lõputöö säilitamise ja elektroonse avaldamise eesmärgil, sh Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogusse lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;

1.2 üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tallinna Tehnikaülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogu kaudu kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.

2. Olen teadlik, et käesoleva lihtlitsentsi punktis 1 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.

3. Kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest ning muudest õigusaktidest tulenevaid õigusi.

¹*Lihtlitsents ei kehti juurdepääsupiirangu kehtivuse ajal, välja arvatud ülikooli õigus lõputööd reprodutseerida üksnes säilitamise eesmärgil.*

R.A.Liiv (allkirjastatud digitaalselt)

02.06.2021

TalTech Energiatehnoloogia instituut

LÕPUTÖÖ ÜLESANNE

Üliõpilane: Robert Aleksander Liiv, 185408

Õppekava, peeriala: EACB, 167437, Keskkonna- energia- ja keemiatehnoloogiad

Juhendaja(d): vanemlektor Inna Kamenev, 56692170

Lõputöö teema:

(eesti keeles) Rektifikatsioonikolonne töö eksperimentaalne uurimine

(inglise keeles) The experimental study of the rectification column

Lõputöö põhieesmärgid:

1. Energiatehnoloogia instituudi keemiatehnika laboratooriumi rektifikatsioonikolonne töö eksperimentaalne uurimine
2. Laboratoorse töö „Rektifikatsioonikolonne töö uurimine“ juhendi koostamine.

Lõputöö etapid ja ajakava:

Nr	Ülesande kirjeldus	Tähtaeg
1.	Lühiülevaate koostamine binaarsete segude rektifikatsiooni, selle teostamise põhimõtete ja rakendamise kohta kirjanduse põhjal.	1.04.2021
2.	Tutvumine keemiatehnika laboratooriumis rektifikatsioonikolonne ehituse ja tööga. Binaarse segu separeerimise katsete teostamine ja katsetulemuste analüüs.	10.05.2021
3.	Laboratoorse töö „Rektifikatsioonikolonne töö uurimine“ juhendi koostamine (katseseadme kasutusjuhendi ja teostatud eksperimentide baasil).	20.05.2021
4.	Lõputöö vormistamine	28.05.2021

Töö keel: eesti keel **Lõputöö esitamise tähtaeg:** "03" Juuni 2021a

Üliõpilane: Robert Aleksander Liiv ".....".....20.....a
/allkiri/

Juhendaja: Inna Kamenev ".....".....20.....a
/allkiri/

Programmijuht: Oliver Järvik ".....".....20.....a
/allkiri/

SISUKORD

EESSÕNA	7
LÜHENDITE JA TÄHISTE LOETELU	8
SISSEJUHATUS	10
1. KIRJANDUSÜLEVAADE	11
1.1. Ülevaade destillatsioonist	11
1.1.1 Destillatsiooni olemus ja põhimõtted	11
1.1.2 Aur-vedelik tasakaal	12
1.1.3 Destillatsiooniseadmete töö	14
1.1.4 Rektifikatsioonikolonne materjalibilansid	16
1.1.5 Tasakaaluastmed	17
1.1.6 Destillatsiooni- ja rektifikatsiooniseadmed	18
1.2. Destillatsioonikolonide arvutus	19
1.2.1 Kolonne tööd mõjutavad tegurid	19
1.2.2 McCabe-Thiele meetod astmete arvu määramiseks	20
1.2.3 Ülekandeühik ja kolonne kõrgus	23
1.2.4 Perioodilise rektifikatsioonikolonne arvutus	24
1.2.5 Massiülekanne ja -läbikanne	26
2. EKSPERIMENTAALNE OSA	29
2.1 Katseseadme kirjeldus ja katsemetoodika	29
2.1.1 Katseseadme kirjeldus	29
2.1.2 Mõõdetavad parameetrid	31
2.1.3 Katsemetoodika	31
2.2. Katsete tulemused	33
2.2.1 Eelkatsete tulemused	33
2.2.2 Pideva rektifikatsiooni katsete tulemused	34
2.2.3 Tegelik flegmaarvu leidmine $R = 2$	37
2.2.4 Aurufaasi massiülekande teguri leidmine	39
2.2.5 Vedelfaasi massiülekande teguri leidmine	42

2.2.6 Kineetilise joone konstrueerimine	46
2.2.7 Tulemused ja nende analüüs	49
KOKKUVÕTE	52
CONCLUSION	53
KASUTATUD KIRJANDUSE LOETELU	54
LISAD	55

EESSÕNA

Antud bakalaureusetöö teema sai alguse vanemlektor Inna Kamenevi initsiatiivil 2020. aasta oktoobris. Selle töö eksperimentaalne osa sooritati Taltechi Energiatehnoloogia instituudi keemiatehnika laboratooriumis rektifikatsiooni pilootseadmel. Põhilised teoreetilised andmed olid kogutud kirjandusest, mis on toodud välja antud töö lõpus, ja oma juhendajalt. Samuti aitas juhendaja andmete töötlemisega ja vajadusel nende selgitamisega.

Siinkohal tahaksingi tänada oma juhendajat, vanemlektor Inna Kamenevi, suurepärase töö, arusaadavate selgituste ja kannatliku suhtumise eest minu suhtes.

Samuti tänan abi eest eksperimentaalsel tööol Oliver Järvikut, Jelena Veressininat ja Sven Kamenevi.

Rektifikatsioon, pilootseade, aur-vedelik tasakaal, bakalaureusetöö

LÜHENDITE JA TÄHISTE LOETELU

Tähised:

A – massiläbikandepind
F – toite kulu
D – destillaadi kulu
W – kuubijäägi kulu
R – flegmaarv
L – tagasivoolu kulu
f - fugitiivsus
 φ – fugitiivsuskoefitsient
x – moolosa vedelikus
y – moolosa aurus
 μ - viskoossus
 ρ – tihedus
P – üldrõhk
 γ – aktiivsuskoefitsient
 η – efektiivsus
V – auru vool
L – vedeliku vool
 n_{oy} – ülekandeühikute arv
H – gaasifaasi erientalpia
h – vedelfaasi erientalpia
 P^s - küllastatud aururõhk
p – partsiaalrõhk
q – soojusvoog
G – gaasifaasi kulu
a – eripind
K – massiläbikandetegur
k – massiülekandetegur
C – kontsentratsioon
 C^* - tasakaalne kontsentratsioon
m –tasakaalukonstant
t – temperatuur, °C
T – temperatuur, K
Re – Reynoldsi arv
Sc – Schmidt'i arv

v_i – difusiooni erimahukoefitsient
 M – molaarmass
 ΔH_{vap} – aurustumissoojus
 c – soojusmahtuvus
 u – kiirus
 V_y – mahtkulu
 $D_{x,y}$ – difusioonikoefitsient
 b – temperatuurikoefitsient
 $V_{\text{H}_2\text{O}}$ ja V_{EtOH} – moolmaht
 Psia – nael ruuttolli kohta (pounds per square inch),
 n_{oy} – ülekandeühikute arv
 n – kindel taldrik/aste
 Φ - taldriku tööpinna ja kolonni ristlõikepindala suhe

Indeksid:

S – pind / pinna kohta
 i – komponent
 n – uuritav aste (taldrik)
 x – vedelfaasi kohta
 y – aurufaasi kohta

SISSEJUHATUS

Rektifikatsioon on üks tuntumatest vedeliksegude separatsioonivõimalustest ning tal on tänapäeva tehnoloogias vaieldamatult tähtis roll. Oma suhtelise lihtsuse ja pikaajalise rakendamise kogemuse tõttu on rektifikatsioon laialdasemalt kasutatud meetodite hulgas igas valdkonnas, kus eelnimetatud separatsioon on vajalik.

Valisin just selle teema oma lõputööks mitmel põhjusel. Esiteks, võttes separatsiooniprotsesside kursusel antud protsessi läbi, tundsin suurendatud huvi ja kiindumust selle kohta. Samuti tundus see mulle kergesti jälgitavana ja loogilisena. Teiseks, Taltech'i Energiatehnoloogia instituudi keemiatehnika laboris on 2021. aastal rekonstrueeritud rektifikatsioonikolonn, mis vajab käivitamist ja töö kontrolli. Võimalus töötada suuremahulise pilootseadmega tundus mulle atraktiivseks. Seega valisin oma töö teemaks rektifikatsioonikolonnide töö uurimise.

Minnes detailidesse saab tuua välja mitu alategevust, mida on vajalik läbi viia eelnevalt toodud ülesande täitmiseks. Kõigepealt on oluline koostada kirjanduslik ülevaade, kus käsitletakse ja selgitatakse kõiki rektifikatsiooniga seotud füüsikalisi ja keemilisi protsesse ja arvutusmeetodeid, ning seejärel tuleb läbi viia eksperimentaalne osa, kus tutvutakse praktiliselt rektifikatsioonikolonniga, teostatakse eksperimendid, töödeldakse ja analüüsitakse katseandmeid. Rektifikatsioonikolonnide töö hindamiseks on vaja määrata kindla töörežiimi jaoks vedel- ja aurufaasi kontsentratsioonide ning temperatuuride profiilid piki tervet kolonni. Samuti on oluline määrata sellised suurused nagu teoreetiline taldrikute arv, kolonni kasutegur ja flegma liia tegur. Kolonnide töö puhul on oluline teada, milline on vedeliku ja auru vahel toimuva massiläbikande efektiivsus, mida saab hinnata aur-vedelik tasakaaludiagrammile konstrueeritud kineetilise joone põhjal.

Seega on käesoleva bakalaureusetöö on põhiülesandeks põhjalik tutvumine rektifikatsiooniprotsessi olemusega ning pilootseadmega ning rektifikatsioonikolonnide käivitamine ja selle töö kontroll.

1. KIRJANDUSÜLEVAADE

Käesolevas peatükis esitatakse destillatsiooni ja selle arenduse, rektifikatsiooni, teoreetilist sisu. Samuti tutvustatakse edasises töös vajaminevat arvutusmetoodikat.

1.1. Ülevaade destillatsioonist

1.1.1 Destillatsiooni olemus ja põhimõtted

Destillatsioon on põhioperatsioon vedeliksegude lahtamiseks – põhineb vedelike erineval keemistemperatuuril. Antud protsessis viiakse vedelike segu keemispunkti ning seejärel kondenseeritakse ja kogutakse tekkinud aur. Seda kasutatakse vedelike puhastamiseks ja segude eraldamiseks nende üksikuteks osadeks. See on vedeliksegude kõige enim levinud eraldusmeetod ja protsessi viiakse läbi destillatsiooni kolonnis [6].

Destillatsiooniprotsessis separeeritakse ehk eraldatakse sisenev segu, milles võib olla nii kaks kui ka rohkem komponente, kaheks või enamaks produktiks. Destillatsiooniprotsess põhineb aur-vedelik tasakaalul. Seda protsessi viiakse läbi kolonnides, milles algsegu lahutatakse destillaadiks, mis on tipuprodukt, ja kuubijäägiks, mis on põhjaproduct. Nende saaduste koostis ja omadused erinevad alglahuse omast. Tavaliselt on kolonni juhitud alglahus on vedelik, aga see võib olla ka vedelik-gaas segu. Kuubijääk on peaaegu alati vedelik. Destillaat võib see-eest olla kas vedelik, gaas või vedelik-gaas segu. Antud protsessis on oluline uue faasi tekkimine, selleks et kolonnis oleks igal astmel vedel- ja gaasifaasi omavaheline kontakt. See kokkupuude on oluline, sest just selle ajal toimub massivahetus erinevate faaside vahel ning tekib uus tasakaal vedel- ja aurufaasi vahel.

Lahutatava segu komponentidel peab olema erinev lenduvus, et nad saaksid jaguneda erinevate faaside vahel efektiivsemalt. Mida suurem on komponentide lenduvuse vahe, seda kergem ja tõhusam on destillatsioon. Lenduvus on omadus, mis näitab aineosakeste võimet eralduda vedelikest või tahkest ehk teisisõnu näitab see, kui kergesti aine aurustub. Kui faasid on üksteisest eraldunud, siis saab seda protsessi edasi viia gravitatsioonilise või muu mehaanilise meetodiga. Destillatsioon erineb absorptsiooniprotsessist ja strippingust selle poolest, et antud meetodil kasutatakse teise faasi saamiseks termilisi lahendusi (aurustumist ja kondensatsiooni). Lihtsamini öeldes viiakse destillatsioonis ja rektifikatsioonis läbi lähtesegu soojendamise ühe komponendi

aurustumiseni, mis, nagu eelnevalt mainitud, erineb absorptsioonist, kus ainevahetus põhineb ainult faaside omavahelisel kontaktil [1].

Ajaloolased on spekuläänud, et destillatsioonikunst pärineb nii kaugelt kui 1. sajand pärast Kristuse süüdi. Üheteistkümnendaks sajandiks oli destillatsioon laialt kasutusel Itaalias alkoholsete jookide valmistamiseks. Nendel aegadel oli destillatsioon tõenäoliselt perioodiline protsess, kus esines ainult üks aste, boiler. Separeeritav segu viidi anumasse, millele rakendatud soojus põhjustas segu komponendi aurustumise. Tekkiv aur liikus välja soojendus anumast ja kondenseeriti kogumisanumasse, andes soojuse ära läbi kondensaatori seina veele. Sõna destillatsioon pärineb ladinakeelsest sõnast *destillare*, mis tähendab tilkuma või alla tilkuma. 16. sajandiks oli hästi teada, et antud protsessi saab muuta efektiivsemaks kasutades mitut vedelik-gaas faasi kontakti nõndanimetatud rektifikatooriumides. Sõna rektifikatsioon pärineb samuti ladinakeelest, sõnast *recte facere*, mis tähendab parandamist. Kaasaegse destillatsiooni võime toota sisuliselt puhtaid lahuseid tuleneb just mitmeastmelisest faaside kontaktist. Kahekümnendal sajandil oli mitmeastmeline destillatsioon põhiline meetod keemiliste ühendite vedeliksegude separeerimiseks [1].

Rektifikatsioon on destillatsiooni üks alaliikidest, mida kasutatakse suurel määral tänapäeva tööstuses segude separeerimiseks. See on mitmeastmeline destillatsioon.

1.1.2 Aur-vedelik tasakaal

Gaas-vedelik tasakaal on selline füüsikaline olukord, kus osakeste voog vedelast faasist gaasilisse on võrdne nende vooga gaasist vedelikku. Selle tasakaalu tingimusteks on faaside temperatuuride võrdsus $T^V = T^L = T$, faaside üldrõhkude võrdsus $P^V = P^L = P$ ning iga komponendi fugitiivsuste võrdsus vedel- ja aurufaasis. Fugitiivsus on reaalse gaasi partsiaalrõhk, mida kasutatakse tasakaalukonstandi täpsel arvutuses [3].

$$f_i^V = f_i^L \quad (1.1)$$

$$y_i * \varphi_i * P = x_i * \gamma_i * P_i^S \quad (1.2),$$

kus f_i^V ja f_i^L on komponendi i auru- ja vedelfaaside fugitiivsused, y_i ja x_i on komponendi i moolosa vastavalt auru- ja vedelfaasis, φ_i on komponendi fugitiivsuskoefitsient, γ_i on komponendi i aktiivsuskoefitsient, P süsteemi üldrõhk ja P_i^S on komponendi i küllastatud aururõhk [3].

Ideaalsetes segudes on nii fugitiivsus- kui ka aktiivsuskoefitsient võrdsed 1-ga ning tasakaalu saab määrata Raoult'i seadusega: $p_i = x_i * P_i^S$, kus p_i on komponendi partsiaalrõhk aurufaasis ja P_i^S on komponendi küllastatud aururõhk. Teades puhaste

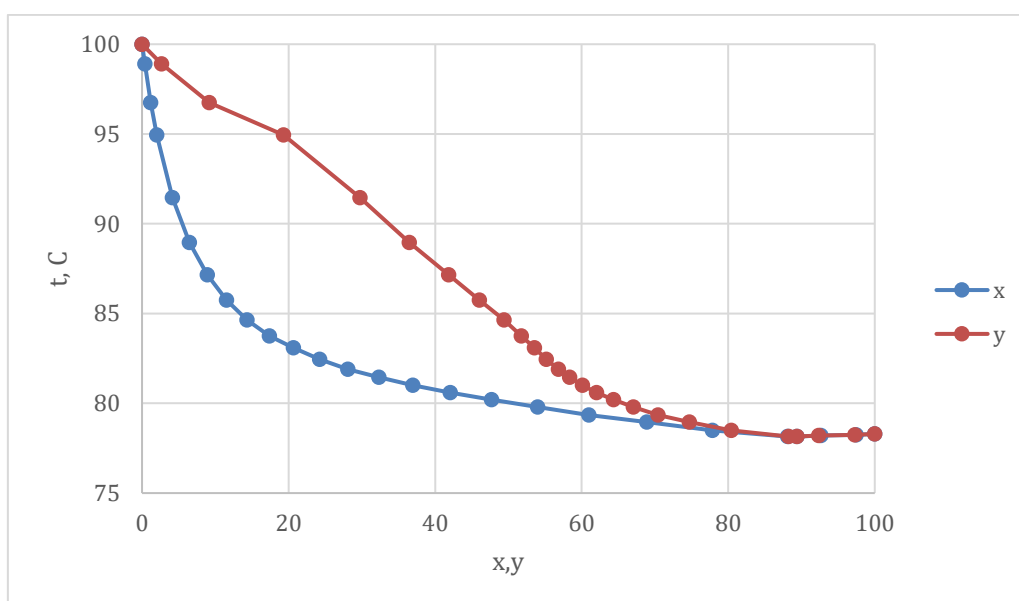
komponentide küllastatud aururõhke, saab ideaalsete segude tasakaaludiagramme koostada kasutades järgmist seost [3]:

$$y_A^* = \frac{x_i \cdot P_i^S}{P} \quad (1.3)$$

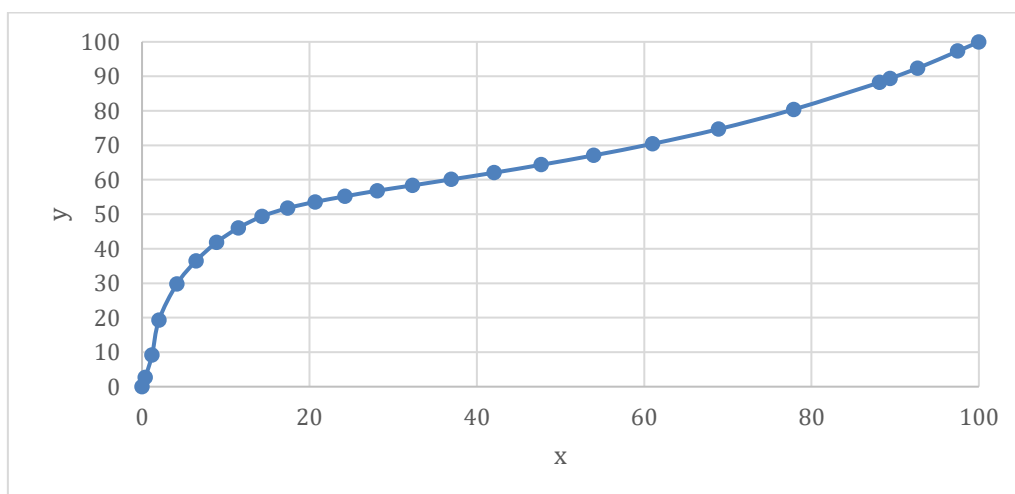
Siinkohal tasub mainida ka Daltoni seadust, mille kohaselt gaasi üldrõhk on kõikide gaasi komponentide partsiaalrõhkude summa:

$$P_{\text{üld}} = \sum_{i=1}^n p_i \quad (1.4)$$

Alltoodud joonised 1.1 ja 1.2 näitavad graafiliselt etanooli ja vee aur-vedelik tasakaalusõltuvusi ja nende sõltuvust temperatuuriga rõhul 1 atm. Graafikute joonestamiseks kasutati andmeid Lisa 2. tabelist [7].



Joonis 1.1 Etanool-vee segu keemistemperatuuri sõltuvus segu koostisest, $T=f(x,y)$



Joonis 1.2 Etanool-vee segu tasakaalusõltuvus $x = f(y)$

1.1.3 Destillatsiooniseadmete töö

Rektifikatsioon on destillatsiooni üks alaliikidest, mida kasutatakse suurel määral tänapäeva tööstuses segude separeerimiseks. See on mitmeastmeline destillatsioon, kus erinevad faasid voolavad üksteise suhtes vastassuunas. Seda protsessi viiakse läbi rektifikatsioonikolonnides. Lahutatav segu e toide juhitakse kolonni keskosas asuvalle toitetaldrükule. Kolonni all asub kuup, mis aurustab kergemini lenduva komponendi gaasilisse faasi. Kolonni üleval on tavaliselt kondensaator, mis muudab kolonnist väljuva auru tagasi vedelasse faasi. On väga oluline märkida, et mingi osa saadud kondensaadist suunatakse kolonni tagasi. Seda osa nimetatakse flegmaks ning see kindlustab vedelik-aur kokkupuute kogu kolonni ulatuses. Allavoolava vedeliku ja tõusva auru kokkupuude toimub olenevalt kolonni liigist, kas taldrükutel (taldrükkolonnis) või mingil täidises (täidiskolonnis).

Rektifikatsioonikolonni saab jagada kaheks osaks: kolonni osaks, mis on allpool toite sisseviimise kohta ning mida nimetatakse ammutavaks osaks (stripping-section, i.k) ning kolonni osaks, mis asub toitetaldrüku kohal ning mida nimetatakse rikastavaks või rektifitseerivaks kolonni osaks. Alumises osas toimub lenduvama komponendi eraldamine töödeldavast segust. Rektifitseerivas osas toimub lenduvama komponendi kontsentratsiooni suurenemine. Tasub märkida, et kolonnil võib olla rohkem kui üks toide. Juhul, kui suhteliselt mittelenduvast lahustist tahetakse separeerida kergesti lenduv aine, siis kolonni ülemist osa võib mitte arvestada. Juhtudel, kui destillaati tahetakse kindlasti saada gaasilise faasina, siis kasutatakse nn osalist kondensaatorit. Kui aur on täielikult kondenseeritud, siis selle koostis on identne kondensaadi koostisega. Osalises kondensaatoris on flegma on tasakaalus väljuvate aurudega [2].

Tähtsaks näitajaks rektifikatsioonil on nn flegmaarv. See on määratud järgmiselt:

$$R = \frac{\text{Flegma molaarne kulu}}{\text{Destillaadi molaarne kulu}} \quad (1.5)$$

Antud näitaja on oluline, sest see määrab segu lahutamiseks vajaminevate astmete ehk taldrükute arvu. Töötavas kolonnis võib flegmaarv iseseisvalt suurenda soojuskadude põhjustatud kondensatsiooni pärast. Kui kolonn on piisaval määral soojuslikult isoleeritud, siis need kaod on minimaalsed ja eelnimetatud lisaflegmat võib mitte arvestada. Halva isolatsiooni korral võib drastiline väliskeskkonna muutus, näiteks paduvihm, põhjustada märgatavaid kõrvalekaldeid normidest kolonni töös [2].

Täielik tagasijooks ($R=\infty$) on olukord, kus kogu kondensaat juhitakse kolonni tagasi flegmana. Selles protsessis ei ole saadusi ega ka lisatoidet. Sellisel tingimusel on vajalike tasakaaluastmete arv, mis on vajalik separatsiooni teostamiseks, minimaalne.

See ei ole optimaalne olukord protsessi läbiviimiseks. Seda kasutatakse vajaminevate astmete arvu hindamiseks samadel tingimustel [2].

Minimaalne flegmaarv määrab vähima võimaliku tagasivoolu suhte, mille korral saavutatakse soovitud lahutusaste s.t soovitud lenduvama komponendi kontsentratsioon destillaadis ja kuubijäägis. Flegmaarvu pideval vähendamisel tekib punkt, kus efektiivseks tööks läheb vaja lõpmatu astmete arv [2].

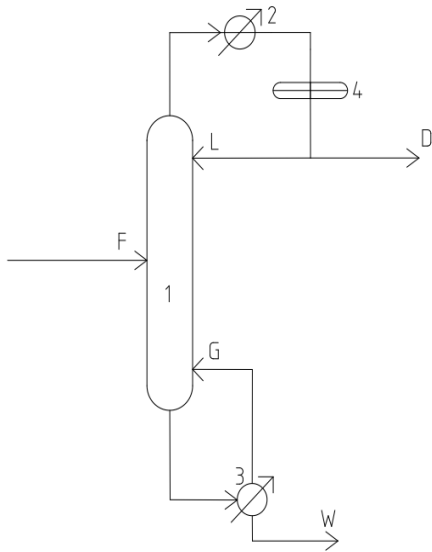
Optimaalne flegmaarv on kõige efektiivsem suhe antud tingimustel operatsiooni läbiviimiseks. See asub orienteeruvalt täieliku tagasijooksu $R=\infty$ ja minimaalse flegmaarvu vahel. On vaja leida selline suhe, kus vajalik separatsioon oleks läbiviidav minimaalsete kuludega. Flegmaarvu suurenemisel väheneb vajalike astmete arv, mis loogiliselt toob kaasa kapitalkulude vähenemise, kuid samuti ka hooldusvajaduse ja ülalpidamiskulude suurenemise. Optimaalne flegmaarv on seotud minimaalsete ülalpidamiskuludega. Selle leidmiseks puudub kindel reegel, kuid üldiselt see jääb 1,2 kuni 1,5 kordse minimaalse flegmaarvu piiridesse. Madalatel flegmaarvudel saab astmete arvutusel määravaks vedelik-gaas tasakaaluandmete täpsus. Kui andmed on ebausaldusväärsed, siis on soovitatav kasutada suuremat suhet [2].

Toitetaldriku s.t toitesegu kolonni sisse juhtimise koha täpne asukoht hakkab mõjutama vajalikku astmete arvu kui ka tulevast kolonni tööd. Üldreeglina peaks toide sisenema kolonni kohas, mis annaks parima sobivuse sisendi koostise ja vedeliku ning gaasi voogude vahel. Praktikas on soovitatav kasutada kaks kuni kolm sisendit erinevatel kõrgustel, ümber arvestatava optimaalse toitepunkti. Selline lahendus tagab kindluse erinevate vigade osas ja võimaldab toite omaduste muutmist pärast kolonni töö algust [2].

Juhul, kui ei destilleerita termolabiilseid segusid, on põhiliseks faktoriks kolonni tööõhu valimisel vajadus hoida destillaadi kastepunkt kõrgemal temperatuurist, mida saab kergelt saavutada olemasoleva jahutusveega. Lihtsamini öeldes peab kuumal aurul olema kõrgem temperatuur kui seda jahutaval jahutusvedelikul selleks, et toimuks soovitud soojusvahetus. Kui kõrged rõhud osutuvad vajalikuks, siis tasub kaaluda soolvee kasutamist jahutusveena. Vaakumit kasutatakse keemistemperatuuri vähendamiseks termolabiilsete segude destillatsioonil. Vajalike astmete arvu ja flegmaarvu arvutustes võetakse tööõhk konstantseks üle terve kolonni. [2]

1.1.4 Rektifikatsioonikoloni materjalibilansid

Joonisel 1.3. on kujutatud rektifikatsiooniseadme põhimõtteline skeem



Joonis 1.3 Rektifikatsiooni üldskeem

F – toide, D – destillaat, W – kuubijääk, L – tagasivool (flegma), G –aur, 1 – kolonn, 2 – kondensaator, 3 – kuup/reboiler, 4 – auru eraldaja

Järgmisena on esitatud materjalibilansid binaarse segu lahutamisel rektifikatsioonikolonnis, kusjuures voogude kulud on molaarsed (mol/h) ja kontsentratsioonid on moolosades. Üldine materjali bilanss, on järgmine:

$$F = D + W \quad (1.6)$$

Lenduvama komponendi materjali bilanss on järgmine:

$$F \cdot x_f = D \cdot x_d + W \cdot x_w \quad (1.7)$$

Selleks, et hinnata mingi kindla astme, kondensaatori ja reboileri temperatuuri, on eelnevalt vajalik arvutada nii kastepunkte kui keemispunkte. Definitsiooni järgi on tasakaaluline vedelik oma keemispunktis st minimaalne temperatuuri tõus põhjustaks vedeliku aurustumise algamist. Sama loogika järgi on tasakaaluline aur oma kastepunktis, kus igasugune temperatuuri langus tekitaks vedeliku piiskasid. Neid temperatuure saab arvutada teades aur-vedelik tasakaalu andmeid antud süsteemile. Tasakaalukonstandi K_i seisukohast on keemispunkt ja kastepunkt defineeritud järgmiste valemitega:

$$\text{Keemispunkt: } \sum y_i = \sum K_i x_i \quad (1.8)$$

$$\text{Kastepunkt: } \sum x_i = \sum y_i / K_i \quad (1.9)$$

kus: y_i – komponendi i moolosa tasakaalulises auras; x_i – komponendi i moolosa tasakaalulises vedelikus.

Binaarsetes süsteemides ehk kahekomponentsete segude lahutamisel, saab teha lihtsustusi, sest komponendi kontsentratsioon ei ole sõltumatu suurus – leides ühe komponendi kontsentratsiooni saab otseselt teada ka teise kontsentratsiooni. Saadud valemid on järgmised: [2]

$$y_a = 1 - y_b \quad (1.10)$$

$$x_a = 1 - x_b \quad (1.11)$$

Kus: y_a – lenduvama komponendi kontsentratsioon gaasifaasis; x_a – lenduvama komponendi kontsentratsioon vedelas faasis

Materjali- ja energiabilansi võrrandeid saab välja kirjutada iga iseseisva astme jaoks komplekses süsteemis. Joonis 1.4. näitab nii sisenevaid kui väljuvaid materjali voogusid mingil astmel n rektifikatsioonikolonnis [2].

1.1.5 Tasakaaluastmed

Astmete analüüsi on soovituslik teha kasutades tasakaaluastmeid. Nendes astmetes, mis on samuti tuntud kui teoreetilised taldrikud, eeldatakse, et taldrikult lahkuvad vedeliku ja gaasi vood on üksteisega tasakaalus. Nendel tingimustel saab nende koostist kindlaks teha süsteemi gaas-vedelik tasakaalu andmetest järgmise valemiga:

$$y_i = K_i x_i \quad (1.12)$$

Reaalsete astmete karakteristika on seotud teoreetiliste taldrikutega läbi taldrikute efektiivsuse η ja „teoreetilise taldriku ekvivalentkõrguse“ täidiskolonnides [2].

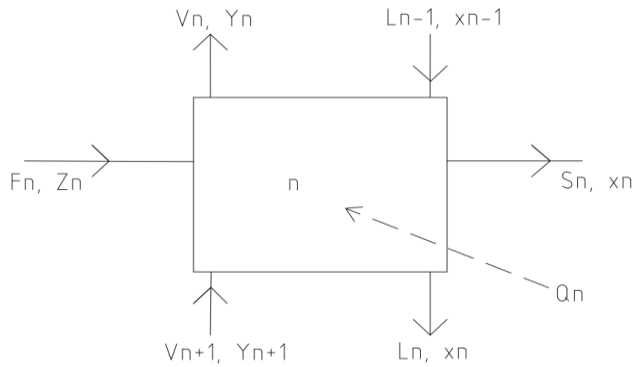
$$\eta = \frac{y_n - y_{n-1}}{y^* - y_{n-1}} \quad (1.13)$$

kus: y_n – komponendi kontsentratsioon aurufaasis taldrikul n , y^* – komponendi kontsentratsioon tasakaalulises aurus, y_{n-1} – komponendi kontsentratsioon aurufaasis n -taldrikust eelneval taldrikul, η – taldriku efektiivsus.

Lisaks võrranditele, mis tulenevad energia- ja materjalibilansist ning tasakaalu seostest, on olemas võrrand, mis näitab, et komponentide moolosade summa võrdub ühega:

$$\sum x_{i,n} = \sum y_{i,n} = 1.0 \quad (1.14)$$

Need võrrandid moodustavad nn MESH süsteemi, mille lahendamine on astmeliste separatsiooniprotsesside analüüsi baasiks. Need valemid kehtivad nii igale astmele kui ka kondensaatorile ja reboilerile [2].



Joonis 1.4 Vood ühe astme piirides [2]

Tasakaaluastme materjali bilanss :

$$V_{n+1}Y_{n+1} + L_{n-1}X_{n-1} + F_nZ_n = V_nY_n + L_nX_n + S_nX_n \quad (1.15)$$

Tasakaaluastme soojusbilanss:

$$V_{n+1}H_{n+1} + L_{n-1}h_{n-1} + F_n h_f + q_n = V_n H_n + L_n h_n + s_n h_n \quad (1.16)$$

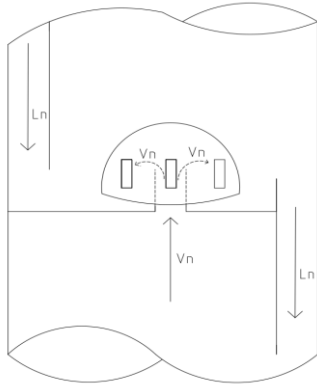
kus: V_n – gaasi vool astmest välja; V_{n+1} – gaasi vool antud astmele; L_n – vedeliku vool astmest; L_{n-1} – vedeliku vool antud astmele; F_n – iga toite vool astmele (olemasolul); S_n – iga kõrvalvool astmest (olemasolul); q_n – soojusvoog süsteemi; n – uuritav aste; z – komponendi moolosa toites; x – komponendi moolosa vedeliku voos; y – komponendi moolosa gaasis voos; H – gaasifaasi erientalpia; h – vedelfaasi erientalpia; h_f – toite erientalpia

Kõik mainitud vood arvestavad kõiki selle voo komponente ning erientalpiad kehtivad samuti koguvoogudele [2].

1.1.6 Destillatsiooni- ja rektifikatsiooniseadmed

Tööstuslikul tasandil on destillatsiooni läbiviimisel kõige rohkem levinud taldrikkolonid, kuid täidiskolonne on hakatud järjest sagedamini kasutusele võtma. Vahel on mõlemad variandid töös samaaegselt. Taldrikute ja täidiste tüübid on identsed nendega, mis on kasutuses absorptsioonil ja stripingul [1].

Alljärgneval joonisel 1.5. on näidatud taldrikkolonni ühe kuppelpõhitaldriku lihtsustatud skeem.



Joonis 1.5 Kuppelpõhitaldriku skeem

1.2. Destillatsioonikolonide arvutus

1.2.1 Kolonni tööd mõjutavad tegurid

Tegurid, mis mõjutavad binaarsete segude destillatsiooni projekteerimist ja analüüsi on järgmised:

- Sisendi mahtkulu, temperatuur ja rõhk;
- Soovitud separeerimise tase;
- Töörõhk, mis peab olema väiksem kriitilisest rõhust;
- Gaasifaasi rõhukadu;
- Minimaalne flegmaarv ja tegelik flegmaarv;
- Minimaalne tasakaaluastmete arv ja tegelik tasakaaluastmete arv;
- Kondensaatori tüüp;
- Vedela flegma jahutus (kui on vajalik);
- Reboileri tüüp (osaline või täielik);
- Vedelik-gaas kontakti tüüp (taldrik-, täidis- või mõlemad);
- Kolonni kõrgus;
- Sisendi kõrgus;
- Kolonni diameeter;
- Kolonni sisemine ehitus.

Toite olek, mis on samuti tuntud nagu terminaal olek, määrab kolonni ülemise osa ja alumise osa tööjoonte lõikumise punkti. Kui auru osa suureneb sisendis, suureneb koos sellega vajalik flegmaarv. Siin peab arvestama veel sellega, et auru ja vedeliku kulude suhe omakorda muutub. Kolonni töörõhk tagasivooluseparaatoris peab vastama temperatuurile, mis on kõrgem kondensaatorisse siseneva jahutusvee temperatuurist.

Kuid juhul, kui see rõhk hakkab lähenema lenduvama komponendi kriitilisele rõhule, peab töö rõhku vähendama ja mingi muu jahutusagensi peab kasutusele võtma [1].

Näiteks, vaadates Lisa 1. tabelit [1], etüleeni ja etaani separatsioon viiakse läbi rõhu 230 psia (naela ruuttolli kohta) juures, mis annab kolonni tipu temperatuuriks 233 K, mis eeldab külmutusagensi olemasolu. Vett 300 K juures ei saa kasutada kondensaatoris, sest etüleeni kriitiline temperatuur on 282 K. Kui eeldatav rõhk on väiksem atmosfääri rõhust, siis töö rõhk kolonni tipus on tavaliselt võetud atmosfääri rõhust veidi kõrgemaks, et hoida ära protsessi läbiviimist vaakumis. Seda ei tehta juhtudel, kui temperatuur kolonni põhjas on suurem põhja temperatuurist, mis on limiteeritud destillaadi koostise, polümerisatsiooni, üleliigse korrosiooni või muude üleliigsete keemiliste reaktsioonide poolt. Nendes olukordades on vaakum vajalik. Tabelis on näiteks vaakum vajalik etüülbenseeni ja stüreeni separeerimisel selleks, et hoida põhja temperatuuri piisavalt madalal, et vältida stüreeni polümerisatsiooni [1].

Iga antud toite, soovitud separatsiooni taseme ja töö rõhu jaoks on olemas minimaalne flegmaarv, mis vastab lõpmatule teoreetiliste taldrikute arvule. Samuti eksisteerib minimaalne teoreetiliste astmete arv, millele omakorda vastab lõpmatult suur flegmaarv [1].

1.2.2 McCabe-Thiele meetod astmete arvu määramiseks

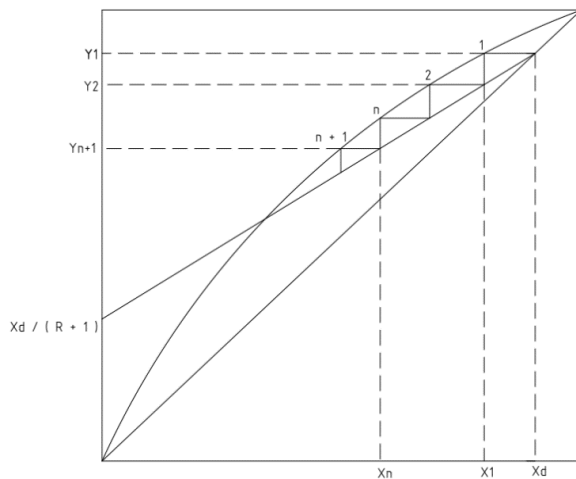
Üks võimalus eeltoodud kompromissi leidmiseks nende vahel on McCabe-Thiele meetod. See on graafiline meetod, mis võimaldab määrata vajalike teoreetiliste astmete/taldrikute arvu süsteemis, kus separeeritakse binaarset segu, mis koosneb komponentidest A ja B. See meetod kasutab materjalibilansse kolonni kindlates punktides, et leida süsteemide tööjooni ja aur-vedelik tasakaalu kõverat. Selle meetodi põhiline eeldus on ekvimolaarse voolu olemasolu toite ja ülemise astme vahel ning toite ja alumise astme vahel. Vaadates joonist 1.2., kus vedeliku ja auru faasid sisenevad taldrikule, saab kirja panna järgmise materjalibilansi:

$$V_{n+1} + L_{n-1} = V_n + L_n \quad (1.17)$$

Sellest tulenevalt on komponendi A bilans järgmine:

$$V_{n+1} \cdot y_{n+1} + L_{n-1} \cdot x_{n-1} = V_n \cdot y_n + L_n \cdot x_n \quad (1.18)$$

Võttes taldriku temperatuuri T_n tugipunktiks, saab soojusbilansiga näidata, et praktilised soojuse erinevused neljas voos on väikesed, kui lahuse soojendamine on tühine. Seepärast ainult voogude V_n ja V_{n+1} aurustumissoojused on tähtsad. Arvestades seda, et molaarsed aurustumissoojused keemiliselt sarnastele ühenditele on üksteisele lähedaste väärtustega, on kolonnis pidev ekvimolaarne vool [3].



Joonis 1.7 Tasakaalu- ja tööjooned rikastavas osas [3]

Koloni alumise osa jaoks, mida illustreerib joonis 1.8, on materjalbilansi võrrand järgmine:

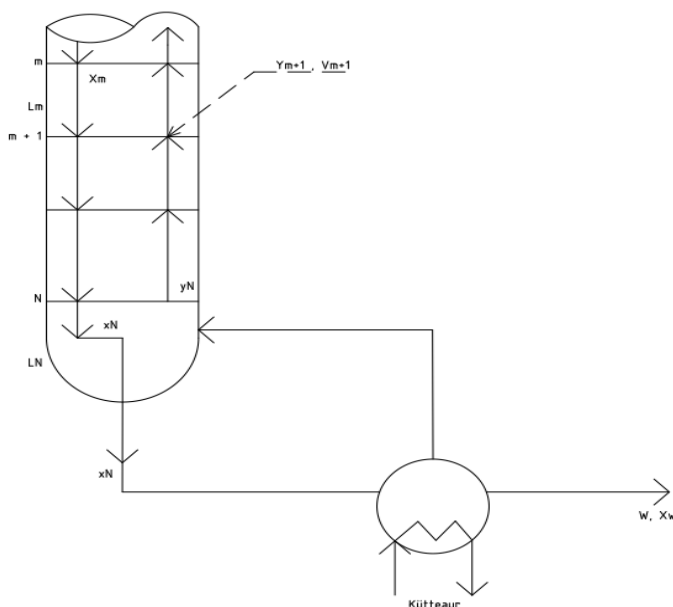
$$V_{m+1} = L_m - W \quad (1.23)$$

Komponendi A bilanss on sellest tulenevalt:

$$V_{m+1} * y_{m+1} = L_m * x_m - W * x_w \quad (1.24)$$

Lahendades võrrand y_{m+1} järgi saab:

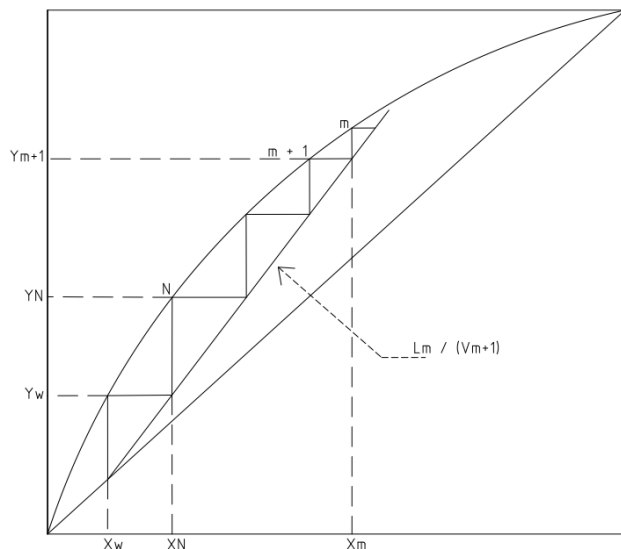
$$y_{m+1} = \frac{L_m}{V_{m+1}} * x_m + \frac{W x_w}{V_{m+1}} \quad (1.25)$$



Joonis 1.8 Koloni alumise osa skeem [3]

Antud olukorras saab jälle eeldada ekvimolaarset voolu, kus $L_m = L_N = \text{konstant}$ ja $V_{m+1} = V_N = \text{konstant}$. Valem 1.24 on sirge joonisel 1.9 ning selle tõus on leitav seosest L_m / V_{m+1} . See lõikub $y = x$ joonega punktis $x = x_w$. Punktis $x = 0$ on y väärtus leitav $y = -$

Wx_w / V_{m+1} . Teoreetiliste astmete arvu leidmise meetod on siinkohal analoogne kolonni rikastava seksiooni meetodiga, kuid siin alustatakse punktist x_w [3].



Joonis 1.9 Tasakaalu- ja tööjooned alumises osas [3]

1.2.3 Ülekandeühik ja kolonni kõrgus

Massiläbikande liikumapanevaks jõuks on tegeliku ja küllastatud kontsentratsioonide vahe kas vedel- ja aurufaasis. Seoses selle jõu pideva muutusega massivahetusaparaatides kasutatakse massiläbikande võrrandis keskmisi liikumapanevaid jõude Δx ja Δy [3].

Lähtudes liikumapanevast jõust saab väljendada sellist mõistet nagu ülekandeühikute arv. Mõiste iseloomustab faasi töökonsentratsiooni muutust liikumapaneva jõu ühiku kohta ning on pöördvõrdeline massiläbikande liikumapaneva jõuga. Seda kasutatakse massivahetuskolonnide arvutusel. Valemid 1.26 ja 1.27 väljendavad gaasifaasi ja vedelfaasi ülekandeühikute arvu [3].

$$n_{oy} = (y_{alg} - y_{lõpp}) / \Delta y_{kesk} \quad (1.26)$$

$$n_{ox} = (x_{alg} - x_{lõpp}) / \Delta x_{kesk} \quad (1.27)$$

Ülekandeühikute arvu ja massiläbikandeteguri vahel saab tuletada seose 1.28.

$$\frac{1}{K_y} = \frac{1}{n_{oy}} * \frac{A}{G} \quad (1.28)$$

kus G on gaasifaasi kulu, K_y on gaasifaasi massiläbikande koefitsient, A on massiläbikande pind.

Seoses sellega, et ülekandeühikut võib pidada kolonni kindlaks osaks, siis saab selle abil arvutada kolonni ligikaudset kõrgust. Selleks on vaja leida ülekandeühikute arvu n_{oy} ja ühe ülekandeühiku kõrguse h_{oy} , valemist 1.29.

$$h_{oy} = \frac{G}{K_y a S} \quad (1.29)$$

kus S on massivahetuskolonni ristlõike pindala ja a on eripind.

Kolonni kõrgus H on siis loogiliselt arvutatav valemiga 1.30.

$$H = h_{oy} * n_{oy} = \frac{G}{K_y a S} * \frac{y_{alg} - y_{lõpp}}{\Delta y_{kesk}} \quad (1.30)$$

1.2.4 Perioodilise rektifikatsioonikolonni arvutus

Lisaks pidevale rektifikatsioonile kasutatakse ka nn perioodilist rektifikatsiooni. See protsess erineb pidevast selle poolest, et kui pidevas rektifikatsioonis juhitakse kolonni töö vältel konstantset toidet pidevalt, siis perioodilises protsessis lisatakse toidet ainult üks kord. See lisatakse seadme kuupi töö alguses. Samuti puudub perioodilises protsessis väljuv kuubijäägi vool. Kuubijääk koguneb kuupi kogu töö protsessi vältel ning see eemaldatakse sealt pärast töö lõppu. Protsess võib olla viidud läbi kahel meetodil - kas konstantse flegma arvuga ja varieeruva destillaadi koostisega või konstantse destillaadi koostisega ja varieeruva flegma arvuga.

Efektive separatsiooni võimaldamiseks on perioodilise rektifikatsiooni süsteem disainitud sarnaselt joonisel 1.10. kujutatuga. Kindla diameetriga kolonnile on gaasi tekkimise kiirus valitud ohutus kauguses kolonni uppumispunktist. Kui flegmaarv R on pidev, siis saadava destillaadi ja kuubijäägi koostis on ajas muutuvad. Täieliku kondensaatoriga, tühise gaasi ja vedeliku kogunemisega kolonnis, iga astme faaside tasakaalul ja konstantsel molaarsel voolul kehtib seos $y_D = x_D$. Analüüsiks sobib ikka McCabe-Thiele meetod. Algselt on kergemini lenduva võtmekomponendi koostis kolonni reboileri vedelfaasis võrdne sisendi koostisega x_0 . Kui on olemas 2 teoreetilist astet, siis esialgne destillaadi koostis x_0 ajahetkel 0 võib olla leitud joonestades tööjoone $L/V = R/(R+1)$ selliselt, et on tehtud täpselt kaks astet punktist x_0 jooneni $y=x$. Mingil teatud ajahetkel t_1 , kuubijäägi koostisel $x_w < x_0$, on destillaadi koostis x_D [1].

Antud tingimustel määratakse flegmaarv ja teoreetiliste taldrikute arv kaks korda etteantud piirkontsentratsioonidega, et teha kindlaks protsessi alg- ja lõppkontsentratsiooni väärtusi [3].

Perioodilise rektifikatsiooni jaoks vajaliku aja t , konstantse flegmaarvuga töötades, saab leida materjalibilansist tuletatud valemiga.

$$t = \frac{R+1}{V} (W_0 - W_t) = \frac{W_0 - W_t}{V * (1 - \frac{L}{V})} \quad (1.31)$$

Konstantse flegmaarvuga süsteemis on destillaadi puhtus on soovitud väärtusest suurem protsessi alguses ja sellest väiksem protsessi lõpus. Kergemini lenduva komponendi keskmine moolkonsentratsioon ajahetkel t saab avaldada järgmiselt:

$$x_{Davg} = \frac{W_0 * x_0 - W_t * x_{wt}}{W_0 - W_t} \quad (1.32)$$

Eelnevalt toodud konstantse flegmaarvuga lahendus on kergesti rakendatav. See võib olla majanduslikult soodne väikeste ainekoguste rektifikatsiooniks. Suuremahulisteks protsessideks on tõenäoliselt mõistlikum säilitada konstantset destillaati soovitud koostisega, pidevalt muutes flegmaarvu R . Selle protsessi käigus tavaliselt suurendatakse flegmaarvu R . See lahendus vajab palju keerulisemaid kontrollsüsteeme, mis tasuvad ennast ära ainult suuremate koguste rektifikatsioonil. Süsteemi arvutused saab jällegi teha McCabe-Thiele meetodiga. Üldine materjali bilanss kergemini lenduva komponendi jaoks konstantse x_D korral on järgmine [1]:

$$W = W_0 \left[\frac{x_D - x_0}{x_D - x_W} \right] \quad (1.33)$$

Diferentseerides eelneva valemi aja t järgi saame:

$$\frac{dW}{dt} = W_0 \frac{(x_D - x_0)}{(x_D - x_W)^2} \frac{dx_W}{dt} \quad (1.34)$$

Konstantse molaarse vooluga destillatsioonini määr on järgmine:

$$-\frac{dW}{dt} = V - L = \frac{dD}{dt} \quad (1.35)$$

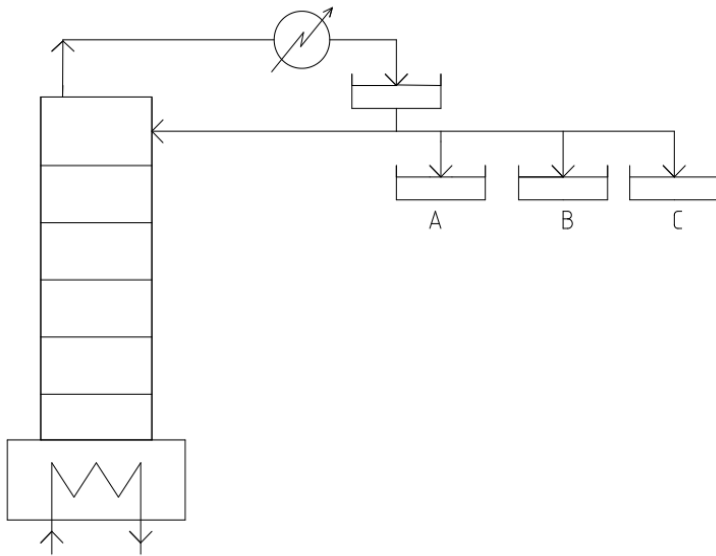
Antud valemis on D destillaadi kogus, mitte destillaadi voog. Viies viimased kaks võrrandit kokku ning integreerides saame:

$$t = \frac{W_0 (x_D - x_0)}{V} \int_{x_{wt}}^{x_0} \frac{dx_W}{\left(1 - \frac{L}{V}\right) (x_D - x_W)^2} \quad (1.36)$$

Fikseeritud W_0 , x_0 , x_D , V ja tasakaaluastmete arvuga kasutatakse McCabe-Thiele diagrammi L/V väärtuse leidmiseks väärtuste vahemikus x_0 (algväärtus) ja x_w (lõppväärtus). Neid väärtusi kasutatakse valemis 1.31, kas arvulise või graafilise integreerimisega selleks, et leida protsessi aeg.

Vajaliku teoreetiliste astmete arvu saab hinnata eeldades täieliku tagasijooksu tingimusi lõppväärtusele x_w . Protsessi käigus hetkeline destillaadi voog on muutuva väärtusega ja see saab olla avaldatud läbi muutuja L/V [1]:

$$\frac{dD}{dt} = V (1 - L/V) \quad (1.37)$$



Joonis 1.10 Perioodilise rektifikatsiooni skeem [1]

kus: A, B, C – kogujad erineva koostisega destillaadile

1.2.5 Massiülekanne ja -läbikanne

Konvektiivne massiülekanne on summaarne aine ülekanne ühe faasi piirides liikuvast keskkonnas. See on otseselt seotud turbulentsse voo struktuuriga faasis: turbulentsne tuum, kus massiülekanne toimub turbulentsi tõttu, üleminekutsoon, kus toimub turbulentsi vähenemine ja laminaarne piirkiht, kus massiülekanne toimub molekulaarse difusiooni tõttu. Oluline on meeles pidada, et massiülekanne on seda intensiivsem, mida väiksem on piirkihi paksus ehk mida turbulentssem on faasi tuum. Massiülekanne mehhanism on seotud molekulaarse ja turbulentsse difusiooniga. Massiläbikanne on selle edasiarendus, mis sisaldab mõlema faasi poolset massiülekanne. Protsesside keerukuse tõttu tehakse teatud lihtsustused. Eeldatakse, et faaside piirpinnal on faasid tasakaalus ja massiläbikandetakistus on mõlema faasi takistuste ja faaside piirpinna takistuse summa [3].

Protsessi keerukuse tõttu eeldatakse, et massiülekandekiiirus ehk massivoog on võrdeline liikumapaneva jõuga, milleks on kontsentratsioonide vahe piirpinnal ja faasi tuumas. Massiülekande tegur on kineetikategur mille ühikuks on $\text{kg} / (\text{m}^2 \text{s})$ (LPJ ühik). Ülekande tegur sõltub faasi hüdrodünaamikast, fluidumi omadustest ja geomeetrilistest parameetritest. Massiülekande tegurite väärtuste leidmiseks kasutatakse kriteeriaalvõrrandeid [3].

Massiläbikanne näitab aine ülekannet ühest faasist teise läbi nende faaside piirpinna. Üldiselt saab aine massivoolu läbi piirpinna iseloomustada järgneva valemiga:

$$N_A = K_Y A (c_Y - c_Y^*) = K_L A (c_X - c_X^*) \quad (1.38)$$

kus K_Y ja K_L - massiläbikande tegurid, A - massiläbikandepind, c_Y ja c_X - kontsentratsioon gaasi- ja vedelfaasis ning c_Y^* ja c_X^* - tasakaalne kontsentratsioon gaasi- ja vedelfaasis

Massiläbikandetegur on kineetikategur, mis näitab, kui suur hulk ainet läheb ühest faasist teise ajaühikus läbi faasidevahelise piirpinna ühiku ühikulise liikumapaneva jõu korral. Läbikande- ja ülekandeteguril on sama ühik, kuid erinev sisu. Massiläbikandetegur sõltub mõlema faasi hüdrodünaamikast, faaside omadustest, geomeetristest parameetritest ja faaside tasakaalust [3].

Aurufaasipoolne massiläbikandetegur tööpinna kohta K_{yS} leitakse järgnevast seosest:

$$K_{yS} = \frac{1}{\frac{1}{k_{yS}} + \frac{m}{k_{xS}}} \quad (1.39)$$

kus k_{yS} ja k_{xS} - auru- ja vedelfaasi massiülekandetegurid tööpinna kohta ja m - faasidevaheline tasakaalukonstant

$$m = \frac{c_Y^*}{c_X} \quad (1.40)$$

Massiülekandetegurid võib leida järgmiselt:

$$k_{yS} = \frac{D_y}{22.41} (0,79 Re_y + 11000) \quad (1.41)$$

kus D_y - etanooli difusioonikoefitsient aurufaasis, m^2/s , mida arvutatakse järgmiselt [2]:

$$D_y = \frac{1,013 \cdot 10^{-7} T^{1,75}}{P \left((\sum v_i)_{EtOH}^{1/3} + (\sum v_i)_{H2O}^{1/3} \right)^2} \sqrt{\frac{1}{M_{EtOH}} + \frac{1}{M_{H2O}}} \quad (1.42)$$

kus M_{EtOH} ja M_{H2O} - etanooli ja vee molaarmassid; P - üldrõhk, bar; T - temperatuur, K; $\sum(v_i)_{EtOH}$ ja $\sum(v_i)_{H2O}$ - etanooli ja vee difusiooni erimahukoefitsientide summa. Tabelis 1.1 on esitatud aatomite difusiooni erimahud v_i [2].

Tabel 1.1. Aatomite difusiooni erimahud v_i [2]

Aatom	Väärtus
C	16,5
H	1,98
O	5,48
N	5,69
Cl	19,5
S	17,0
Aromaatsed tuumad ja heterotsükliid	-20,0

Tabel 1.2. Lihtmolekulide difusiooni erimahud [2]

Molekul	Väärtus	Molekul	Väärtus
H₂	7,07	CO	18,9
D₂	6,70	CO₂	26,9
He	2,88	N₂O	35,9
N₂	17,9	NH₃	14,9
O₂	16,6	H₂	12,7
Õhk	20,1	CCl₂F₂	114,8
Ne	5,59	SF₂	69,7
Ar	16,1	Cl₂	37,7
Kr	22,8	Br₂	67,2
Xe	37,9	SO₂	41,1

2. EKSPERIMENTAALNE OSA

Käesoleva bakalaureusetöö üheks ülesandeks on põhjalik tutvumine 2021. a rekonstrueeritud rektifikatsiooniseadmega ning selle käivitamine ja töö kontroll. Samuti eksperimendi läbi viimine, mis võimaldab hinnata kolonni efektiivsust iseloomustavaid parameetreid.

Rektifikatsiooniseade oli tarnitud 1936.a Inglismaalt ning veel enne 4. õppehoone remonti 2010. aastal kasutati seadet edukalt etanool-vesi segu lahutamiseks. Pärast remonti asendati uutega amortiseerunud aurugeneraator, remondi käigus varastatud kolonn ja deflegmaator, samuti asendati osa torustikust ja uuendati temperatuurimõõtmisüsteemi. Seoses sellega kerkis vajadus testida rektifikatsiooniseadet ja vaadata üle ning värskendada rektifikatsiooni laboratoorse töö juhend.

Selles peatükis kirjeldatakse pilootseadet ja katsemetoodikat ning esitatakse eksperimentaalse töö tulemused. Samuti esitatakse katseandmete alusel tehtud arvutused ning nende analüüs.

2.1 Katseseadme kirjeldus ja katsemetoodika

2.1.1 Katseseadme kirjeldus

Rektifikatsiooniseadme skeem on toodud joonisel 1. Katseseade koosneb järgmistest põhiosadest: 1 - kuup; 2 - taldrikutega rektifikatsioonikolonn; 3 - kondensaator-jahutaja; 4 - kolonnist väljuvate aurude koguja, 5 - destillaadi mahutid.

Rektifikatsioonikolonnis diameetriga 200 mm on 13 kahekuplilist taldrikut [7]. Taldrikutevaheline kaugus on 250 mm. Igal taldrikul on vedelfaasi temperatuuri mõõtmiseks termopaar ja auru- ning vedelfaasist proovi võtmiseks kraanid (vedeliku jaoks 38 ja auru jaoks 37). Protsessi visuaalseks jälgimiseks on vaateaken 20.

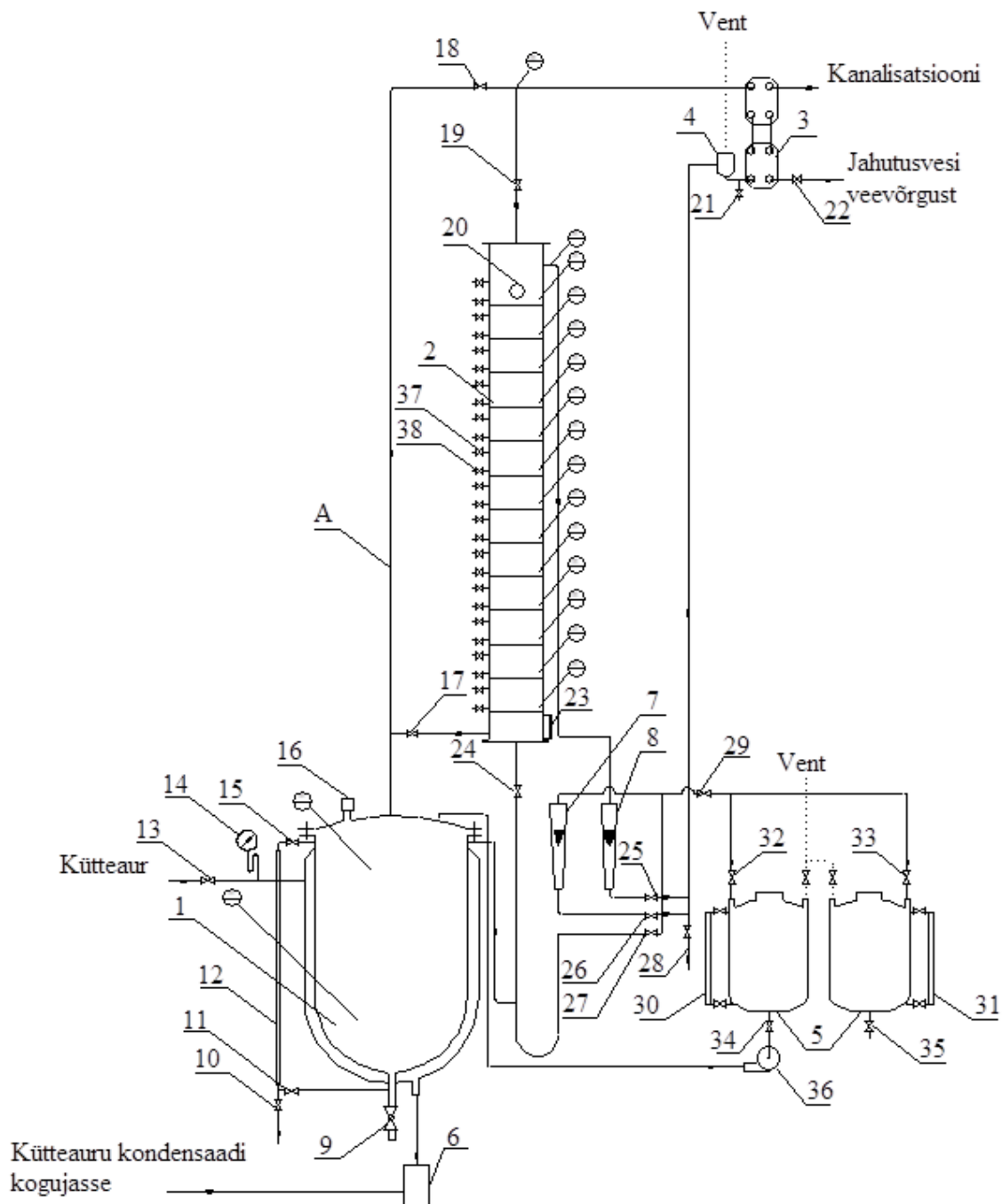
Kolonni kuup 1 mahuga 120 l on varustatud küttaurusärgiga ja kaitseklapiga 16. Küttauru rõhu reguleerimine toimub ventiiliga 13 manomeetri 14 näidu järgi. Küttauru kondensaat väljub särgist läbi kondensaadialdaja 6 ja juhatakse kondensaadi kogujasse.

Katseseadmeprotsessi läbi viia erinevates režiimides. Nendeks on lihtdestillatsioon, perioodiline rerektifikatsioon, pidev rektifikatsioon kolonni destilleerivas osas ja vaakumrektifikatsioon.

Antud töös kasutasime ainult pidevat rektifikatsiooni kolonni destilleerivas osas.

1. Pidev rektifikatsioon kolonni destilleerivas osas

Selleks, et saavutada antud režiimi peavad olema lahti ventiilid 19, 17, 24, 25 ja ventiilid 18 ja 27 peavad olema suletud. Aur läheb kuubist läbi ventiili 17 kolonni. Kolonni tipust väljuvad aurud kondenseeritakse kondensaatoris 3. Osa saadud kondensaadist juhitakse flegmana läbi rotameetri 8 tagasi ülemisele taldrikule kolonni niisutuseks. Ülejäänud osa kondensaadist juhitakse destillaadina läbi rotameetri 7 suunatakse tagasi kuupi. Kolonni alumiselt taldrikult voolab vedelik läbi ventiili 24 tagasi kuupi. Selleks suletakse ventiil 32 ja avatakse seejärel ventiil 27.



Joonis 2.1 Rektifikatsioonikolonni skeem

2.1.2 Mõõdetavad parameetrid

Katseseadmel mõõtsime järgmisi parameetreid:

- **Temperatuurid:**

- auru ja vedeliku temperatuurid kuubis
- auru temperatuur enne kondensaatorit (kolonni tipus)
- kolonni tagasi antava flegma temperatuur
- vedeliku temperatuur kolonni igal taldrikul.

Temperatuuri mõõdetakse termopaaridega, mis on ühendatud andmehõivesüsteemiga. Temperatuure saab jälgida ja salvestada arvutis.

- **Kulud:**

- vastuvõtjasse või kuupi juhitava destillaadi kulu rotameetriga 7;
- kolonni flegmaks juhitava vedeliku kulu rotameetriga 8.

- **Rõhk:**

- kütteauru rõhku kuubi aurusärgis mõõtsime manomeetriga 14.

- **Nivood:**

- vedeliku nivoo kuubis (nivoomõõtja 12),
- vedeliku nivoo kolonni põhjas, 1. taldriku all nivoomõõtjaga 23 ja
- nivoo mahutites (nivoomõõtjad 30 ja 31).

- **Kontsentratsioonid** auru- ja vedelfaasist määrasime proovidest. Proove võtsime igalt taldriku auru- ja vedelfaasist läbi kraanide 37 ja 38, kolonni kuubist läbi kraani 10 ja destillaadist läbi ventiili 21.

Kolonni taldriku aurufaasist võtsime proove läbi spetsiaalse jahuti, mida jahutatakse jääga.

Kontsentratsiooni leidmiseks mõõtsime proovi tihedus tihedusemõõtjaga „Anton Paar“ DMA 5000M ning tiheduse järgi leitakse segu kontsentratsioon.

2.1.3 Katsemetoodika

Töö rektifikatsiooniseadmega koosnes järgmistest etappidest:

- **Ettevalmistused tööks**

Enne tööga alustamist oli vajalik:

- lülitada sisse aurugeneraator vastavalt selle juhendile
- pumpasime lahutatav segu mahutist 5 kolonni kuupi 1. Selleks oli vaja avada kraan 34, lülitada sisse pump 36. Kui kogu segu on pumbatud kuupi, lülitada pump välja ja sulgeda kraan 34;
- lülitasime sisse andmehõiveploki Agilent 34970A (Data acquisition/switch unit) ja arvutis programm **Rektkolonn** temperatuuride seireks;
- kontrollisime kuubis vedeliku nivood

- kontrollisime, et oleksid suletud ventiilid 18, 37, 38, 34, 26, 27, 28, 32, 33;
- ja avatud ventiilid 19, 17, 24, 25;
- võtsime kuubist proovi avades kraani 10 (ventiil 11 peab olema suletud), lasime nivoomõõtjast vedeliku välja, sulgesime seejärel kraani ja avasime ventiili 11 ning kraani 10, võttes uuesti ~200 ml proovi;
- selles proovis määrasime etanooli kontsentratsiooni;
- jahutusvee juhtimiseks kondensaatorisse 3 ja avasime ventiili 22;
- avasime ventiil 13 ja aeglaselt juhtisime kütteauru kuubi aurusärki. Hoidsime kütteauru ülerõhku manomeetri 14 järgi väärtusel 0,8 bar;
- ootasime kolonni stabiliseerumist jälgides selle temperatuure ja aurukatla tööd.

- **Rektifikatsioonikolonni töö lõpmatult suure flegmaarvuga**

Lõpmatu flegmaarvuga kasutatakse töö alustamiseks, selleks et täita kolonni taldrikud vedelikuga ja saavutada töövõime.

Selleks, et viia kolonn töörežiimi, oli vaja sooritada järgmised sammud:

- flegma kulu reguleerisime ventiiliga 25 rotameetri 8 näidu järgi kindlale väärtusele, muutes sujuvalt kütteauru rõhku aurusärgis. Sellel reguleerimisprotsessil oli suur inerts ja kütteauru rõhu muutmine ei avaldu koheselt katseseadme töös;
- kõiki temperatuure jälgiti pidevalt ja salvestati andmefaili, jälgiti, et flegma temperatuur ei tõuseks üle 30-35 °C. Flegma temperatuuri sai reguleerida kondensaatorisse antava jahutusvee kulu muutmisega;
- aparaadi kõigi tööparameetrite stabiliseerumisel, s.t. nende mitte muutumisel 15 min jooksul, alustasime proovide võtmist.

Proovid võetakse:

- kolonni kuubist: võetakse nii, nagu see toimus töö alguses;
- destillaadist: lastes eelnevalt läbi ventiili 21 välja 100 ml vedelikku ning võttes seejärel proovi.

- **Rektifikatsioonikolonni töö etteantud kindla flegmaarvu juures**

Rektifikatsioonikolonni viimine kindla flegmaarvuga pidevasse töörežiimi

Selleks:

- avasime ventiil 27;
- ventiiliga 26 reguleerisime destillaadi kulu kindlale väärtusele;
- reguleerisime ventiiliga 13 kütteauru rõhku nii, et rotameetris 8 saavutatakse selline ujuki asend, mis kindlustab etteantud flegmaarvu väärtuse;

- registreerisime temperatuuri muutumist piki kolonni ja jälgisime kõikide seadme osade tööd;
- pärast kõikide parameetrite stabiliseerumist võtsime proovid destillaadist, kuubijäägist, kolonni taldrikutel auru- ja vedelfaasidest.

- **Töö lõpetamine:**

- sulgesime kütteauru ventiili 13;
- pärast seda, kui ujukid on langenud rotameetrite põhja, sulgesime jahutusvee ventiili 22;
- määrasime etanooli sisaldust võetud proovides läbi tiheduse, mõõtes tihedust aparaadiga „Anton Paar“ DMA 5000M;
- kõik analüüsitud proovid ja jäägid kogusime vastuvõtjasse 5 (vasakpoolne).

2.2. Katsete tulemused

Eksperimendid sooritati kahes osas:

- eelkatsed - rektifikatsiooniseadme osade toimimise kontrollimiseks,
- põhikatse - rektifikatsioonikolonni töö uurimine pidevas töörežiimis.

2.2.1 Eelkatsete tulemused

Eelkatsed viisime läbi vastavalt katsete meetodile.

Eelkatsete tulemused näitasid, et

- kütteauru rõhk peab olema 0,5 kuni 0,8 bar. Kõrgema rõhu korral on kuubis tekkiva auru kulu nii suur, et seadme töö alustamisel ei kondenseeru see alumistel taldrikutel s.t puudub vajalik aur-vedelik kontakt. Seda nägime, kui võtsime proove 1. kuni 6. taldrikult. Üks põhjuseid seisneb selles, et uus kolonn on liiga hästi isoleeritud (5 cm kivivilla ja alumiiniumfoolium);
- kolonnist väljuvate aurude kondensaatori jahutusvee jaoks tuleb paigaldada kulumõõtja. Nimelt ilma kulu teadmata on raske reguleerida aurude kondensaatori tööd;
- flegma temperatuur sissevoolul kolonni peab olema 17 – 20°C, selleks, et tagada vedelfaasi olemasolu taldrikutel;
- kolonnist väljuvate aurude kondensaadi koguja 4 on vaja täiustada, et vältida kondensaadi väljavoolu ventilatsiooniliini kaudu;
- hüdrauliline takistus enne flegma ja destillaadi rotameetreid oli tõenäoliselt liiga suur, mille tõttu vedeliku liikumine flegma torus oli takistatud ning vedelik kogunes kondensaadi kogujas 4.

Arvutuste läbiviimise ajal leidsime vanas juhendis mõned vead, mis sai parandatud:

- täpsustati gaasifaasi difusioonikoefitsiendi arvutamise võrrandeid;
- täpsustati massiülekande teguri arvutamise empiirilist võrrandit, milles oli ühiku viga;
- samuti asendati seadme skeem uuega ning tehti vastavad parandused tekstis (seadme osade numeratsioon).

2.2.2 Pideva rektifikatsiooni katsete tulemused

Pideva rektifikatsiooni uurimisel kasutati 2 töörežiimi:

- flegmaarv $R=\infty$;
- flegmaarv $R=2$.

Katses režiimil $R=\infty$ mõõdetud temperatuurid on esitatud tabelis 2.1 ning sellest on näha, et temperatuurid esimesel kolmel praktiliselt ei muutu. Võib järeldada, et nendel segu lahutamist ei toimu. Samuti on huvitav märkida kõrgeid temperatuure eriti kolonni esimestel taldrikutel. Nähtus võib olla tingitud hüdrostaatilisest rõhust kolonni kuubis.

Tabel 2.1. Temperatuurijaotus rektifikatsioonikolonnis, $R=\infty$

JRK Nr	Mõõdetav suurus	Ühik	Aeg, min		
			30	45	55
1	Küttauru rõhk	bar	0,8	0,8	0,8
2	Destillaadi kulu	l/min	0	0	0
3	flegma kulu	l/min	1,1	1,2	1,1
4	Vedeliku temp. kuubis	°C	102,5	102,7	102,8
5	Auru temp Kuubis	°C	102	102,2	102,3
6	Kolonni tipu temp.	°C	75,8	76,0	76,1
7	Flegma temp.	°C	15,2	15,3	15,4
8	Temperatuur taldrikul 1	°C	102,1	102,5	102,4
9	Temperatuur taldrikul 2	°C	102,1	102,4	102,4
10	Temperatuur taldrikul 3	°C	102,0	102,2	102,3
11	Temperatuur taldrikul 4	°C	101,7	101,9	102,0
12	Temperatuur taldrikul 5	°C	100,3	100,3	100,6
13	Temperatuur taldrikul 6	°C	95,0	95,4	95,5
14	Temperatuur taldrikul 7	°C	85,8	85,7	86,1
15	Temperatuur taldrikul 8	°C	82,2	82,3	82,5
16	Temperatuur taldrikul 9	°C	81,0	81,2	81,2
17	Temperatuur taldrikul 10	°C	80,3	80,5	80,6
18	Temperatuur taldrikul 11	°C	80,0	80,1	80,2
19	Temperatuur taldrikul 12	°C	79,7	79,9	80,0

Katse mõõdetud temperatuurijaotus kolonnis režiimil R=2 on esitatud tabelis 2.2. Siin võib märgata ühesugust temperatuuri juba esimesel 6-el taldrikul. Võib järeldada, et need taldrikud kokku annavad ühe teoreetilise taldriku, mis oluliselt vähendab kolonni efektiivsust.

Tabel 2.2. Temperatuurijaotus rektifikatsioonikolonnis, R=2

JRK NR	Mõõdetud suurus	Ühik	Aeg, min		
			30	45	55
1	Küttauru rõhk	bar	0,8	0,8	0,8
2	Destillaadi kulu [D]	l/min	0,55	0,55	0,55
3	flegma kulu [L]	l/min	1,1	1,1	1,1
4	Vedeliku temp. kuubis	°C	97,9	98,0	98,1
5	Auru temp. Kuubis	°C	97,4	97,4	97,6
6	Kolonni tipu temp.	°C	78,1	78,4	78,5
7	Flegma temp.	°C	16,1	16,3	16,2
8	Temperatuur taldrikul 1	°C	97,6	97,7	97,8
9	Temperatuur taldrikul 2	°C	97,5	97,6	97,7
10	Temperatuur taldrikul 3	°C	97,4	97,5	97,6
11	Temperatuur taldrikul 4	°C	97,4	97,45	97,6
12	Temperatuur taldrikul 5	°C	97,3	97,42	97,5
13	Temperatuur taldrikul 6	°C	97,3	97,3	97,5
14	Temperatuur taldrikul 7	°C	96,9	97,0	97,2
15	Temperatuur taldrikul 8	°C	96,0	96,3	96,5
16	Temperatuur taldrikul 9	°C	92,6	93,7	93,6
17	Temperatuur taldrikul 10	°C	87,3	88,8	86,2
18	Temperatuur taldrikul 11	°C	83,6	84,2	84,1
19	Temperatuur taldrikul 12	°C	81,9	82,2	82,2

Režiimi $R=\infty$ jaoks tiheduse ja faaside koostise andmed on esitatud tabelis 2.3 ning samad andmed režiimi $R=2$ jaoks on esitatud tabelis 2.4. Nendes esineb analoogne tendents nagu temperatuurijaotuses. Režiimil $R=\infty$ ei muutu segu koostis esimesel 3 taldrikul ja režiimil $R=2$ on esimesel 7 taldrikul.

Tabel 2.3. Faaside tihedus ja koostis rektifikatsiooniseadmes režiimil $R=\infty$

Flegmaarv $R = \infty$	Vedelfaasi koostis, x			Aurufaasi koostis, y		
	Proovivõtmise koht	Tihedus, g/cm ³	mass%	mool%	Tihedus, g/cm ³	mass%
Kuup	0,995	1,5	0,59	-	-	-
Destillaat	0,8193	89,2	76,4	-	-	-
1. taldrik	0,9976	0,4	0,16	0,9976	0,4	0,16
2. taldrik	0,9981	0,1	0,04	0,9977	0,4	0,16
3. taldrik	0,998	0,1	0,04	0,9972	0,6	0,24
4. taldrik	0,9974	0,5	0,20	0,9946	1,9	0,75
5. taldrik	0,9948	1,8	0,71	0,982	9,8	4,1
6. taldrik	0,9815	10,2	4,3	0,9395	37,8	19,2
7. taldrik	0,9426	36,4	18,3	0,883	63,5	40,5
8. taldrik	0,8858	62,6	39,6	0,8529	76,2	55,6
9. taldrik	0,854	75,5	54,6	0,8389	81,9	63,9
10. taldrik	0,8402	80,6	61,9	0,8303	85,2	69,3
11. taldrik	0,8312	84,9	68,7	0,8247	87,4	73,1
12. taldrik	0,8263	86,8	72,0	0,8214	88,7	75,4
13. taldrik	0,8236	87,9	74,0	0,819	89,3	76,5

Tabel 2.4. Faaside tihedus ja koostis rektifikatsiooniseadmes režiimil $R=2$

Flegmaarv $R = 2$	Vedelfaasi koostis, x			Aurufaasi koostis, y		
	Proovivõtmise koht	Tihedus, g/cm ³	mass%	mool%	Tihedus, g/cm ³	mass%
Kuup	0,987	6,5	2,6	-	-	-
Destillaat	0,8363	82,8	65,3	-	-	-
1. taldrik	0,989	5,1	2,1	0,9434	35,7	17,8
2. taldrik	0,9894	4,9	1,98	0,9325	41,3	21,6
3. taldrik	0,9896	4,9	1,98	0,9458	34,5	17,1
4. taldrik	0,9894	4,9	1,98	0,9449	35	17,4
5. taldrik	0,9895	4,9	1,98	0,9495	32,4	15,8
6. taldrik	0,9894	4,9	1,98	0,9399	37,8	19,2
7. taldrik	0,9891	5,1	2,1	0,9436	35,8	17,9
8. taldrik	0,9875	6	2,4	0,9346	40,3	20,9
9. taldrik	0,9815	10,2	4,3	0,9235	45,5	24,6
10. taldrik	0,9621	24,7	11,4	0,8885	61,1	38,1
11. taldrik	0,9109	51,3	29,2	0,8599	73,1	51,5
12. taldrik	0,873	67,7	45,1	0,8482	78,1	58,2
13. taldrik	0,8503	77,1	56,8	0,8365	82,7	65,2

2.2.3 Tegelik flegmaarvu leidmine R = 2

Tuleb arvestada, et katse käigus mõõdetud flegma kulu ei esita reaalsust täielikult st. see on fiktiivne suurus. Kui külm flegma juhatakse kolonni kõige ülemisele taldrikule, siis see soojeneb flegma keemistemperatuurini ning selleks saadakse soojust aurudelt, mille tõttu kondenseerub ülemisel taldrikul ka osa aurufaasist, mis samuti hakkab alla voolama. Selle tulemusena on ka flegmaarv suurem. Tegelik flegmaarvu leidmiseks leitakse etanooli ja vee tihedused flegma temperatuuril, võttes aluseks viimasel ajahetkel registreeritud väärtuse.

Tabel 2.5. Vee ja etanooli tihedused flegma temperatuuril

	Flegma koostis y_D , mool%	Etanooli tihedus, kg/m ³	Vee tihedus, kg/m ³	Segu tihedus, kg/m ³
R = 2	65,3	792,6	998,87	985,46
R = ∞	76,4	793,4	999	995,9

Tabelis 2.5. esitatud segu tihedus on arvatud järgmiselt [12]:

$$P_{\text{segu}} = (\rho_{\text{EtOH}} * x/100) + (\rho_{\text{H}_2\text{O}} * (1-x/100)) \quad (2.1)$$

$$P_{\text{segu}} = (792,6 * 6,5/100) + (998,87 * (1-6,5/100)) = 985,4 \text{ kg/m}^3$$

Seejärel arvutatakse flegma ja destillaadi masskulud (kg/s) lähtudes rotameetriga mõõdetud mahtkuludest (l/min) valemiga 2.2 ning tulemused on esitatud tabelis 2.6

$$G = \frac{a10^{-3}\rho_D}{60} \quad (2.2)$$

kus a - rotameetri näit, l/min; ρ_D - destillaadi tihedus flegma temperatuuril t_R , kg/m³

$$L = 1,1 * 10^{-3} * 985,46 / 60 = 0,0181 \text{ kg/s}$$

Tabel 2.6. Flegma ja destillaadi masskulud

Flegma kulu, R=∞, kg/s	0,0183
Destillaadi kulu, R=2, kg/s	0,009
Flegma kulu, R=2, kg/s	0,0181

Leitakse etanooli ja vee aurumissoojused Lisa 3. tabelist, mis tulevad $H_{\text{vap,EtOH}} = 913,4$ kJ/kg ja $H_{\text{vap,H}_2\text{O}} = 2453,6$ kJ/kg

Arvutatakse flegma aurustumissoojus ΔH_{vap} valemiga 2.3 [12] ning tulemused on esitatud tabelis 2.7.:

$$\Delta H_{\text{vap}} = H_{\text{vap, EtOH}} * \bar{x} + H_{\text{vap, H}_2\text{O}} * (1 - \bar{x}) \quad (2.3)$$

$$\Delta H_{\text{vap}} = 913,4 * 82,8/100 + 2453,6 * (1-82,8/100) = 1178,31 \text{ kJ/kg}$$

Tabel 2.7. Aurustumissoojused töörežiimidel $R=\infty$ ja $R=2$

	ΔH_{vap} , kJ/kg
R=∞	1079,74
R=2	1178,31

Flegma soojusmahtuvus c_D arvutatakse samuti kui aditiivne suurus temperatuuril $\bar{t} = \frac{(t_R + t_R^b)}{2}$; kus t_R on flegma temperatuur ja t_R^b kolonni tipu temperatuur. Arvutatud temperatuurid on esitatud tabelis 2.8.

Tabel 2.8. Flegma ja kolonnitipu temperatuurid

	30 min	45 min	55 min	keskmise
Temp, R = ∞, °C	45,505	45,645	45,715	45,62
Temp, R = 2, °C	47,09	47,345	47,365	47,27

Etanooli ja vee soojusmahtuvused c_{EtOH} ja c_{H_2O} keskmistel temperatuuridel leitakse tabelist Lisa 3. [2] ning on esitatud tabelis 2.9

Tabel 2.9. Etanooli ja vee soojusmahtuvused keskmistel temperatuuridel

	c_{EtOH} , kJ/(kg K)	c_{H_2O} , kJ/(kg K)
R=∞	2,82	4,18
R=2	2,84	4,18

Nüüd arvutatakse flegma soojusmahtuvus c_D valemiga 2.4 [12] ning tulemused on esitatud tabelis 2.10

$$c_D = c_{EtOH}\bar{x} + c_{H_2O}(1 - \bar{x}) \quad (2.4)$$

$$C_R = 2,84 * 82,8/100 + 4,18 * (1 - 82,8/100) = 3,07 \text{ kJ/(kg*K)}$$

Tabel 2.10. Flegma soojusmahtuvus töörežiimidel $R=\infty$ ja $R=2$

	C_R , kJ/(kg K)
R=∞	2,96
R=2	3,07

Flegma soojendamiseks keemistemperatuurini vajalik soojushulk saadakse aurude kondensatsioonil. Kui kondenseerunud aurude kulu on G_y' ja aurumissoojus on ΔH_{vap} , siis saab soojusbilansi ülemise taldriku jaoks esitada järgmiselt:

$$G_y' \Delta H_{vap} = DR c_R (t_R^b - t_R) \quad (2.5)$$

Sellest bilansist on võimalik arvutada kondenseerunud aurude kulu järgmiselt:

$$G'_y = DRc_R(t_R^b - t_R) / \Delta H_{vap}$$

$$G'_y = 0,009 * 2 * 3,07 * (78,48 - 16,25) / 1178,314 = 0,0029 \text{ kg/s}$$

Seega on piki kolonni ülevalt alla voolava vedeliku kulu G_x leitav valemiga 2.6:

$$G_x = DR + G'_y \quad (2.6)$$

$$G_x = 0,009 * 2 + 0,0029 = 0,021 \text{ kg/s}$$

Nüüd saab arvutada tegeliku flegma arvu väärtuse valemiga 2.7:

$$R_y = \frac{G_x}{D} = \frac{DR + G'_y}{D} \quad (2.7)$$

Režiimil $R=2$ on tegelikuks flegmaarvuks $R_y = 2.32$

$$R_y = 0,021 / 0,009 = 2,32$$

2.2.4 Aurufaasi massiülekande teguri leidmine

Aurufaasi massiülekande teguri arvutamiseks kasutatakse empiirilisi võrrandeid. Antud rektifikatsioonikolonni jaoks sobib järgmine võrrand [7]:

$$k_{yS} = \frac{D_y}{22,41} (0,79 Re_y + 11000) \quad (2.8)$$

Selleks, et massiülekande tegurit arvutada on vaja eelnevalt leida aurufaasidifusioonikoefitsient ja Re arvu väärtus.

Antud juhul võib teha lihtsustuse, et massiülekande tegur leitakse aurufaasi keskmise temperatuuri ja koostise juures.

Seega esimeseks sammuks on lihtsustuse eesmärgil leida keskmine auru temperatuur $t_{aur,kesk}$, keskmine vedeliku temperatuur $t_{ved,kesk}$, keskmine auru sisaldus y_{kesk} ning keskmine vedeliku sisaldus x_{kesk} . Selleks kasutatakse andmeid tabelitest 2.1-2.3 ning valemeid 2.9 -2.12:

$$t_{ved,kesk} = \frac{t_{vtk} + t_{12}}{2} \quad (2.9)$$

$$t_{aur,kesk} = \frac{t_{atk} + t_{tipp}}{2} \quad (2.10)$$

$$y_{kesk} = \frac{y_d + y_1}{2} \quad (2.11)$$

$$x_{kesk} = \frac{x_{13v} + x_{1v}}{2} \quad (2.12)$$

Saadud tulemused on esitatud tabelis 2.11:

Tabel 2.11. Keskmised temperatuuri ja konsentratsioonide väärtused

	R=∞	R=2
t_{ved,kesk}	91,4°C e 364,4K	90,2°C e 363,2K
t_{aur,kesk}	89,2°C e 362,2K	88,1°C e 361,1K
y_{kesk}	38,26%	41,59%
x_{kesk}	37,07%	29,45%

Edasisteks arvutusteks läheb vaja etanooli ja vee viskoossuse sõltuvusi temperatuurist. Tabelis 2.12 on toodud eeltoodud ainete viskoossused keskmistel temperatuuridel:

Tabel 2.12. Vee ja etanooli viskoossused kolonni temperatuuridel [5]

	R=∞	R=2
μ_{H₂O}, Pa*s	0,000012	0,000012
μ_{EtOH}, Pa*s	0,000011	0,0000109

Etanooliauru viskoossused on arvatud valemiga 2.13:

$$\mu_{EtOH} = 8,41 \cdot 10^{-6} + 2,82 \cdot 10^{-8} \cdot t \quad (2.13)$$

kus t [°C] ja μ_{EtOH} ;[Pa*s].

$$\mu_{EtOH} = 8,41 \cdot 10^{-6} + 2,82 \cdot 10^{-8} \cdot 89,17 = 0,000011 \text{ Pa*s}$$

Seejärel tuleb arvutada aurufaasi viskoossus μ_y valemiga 2.14 [3] mille tulemused on esitatud tabelis 2.13:

$$\mu_y = \frac{y\mu_{EtOH}\sqrt{M_{EtOH}T_{EtOH}^C} + (1-y)\mu_{H_2O}\sqrt{M_{H_2O}T_{H_2O}^C}}{y\sqrt{M_{EtOH}T_{EtOH}^C} + (1-y)\sqrt{M_{H_2O}T_{H_2O}^C}} \quad (2.14)$$

kus T_{EtOH}^C , $T_{H_2O}^C$ - etanooli ja vee kriitilised temperatuurid- $T_{EtOH}^C = 516,2 \text{ K}$; $T_{H_2O}^C = 647,3 \text{ K}$;

μ_{EtOH} , μ_{H_2O} - etanooli ja vee aurude viskoossused, Pa*s, temperatuuril T .

$$\mu_y = \frac{\frac{38,26}{100} \cdot 0,000011 \sqrt{46 \cdot 516,2} + \left(1 - \frac{38,26}{100}\right) 0,000012 \sqrt{18 \cdot 647,3}}{\frac{38,26}{100} \sqrt{46 \cdot 516,2} + \left(1 - \frac{38,26}{100}\right) \sqrt{18 \cdot 647,3}} = 0,0000115 \text{ Pa*s}$$

Tabel 2.13. Arvatud aurufaasi viskoossuse väärtused töörežiimidel R=∞ ja R=2

	R=∞	R=2
μ_y, Pa*s	0,0000115	0,00001

Edasi arvutatakse aurufaasi molaarmassid M_y valemiga 2.15 ning tulemused on esitatud tabelis 2.14:

$$M_y = yM_{EtOH} + (1 - y)M_{H_2O} \quad (2.15)$$

kus y on etanooli moolosa destillaadis.

$$M_y = 38,26/100 \cdot 46 + (1 - 38,26/100) \cdot 18 = 28,71$$

Tabel 2.14. Arvatud aurufaasi molaarmassid töörežiimidel R=∞ ja R=2

	R=∞	R=2
M_y	28,71	29,64

Edasi arvutatakse aurufaasi tihedused ρ_y valemiga 2.16 [12] mille tulemused on esitatud tabelis 2.15:

$$\rho_y = \frac{M_y^{273,15}}{22,41T} \quad (2.16)$$

kus M_y on aurufaasi molaarmass kolonni selles punktis.

$$\rho_y = 28,71 * 273,15 / (22,41 * 362,17) = 0,966 \text{ kg/m}^3$$

Tabel 2.15. Arvutatud aurufaasi tihedused töörežiimidel $R=\infty$ ja $R=2$

	R=∞	R=2
$\rho_y, \text{ kg/m}^3$	0,966	1,001

Edasi arvutatakse aurufaasi mahtkulud V_y valemiga 2.17 [2] mille tulemused on esitatud tabelis 2.16:

$$V_y = \frac{D(R_y+1)22,41T}{M_y^{273,15}} \quad (2.17)$$

$$V_y = 0,0183 * (2,32 + 1) * 22,41 * 362,17 / (28,71 * 273,15) = 0,0628 \text{ m}^3/\text{s}$$

Tabel 2.16. Arvutatud aurufaasi mahtkulud töörežiimidel $R=\infty$ ja $R=2$

	R=∞	R=2
$V_y, \text{ m}^3/\text{s}$	0,0628	0,03

Järgmiseks arvutatakse aurufaasi kiirus u_y valemiga 2.18 [12] mille tulemused on esitatud tabelis 2.17:

$$u_y = \frac{4V_y}{\pi d_{kol}^2} \quad (2.18)$$

kus d_{kol} - kolonni siseläbimõõt, $d_{kol} = 0,2 \text{ m}$;

$$u_y = 4 * 0,0628 / (3,14 * 0,2^2) = 2,0 \text{ m/s}$$

Tabel 2.17. Arvutatud aurufaasi kiirused töörežiimidel $R=\infty$ ja $R=2$

	R=∞	R=2
$u_y, \text{ m/s}$	2,0	0,96

Järgmiseks arvutatakse Re arv Re_y valemiga 2.19 [3] mille tulemused on esitatud tabelis 2.18:

$$Re_y = \frac{u_y h \rho_y}{\mu_y} \quad (2.19)$$

kus h - süsteemi lineaarmõõt, võetakse: $h = 1 \text{ m}$.

$$Re_y = 2 * 1 * 0,966 / 0,0000115 = 168000$$

Tabel 2.18. Arvutatud Re arv väärtused töörežiimidel R=∞ ja R=2

	R=∞	R=2
Re_y	168000,0	84078,58

Järgmiseks sammuks on etanooli difusioonikoefitsentide arvutamine valemiga 1.41. Selle kasutamiseks tuleb eelnevalt arvutada etanooli ja vee eriaatomdifusioonimahud v_i tabel 1.1 andmetega. Sellest tuleb, et $v_{i,\text{EtOH}} = 50,36$ ja $v_{i,\text{H}_2\text{O}} = 9,45$. Saadud koefitsiendid on esitatud tabelis 2.19:

$$D_y = 1,013 \cdot 10^{-7} \cdot 362,17^{1,75} \cdot (1/18 + 1/46)^{1/2} / (1,01 \cdot ((50,36)^{1/3} + (9,45)^{1/3})^2) = 2,48 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$$

Tabel 2.19. Etanooli difusioonikoefitsendid töörežiimidel R=∞ ja R=2

	R=∞	R=2
D_y, m²/s	0,0000248	0,0000247

Kõikide eelpool saadud väärtustega saab nüüd arvutada aurufaasi massiülekande tegurid k_{ys} valemiga 2.8, mille tulemused on toodud tabelis 2.20:

$$k_{ys} = 0,0000248/22,41 \cdot (0,79 \cdot 168000 + 11000) = 0,1594 \text{ m}^2 \cdot \text{s}$$

Tabel 2.20. Aurufaasi massiülekande tegurid töörežiimidel R=∞ ja R=2

	R=∞	R=2
k_{ys}, kmool/(m²·s)	0,1594	0,0854
k_{ys}, mool/(m²·s)	159,4	85,43

2.2.5 Vedelfaasi massiülekande teguri leidmine

Vedelfaasi massiülekande teguri arvutamiseks kasutatakse empiirilisi võrrandeid. Antud rektifikatsioonikoloni jaoks sobib järgmine võrrand [11]:

$$k_{xS} = \frac{10,55 \rho_x D_x}{M_x} (Sc_x)^{0,62} \quad (2.20)$$

Selleks, et massiülekande tegurit arvutada on vaja eelnevalt leida vedelfaasidifusioonikoefitsent ja Sc arvu väärtus. Antud juhul võib teha lihtsustuse, et massiülekande tegur leitakse vedelfaasi keskmise temperatuuri ja koostise juures.

Tabelites 2.21 on toodud vee ja etanooli tihedused ja viskoossus temperatuuril 20 C ning tabelis 2.22 on toodud vee ja etanooli tihedused erinevatel režiimidel keskmisel temperatuuril $t_{\text{ved. kesk}}$ mida läheb tulevastes arvutustes vaja.

Tabel 2.21. Vee ja etanooli viskoossused ja tihedus 20°C juures [4]

	$\mu_{aine}^{20^\circ}$ mPa*s	$\rho_{aine}^{20^\circ}$ kg/m ³
Vesi	1,0005	998,19
Etanool	1,18	789,4

Tabel 2.22. Vee ja etanooli tihedused erinevatel režiimidel keskmisel temperatuuril t_{ved. kesk} [4]

R=∞		R=2	
Vesi, kg/m ³	Etanool, kg/m ³	Vesi, kg/m ³	Etanool, kg/m ³
964,35	723,1	965,17	724,4

Alguses on vaja arvutada vedelfaasi viskoossus temperatuuril 20°C $\mu_x^{20^\circ}$ kasutades valemit 2.21 [12] ning tulemused on esitatud tabelis 2.23:

$$\log \mu_x^{20^\circ} = x \log \mu_{EtOH}^{20^\circ} + (1-x) \log \mu_{H_2O}^{20^\circ} \quad (2.21)$$

$$\log \mu_x^{20^\circ} = 37,07/100 * \log(1,18) + ((100-37,07)/100) * \log(1,0005) = 0,0268$$

$$\mu_x^{20^\circ} = 10^{0,0268} = 1,06 \text{ mPa*s}$$

Tabel 2.23. Vedelfaasi viskoossused 20°C juures töörežiimidel R=∞ ja R=2

	$\mu_x^{20^\circ}$, mPa*s
R=∞	1,06
R=2	1,05

Edasi arvutatakse moolmahud $V_{EtOH}^{20^\circ}$, $V_{H_2O}^{20^\circ}$ kasutades valemeid 2.22 ja 2.23 [12] ning mille tulemused on esitatud tabelis 2.24:

$$V_{EtOH}^{20^\circ} = \frac{10^3 M_{EtOH}}{\rho_{EtOH}^{20^\circ}} \quad (2.22)$$

$$V_{H_2O}^{20^\circ} = \frac{10^3 M_{H_2O}}{\rho_{H_2O}^{20^\circ}} \quad (2.23)$$

$$V_{EtOH}^{20^\circ} = 1000 * 46 / 789,4 = 58,27 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

Tabel 2.24. Etanooli ja vee moolmahud

	Moolmaht, cm³/mol
Etanool	58,27
Vesi	18,03

Edasi arvutatakse vedelfaasi tihedus 20°C juures valemiga 2.24 ja tulemused on esitatud tabelis 2.25:

$$\rho^{20^\circ} = \frac{x}{100} * \rho_{EtOH}^{20^\circ} + \left(1 - \frac{x}{100}\right) * \rho_{H_2O}^{20^\circ} \quad (2.24)$$

$$\rho^{20^\circ} = 37,07/100 * 789,4 + (1 - 37,07/100) * 998,19 = 920,8 \text{ kg/m}^3$$

Tabel 2.25. Vedelfaasi tihedused 20°C juures

	$\rho^{20^\circ\text{C}}, \text{ kg/m}^3$
R=∞	920,8
R=2	936,7

Järgnevalt arvutatakse vedelfaasi viskoossused vastavalt valemile 2.21, kasutades viskoossuseid tabelist 2.26, mille tulemused on esitatud tabelis 2.27:

Tabel 2.26. Vee ja etanooli viskoossused keskmistel temperatuuridel [4]

	$\mu_{H_2O}, \text{ Pa}\cdot\text{s}$	$\mu_{EtOH}, \text{ Pa}\cdot\text{s}$
R=∞	0,00031	0,00001
R=2	0,00031	0,00001

Tehakse arvutuse näide töörežiimil R=∞:

$$\log \mu_x = 37,07/100 * \log(0,00001) + ((100-37,07)/100) * \log(0,00031) = -4,05$$

$$\mu_x = 10^{-4,05} = 0,000089 \text{ Pa}\cdot\text{s}$$

Tabel 2.27. Vedelfaasi viskoossused töörežiimidel R=∞ ja R=2

	$\mu_x, \text{ Pa}\cdot\text{s}$
R=∞	0,000089
R=2	0,00011

Järgnevalt arvutatakse temperatuurikoefitsient b valemiga 2.25 [12], mille tulemused on esitatud tabelis 2.28:

$$b = 0,2 \frac{\sqrt{\mu_x^{20^\circ}}}{\sqrt[3]{\rho_x^{20^\circ} \cdot g}} \quad (2.25)$$

$$b = 0,2 * (1,063)^{1/2} / (920,8 * 9,81)^{1/3} = 0,0099$$

Tabel 2.28. Temperatuurikoefitsendid töörežiimidel R=∞ ja R=2

	b
R=∞	0,0099
R=2	0,0098

Järgnevalt arvutatakse etanooli difusioonikoefitsent 20°C juures valemiga 2.26 [12], mille tulemused on esitatud tabelis 2.29:

$$D_x^{20^\circ} = \frac{1 \times 10^{-6}}{AB \sqrt{\mu_x^{20^\circ} [(V_{EtOH}^{20^\circ})^{1/3} + (V_{H_2O}^{20^\circ})^{1/3}]^2}} \sqrt{\frac{1}{M_{EtOH}} + \frac{1}{M_{H_2O}}} \quad (2.26)$$

kus $A = 1,24$, $B = 4,7$.

$$D_x^{20^\circ} = 10^{-6} / (1,24 * 4,7 * (1,063)^{1/2} * ((58,27)^{1/3} + (18,03)^{1/3})^2) * (1/18 + 1/46)^{1/2} = 1,09 * 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$$

Tabel 2.29. Etanooli difusioonikoefitsendid 20°C juures töörežiimidel $R = \infty$ ja $R = 2$

	$D_x^{20^\circ}, \text{ m}^2/\text{s}$
R = ∞	$1,09 * 10^{-9}$
R = 2	$1,10 * 10^{-9}$

Edasi arvutatakse etanooli difusioonikoefitsendid temperatuuril $t_{\text{ved,kesk}}$ kasutades valemit 2.27 [2], mille tulemused on esitatud tabelis 2.30:

$$D_x = D_x^{20^\circ} [1 + b(t - 20)] \quad (2.27)$$

$$D_x = 1,09 * 10^{-9} [1 + 0,0099(91,41 - 20)] = 1,87 * 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$$

Tabel 2.30. Etanooli difusioonikoefitsendid keskmistel temperatuuridel

	$D_x, \text{ m}^2/\text{s}$
R = ∞	$1,87 * 10^{-9}$
R = 2	$1,86 * 10^{-9}$

Järgnevalt arvutatakse vedelfaasi tihedused (kasutades komponentide tihedusi tabelist 2.22) kasutades analoogset meetodit valemile 2.24, mille tulemused on esitatud tabelis 2.31:

$$\rho_x = 37,07/100 * 723,1 + (1 - 37,07/100) * 964,35 = 874,9 \text{ kg/m}^3$$

Tabel 2.31. Vedelfaasi tihedused töörežiimidel $R = \infty$ ja $R = 2$

	$\rho_x, \text{ kg/m}^3$
R = ∞	874,9
R = 2	894,2

Järgnevalt arvutatakse Schmidt'i arvu kasutades valemit 2.28 [3], mille tulemused on esitatud tabelis 2.32:

$$Sc_x = \frac{\mu_x}{\rho_x D_x} \quad (2.28)$$

$$Sc_x = 0,000089 / (874,9 * 1,87 * 10^{-9}) = 54,5$$

Tabel 2.32. Arvutatud Schmidti arvu väärtused töörežiimidel $R=\infty$ ja $R=2$

	Sc_x
$R=\infty$	54,5
$R=2$	71,4

Järgnevalt arvutatakse vedelfaasi molaarmassid analoogselt valemile 2.24, mille tulemused on esitatud tabelis 2.33:

$$M_x = 37,07/100 * 46 + (1 - 37,07/100) * 18 = 28,38$$

Tabel 2.33. Vedelfaasi molaarmassid töörežiimidel $R=\infty$ ja $R=2$

	M_x
$R=\infty$	28,38
$R=2$	26,25

Lõpuks saab arvutada vedelfaasi massiülekanne teguri kasutades valemit 2.20, mille tulemused on esitatud tabelis 2.34:

$$k_{xs} = 10,55 * 874,93 * 1,87 * 10^{-9} / 28,38 * 54,5^{0,62} = 0,0000073 \text{ kmol}/(\text{m}^2 * \text{s}) = 0,0073 \text{ mol}/(\text{m}^2 * \text{s})$$

Tabel 2.34. Vedelfaasi massiülekanne tegurid

	$k_{xs}, \text{ kmol}/(\text{m}^2 * \text{s})$	$k_{xs}, \text{ mol}/(\text{m}^2 * \text{s})$
$R=\infty$	0,0000073	0,0073
$R=2$	0,000009	0,009

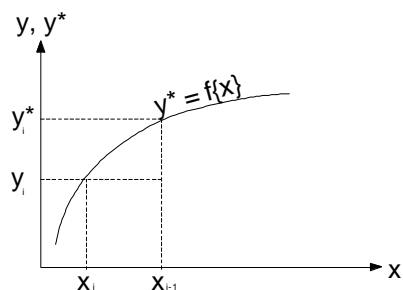
2.2.6 Kineetilise joone konstrueerimine

Mugava ülevaate tagamiseks tuuakse tähtsamad parameetrid, mida läheb edasistes arvutustes vaja, välja tabelis 2.35:

Tabel 2.35. Auru ja vedelfaasi iseloomustavad parameetrid

	$R = \infty$	$R = 2$
$t_{\text{ved,kesk}}$	91,4C e. 364,4K	90,2C e. 363,2K
$t_{\text{aur,kesk}}$	89,2C e. 362,2K	88,1C e. 361,1K
y_{kesk}	38,26%	41,59%
x_{kesk}	37,07%	29,45%
$k_{ys}, \text{ mol}/(\text{m}^2 * \text{s})$	159,45	85,43
$k_{xs}, \text{ mol}/(\text{m}^2 * \text{s})$	0,0073	0,009

Selleks et konstrueerida kineetilist joont on eelnevalt vaja leida suhe C_y . Selleks tuleb arvutada tasakaalukonstant m vastavalt joonisele 2.2 diagrammil valitud igale kontsentratsioonile x_i väärtusele eraldi ning kasutada valemit 2.29 [8]. Tulemused on esitatud tabelis 2.36:



Joonis 2.2. Tasakaalu konstandi leidmise meetod

$$m = \frac{dy}{dx} = \frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{y_{i-1}^* - y_i}{x_i - x_{i-1}} \quad (2.29)$$

$$m_1 = (50 - 34) / (15 - 5) = 1,6$$

Tabel 2.36. Tasakaalu konstandi m leidmine

x	y	m
5	34	1,6
15	50	0,6
25	56	0,33
40	61	0,47
55	68	0,53
70	76	0,67
85	86	

Edasi tuleb arvutada massiläbikande tegurid K_{yS} igale m väärtusele kasutades valemit 2.30 [12], mille tulemused on esitatud tabelis 2.37:

$$K_{yS} = \frac{1}{\frac{1}{k_{yS}} + \frac{m}{k_{xS}}} \quad (2.30)$$

$$m_{1R=\infty} = 1 / (1/159,45 + 1,6/0,0073) = 0,0045$$

Tabel 2.37. Massi läbikande tegurid erinevate tasakaalukonstandi väärtuste juures

Tasakaalukonstant	Massiläbikandetegur, mol/(m²*s)	
	R=∞	R=2
1,6	0,0045	0,01
0,6	0,0121	0,02
0,33	0,0218	0,03
0,47	0,0155	0,02
0,53	0,0136	0,02
0,67	0,0109	0,01

Järgnevalt arvutan ülekandeühikute arvu N_{oy} kasutades valemit 2.31 [10], mille tulemused on esitatud tabelis 2.38:

$$N_{oy} = \frac{22,41}{u_y} \frac{T}{273,15} \Phi K_{yS} \quad (2.31)$$

Kus Φ – taldriku tööpinna ja kolonni ristlõikepindala suhe: $\Phi = 0,85$

Tehakse arvutuse näide m1 alusel režiimil $R=\infty$:

$$N_{oy} = 22,41/2,0 * 362,17/273,15 * 0,0045 = 0,06$$

Tabel 2.38. Ülekandeühikute arvud erinevate tasakaalukonstandi väärtuste juures

Tasakaalukonstandid	Ülekandeühikute arv N_{oy}	
	$R=\infty$	$R=2$
1,6	0,06	0,15
0,6	0,15	0,41
0,33	0,28	0,74
0,47	0,20	0,53
0,53	0,17	0,46
0,67	0,14	0,37

Nüüd saab arvutada suhet C_y kasutades seost $e^{N_{oy}} = C_y$ [9], mille tulemused on esitatud tabelis 2.39:

$$C_{y_{m1,R=\infty}} = e^{0,06} = 1,06$$

Tabel 2.39. Suhted C_y erinevate tasakaalukonstandi väärtuste juures

Tasakaalu konstandid	Suhe C_y	
	$R=\infty$	$R=2$
1,6	1,06	1,2
0,6	1,16	1,5
0,33	1,32	2,1
0,47	1,22	1,7
0,53	1,2	1,6
0,67	1,15	1,45

Kineetilise joone konstrueerimiseks tuleb arvutada lõigu pikkused BC, mis on esitatud tabelites 2.40. ja 2.41. Eelnevalt on vaja saadud graafikult mõõta lõikude AC pikkuses, mis on esitatud tabelites samades tabelites.

$$BC_{m1,R=2} = AC / C_y = 9 / 1,17 = 7,69 \quad (2.32)$$

Tabel 2.40. Parameetrid kineetilise joone konstrueerimiseks režiimil $R=\infty$

x	5	15	25	40	55	70
m	1,6	0,5	0,4	0,47	0,53	0,67
Kys	0,0045	0,0121	0,0218	0,0155	0,0136	0,0109
Noy	0,06	0,15	0,28	0,2	0,17	0,14
Cy	1,1	1,16	1,32	1,22	1,2	1,15
AC	27,5	35	30,5	21	12,5	5
BC	25,9	30,0	23,15	17,2	10,5	4,3
y	7,9	22	34	45	57,5	

Tabel 2.41. Parameetrid kineetilise joone konstrueerimiseks režiimil $R=2$

x	5	15	25	40	55	70
m	1,6	0,5	0,4	0,47	0,53	0,67
Kys	0,01	0,02	0,03	0,02	0,02	0,01
Noy	0,15	0,41	0,74	0,53	0,46	0,37
Cy	1,2	1,5	2,1	1,7	1,6	1,45
AC	9	20	19	13,5	10	5
BC	7,7	13,2	9,1	7,9	6,3	3,45
y	24,8	37,5	46,7	53,9	62	71,5

2.2.7 Tulemused ja nende analüüs

Joonistel 2.3 ja 2.4 on esitatud teoreetiliste ja tegelike taldrikute arvu määramine režiimil $R=2$ McCabe-Thiele meetodil.

Jooniselt 2.3 tuleb välja, et teoreetiliste astmete arv n_t on 4. See on oluliselt väiksem tegelikust taldrikute arvust n , mis on 13. Sellest tulenevalt saab arvutada kolonni kasuteguri järgmiselt:

$$\eta = n_t / n = 4 / 13 = 0,30 \quad (2.33)$$

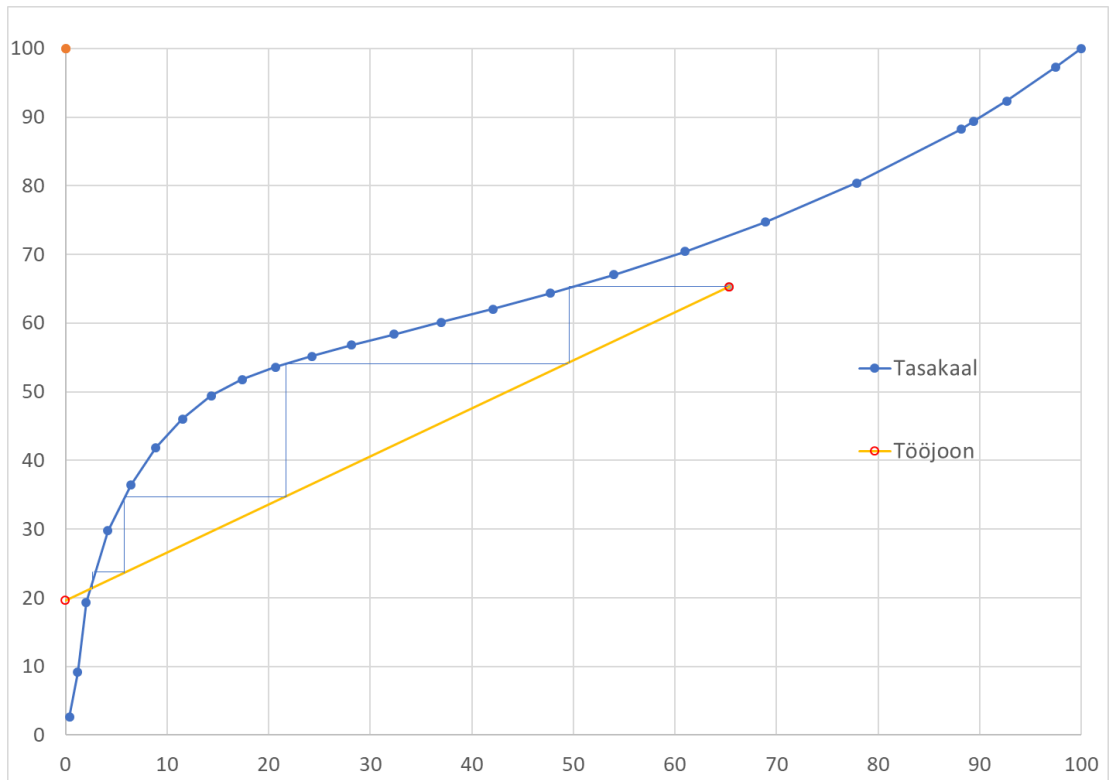
Edasi saab arvutada flegma liia teguri. Selleks tuleb eelnevalt leida minimaalne flegmaarv R_{\min} järgmiselt:

$$R_{\min} = x_d - y_k / (y_k - x_k) = 65,32 - 21,5 / (21,5 - 2,65) = 2,32 \quad (2.34)$$

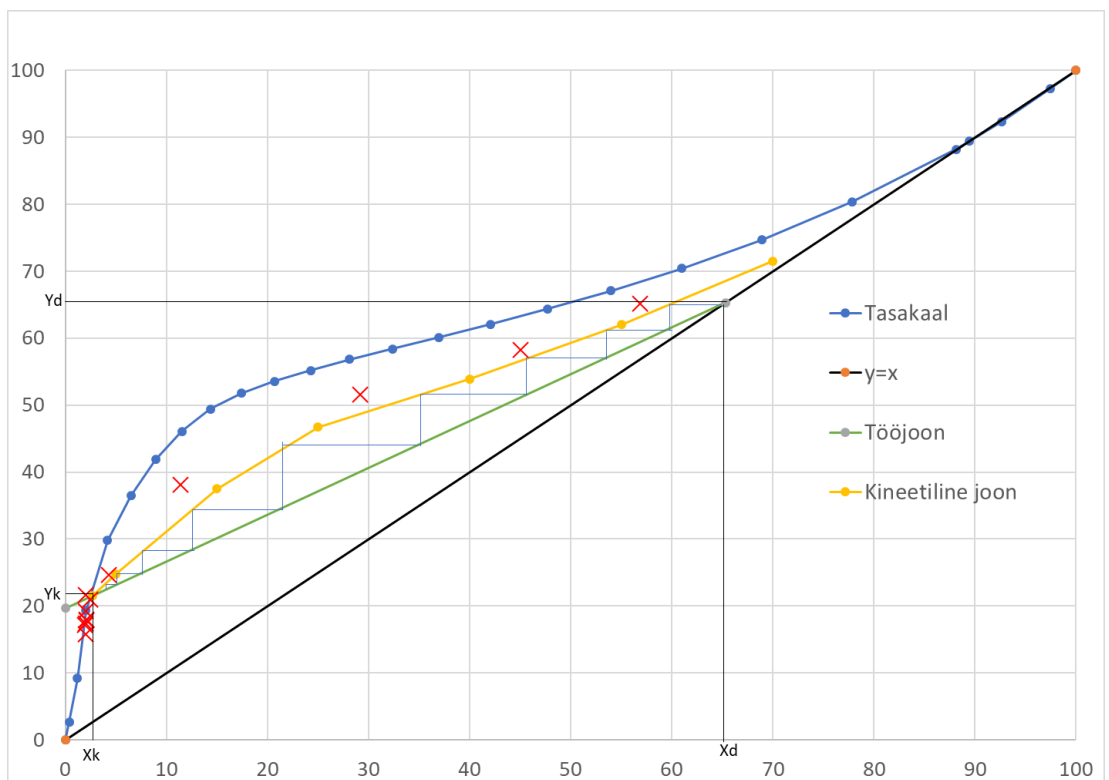
Nüüd arvutatakse tegeliku flegmaarvu suhet β minimaalsega järgmiselt:

$$\beta = R_y / R_{\min} = 2,32 / 2,32 = 1 \quad (2.35)$$

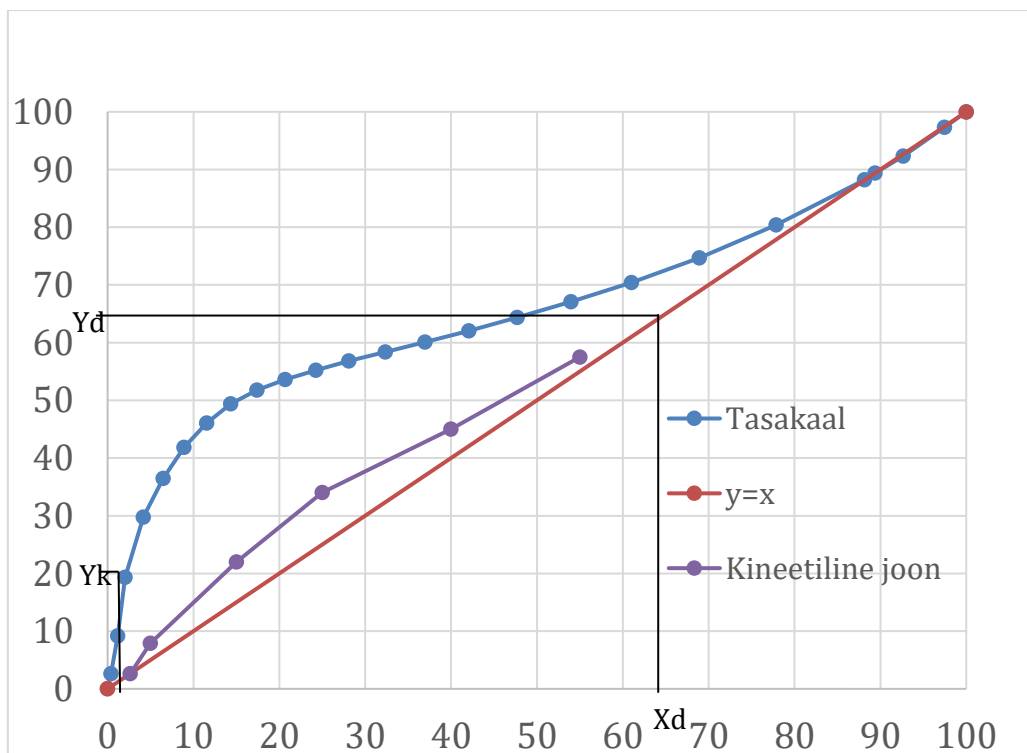
Joonisel 2.4 on esitatud töörežiimi $R=2$ kineetiline joon, mis võtab arvesse massiläbikandekiirust taldrikutel. Kineetilise joone ja tööjoone vahele joonestatud astmete arv peab võrduma kolonni taldrikute arvuga. Antud tuli see 2 võrra väiksem taldrikute arvust. See viitab veel kord asjaolule, et kolonni alumised taldrikud ei tööta normaalselt. Samuti on joonisel 2.4 esitatud iga taldrikul kontakteeruvate faaside koostis. On jälle näha, et esimesel 8 taldrikul koostis praktiliselt ei muutu. See tähendab, et kolonn töötab ebaefektiivselt.



Joonis 2.3 Teoreetiliste astmete arvu määramine x-y diagrammil, kui $R=2$



Joonis 2.4 Kineetiline kõver töörežiimile $R=2$, tegelike astmete arvu määramine



Joonis 2.5 Kineetiline kõver töörežiimile $R=\infty$

Kolonne kasutegur tuli väga väike, ligikaudu 30%. See võibolla tingitud asjaolust, et kolonne esimesed 8 taldrikut ei tööta korralikult. Vaadates tabeli 2.4. andmeid on näha, kuidas nii auru kui vedeliku koostised püsivad minimaalsete muutustega esimese 8 taldriku vältel.

Tähtis on tähele panna, et arvatatud tegelik flegmaarv on võrdne minimaalse flegmaarvuga.

Töörežiimil $R=2$ tuli aurufaasi massiülekandeveguriks $k_{yS} = 85,43 \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$ ja vedelfaasi massiülekandeveguriks $k_{xS} = 0,009 \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$.

Töörežiimil $R=\infty$ tuli aurufaasi massiülekandeveguriks $k_{yS} = 159,45 \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$ ja vedelfaasi massiülekandeveguriks $k_{xS} = 0,0073 \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$.

Asjakohane on tulevikus teostada kolonne lisauuringud, soovitatavalt keskendudes töörežiimi väljakujunemisele just esimestel taldrikutel.

KOKKUVÕTE

Käesoleva bakalaureusetöö põhiülesandeks oli põhjalik tutvumine rektifikatsiooniprotsessi olemusega ning pilootseadmega ja rektifikatsioonikolonnide käivitamine ja selle töö kontroll.

Töö esimeses peatükis on tutvustatud rektifikatsiooniprotsessi teoreetilisi tagamaid ja üldist olemust. Samuti on selle peatüki teises osas lühidalt käsitletud taoliste kolonnide põhilist uurimismeetodit, mida antud töös eksperimentaalses osas ka praktiliselt kasutati.

Töö teine peatükk tutvustab detailselt praktilises osas läbiviidud tegevusi, kasutatavaid mõõteriistu ning uuritavat rektifikatsiooni seadet. Samas peatükis on esitatud ka katsete tulemused ja näidatud kogu läbiviidud arvutusprotsess. Lõpuks on lisatud ka vajalikud arvutustulemused koos graafikutega rektifikatsioonikolonnide töö hindamiseks.

Töö tulemused näitasid, et kolonnil on väga väike kasutegur, mis on kõigest 30%. See on tõenäoliselt tingitud asjaolust, et ligikaudu 8 alumist kolonni taldrikut ei tööta korralikult. See võis omakorda olla põhjustatud sellest, et režiimil $R=2$ kolonn töötas minimaalse flegmaarvuga. Nende avastuste põhjal on soovitatav viia läbi lisauuringud, kus erilist rõhku tuleb panna esimeste taldrikute töörežiimi kujunemise jälgimisele. Töö käigus täiendati ka rektifikatsiooni laboratoorse töö juhendit.

CONCLUSION

The main goal of the current thesis was to get thoroughly familiarized with the nature of the rectification process and the device as well as the activation and functionality test of the said device.

First chapter of the work introduces theoretical basics and essential principles of the rectification process. The main method of studying such devices, which was also practically used later, is also present in this chapter.

Second chapter thoroughly depicts the working process, measuring devices and the main rectification column. It also contains the entire calculation method with the accompanying results. Finally there are also the overall results alongside the necessary graphs for the column evaluation.

The results show that the column has a very low efficiency factor of only 30%. The hypothetical reason for this may be the fact that the first 8 trays of the column are not working properly, which in itself could have been caused by the fact that the column was working under the minimal reflux condition. Based on these conclusions it is recommended that further test are carried out with extreme focus on the development of the operating mode of the first trays.

The manual for the rectification column laboratory work was also updated alongside this thesis.

KASUTATUD KIRJANDUSE LOETELU

- [1] – J. D. Seader / Ernest J. Henley, „*Separation Process Principles*“, John Wiley & Sons, inc. 1998
- [2] – R. K. Sinnott, „*Chemical Engineering Design*“, volume 6, 4th ed., Elsevier 2005
- [3] – C. J. Geankoplis, „*Transport Processes and Separation Process Principles*“, 4th ed., Prentice Hall 2003
- [4] – [online]. Saadaval: www.Engineeringtoolbox.com. Kasutatud: 24.05.2021
- [5] – [online]. Saadaval:
https://www.peacesoftware.de/einigewerte/wasser_dampf_e.html. Kasutatud:
24.05.2021
- [6] - Carl Schaschke. A dictionary of chemical engineering. Oxford University Press
- [7] - Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. М.:Химия, 1971.
- [8] - Коган В.Б., Фридман В.М., Кафаров В.В. Равновесие между жидкостью и паром. правочное пособие. М.-Л.: Наука, 1966. Т.1.
- [9] - Robert H. Perry, Don W. Green Perry's Chemical Engineer' Handbook, seventh edition.
- [10] - Warren L. McCabe, Julian C. Smith, Peter Harriott. Unit Operations of Chemical Engineering, fifth edition.
- [11] - Флореа О., Смигельский О., Расчеты по процессам и аппаратам химической технологиию М. Химия, 1974.
- [12] - Павлов К.Ф., Романков П.Г., Носков А.А. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. Л.: Химия, 1987.

LISAD

Lisa 1. Mõned tööstuslikud rektifikatsiooni rakendused [1]

Protsessis lahutatav binaarsed segud	Keskmine relatiivne lenduvus	Taldrikute arv	Tavaline töö rõhk, psia	Flegmaarvu ja minimaalse flegmaarvu suhe
1,3-butadien /vinüül-atsetüleen	1,16	130	75	1,70
Vinüül atsetaat / etüül atsetaat	1,16	90	15	1,15
o-ksüleen/ m-ksüleen	1,17	130	15	1,12
Ispentaan/ n-pentaan	1,30	120	30	1,20
Isobutaan/ n-butaan	1,35	100	100	1,15
Etüülbenseen/ stüreen	1,38	34	1	1,71
Propüleen/ propaan	1,40	138	280	1,06
Metanool/ etanool	1,44	75	15	1,20
Vesi/ äädikhape	1,83	40	15	1,35
Etüleen / etaan	1,87	73	230	1,07
Äädikhape/ äädikaline anhüdriid	2,02	50	15	1,13
Tolueen/ etüülbenseen	2,15	28	15	1,20
Propüün / 1,3-butadien	2,18	40	120	1,13
Etanooli aseptroop/ vesi	2,21	60	15	1,35
Isopropanol/ vesi	2,23	12	15	1,28
Benseen/ tolueen	3,09	34	15	1,15
Matanool / vesi	3,27	60	45	1,31
Kumeen/ fenool	3,76	38	1	1,21

Benseen/ etüülbenseen	6,79	20	15	1,14
HCN / vesi	11,20	15	50	1,36
Etüleen oksiid / vesi	12,68	50	50	1,19
Formaldehüüd / metanool	16,70	23	50	1,17
Vesi / etüleen glükool	81,20	16	4	1,20

Lisa 2. Etanool-vesi aur-vedelik tasakaalu sõltuvuse andmed rõhul 1 atm [3]

T, C	x	y
100	0	0
98,9	0,39	2,65
96,75	1,19	9,16
94,95	2,02	19,33
91,45	4,16	29,76
88,95	6,46	36,49
87,15	8,91	41,86
85,75	11,53	46,07
84,65	14,35	49,4
83,75	17,39	51,77
83,1	20,68	53,58
82,45	24,24	55,19
81,9	28,11	56,83
81,45	32,34	58,38
81	36,97	60,12
80,6	42,07	62,05
80,2	47,71	64,36
79,8	53,98	67,08
79,35	61	70,43
78,95	68,9	74,69
78,5	77,87	80,41
78,15	88,14	88,23
78,15	89,4	89,4
78,2	92,67	92,34
78,25	97,48	97,31
78,3	100	100

Lisa 3. Etanooli soojusmahtuvuse ja aurustumissoojuse temperatuurisõltuvus [2]

Temperatuur, t , °C	$c_{EtOH, t}$ kJ/(kg·K)	$\lambda_{EtOH, t}$ kJ/kg	Temperatuur, t , °C	$c_{EtOH, t}$ kJ/(kg·K)	$\lambda_{EtOH, t}$ kJ/kg
0	2,292	921,8	60	2,966	879,9
20	2,485	913,4	80	3,222	850,6
40	2,715	900,8	100	3,515	812,9

TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL
Energiatehnoloogia instituut

Laboratoorne töö õppeaines
Separatsiooniprotsessid

REKTIFIKATSIOON

Tallinn
2021

SISSEJUHATUS

Rektifikatsiooni kasutatakse laialdaselt selliste vedeliksegude lahutamiseks, mille komponentidel on erinevad keemistemperatuurid. Rektifikatsiooniprotsess viiakse läbi spetsiaalsetes aparatuurides nn rektifikatsioonikolonnides, mis võivad olla erineva konstruktsiooniga ja töötada pidevas või perioodilises režiimis [1, lk. 508-512; 6, lk 13-4; 7, lk 525].

Taldrikkolonne iseloomustatakse teoreetiliste taldrikute (tasakaaluastmete) arvuga n_t [1, lk.447-450; 6, lk 13-27; 7, lk 531], mis saavutatakse rektifikatsiooniprotsessi läbiviimise mingitel konkreetsetel tingimustel, ja kasuteguriga E_o [1, lk.452-453].

Rektifikatsioonikolonna kasutegur:

$$E_o = \frac{n_t}{n} \quad (1)$$

on teoreetiliste taldrikute arvu n_t ja tegeliku taldrikute arvu n suhe.

Kõige olulisem etteantav tehnoloogiline parameeter, mis määrab rektifikatsioonikolonna töö, on flegmaarv R :

$$R = \frac{L}{D}, \quad (2)$$

mis on flegma (ülemiselt taldrikult kolonna tagasi juhitava vedeliku, niisutuse) hulga L ja destillaadi hulga D suhe.

Tegeliku flegmaarvu R suhet vähimasse võimalikku flegmaarvu R_{min}

$$\beta = \frac{R}{R_{min}} \quad (3)$$

nimetatakse flegma liia teguriks. Minimaalne flegmaarv R_{min} leitakse kas graafiliselt või analüütiliselt [1, lk.515-518].

Teoreetiliste taldrikute arvu ja aparadi kasutegurit on vaja teada rektifikatsiooniseadme käivitamisel, aga ka kolonna töörežiimide muutmisel.

1. TÖÖ ÜLESANNE

2.1. Tutvuda rektifikatsiooniprotsessi olemuse ja katseseadmega.

2.2. Määrata antud töörežiimi jaoks vedelfaasi ja aurufaasi kontsentratsioonide profiilid piki kolonna.

2.3. Määrata teoreetiline taldrikute arv, kolonna kasutegur ja flegma liia tegur töötamisel erinevate flegmaarvudega.

2.4. Konstrueerida x - y diagrammil rektifikatsiooniprotsessi kineetiline joon.

Nende ülesannete täitmiseks on vaja:

- kanda x - y diagrammile antud flegmaarvuga rektifikatsiooniprotsessi tööjoon ja kontsentratsiooni muutumise astmete arv;
- võrrelda saadud astmete arvu taldrikute tegeliku arvuga aparadis;
- leida kolonna kasutegur võrrandist (1);
- leida minimaalne flegmaarv ja arvutada seosest (3) flegma liia tegur;
- konstrueerida x - y diagrammil protsessi kineetiline joon, leida selle alusel arvutuslik kontsentratsiooni muutumise astmete arv kolonnis ning võrrelda seda tegeliku taldrikute arvuga.

Rektifikatsioonikolonna töö uurimiseks laboratoorses tingimustes osutub mugavamaks viia protsess läbi pidevas režiimis, kuna see võimaldab hoida kõik parameetrid ajas muutumatutena.

Juhtides kogu destillaadi tagasi kuupi, jäävad destillaadi ja kolonni minevate aurude koostised muutumatuks. Sellega simuleeritakse kolonni tööd statsionaarses režiimis, kus kolonni antakse pidevalt toidet. Erinevus tegelikust rektifikatsioonist on ainult selles, et antud juhul kasutame rektifikatsioonikolonni ülemist — destilleerivat osa. Praktikas sellist töörežiimi, nagu töö lõpmatu suure flegmaarvuga (kogu destillaat suunatakse tagasi kolonni niisutuseks), ei kasutata, kuna sel juhul ei saada produkti — destillaati. Kuid selliseid režiime on laboratoorses tingimustes mugav kasutada kolonni töö uurimiseks. Antud katseseadmepildil uuritakse kolonni tööd segu etanool-vesi rektifikatsiooni näitel.

2. KATSESEADME KIRJELDUS

Rektifikatsiooniseadme skeem on toodud joonisel 1. Katseseade koosneb järgmistest põhiosadest: 1 - kuup; 2 - taldrikutega rektifikatsioonikolonn; 3 - kondensaator-juhutaja; 4 - kolonnist väljuvate aurude koguja, 5 - destillaadi mahutid.

Rektifikatsioonikolonnis diameetriga 200 mm on 13 kahekuplilist taldrikut (1, lk. 475-478]. Taldrikutevaheline kaugus on 250 mm. Igal taldrikul on vedelfaasi temperatuuri mõõtmiseks termopaar ja auru- ning vedelfaasist proovi võtmiseks kraanid (vedeliku jaoks 38 ja auru jaoks 37). Protsessi visuaalseks jälgimiseks on vaateaken 20.

Kolonni kuup 1 mahuga 120 l on varustatud küttaurusärgiga ja kaitseklapiga 16. Küttauru rõhu reguleerimine toimub ventiiliga 13 manomeetri 14 näidu järgi. Küttauru kondensaat väljub särgist läbi kondensaadialdaja 6 ja juhatakse kondensaadi kogujasse.

Katseseadmepildil võib rektifikatsiooniprotsessi läbi viia erinevates režiimides.

2. Lihtdestillatsioon

Ventiilid 19, 17, 22, 24, 27 ja 25 suletakse. Soojendatavas kuubis tekkinud aur juhatakse mööda liini A kondensaatorisse 3 ning sealt saadav destillaat läbi rotameetri 7 destillaadi vastuvõtjasse 5.

3. Perioodiline rektifikatsioon

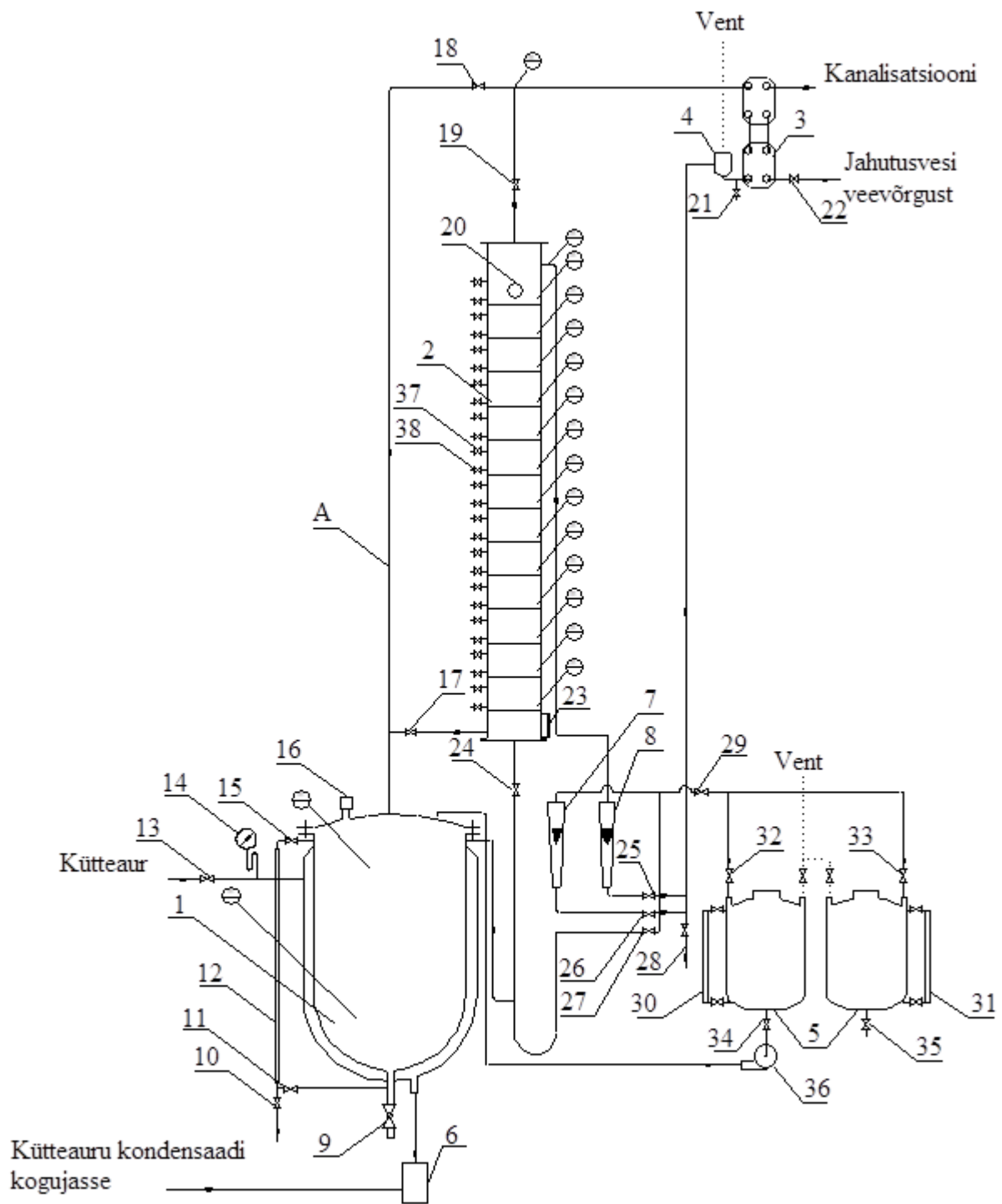
Ventiilid 19, 17, 24, 25 avatakse ja ventiilid 18 ja 27 suletakse. Aur läheb kuubist läbi ventiili 17 kolonni. Kolonni tipust väljuvad aadid kondenseeritakse kondensaatoris 3. Osa saadud kondensaadist juhatakse flegmana läbi rotameetri 8 tagasi ülemisele taldrikule kolonni niisutuseks. Ülejäänud osa kondensaadist juhatakse destillaadina läbi rotameetri 7 vastuvõtjasse 5. Kolonni alumiselt taldrikult voolab vedelik läbi ventiili 24 tagasi kuupi.

4. Pidev rektifikatsioon kolonni destilleerivas osas

Katseseade töötab nagu teises režiimis, ainult destillaati ei juhita vastuvõtjasse, vaid suunatakse tagasi kuupi. Selleks suletakse ventiil 32 ja avatakse seejärel ventiil 27.

5. Rektifikatsioon vaakumis

Kõiki eelnevaid režiime võib läbi viia vaakumis. Selleks tekitatakse vastuvõtjates 5 ja separaatoris 4 vaakumpumbaga hõrendus. Vaakumpump ühendatakse süsteemi liini B kaudu.



Joonis 1 Katseseadme skeem

3. MÕÕDETAVAD PARAMEETRID

Katseseadmel on võimalik mõõta järgmisi parameetreid:

- **Temperatuurid:**

- auru ja vedeliku temperatuurid kuubis
- auru temperatuur enne kondensaatorit (kolonni tipus)
- kolonni tagasi antava flegma temperatuur
- vedeliku temperatuur kolonni igal taldrikul.

Temperatuuri mõõdetakse termopaaridega, mis on ühendatud andmehõivesüsteemiga.

Temperatuure saab jälgida ja salvestada arvutis.

- **Kulud:**

- vastuvõtjasse või kuupi juhitava destillaadi kulu rotameetriga 7;
- kolonni flegmaks juhitava vedeliku kulu rotameetriga 8.

- **Rõhk:**

- kütteauru rõhku kuubi aurusärgis mõõdetakse manomeetriga 14.

- **Nivood:**

- vedeliku nivoo kuubis (nivoomõõtja 12),
- vedeliku nivoo kolonni põhjas, 1. taldriku all nivoomõõtjaga 23 ja
- nivoo mahutites (nivoomõõtjad 30 ja 31).

- **Kontsentratsioonid** auru- ja vedelfaasist määratakse proovidest. Proove võetakse igalt taldriku auru- ja vedelfaasist läbi kraanide 37 ja 38, kolonni kuubist läbi kraani 10 ja destillaadist läbi ventiili 21.

Kolonni taldriku aurufaasist võetakse proove läbi spetsiaalse jahuti, mida jahutatakse jääga.

Kontsentratsiooni leidmiseks mõõdetakse proovi tihedus tihedusemõõtjaga „Anton Paar“ DMA 5000M ning tiheduse järgi leitakse segu kontsentratsioon.

4.TÖÖ KÄIK

NB! Katseseadmel võib alustada tööd ainult õppejõu juuresolekul:

4.1. Ettevalmistused tööks.

Enne tööga alustamist on vajalik:

- lülitada sisse aurugeneraator vastavalt juhendile (vaata Lisa 1)
- pumbata lahutatav segu mahutist 5 kolonni kuupi 1. Selleks avada kraan 34, lülitada sisse pump 36. Kui kogu segu on pumbatud kuupi, lülitada pump välja ja sulgeda kraan 34;
- lülitada sisse andmehõiveplokk Agilent 34970A (Data acquisition/switch unit) ja arvutis programm **Rektkolonn** temperatuuride seireks;
- kontrollida kuubis vedeliku nivood, mis peab olema vähemalt 1/2 kuubi mahust;
- kontrollida, et oleksid suletud ventiilid 18, 37, 38, 34, 26, 27, 28, 32, 33;
- ja avatud ventiilid 19, 17, 24, 25;
- võtta kuubist proov: avades kraani 10 (ventiil 11 peab olema suletud), lasta nivoomõõtjast vedelik välja, sulgeda seejärel kraan ja avades ventiili 11 ja kraani 10 uuesti võtta ~200 ml proovi;
- määrata võetud proovis etanooli kontsentratsioon;

- jahutusvee juhtimiseks kondensaatorisse 3 ja avada ventiil 22;
- avada ventiil 13 ja aeglaselt juhtida kütteauru kuubi aurusärki. Hoida kütteauru ülerõhk manomeetri 14 järgi vahemikus 0,5 -1 bar;
- jälgida temperatuure kolonnis ja aurukatla tööd.

4.2.Rektifikatsioonikolonna töö lõpmatult suure flegmaarvuga

Viia rektifikatsioonikolonn pidevale töörežimile lõpmatu suure flegmaarvuga:

- flegma kulu reguleerida ventiiliga 25 rotameetri 8 näidu järgi õppejõu poolt etteantud väärtusele, muutes sujuvalt kütteauru rõhku aurusärgis. See reguleerimisprotsessil on suur inerts ja kütteauru rõhu muutmine ei avaldu koheselt katseseadme töös;
- mõõta ja registreerida iga 5-10 minuti järel kõik temperatuurinäidud, jälgida, et flegma temperatuur ei tõuseks üle 30-35 °C. Flegma temperatuuri reguleerida kondensaatorisse antava jahutusvee kulu muutmisega;
- jälgida aurukatla tööd ja vajadusel pumbata kütteauru kondensaati katla toitepaaki;
- aparaadi kõigi tööparameetrite stabiliseerumisel, s.t. nende mitte muutumisel 15 min jooksul, alustada proovide võtmist.

Proovid võtta:

- kolonna kuubist: võetakse nii, nagu see toimus töö alguses;
- destillaadist: lastes eelnevalt läbi ventiili 21 välja 100 ml vedelikku ning võttes seejärel proovi.

4.3. Rektifikatsioonikolonna töö etteantud kindla flegmaarvu juures

Viia rektifikatsioonikolonn kindla flegmaarvuga pidevasse töörežiimi:

- avada ventiil 27;
- ventiiliga 26 reguleerida destillaadi kulu õppejõu poolt antud väärtusele;
- reguleerida ventiiliga 13 kütteauru rõhku nii, et rotameetris 8 saavutatakse selline ujuki asend, mis kindlustab etteantud flegmaarvu väärtuse;
- registreerida temperatuuri muutumine piki kolonna ja jälgida kõikide seadme osade tööd;
- pärast kõikide parameetrite stabiliseerumist võtta proovid destillaadist, kuubijäägist, kolonna taldrikutelt auru- ja vedelfaasidest.

4.4.Töö lõpetamine:

- sulgeda kütteauru ventiil 13;
- pärast seda, kui ujukid on langenud rotameetrite põhja, sulgeda jahutusvee ventiil 22;
- teatada õppejõule töö lõpetamisest;
- määrata etanooli sisaldus võetud proovides TÄPSEMALT
- kõik analüüsitud proovid ja jäägid valada vastuvõtjasse 5 (vasakpoolne).

5. OHUTUSTEHNKA

- Töös on tegemist kütteauruga, mille temperatuur on kõrge. Kui kütteauru rõhk ületab lubatava rõhu (1,5 bar), võib see põhjustada kuubi aurusärgi lõhkemise.
- Kondensaatori ebapiisava jahutuse ja ebatiheduste (tihendite rike) korral on võimalik etanooli aurude sattumine tööruumi, mis võib viia plahvatusohtliku õhu-etanooli segu tekkimiseni. Sellepärast on õnnetuse ärahoidmiseks vaja pidevalt jälgida etteantud režiimiga seadme tööd ning mitte jätta katseseadet järelvalveta.
- Kütteauru ventiili avamisel kasutada presentkindaid, proovide võtmisel olla ettevaatlik, sest proovid on kuumenenud segu keemistemperatuurini. Kolonni teenindustreppide kasutamisel mitte puutuda seadme kuumi osi: torusid, kolonni armatuuri.
- Töö teostamisel on vaja pidevalt jälgida aurugeneraatori tööd ja täita tema eksploatatsioonieeskirju, samuti tuleb jälgida kõiki elektriseadmete eksploatatsioonieeskirju.

6. KATSEANDMETE REGISTREERIMINE

Etanooli kontsentratsiooni määramisel lahuse tiheduse järgi kasutatakse käsiraamatute andmeid ja arvutusvalemeid.

Süsteemi etanool-vesi tasakaalujoone joonistamiseks kasutatakse tasakaaluandmeid [4, lk. 258; 6, lk. 275], mis on toodud *lisas 1*.

Graafikule $y^* = f\{x\}$ kantakse destillaadi ja kuubijäägi kontsentratsioonid. Joonistatakse tööjooned ja kontsentratsiooni muutuste astmed uuritavatel töörežiimidel (1, lk.515, 517; 4, lk. 161-162]. Valemi (1) järgi arvutatakse igale töörežiimile kolonni kasutegur E. Määratakse minimaalne flegmaarv R_{min} ja arvutatakse võrrandist (3) flegma liia tegur β . Võrreldakse saadud kasuteguri väärtust kirjandusandmetega, tehakse järeldused kontsentratsiooni muutuste astmete arvu kohta erinevate flegmaarvude juures [1, lk. 452, 516-518; 2, lk.321, 322].

Tabel 1. Katseandmed kolonni pidevasse töörežiimi viimisel

Jrk. Nr.	Mõõdetud suurus	Ühik	Aeg				
1	Kütteauru rõhk	at					
2	Destillaadi kulu	l/min					
3	Flegma kulu	l/min					
4	Vedeliku temperatuur kuubis	°C					
5	Auru temperatuur kuubis	°C					
6	Kolonni tipu temperatuur	°C					
7	Flegma temperatuur	°C					
8	Temperatuur 1. taldrikul	°C					
9	Temperatuur 2. taldrikul	°C					
...	°C					
22	Temperatuur 15. taldrikul	°C					

Tabel 2. Kontsentratsioonid pideval töörežiimil

Nr	Proovivõtmise koht	Flegmaarv R = ...			Flegmaarv R = ...		
		Tihedus, g/cm ³	mass%	mool %	Tihedus, g/cm ³	mass%	mool %
1	Kuup						
2	Destillaat						
3	1. taldrik: x y						
4	2. taldrik: x y						
...							
17	15. taldrik: x y						

7. KATSEANDMETE TÖÖTLEMINE

7.1. Tegelik flegmaarvu leidmine

Katse käigus rotameetrite 8 ja 7 näitudest saadud flegma ja destillaadi kulude G_R ja G_D põhjal valemist (2) arvatud flegmaarv osutub tegelikkuses fiktiivseks suuruseks, kuna kolonni niisutatakse "külma" flegmaga. Flegma ülessoojendamiseks keemistemperatuurini kondenseerub ülemisel taldrikul lisaks osa aurufaasist, mille tulemusena tegelik vedelfaasi kogus (nn. flegma), mis liigub piki kolonni ülevalt alla, on suurem, kui läbi rotameetri 8 kolonni antava vedeliku kulu. Järelikult on ka tegelik flegmaarv suurem. Seda tuleb võtta arvesse kolonnis ülesliikuva aurufaasi kulu arvutamisel ja rektifikatsiooniprotsessi tööjoone konstrueerimisel.

Tegelik flegmaarvu võib arvutada lähtudes ülemise taldriku soojus- ja materjalibilansist. Kui mingil töörežiimil on rotameetrite näitude järgi määratud järgmised suurused:

- flegma kulu L , kg/s;
- destillaadi kulu D , kg/s,

siis fiktiivne flegmaarv on määratud seosega: $R = L/D$.

Kui flegma antakse ülemisele taldrikule tagasi temperatuuriga t_R , siis tema soojendamiseks keemistemperatuurini t_R^b (võetakse võrdseks temperatuuriga kolonni tipus) on vaja soojust Q_R^{vap} , J/s:

$$Q_R^{vap} = Lc_R(t_R^b - t_R) = DRc_R(t_R^b - t_R), \quad (4)$$

kus C_R - flegma soojusmahtuvus, J/(kg·K).

Soojushulk Q_R^{vap} saadakse piki kolonni ülestõusvate aurude osalise kondenseerumise tulemusena ülemisel taldrikul. Kui flegma keemistemperatuurini soojendamiseks kondenseerunud aurude kogus on G_y' , mille aurustumissoojus on $\Delta H_{vap,D}$, siis saab ülemise taldriku jaoks kujutada järgmise soojusbilansi:

$$G_y' \Delta H_{vap,D} = DRc_R(t_R^b - t_R), \quad (5)$$

Sellest lähtudes on vedelfaasi kogus G_x , mis voolab piki kolonni ülevalt alla leitav seosega:

$$G_x = DR + G_y', \quad (6)$$

kus G_y' on leitud soojusbilansist (5). Tegelik flegmaarvu võib siis arvutada seosest:

$$R_y = \frac{G_x}{D} = \frac{DR + G_y'}{D}. \quad (7)$$

Arvutuste juures tuleb arvestada, et valemities (4)-(7) on flegma ja destillaadi kulude mõõtühikuks kg/s, katseseadmehel kasutatavad rotameetrid on aga kalibreeritud kulule l/min. Seepärast tuleb rotameetri näidu järgi arvutada masskulu, kg/s:

$$G = \frac{a \cdot 10^{-3} \rho_D}{60}. \quad (8)$$

kus a - rotameetri näit, l/min;

ρ_D - destillaadi tihedus flegma temperatuuril t_R , kg/m³, arvutatakse kui aditiivne suurus, lähtudes segu koostisest ja komponentide tihedustest temperatuuril t_R , kasutades tabeleid [2, lk. 512, 537].

Aurustumissoojus $\Delta H_{vap,D}$ valemities (5) ja (6) arvutatakse kui komponentide aurustumissoojuste aditiivne suurus ülemise taldriku temperatuuril:

$$\Delta H_{vap,D} = \Delta H_{vap,EtOH} \bar{x} + \Delta H_{vap,H_2O} (1 - \bar{x}), \quad (9)$$

- kus $\Delta H_{vap,EtOH}$ - etanooli aurustumissoojus, J/kg (vaata lisa 2);
 $\Delta H_{vap,H_2O}$ - vee aurustumissoojus, J/kg;
 \bar{x} - etanooli massosa destillaadis.

Flegma soojusmahtuvus C_D arvutatakse samuti kui aditiivne suurus temperatuuril $\bar{t} = (t_R + t_R^b)/2$:

$$c_D = c_{EtOH} \bar{x} + c_{H_2O} (1 - \bar{x}), \quad (10)$$

- kus C_{EtOH} - etanooli soojusmahtuvus, J/(kg·K) (vaata lisa 2);
 C_{H_2O} - vee soojusmahtuvus, J/(kg·K) [3, lk 960].

Rektifikatsiooniprotsessi tööjoonte konstrueerimine x-y diagrammil tehakse tegeliku flegmaarvu R järgi.

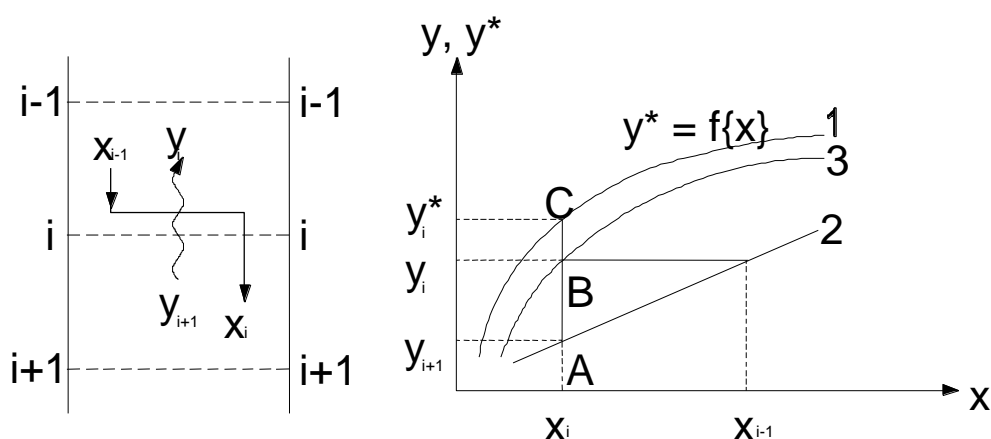
7.2. Rektifikatsiooniprotsessi kineetilise joone konstrueerimine ülekandeühikute arvu järgi ja kolonni taldrikute arvu arvutuslik määramine [1, lk.450-451; 7, lk. 157-161]

Ülekandeühikute arv gaasifaasi (aurufaasi) poolt on avaldatav seosega:

$$N_{oy} = \frac{y_i - y_{i+1}}{\Delta y_{ik}} = \frac{K_{yS} S}{V_y}, \quad (11)$$

- kus V_y - auru kulu piki kolonni, mool/s;
 K_{yS} - massiläbikandegur taldriku 1 m³ tööpinna kohta, mool/(m²·s);
 S - taldriku tööpind, m²;
 x, y - etanooli moolosa vedelfaasis, aurufaasis.

Kontsentratsioonide muutusi taldrikul kujutab *joonis 2*.



Joonis 2. Kontsentratsioonide muutused rektifikatsioonikolonni taldrikul. 1 - tasakaalujoon; 2 - tööjoon; 3 - kineetiline joon.

Arvestades, et taldrikul on aurufaas ideaalselt segamini ja vedelfaasi kontsentratsioon muutub piki taldrikut lineaarselt, saab seose:

$$\frac{y_i^* - y_{i+1}}{y_i^* - y_i} = e^{N_{oy}} = e^{\frac{K_{yS}S}{V_y}} = c_y = \frac{\overline{AC}}{\overline{BC}}, \quad (12)$$

mille järgi võib määrata joonisel 2 punkti B asukohta, mida peab läbima kineetiline joon. Töökonsentratsioonide muutumise piirkonnas on vaja leida rea punktide B_1, B_2, \dots asukohad (tavaliselt 6-10 punkti) ja tõmmata siis nendest läbi kineetiline joon. Punktide B asukohtade leidmiseks x-y diagrammil tuleb eelnevalt arvutada rida c_y väärtusi:

$$c_y = e^{\frac{K_{yS}S}{V_y}}; \quad (13)$$

seejärel mõõta x-y diagrammil lõigu \overline{AC} pikkus ning leida siis lõigu \overline{BC} pikkus: $\overline{BC} = \overline{AC}/c_y$. Aurufaasipoolne massiläbikandetegur K_{yS} võrrandisse (13) leitakse seosest:

$$K_{yS} = \frac{l}{\frac{l}{k_{yS}} + \frac{m}{k_{xS}}}, \quad (14)$$

kus k_{yS}, k_{xS} - auru- ja vedelfaasipoolsed massiülekangetegurid taldriku tööpinna ühikule, mool/(m²·s),
m - faasidevaheline tasakaalukonstant.

Massiülekangetegurite arvutus

NB! Massiülekangetegurite k_{xS} ja k_{yS} arvutamisel kasutatakse temperatuurina t auru- ja vedelfaasi keskmisi temperatuure ning koostistena faaside keskmisi koostisi kolonnis.

- **massiülekangetegur aurufaasis, kmool/(m²·s)**

$$k_{yS} = \frac{D_y}{22,4l} (0,79Re_y + 11000), \quad (15)$$

kus D_y on etanooli difusioonikoefitsient aurufaasis, m²/s, arvutatakse [l, lk 413; 4, lk 331]:

$$D_y = \frac{4,35 \times 10^{-7} T^{3/2}}{P(V_{EtOH}^{1/3} + V_{H_2O}^{1/3})^2} \sqrt{\frac{l}{M_{EtOH}} + \frac{l}{M_{H_2O}}}, \quad (16)$$

kus M_{EtOH} ja M_{H_2O} - etanooli ja vee molaarmassid; P - üldrõhk, bar; T - temperatuur, kelvinit; $\Sigma(V_i)_{EtOH}$ ja $\Sigma(V_i)_{H_2O}$ - etanooli ja vee difusiooni erimahukoefitsientide summa. Tabelis 7.1 on esitatud aatomite difusiooni erimahud v_i [4].

Tabel 7.1. Aatomite difusiooni erimahud v_i [4]

Aatom	Väärtus
C	16,5
H	1,98
O	5,48
N	5,69
Cl	19,5
S	17,0
Aromaatsed ja heterotsükliilsed ringid	-20,0

Tabel 7.2. Lihtmolekulide difusiooni erimahud [2]

Molekul	Väärtus	Molekul	Väärtus
H₂	7,07	CO	18,9
D₂	6,70	CO₂	26,9
He	2,88	N₂O	35,9
N₂	17,9	NH₃	14,9
O₂	16,6	H₂	12,7
Õhk	20,1	CCl₂F₂	114,8
Ne	5,59	SF₂	69,7
Ar	16,1	Cl₂	37,7
Kr	22,8	Br₂	67,2
Xe	37,9	SO₂	41,1

Re_y arv võrrandis (15) arvutatakse:

$$Re_y = \frac{u_y h \rho_y}{\mu_y}, \quad (18)$$

- kus h - süsteemi lineaarmõõt, võetakse: h = 1 m;
 u_y - aurufaasi kiirus kolonni vabas ristlõikepinnas, m/s;
 ρ_y - aurufaasi tihedus, kg/m³;
 μ_y - aurufaasi viskoossus, Pa·s.

Aurufaasi kiirus u_y, m/s, arvutatakse:

$$u_y = \frac{4V_y}{\pi d_{kol}^2}, \quad (19)$$

- kus d_{kol} - kolonni siseläbimõõt, d_{kol} = 0,2 m;
 V_y - aurufaasi mahtkulu, m³/s, arvutatakse:

$$V_y = \frac{D(R_y + 1)22,41T}{M_y 273,15}, \quad (20)$$

kus M_y - aurufaasi molekulmass arvutatakse:

$$M_y = yM_{EtOH} + (1 - y)M_{H_2O}, \quad (21)$$

kus y on etanooli moolosa destillaadis.

Aurufaasi tihedus ρ_y, kg/m³, kolonni suvalises punktis arvutatakse:

$$\rho_y = \frac{M_y 273,15}{22,41T}, \quad (22)$$

kus M_y on aurufaasi molaarmass kolonni selles punktis.

Aurufaasi viskoossus, μ_y, Pa·s, arvutatakse [2, lk 15]:

$$\mu_y = \frac{y\mu_{EtOH}\sqrt{M_{EtOH}T_{EtOH}^C} + (1 - y)\mu_{H_2O}\sqrt{M_{H_2O}T_{H_2O}^C}}{y\sqrt{M_{EtOH}T_{EtOH}^C} + (1 - y)\sqrt{M_{H_2O}T_{H_2O}^C}}, \quad (23)$$

kus T_{EtOH}^C, T_{H₂O}^C - etanooli ja vee kriitilised temperatuurid:

$$T_{EtOH}^C = 516,2 \text{ K}; T_{H_2O}^C = 647,3 \text{ K};$$

μ_{EtOH} , μ_{H_2O} - etanooli ja vee aurude viskoossused, Pa·s, temperatuuril T [3, lk 976].

Etanooli aurude viskoossuse temperatuursõltuvus: $\mu_{EtOH} = 8,41 \cdot 10^{-6} + 2,82 \cdot 10^{-8} \cdot t$, kus t [°C] ja μ_{EtOH} [Pa·s].

Veeauru viskoossuse temperatuursõltuvus on toodud [2, lk.557].

- **massiülekandefgurid vedelfaasis, kmol/(m²·s), kuppelpõhitaldrikute korral** [8, lk 271]

$$k_{xS} = \frac{10,55 \rho_x D_x (Sc_x)^{0,62}}{M_x}, \quad (24)$$

kus ρ_x - vedelfaasi tihedus, kg/m³, arvutatakse kui aditiivne suurus lähtudes segu koostisest ja komponentide tihedustest vedelfaasi temperatuuril t , kasutades tabeleid [2, lk.512,537];

M_x - vedelfaasi molekulmass, analoogselt valemile (21);

D_x - etanooli difusioonikoefitsient vedelfaasis, m²/s, temperatuuril t [2, lk.289]:

$$D_x = D_x^{20} [1 + b(t - 20)], \quad (25)$$

kus t - vedelfaasi temperatuur, °C;

D_x^{20} - etanooli difusioonikoefitsient vedelfaasis, m²/s, temperatuuril 20°C [2, lk.289]:

$$D_x^{20} = \frac{1 \times 10^{-6}}{AB \sqrt{\mu_x^{20}} \left[(V_{EtOH}^{20})^{1/3} + (V_{H_2O}^{20})^{1/3} \right]^2} \sqrt{\frac{1}{M_{EtOH}} + \frac{1}{M_{H_2O}}}, \quad (26)$$

kus $A = 1,24$, $B = 4,7$ segule etanool-vesi;

μ_x - vedelfaasi viskoossus, mPa·s, temperatuuril 20°C, arvutatakse [2, lk.15]:

$$\log \mu_x^{20} = x \cdot \log \mu_{EtOH}^{20} + (1-x) \cdot \log \mu_{H_2O}^{20}, \quad (27)$$

kus μ_{EtOH}^{20} , $\mu_{H_2O}^{20}$ - etanooli ja vee viskoossused, mPa·s, temperatuuril 20°C [3, lk 981, 960];

V_{EtOH}^{20} , $V_{H_2O}^{20}$ - etanooli ja vee moolmahud, cm³/mol, temperatuuril 20°C arvutatakse:

$$V_{EtOH}^{20} = \frac{10^3 M_{EtOH}}{\rho_{EtOH}^{20}}; V_{H_2O}^{20} = \frac{10^3 M_{H_2O}}{\rho_{H_2O}^{20}}, \quad (28)$$

kus ρ^{20} - vastavalt etanooli või vee tihedus, kg/m³, temperatuuril 20°C [2, lk 512, 537];

b - temperatuurikoefitsient:

$$b = 0,2 \frac{\sqrt{\mu_x^{20}}}{\sqrt[3]{\rho_x^{20} \cdot g}}, \quad (29)$$

kus $\rho_x^{20^\circ}$ - vedelfaasi tihedus, kg/m³, temperatuuril 20°C;

Schmidt'i arv avaldub järgmiselt

$$Sc_x = \frac{\mu_x}{\rho_x D_x}, \quad (30)$$

kus μ_x - vedelfaasi viskoossus, Pa·s, arvutatakse lähtudes segu koostisest vastavalt valemile (27), kasutades komponentide viskoossusi temperatuuril t [3, lk 981].

• **faasidevaheline tasakaalukonstant**

Faasidevaheline tasakaalukonstant määratakse x - y diagrammil esitatud tasakaalujoone järgi (Joonis 3). Kuna etanool-vesi segu on mitteideaalne, siis tasakaalukonstant sõltub kontsentratsioonist. Tasakaalukonstantide m arvutamiseks valitakse vabalt vedelfaasi kontsentratsioonid ning leitakse vastavad tasakaalukontsentratsioonid.

Tasakaalukonstandi m arvutamiseks kasutatakse seost:

$$m = \frac{dy}{dx} = \frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{y_i^* - y_i}{x_i - x_i^*}. \quad (31)$$

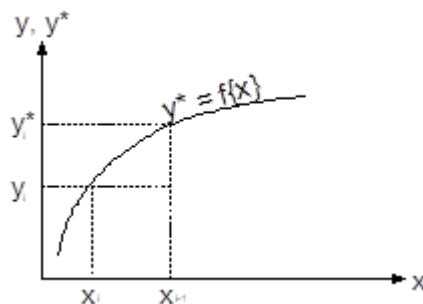
Massiülekandeühikute arv N_{oy} arvutatakse:

$$N_{oy} = \frac{22,41}{u_y} \frac{T}{273,15} \varphi K_{ys}' \quad (32)$$

kus φ - taldriku tööpinna ja kolonni ristlõikepinna suhe: $\varphi = 0,85$.

Kui tasakaalukonstantide väärtused on teada, saab arvutada vastavad massiläbikandetegurid.

Seosest (14) arvutatud massiläbikandetegurite K_{ys} väärtused kantakse koos teiste arvutustulemustega tabelisse 3.



Joonis 3. Faasidevahelise tasakaalukonstandi määramine x - y diagrammil

x_i, y_i - vabalt valitud kontsentratsioonid kolonni tööpiirkonnas;

x_i^*, y_i^* - neile vastavad tasakaalsed kontsentratsioonid

Tabel 7.3. Rektifikatsioonikolonne kineetilise joone arvutuste tulemused

Parameeter	Väärtus					
	$x_1 =$	$x_2 =$	$x_3 =$	$x_4 =$	$x_5 =$	$x_6 =$
m						
K_{yS}						
N_{oy}						
c_y						
\overline{AC}						
\overline{BC}						
y						

Seejärel kantakse x - y diagrammile, millel on juba esitatud tasakaalujoon ja tööjoon, punktid B ja joonistatakse kineetiline joon.

Kineetilise joone ja tööjoone vahele joonistatakse astmed, mille arvu võrreldakse rektifikatsioonikolonne taldrükute tegeliku arvuga.

Seejärel kantakse joonisele ka katses mõõdetud taldrükute vedelfaasi ja aurufaasi kontsentratsioonid ning võrreldakse, kas need langevad kokku arvutuslikult saadud kineetilise kõveraga.

KIRJANDUS

1. Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. М.:Химия, 1971.
2. Павлов К.Ф., Романков П.Г., Носков А.А. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. Л.: Химия, 1987.
3. Geankoplis C. J. Transport Processes and Unit Operations, 4-th edition, Prentice Hall PTR, 2003, USA,
4. Sinnott, R.K. Chemical Engineering Design. Coulson and Richardson's Chemical Engineering. Volume 6. Pergamon Press, 1993
5. Коган В.Б., Фридман В.М., Кафаров В.В. Равновесие между жидкостью и паром. правочное пособие. М.-Л.: Наука, 1966. Т.1.
6. Robert H. Perry, Don W. Green Perry's Chemical Engineer' Handbook, seventh edition.
7. Warren L. McCabe, Julian C. Smith, Peter Harriott. Unit Operations of Chemical Engineering, fifth edition.
8. Флореа О., Смигельский О., Расчеты по процессам и аппаратам химической технологиию М. Химия, 1974.

Lisad

Lisa 1.

Vedelik-aur tasakaal segule etanool-vesi rõhul 1 atm [3].

Tabel 4.

Tempera- tuur, °C	Etanooli mass %		Etanooli mool %		Tempera- tuur, °C	Etanooli mass %		Etanooli mool %	
	vedeli- kus, \bar{x}	aurus, \bar{y}^*	vedeli- kus, x	aurus, y^*		vedeli- kus, \bar{x}	aurus, \bar{y}^*	vedeli- kus, x	aurus, y^*
100,0	0,0	0,0	0,0	0,0	81,45	55,0	78,2	32,34	58,38
98,9	1,0	6,5	0,39	2,65	81,0	60,0	79,4	36,97	60,12
96,75	3,0	20,5	1,19	9,16	80,6	65,0	80,07	42,07	62,05
94,95	5,0	38,0	2,02	19,33	80,2	70,0	82,2	47,71	64,36
91,45	10,0	52,0	4,16	29,76	79,8	75,0	83,9	53,98	67,08
88,95	15,0	59,5	6,46	36,49	79,35	80,0	85,9	61,0	70,43
87,15	20,0	64,8	8,91	41,86	78,95	85,0	88,3	68,9	74,69
85,75	25,0	68,6	11,53	46,07	78,5	90,0	91,3	77,87	80,41
84,65	30,0	71,4	14,35	49,40	78,15	95,0	95,04	88,14	88,23
83,75	35,0	73,3	17,39	51,77	<u>*78,15</u>	<u>95,57</u>	<u>95,57</u>	<u>89,4</u>	<u>89,4</u>
83,1	40,0	74,7	20,68	53,58	78,20	97,0	96,86	92,67	92,34
82,45	45,0	75,9	24,24	55,19	78,25	99,0	98,93	97,48	97,31
81,9	50,0	77,1	28,11	56,83	78,30	100,0	100,0	100,0	100,0

Lisa 2.

Etanooli soojusmahtuvuse c_{EtOH} ja aurustumissoojuse λ_{EtOH} temperatuursõltuvused [4, lk. 258]

Tabel 5.

Temperatuur, °C	c_{EtOH} , kJ/(kg·K)	λ_{EtOH} , kJ/kg	Temperatuur, °C	c_{EtOH} , kJ/(kg·K)	λ_{EtOH} , kJ/kg
0	2,292	921,8	60	2,966	879,9
20	2,485	913,4	80	3,222	850,6
40	2,715	900,8	100	3,515	812,9

Arvutamiseks võib kasutada seoseid [8, lk. 426]:

— soojusmahtuvus temperatuurivahemikus 0 – 80 °C:

$$c_{EtOH} = 2,2727 - 5,7527 \cdot 10^{-3} t - 93,78 \cdot 10^{-6} t^2, \text{ kus } c_{EtOH} \text{ [kJ/(kg}\cdot\text{K)], } t \text{ [}^\circ\text{C]};$$

— aurustumissoojus temperatuurivahemikus 1 – 110 °C:

$$\lambda_{EtOH} = 947,35 - 0,98023 t - 5,023 \cdot 10^{-3} t^2, \text{ kus } \lambda_{EtOH} \text{ [kJ/kg], } t \text{ [}^\circ\text{C]}.$$