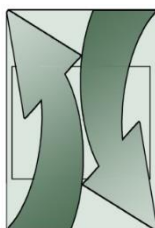




Környezeti eljárásstan II. laboratóriumi előiratok

Szerkesztette: Dr. Tóth András József



2019

Tartalomjegyzék

1. Aceton abszorpciójának számítógépes modellezése	3
2. Anyagátadási tényező meghatározása oldódásnál	9
3. Bepárlás vizsgálata hőszivattyús vákuumbepárlóval	20
4. Lengőlapátos kavarós filmbepárló vizsgálata	32
5. Drogextrakció modellezése	46
6. Folyamatos egyensúlyi desztilláció	55
7. Folyamatos rektifikálás vizsgálata félüzemi méretű rektifikáló oszlopon	62
8. Szakaszos rektifikálás üveg harangtányéros kolonnán	84
9. Réz-szulfát szűrése fordított ozmózis membránnal	99

A publikáció az Innovációs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-19-4-BME-416 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Program, a Nemzeti Tehetség Program NFTÖ-18-B-0154 kódszámú pályázat, a Bolyai János Kutatási Ösztöndíj, a TUDFO/51757/2019-ITM kódszámú Témaerületi Kiválósági Program, az 112699-es és az 128543-as kódszámú OTKA pályázatok támogatásával készült.

ACETON ABSZORPCIÓJÁNAK SZÁMÍTÓGÉPES MODLLEZÉSE

1. Elméleti összefoglalás

A vegyészmérnök feladata, adott célkitűzésnek megfelelően, a vegyipari folyamatok és berendezések tervezése. Valós berendezések üzemeltetését számításokon alapuló tervezés előzi meg, ami a kémiai és fizikai folyamatok matematikai modellekkel történő leírását jelenti.

A műveleti egységek viselkedésének leírásakor esetenként lehetőség adódik egyszerűsítő vagy közelítő számítások, pl. Short-Cut számítások alkalmazására, de ezek az eljárások összetett rendszereknél, ill. nagyobb pontosságot igénylő tervezésnél nem alkalmazhatóak. Többkomponensű rektifikáló folyamat tervezésénél például a MESH egyenletek alapján $N(2C+3)$ nemlineáris egyenlet megoldására van szükség ugyanennyi ismeretlennel (N a tányérok száma, C a komponensek száma). Ez természetesen a számítógép, és a megfelelő numerikus módszerek segítségével ma már rutin feladat, amit professzionális szimulátorok biztosítanak a mérnökök számára.

1.1 ChemCad bemutatása

A ChemCad szoftver egy grafikus felülettel rendelkező folyamatszimulátor, mely felhasználó barát módon támogatja a vegyiparban gyakori műveleti egységek és ezek összekapcsolásával alkotott összetett rendszerek modellezését.

A szoftver támogatja a különböző típusú hőcserélők (hőtan), elválasztási műveletek (desztilláció, abszorpció, azaz anyagátadási folyamatok), csővezetékben történő áramlás (hidrodinamika), ill. kémiai reaktorok (reakciókinetika) számítását.

A szimulátor képes a folyamatok stacioner (*steady state*) és dinamikus viselkedésének leírására is. A laborgyakorlat során csak *steady state* modellezést alkalmazunk.

A szoftver a műveleti egységekben lejátszódó folyamatok számítása során beépített adatbázisára támaszkodik.

A komponens adatbázis számos vegyület alapvető kémiai és fizikai paraméterét tartalmazza, mint forráspont, olvadáspont, kritikus hőmérséklet és nyomás, sűrűség, stb. A paraméterek hőfok és nyomásfüggését empirikus egyenletek segítségével számolja.

A komponensek és elegyek termodinamikai viselkedését különböző modellegyenletek segítségével számolja. A fázisegyensúly leírása a legkorszerűbb állapotegyenletek és aktivitási modellek segítségével lehetséges. Ezek az egyenletek alkalmasak az elegyek nemideális viselkedésének (pl. azeotropia) leírására is.

A hőtani viselkedés leírására különböző ún. entalpia modellek állnak rendelkezésre.

A fent említett modell egyenletek megoldásához komponens-specifikus paraméterek szükségesek, melyek szintén az adatbázisban találhatók.

Az elegyet alkotó komponensektől és az üzemi körülményektől függően különböző modell egyenletek írják le a valóságot megfelelő pontossággal. Az adott tervezési feladatnál alkalmas modellek kiválasztása mérnöki megfontolást igényel.

A szoftver támogatja a berendezések méretezését is. Amennyiben egy berendezés geometriai méretei ismertek, a szoftver beruházási költségeket is tud becsülni, ezzel támogatva a gazdaságossági optimalizálást.

Elválasztási műveletek számításánál a ChemCad lehetővé teszi az egyszerűsítő számítások, short cut számítások kivitelezését, de részletes, ún. szigorú számítások (a MESH egyenletek minden tányérra történő kiszámítása) elvégzésére is van lehetőség.

2. A mérés leírása

A mérés során a hallgatók megismerkednek a ChemCad szoftver felépítésével, elsajátítják annak működtetéséhez szükséges alapvető ismereteket, majd önálló munka keretében vizsgálják acetongőz levegőből történő vizes abszorpcióját.

Az abszorpció elméleti háttere megtalálható a praktikum [1] 8.5. fejezetében. A modellezett oszlop nem egyezik meg a praktikumban bemutatott készülékkel.

Az aceton abszorpcióját a hallgatók az ún. SCDS kolonnával modellezik. Az SCDS kolonna rigorózus számítási algoritmust követő modul, amely a gőz-folyadék egyensúlyt minden tányérra kiszámítja. A modell egyaránt használható desztilláció, abszorpció, sztrippelés számítására. A modell öt bemenő áramot és négy kimenő áramot, öt oldalsó áramot és végtelen számú tányérszámot tud kezelni.

A fázisegyensúly számítása a mérés során a UNIQUAC modell segítségével történik.

A vizsgálandó berendezés éves összköltségének meghatározása egy egyszerű modell segítségével történik, amely az üzemeltetési költségek közül az abszorbens mennyiségét, a beruházási költségeknél a kolonna árát veszi figyelembe. Ez alapján az éves összköltség (*Total Annual Cost*, TAC) a következő egyenletekkel számolható.

$$TAC = \sum P_i \quad (1)$$

$$P_u = \dot{m}_w \cdot p_w \quad (2)$$

$$P_I = \frac{TIC}{T} \quad (3)$$

ahol,

P_i	az éves összköltség összetevői [\$/év]
P_u	üzemeltetési költségek [\$/év]
$\dot{m}_w$	abszorbens tömegárama [tonna/év]
p_w	abszorbens fajlagos ára [\$/tonna]
P_I	beruházási költségek [\$/év]
TIC	abszorbens beruházási költsége (Total Installed Cost) [\$/év]
T	berendezés életideje, 10 év.

3. Mérési feladatok

3.1. A szimulátor kezelésének alapvető elemei

Nyisson új tervezői felületet, állítsa be a megfelelő mértékegységeket. (*Format/Engineering Units*)

Válassza ki a levegő/aceton/víz rendszer modellezéséhez szükséges komponenseket a komponens-adatbázisból. (*Thermophysical/Select Components*)

Válassza ki a megfelelő fázisegyensúly- (*K-value*) és entalpia modellt (**UNIQUAC** és **Latent Heat**). (*Thermophysical/Thermodynamic Settings*)

A *Help* menüben keressen rá a két modellre, és ismerkedjen meg működésükkel és a használatukra vonatkozó megkötésekkel.

Keresse ki a szoftver adatbázisából az acetonra vonatkozó adatokat. (*Thermophysical/Component Database/View-Edit Database Component//Print Component Data*).

Feladat: Keresse ki a vegyület

- molekulatömegét,
- kritikus hőmérsékletét és nyomását
- a folyadékfázisú sűrűesszámításhoz használható együtthatókat.

Számítsa ki az aceton sűrűségét *normál körülmények* esetén az a *Help* „Library Equations”szócikkei közül

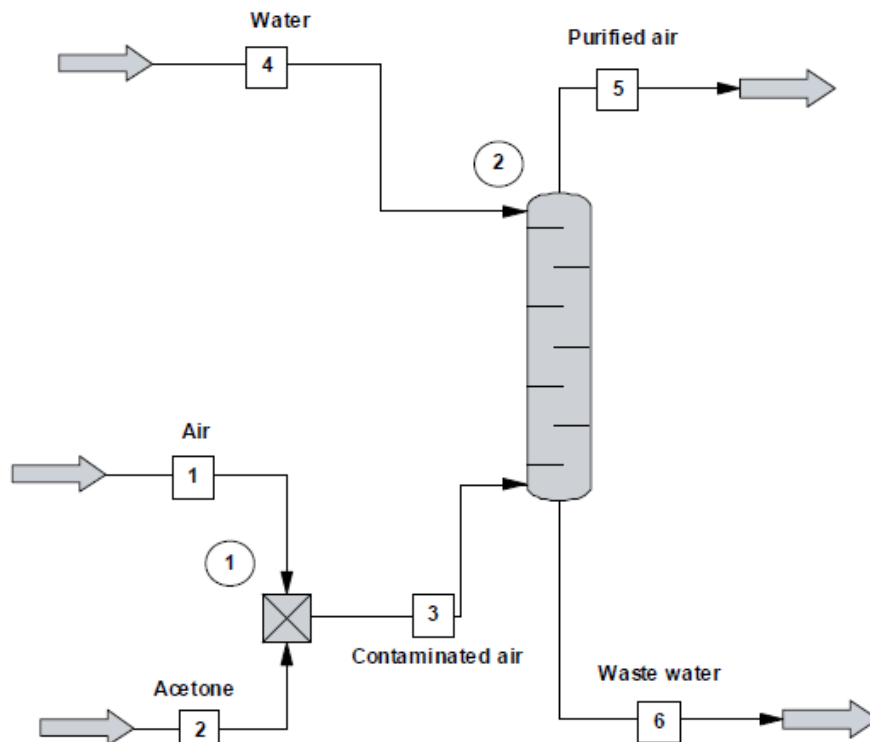
Az eredményeket a jegyzőkönyvben rögzítse.

Építse fel az aceton abszorpció modellezéséhez szükséges folyamatábrát: válassza ki a megfelelő műveleti egységeket a palettáról, és helyezze el őket a tervezési felületen (lásd 1. ábra).

Az abszorpciós kolonnát SCDS#17 kolonnával modellezze (*No condenser* és *No reboiler* specifikációkkal). Az 1. ábrán látható *Mixer* egység alkalmazása opcionális.

Ismerkedjen meg a műveleti egységek adatlapjaival, adja meg a szimulációhoz szükséges adatokat (zöld színnel kiemelt mezők).

A költségbecslés menetét a mérésvezető részletesen bemutatja.



1. ábra: Az aceton abszorpció folyamatábrája.

3.2. Aceton abszorpciójának vizsgálata

A mérés célja 200 m³/h 20°C-os (1 bar) acetonnal szennyezett levegőáram megtisztítása folyamatos üzemű vizes abszorpcióval úgy, hogy a tisztított levegőben az aceton koncentrációja ne haladja meg a 150 mg/m³-es határértéket. A szennyezett levegőben az aceton árama 10 kg/h. A berendezés méretezésénél és az üzemi paraméterek meghatározásánál cél az éves összköltség minimalizálása (10 éves amortizációval számolva).

Rendelkezésre álló adatok:

- abszorbens: 10°C-os víz ($c_p=4,2$ kJ/kgK, ára: 0,5 \$/t)
- abszorpciós oszlop anyaga 1 cm vastag acél ($\rho=7800$ kg/m³); install factor: 3.
- tányératmérő és tányértávolság: 30 cm

Vizsgálja az abszorpció költség hatékonyságát a minta táblázat kitöltésével:

- számítsa ki a tisztított gáz aceton-tartalmát, ill. a költségeket rögzített tányérszám mellett (6 tányér)
- Állapítsa meg, mekkora minimális vízáram kell 9-4 tányérszámok mellett (a vízáramot 50 kg/h lépésekben változtassa).

Válassza ki az optimálisnak ítélt vízáram – tányérszám párosítást. Indokolja döntését.

4. Beadandó

A 3.1. pontban lévő kérdésekre adott válaszok és az 1. táblázat kitöltve, a kiválasztott optimális üzemi paraméterek, a döntés indoklása.

5. Irodalom

[1] Tanszéki munkaközösség: Vegyipari félüzemi praktikum (65029). Műegyetem kiadó, 2000.

A jegyzetet készítette:	Dr. Benkő Tamás
	Dr. Tóth András József
Ellenőrizte:	Dr. Deák András
	Dr. Koczka Katalin

Mérést végezte:	Aceton abszorpciójának számítógépes modellezése	Mérésvezető:
	Dátum:	Csoport:

Vízáram [kg/h]	Tányérszám [db]	Tisztított gáz aceton tartalma [mg/m ³]	P _u \$/év	P _I \$/év	TAC \$/év
300	6				
400	6				
500	6				
600	6				
700	6				
800	6				
	4				
	5				
	6				
	8				
	10				
	12				
	15				

ANYAGÁTADÁSI TÉNYEZŐ MEGHATÁROZÁSA OLDÓDÁSNÁL

A leíratban a felkészülést és a mélyebb megértést elősegítő *elgondolkodtató és ellenőrző kérdések zöld színűek.*

1. Elméleti összefoglaló

Mérnöki számításoknál gyakran szükséges a hőátadási tényező, vagy az anyagátadási tényező ismerete. Ha a szakirodalomban nem találunk a berendezésünkre érvényes korrelációt a keresett átadási tényező számítására, a komponens-, hő- és impulzustranszportok közötti analógia felhasználásával közelítőleg becsülhető a hiányzó átadási tényező értéke.

Tudna olyan esetet mondani, amikor a szükséges átadási tényező kísérleti meghatározása nehézségekbe ütközik, ezért hiánypótló lehet az analógia alapján végzett becslés?

A komponens-, hő- és impulzustranszportok közötti analógia

A fluidumokban végbemenő transzportjelenségek – (súrlódásos áramlás, hőátadás, diffúzió) – matematikailag azonos alakú differenciálegyenletekkel írhatók le. A közismert Newton- ill. Fourier I. egyenletek igen egyszerűen a Fick I. egyenlethez hasonló alakra hozhatók:

$$\tau = \frac{dI}{Adt} = -\eta \frac{dv_z}{dy} = -\nu \frac{d(\rho v_z)}{dy} \quad (1)$$

$$\frac{dQ}{Adt} = -\lambda \frac{dT}{dy} = -a \frac{d(\rho c_p T)}{dy}, \text{ ahol } a = \frac{\lambda}{\rho c_p} \quad (2)$$

$$\frac{dn_i}{Adt} = -D_i \frac{dc_i}{dy} \quad (3)$$

ahol A felület, m^2 ; c_p fajhő állandó nyomáson, $J/(kgK)$; c_i koncentráció i -edik komponensre, $kmol/m^3$; I impulzus, kgm/s ; n a komponens mennyisége, mol ; Q hőmennyiség, J ; t idő, s ; T hőmérséklet, K ; v lineáris sebesség, m/s ; η dinamikai viszkozitás, $kg/(m \cdot s)$; λ hővezetési tényező, $W/(mK)$; ρ sűrűség, kg/m^3 ; τ nyíró-, vagy csúsztatófeszültség, $kg/(m \cdot s^2)$.

Az egyenletek jobb oldalán szereplő ν kinematikus viszkozitás, az a hőmérsékletvezetési tényező és D diffúziós együttható dimenziója megegyezik (m^2/s).

A vezetékes komponens-, hő- és impulzustranszportok között analógia van. Az ún. turbulens vezetési együtthatók bevezetésével a transzportálódó mennyiségek turbulens transzportjára is fennáll ez a kapcsolat ([1] 46. – 48. old.). Az említett három extenzív mennyiség turbulens transzportjának analógiája lehetővé teszi, hogy az egyik konvektív transzport ismeretében a másik kettőre számszerű, tehát kvantitatív adatokat becsülhessünk.

A konvektív hőátadás stacionárius mérlegegyenletéből a modellelmélet alkalmazásával két dimenziómentes számot kaptunk, a hőátadás és hővezetés viszonyát kifejező Nusselt-számot (Nu) és a konvektív és vezetékes hőáramok viszonyát kifejező Peclet-számot (Pe), az impulzusegyenletekből pedig a hidrodinamikai hasonlóságnál megismert Reynolds-szám (Re) adódott. A mérnöki gyakorlatban a Pe -szám helyett a Pe/Re hányadost használják, ez a Prandtl-szám (Pr), amely csupán az impulzus- és hő vezetékes transzportjára vonatkozó anyagi tulajdonságokat tartalmaz, tehát az anyag dimenzió nélküli jellemzője (hatásfok jellegű szám).

Konvektív anyagátadásnál az átadásos és vezetékes komponensáramok viszonyát Sherwood-számnak (Sh) nevezik, a konvektív és vezetékes komponensáramok viszonya pedig a Peclet-vessző-szám (Pe'). Kényszerkonvekcióval végbemenő anyagátadásnál szintén szerepel a Re -szám is. A hőátadáshoz hasonlóan a mérnöki gyakorlatban a Pe' -szám helyett a Pe'/Re hányadost használják, ez a Schmidt-szám (Sc). A Sc -számnak a Pr -számhoz hasonlóan az a jellegzetessége, hogy csak az anyag fizikai tulajdonságaitól függ (a kinematikus viszkozitás és a diffúziós együttható aránya, szintén hatásfok jellegű szám).

A folyamat lényegéből következik, hogy adott anyagnál az adott feltételeknél az a és D együtthatók rendszerint legalább nagyságrendileg megegyeznek. A megegyezés az a és D között jobb, mint egyezésük a kinematikus viszkozitással. A fontosabb dimenziómentes számokat foglaltuk össze az alábbi táblázatban:

Extenzív mennyiség	konvekció vezetés	átadás vezetés	átadás konvekció
Komponens	$Pe' = \frac{vL}{D_i}$	$Sh = \frac{\beta L}{D}$	$St' = \frac{Sh}{Pe'} = \frac{\beta}{v}$
Hő	$Pe = \frac{vL}{a}$	$Nu = \frac{\alpha L}{\lambda}$	$St = \frac{Nu}{Pe} = \frac{\alpha}{\rho c_p v}$
Impulzus	$Re = \frac{vL}{\nu}$	–	$\frac{f}{2} = \frac{\gamma}{\rho v}$

ahol α hőátadási tényező, W/m^2K ; β anyagátadási tényező, m/s ; γ az impulzusátadási tényező, kg/m^2s

Hatásfok jellegű dimenziómentes számok:

$$\text{Prandtl-szám: } Pr = \frac{Pe}{Re} = \frac{\nu}{a} = \frac{\eta c_p}{\lambda}$$

$$\text{Schmidt-szám: } Sc = \frac{Pe'}{Re} = \frac{\nu}{D} = \frac{\eta}{\rho D}$$

$$\text{Lewis-szám: } Le = \frac{Sc}{Pr} = \frac{a}{D} = \frac{\lambda}{\rho c_p D}$$

Ezek a komplexek kevéssé függenek a hőmérséklettől és pl. gázok esetén az anyagi minőségtől is közel függetlenek.

Keveréssel vagy más módon létrehozott turbulens áramlásnál a feltételezett "film"-en keresztül történik a hő és anyagtranszport, így a két folyamat között fennálló analógia alapján is megpróbálhatjuk a film δ vastagságának meghatározását. Hangsúlyozzuk, hogy a két hipotetikus film (a hőtani és az anyagátadási) vastagsága elvileg sem azonos.

Az anyagátadási tényező becslésére Chilton és Colburn ún. j -faktor analógiáját használjuk ([1] 48. old.).

$$j_H = j_D = f/2 \quad (4)$$

Keverős tartályban lapkeverő alkalmazásánál – fázisváltozás nélküli hőátadásnál – a Nu -szám értéke a következő egyenlettel számítható [2]:

$$Nu = 0,37 Re_{kev}^{2/3} Pr^{1/3} \quad (5)$$

Az (5) egyenletből megkapjuk a j_H -faktor empirikus kifejezését, amely a Chilton-Colburn analógia értelmében megegyezik j_D -faktor értékével.

$$j_H = \frac{Nu}{Re_{kev} (Pr^{1/3})} = 0,37 Re_{kev}^{-1/3} \quad (6a)$$

$$j_D = \frac{Sh}{Re_{kev} (Sc^{1/3})} = j_H = 0,37 Re_{kev}^{-1/3} \quad (6b)$$

A (6b) egyenletből a Sh -számot kifejezve:

$$Sh = 0,37 Re_{kev}^{2/3} Sc^{1/3} \quad (7)$$

A filmmmodell érvényességét feltételezve a Sherwood-szám a jellemző geometriai méret és a filmvastagság hányadosaként értelmezhető:

$$Sh = \frac{\beta d_{edény}}{D} = \frac{d_{edény}}{\delta_{film}} \quad (8)$$

Az anyagátadási tényező meghatározása oldódásnál

Egy fázishatárfelületről valamely fluidum belsejébe irányuló anyagátadás vizsgálatánál Nernst [3] feltételezéséből indulhatunk ki. Eszerint a fázishatárfelületen az egyensúly rendkívül gyorsan beáll, mivel ellenkező esetben közvetlenül érintkező pontok között a kémiai potenciál véges különbsége lépne fel, amely az anyagátadási folyamat végtelenül nagy sebességére vezetne. Nernst szerint a fenti alaptételt Noyes és Whitney [4] fejtette ki először szilárd testek oldódásával kapcsolatban. Későbbiekben Brunner [5] a Fick I. differenciálegyenlet alkalmazásával kvantitatív összefüggést vezetett le az oldódás sebességére.

Egy irányban (y irányban) *Fick empirikus összefüggése* azt mondja ki, hogy a diffúzióval átvitt komponensáram arányos az áramlásra merőleges A (m^2) fázishatár-felülettel, és a koncentrációgradienssel, az arányossági tényező pedig a diffúziós együttható.

$$\frac{dn}{dt} = -DA \frac{dc}{dy} \quad (9)$$

ahol c az oldódó komponens koncentrációja ($kmol/m^3$),

n az oldódó komponens mennyisége ($kmol$),

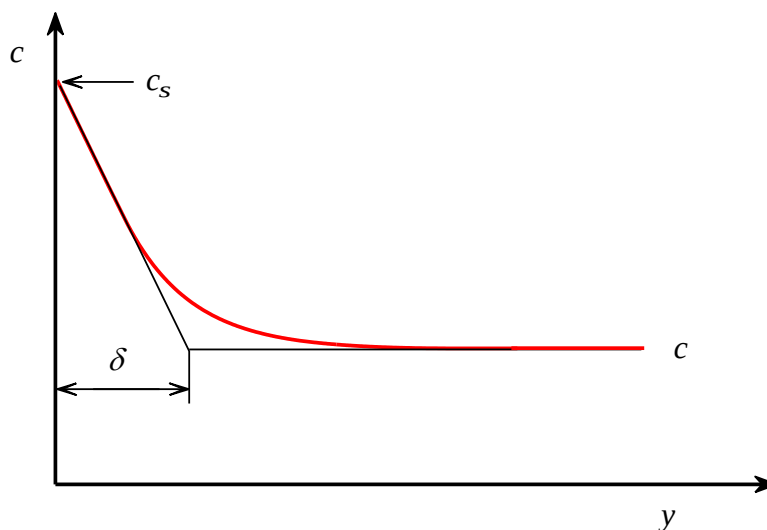
D az oldott anyag diffúziós állandója (m^2/s),

y a szilárd anyag felületétől mért távolság (m).

Az (9) egyenletben a negatív előjel arra utal, hogy az oldódó komponens diffúziója a koncentrációcsökkenés irányában megy végbe. A D diffúziós együttható azt mutatja, hogy egységnyi anyagátadási felületen időegység alatt $1 kmol/m^4$ koncentrációgradiens hatására a felületre merőleges irányban mennyi oldódó komponens áramlik át diffúzióval.

A molekuláris diffúzió a legtöbb esetben lassú, ezért a fluidumok sebességét olyan mértékig növeljük, hogy *turbulens anyagátadás* alakuljon ki. Az ún. turbulens anyagátadásnál a viszkózus határreteg, melyben lamináris áramlás valósul meg, nem tölti ki a teljes teret, mellette megtalálható a turbulens áramlású réteg, s e kettő között az átmeneti zóna. A viszkózus határretegben a transzport molekuláris vezetéssel történik. A turbulens magban viszont a molekuláris transzport hatása elhanyagolható a turbulens transzport mellett. Az átmeneti

rétegben a molekuláris és a turbulens transzport egyaránt érvényesül. A turbulens anyagátadás tipikus koncentráció-lefutását mutatja az 1. ábra.



1. ábra: Koncentrácioprofil oldódó szilárd test határfelülete mellett

A legegyszerűbb átadási elmélet a *filmmodell*: a fázishatár mentén egy lamináris áramlású réteget tételez fel, melyben a transzport molekuláris vezetéssel valósul meg [6]. A film δ vastagságát úgy határozza meg, hogy a filmen kívül a hajtóerő zérus legyen. Feltételezi tehát, hogy a film az összes ellenállást magában foglalja. A (9) egyenletben szereplő koncentrációgradiens ekkor az 1. ábrának megfelelően a következő differenciahányadossal fejezhető ki:

$$-\frac{dc}{dy} = \frac{c_s - c}{\delta} \quad (10)$$

ahol c_s az oldat koncentrációja a szilárd anyag felületén, ami azonosan egyenlő a telített oldat koncentrációjával az adott hőmérsékleten,
 c az oldat kevert tömegének pillanatnyi koncentrációja.

Miért lineáris a filmmodell szerinti koncentrációcsökkenés a filmben? Milyen további feltételek teljesülése esetén kapjuk a (9) és (10) egyenletekből a (11) egyenletet?

Az A (m^2) határfelületen dt (s) idő alatt átadott anyag a V (m^3) térfogatú oldatban lévő komponens mennyiségét (n , kmol) növeli, azaz növekszik a c térfogat-koncentráció¹ (a térfogat állandó). Ezeket figyelembe véve a (9) egyenlet a következő formában írható:

$$\frac{dn}{dt} = V \frac{dc}{dt} = \frac{D}{\delta} A(c_s - c) = \beta A(c_s - c) \quad (11)$$

A (3) egyenletben szereplő D/δ hányadost *anyagátadási tényezőnek* (β) nevezzük, értéke mérési adatok alapján meghatározható². A (3) egyenletet szeparálva és integrálva (c_0 az oldat kezdeti koncentrációja):

¹ A film térfogata az oldat főtömegének térfogata mellett elhanyagolható, azaz c átlagos koncentrációnak tekinthető

² A filmmodell szerint a komponensátadási tényező a diffúziós állandóval egyenesen arányos. A tapasztalat szerint azonban ez nem igaz, tehát a filmelmélet nem korrekt, nem használható a diffúziós együttható

$$\int_{c_0}^c \frac{dc}{c_s - c} = \beta \frac{A}{V} \int_0^t dt \quad (12)$$

$$\ln \frac{c_s - c_0}{c_s - c} = \beta \frac{A}{V} t \quad (13)$$

A mért $c - t$ adatpárokat a (13) egyenlet szerint feldolgozva, az illesztett egyenes meredekségéből számítható a β anyagátadási tényező.

Milyen lineáris összefüggést célszerű illeszteni az adatokra az anyagátadási tényező meghatározásához? A tengelymetszet zérus, vagy nem? Miért?

2. A készülék leírása

Az anyagátadási tényező meghatározásához változtatható fordulatszámú keverőberendezéssel ellátott síkfenekű edényt használunk. A folyadéktölcsér keletkezésének megakadályozására az edény falához áramlástörőt erősítünk. Az átlagos átmérő értéke megtalálható az edény oldalán. Az edény fenekére benzooesav réteget olvasztottunk be, amely lehűtés után megdermedve az edény alapterülete által meghatározott felületű réteget alkot. Az edény falán esetlegesen megtalálható benzooesavat el kell távolítani.

Miért használunk áramlástörőt? Milyen hibát okoz az edény falán esetlegesen megtalálható benzooesav? És ha porszerű benzooesav kristályok maradnak az edényben? Milyen hibát okoz, ha a benzooesav lepényen repedések találhatók?

A készülék nincs termosztálva, de megjegyezzük, hogy csak akkor mérhetünk kielégítő pontossággal, ha a mérés során a folyadék hőmérséklet ingadozása nem lépi túl a 3-4 °C-ot. Célszerű ezért a mérés során a folyadék hőmérsékletét megmérni.

A keverőberendezés motorral együtt függőleges irányban elmozdítható az edény ürítésének megkönnyítése céljából.

Az anyagi jellemzők közül melyeknek a hőfokfüggése meghatározó ennél a mérésnél? Milyen pontosan kell ismernünk ezeket az anyagi tulajdonságokat?

3. Mérési feladat

A mérést olyan fordulatszámon kell végezni, hogy a keverő fordulatszáma elegendően nagy legyen a keveréshez, de ha folyadéktölcsér keletkezne, még ne érje el a keverőt. A levegőben forgatva a keverőt, kisebb az ellenállás, mint folyadéokban, ezért azonos szabályozó állás esetén levegőn nagyobb a fordulatszám mint a folyadéokban. A mérőállomásnál elhelyezett tájékoztatón megtalálja az ajánlott fordulatszám-tartományt.

1. A keverő átmérőjét célszerű még az edény beállítása előtt, a keverő szabad állásában megmérni. A keverőberendezés függőleges elmozdítása után a benzooesavas edény behelyezhető, majd a keverőberendezést függőlegesen mozgatva beállítjuk a keverőlapát alsó szélének távolságát a benzooesav rétegtől (a tartály aljától). Az ajánlott távolság 4 – 5 cm, de nem lehet nagyobb, mint a keverő átmérője. Mérjük meg, és jegyezzük fel a jegyzőkönyvben. Ellenőrizzük, hogy a keverő a kívánt állásban van-e (centrikus elhelyezés).

meghatározására. A mérnöki gyakorlatban azonban még bonyolultabb esetekben is jól használható egyszerűsége miatt (pl. kémiai reakció hatása a komponensátadásra).

A keverő szívóhatása következtében a benzoésav lepény felemelkedhet, és a forgó keverővel ütközve összetörhet. Ennek megakadályozására fém korongokat helyezünk a benzoésav ömledék felszínére egyenletesen elosztva. Írjuk fel a korongok számát és mérjük meg az átmérőjét, mert az A felület értékének számításánál az edény átmérőjével számított területből le kell vonni a korongok által letakart részt.

Ezután pontosan 7000 ml szobahőmérsékletű desztillált vízzel feltöltjük az edényt és azonnal elindítjuk a keverőt és a stoppert. Ezzel egyidőben egy gyors mozdulattal beállítjuk a keverő kívánt fordulatszámát a szabályozó gombbal. A keverőmotor tápegységének melegeése miatt a mérés alatt a fordulatszám kismértékben változhat, amit a szabályzó gomb forgatásával menet közben kell korrigálni.

2. Az edényből pipettával 10 percenként 5 cm³ mintát veszünk és fenoftalein indikátor hozzáadása mellett 0,01 n NaOH oldattal titráljuk. Az első mintavétel előtt célszerű 5 cm³ mintát venni a desztillált vízből, és a mintákkal azonos módon megtitralni (ún. vakpróba). Ha mérhető mennyiségű mérőoldat fogyást tapasztalunk, az értékkel korrigálni kell a mintákra kapott mérőoldat fogyásokat. Minden mintavétellel egyidőben megmérjük a kevert folyadék hőmérsékletét is. Az utolsó mintavétel a 90. percben történjen.

Milyen hibákat követhetünk el a mintavételnél és a titrálásnál? A desztillált víz esetleges savasságától eltekintve még miért előnyös a vakpróba?

3. A mért adatokat a IV. pontban bemutatott táblázatokban rögzítjük. Minden adatot közvetlenül a jegyzőkönyvbe kell írni!
4. A mérés befejezése után a keverőt ki kell kapcsolni. A keverőt felemelve a benzoésavról a vizet haladéktalanul leöntjük, és a keverőt nedves, majd száraz ruhával letöröljük, a berendezést áramtalanítjuk.

4. A mérés kiértékelése

Mérési eredményeinket a (13) képlet alapján dolgozzuk fel.

A koncentrációkülönbségek hányadosa megegyezik a mérőoldat-térfogatkülönbségek hányadosával, így a (13) képlet a következő formában írható fel ($c_0 = 0$, koncentrációk helyett a mérőoldat fogyásokat, $\ln$ helyett pedig a 10 alapú $\lg$ -t használhatjuk):

$$\lg \frac{x_s}{x_s - x} = \frac{1}{2,303} \beta \frac{A}{V} t \quad (14)$$

Az $x_s / (x_s - x)$ hányadosok logaritmusát az idő függvényében ábrázolva a pontok egy egyenesen fekszenek. (A diagram elkészíthető a kereskedelembe kapható mm papíron, de Excelben dolgozva is normál léptékű tengelyekkel kell elkészíteni a diagramot, a vízszintes tengelyen az időt, a függőleges tengelyen a logaritmus értékeket ábrázolva³). Az illesztett egyenes iránytangenséből határozzuk meg a β anyagátadási együttható értékét.

Hibát követ el, ha akkor is origóba futó egyenest illeszt az adatokra, amikor az adatok elhelyezkedése ennek ellentmond? Indokolja meg a választ! Az anyagátadási tényező meghatározásához a (14) összefüggéstől eltérő lineáris formában is felírhatná a (11) egyenlet megoldását?

³ Ha az Excelben az ábra készítésekor a függőleges tengelyen az $x_s/(x_s-x)$ értékeket ábrázoljuk és a tengely skáláját választjuk logaritmikusnak, az Excel a lineáris függvényt $x_s/(x_s-x)$ -re illeszti, nem annak logaritmusára!

A filmmodellből az anyagátadási tényezőre a $\beta=D/\delta$ kifejezés adódik, ami tapasztalat szerint a diffúziós állandóra nézve nem teljesül. Ennek ellenére, egyszerűsége miatt használjuk ezt az összefüggést a δ filmvastagság kiszámítására. A benzoésav diffúziós állandója szobahőmérsékleten $D = 5,2 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{min}$.

1) Mérési adatok és azokból meghatározott értékek:

Keverő fordulatszáma (n):		min^{-1}
Keverőlapát átmérője (d):		cm
Tartály belső átmérője ($d_{\text{edény}}$):		cm
Keverőlapát távolsága a benzoésav szintjétől:		cm
Betöltött folyadék mennyisége (V , mért):		cm^3
A benzoésavlepenyre helyezett korongok száma (k):		–
A korongok átmérője (d_{korong}):		cm
0,01 n NaOH mérőoldat faktora (megadott érték):		–
A kevert folyadék átlagos hőmérséklete (ϑ , számított):		$^{\circ}\text{C}$
Az átlagos hőfokhoz tartozó telített oldat koncentrációja c_s (számított):		tömeg %
A telített oldat koncentrációjához tartozó ekvivalens mérőoldat fogyás x_s : (számított):		cm^3
A kevert folyadék sűrűsége az átlagos hőmérsékleten:		kg/m^3
A kevert folyadék viszkozitása az átlagos hőmérsékleten:		mPas

A mért hőmérséklet átlagához (ϑ) tartozó telítési koncentráció 10...40 $^{\circ}\text{C}$ hőmérséklet tartományban az alábbi egyenlettel számítható:

$$c_s (\text{tömeg \%}) = 0,163 + 2,56 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta + 1,79 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2 \quad [\vartheta] = ^{\circ}\text{C} \quad (15)$$

Felesleges a mérőoldat fogyásából a c koncentrációkat kiszámítani, ehelyett számítással a mérés átlagos hőmérsékletén vett c_s telítési benzoésav koncentrációt célszerű átszámítani 5 cm^3 telített oldattal ekvivalens mérőoldat-térfogatra (x_s).

Mivel az oldat igen híg, sűrűsége egyenlőnek vehető a vizével (még a telített koncentráció átszámításánál is). 1 cm^3 0,01 n NaOH mérőoldat megfelel 0,001221 g benzoésavnak. A víz és vízgőz adatai kézikönyvekből (pl. a félüzemi laborban megtalálható Vegyészmérnökök kézikönyve) keresendők ki.

Titrlási eredmények és a számított értékek:

Mért értékek			Számított értékek		
A mérés megkezdésétől a mintavételig eltelt idő (min)	Hőmérséklet (°C)	mérőoldat fogyás (x , cm ³)	$x_s - x$	$\frac{x_s}{x_s - x}$	$\lg\left(\frac{x_s}{x_s - x}\right)$
1)					
2)					
3)					
4)					
5)					
6)					
7)					
8)					
9)					

2) $\lg \frac{x_s}{x_s - x} - t$ diagram, és az illesztett egyenes egyenlete:

tengelymetszet (a):

meredekség (m):

$$A_{\text{kor}} = \frac{d_{\text{edény}}^2 \pi}{4} - k \frac{d_{\text{korong}}^2 \pi}{4} = \quad \text{m}^2$$

$$\beta_{\text{mért}} = \frac{2,303 \cdot V \cdot m}{A_{\text{kor}}} = \quad \text{m}^2/\text{s}$$

$$\delta_{\text{mért}} = \frac{D}{\beta_{\text{mért}}} = \quad \text{m}$$

3) Az anyagátadási tényező számítása a transzportfolyamatok analógiáját felhasználva:

$$\text{Re}_{\text{kev}} = \frac{d^2 n \rho}{\eta} =$$

$$\text{Sc} = \frac{\eta}{\rho D} =$$

$$\text{Sh} = 0,37 \text{Re}_{\text{kev}}^{2/3} \text{Sc}^{1/3} =$$

$$\beta_{\text{számított}} = \frac{\text{Sh} \cdot D}{d_{\text{edény}}} = \quad \frac{\beta_{\text{mért}}}{\beta_{\text{számított}}} =$$

Megjegyzés: Az anyagátadási tényező (β) analógia felhasználásával számított értéke csupán közelítő becslés, mivel egyrészt a készülékünk geometriailag nem teljesen hasonló a keverős duplikátorhoz, másrészt az edény fenekére vonatkozó átlagos fajlagos átadási áram nagyobb, mint az oldalfalakon és a fenéken kapható átlagos fajlagos átadási áram. Megjegyzendő, hogy Mizushina és munkatársai azonos keverős berendezésben végzett impulzus-, hő- és anyagátadási mérésekkel bizonyították a Chilton-Colburn analógia érvényességét [7].

5. Beadandó

A jegyzőkönyvben mérési leírást, készülékábrát csak akkor tüntessenek fel, ha arról valamit mondani is szeretnének (pl. nem egyezett meg a jelen leírással, ezért a különbséget jelölik). Ellenkező esetben elegendő egy mondat, hogy a mérést a mérési leírati szerinti készüléken és módon végezték.

1. Az adattábla a mérési adatokkal (mérésvezető által aláírva).
2. A részletes számolás, amelyben az eredmények (1-3. pontok) ki vannak emelve. Ügyeljenek a mértékegységek megadására!
3. A kapott eredmények szöveges értékelése, a mérés során esetlegesen elkövetett hibák leírása.

Irodalom:

- [1] Simándi Béla szerk.: Vegyipari műveletek II. Anyagátadó műveletek és kémiai reaktorok, Typotex, 2012.
- [2] Tettamanti K.: Vegyipari Műveletek, Ábrafüzet II. 121. ábra.
- [3] Nernst: Zeitschrift f. Phys.Chem. 97, 52-55 (1904)
- [4] Noyes-Whitney: Zeitschrift f. Phys.Chem. 23 689 (1897)
- [5] Brunner: Zeitschrift f. Phys.Chem. 97, 56-102 (1904)
- [6] Whitman, W. G. Chem. Met. Eng. 29, 147 (1923)
- [7] Mizushina, T., Ito, R., Hiraoka, S., Ibusuki, A., Sakaguchi, I.: J. Chem. Eng. Japan 2, 89 (1969)
- [8] Tanszéki munkaközösség: Vegyipari félüzemi praktikum, Egyetemi jegyzet, 65029, Műegyetemi Kiadó, 2000.
- [9] Fonyó Zs., Deák A., Hunek J.: Komponensátadási tényező meghatározása oldódásnál, Magyar Kémikusok Lapja, **58**, 46-48, (2003)

A leíratot a [8] és [9] irodalmak alapján készítette:

Dr. Deák András

Ellenőrizte:

Lakné Dr. Komka Kinga

Lőrincz László

Budapest, 2017. augusztus

Mérést végezte: 1. 2. 3. 4.	Anyagátadási tényező meghatározása oldódásnál Dátum:	Mérésvezető: Csoport:
---	--	------------------------------

1) Mérési adatok és azokból meghatározott értékek:

Keverő fordulatszáma (n):		min ⁻¹
Keverőlapát átmérője (d):		cm
Tartály belső átmérője ($d_{\text{edény}}$):		cm
Keverőlapát távolsága a benzoésav szintjétől:		cm
Betöltött folyadék mennyisége (V , mért):		cm ³
A benzoésavlepenyre helyezett korongok száma (k):		–
A korongok átmérője (d_{korong}):		cm
0,01 n NaOH mérőoldat faktora (megadott érték):		–
A kevert folyadék átlagos hőmérséklete (ϑ , számított):		°C
Az átlagos hőfokhoz tartozó telített oldat koncentrációja c_s (számított):		tömeg %
A telített oldat koncentrációjához tartozó ekvivalens mérőoldat fogyás x_s : (számított):		cm ³
A kevert folyadék sűrűsége az átlagos hőmérsékleten:		kg/m ³
A kevert folyadék viszkozitása az átlagos hőmérsékleten:		mPas

Mért értékek			Számított értékek		
A mérés megkezdésétől a mintavételig eltelt idő (min)	Hőmérséklet (°C)	mérőoldat fogyás (x , cm ³)	$x_s - x$	$\frac{x_s}{x_s - x}$	$\lg\left(\frac{x_s}{x_s - x}\right)$
10)					
11)					
12)					
13)					
14)					
15)					
16)					
17)					
18)					

2) $\lg \frac{x_s}{x_s - x} - t$ diagram, és az illesztett egyenes egyenlete:

tengelymetszet (a):

meredekség (m):

$$A_{korr} = \frac{d_{edény}^2 \pi}{4} - k \frac{d_{korong}^2 \pi}{4} = \quad \text{m}^2$$

$$\beta_{mért} = \frac{2,303 \cdot V \cdot m}{A_{korr}} = \quad \text{m}^2/\text{s}$$

$$\delta_{mért} = \frac{D}{\beta_{mért}} = \quad \text{m}$$

3) Az anyagátadási tényező számítása a transzportfolyamatok analógiáját felhasználva:

$$\text{Re}_{kev} = \frac{d^2 n \rho}{\eta} =$$

$$\text{Sc} = \frac{\eta}{\rho D} =$$

$$\text{Sh} = 0,37 \text{Re}_{kev}^{2/3} \text{Sc}^{1/3} =$$

$$\beta_{számított} = \frac{\text{Sh} \cdot D}{d_{edény}} = \quad \frac{\beta_{mért}}{\beta_{számított}} =$$

4) Megjegyzések, szöveges értékelés:

BEPÁRLÁS VIZSGÁLATA HŐSZIVATTYÚS VÁKUUMBEPÁRLÓVAL

A félüzemi méretű, duplikált fenekű, hőszivattyús vákuumbepárlón a bepárlás vizsgálata a kavarós filmbepárló méréshez hasonlóan hőtani feladatokra épül: látszólagos hőátbocsátási tényező meghatározása. A mérés célja, hogy a hallgató a mérés elvégzése után **az alábbi tanulási eredményeket elérje:**

Minimum szint:

A hallgató

- képes egy félüzemi méretű, több alegységből álló készüléken eligazodni, a sematikus rajz alapján a főbb egységeket és a mérőműszereket azonosítani;
- meg tudja állapítani a stacionárius üzemállapotot;
- folyamatos üzemű egyszerű berendezés és elemei bármelyikére képes helyes anyag- és hőmérlegegyenletet felírni, és a mérési adatok alapján a mérlegegyenlet hibáját meghatározni;
- rálátással rendelkezik a látszólagos hőátbocsátási tényezőt befolyásoló fontosabb paraméterekre;
- ismeri és el tudja magyarázni a kondenzátor, a kompresszor, a hőszivattyús vákuumbepárló, a léghűtő, a centrifugál szivattyú, a köbözés működési elvét és legalább egy műszaki kialakítását;
- a mérés során a mérési adatokat jól dokumentáltan jegyzi fel és átlátható formában összesíti;
- mérési adatait más szakember számára érthető formában, a megfelelő egyenletek kiválasztásával és a mértékegységek helyes használatával értékeli ki és átlátható kivitelű jegyzőkönyvet készít;
- a számítási eredményeit összeveti a tapasztalati értékekkel és jelentős eltérés esetén keresi és értékeli a hiba okát.

Optimális szint (a minimum szint felett):

A hallgató:

- képes a cél (számítási feladat) ismeretében a szükséges mérési feladatok meghatározására;
- az egyes módszerek mérési bizonytalanságának ismeretében és a számításhoz szükséges pontosság figyelembevételével választ mérési/mintavételezési módszert és gyakoriságot;
- átlátja egy hőtani művelet során az egyes mérhető értéket befolyásoló folyamatokat és azok kapcsolatait;
- az eredményeket összefüggéseiben, a gyakorlati tapasztalatai figyelembevételével értékeli.

A mérés során az alábbi alapismeretekre építünk, ezek szükségesek a mérési feladat elvégzéséhez, a mérés céljának és a számításoknak a megértéséhez és ezért számon is kérhetők:

- anyagmérleg felírása folyamatos üzemelésű berendezésre, állandósult állapotban;
- hőmérleg (energiamérleg) felírása folyamatos üzemelésű berendezésre, állandósult állapotban;
- a páratér nyomását mi alapján határozzuk meg;
- entalpiaértékek meghatározása;

- hőveszteség, kondenzációs hő és önellpárolgás értelmezése és meghatározása;
- a kondenzátorban elvont hőáram és az önellpárolgás ismeretében a fűtőfelületen áradott hőáram számítása;
- látszólagos hőátbocsátási tényező és számítása a bepárló fűtőfelületén áradott hőáram egyenletből;
- egységnyi párakondenzátumra vonatkozó felhasznált elektromos teljesítmény számolása, a mérési idő alatt mutatott elektromos energiák átlaga és a párakondenzátum térfogata ismeretében;
- a forráspon és az összetétel valamint a nyomás közötti jellemző összefüggések.

A leiratban a felkészülést és a mélyebb megértést elősegítő *elgondolkodtató és ellenőrző kérdések zölddel vannak szedve.*

1. Hőszivattyús vákuumbepárló

Üst fűtésű bepárlókban az oldat hőmérséklete hely szerint változik a különböző irányból érkező hőáram miatt. Függőleges irányban a hidrosztatikus nyomás változik, ami a forrponi hőmérséklet változását okozza. Az oldat töményedésével annak forráspon emelkedését is figyelembe kell venni, ezért a hőmérséklet eloszlást a koncentráció hely szerinti eloszlása is befolyásolja. Mivel a gyakorlat során víz elpárolgztatását végzik, koncentrációs forráspon emelkedés nem következhet be. Az üstben forró folyadék néhány cm vízoszlopot jelent, tehát a hidrosztatikai forráspon emelkedés is elhanyagolható.

Az üstfolyadék hőmérsékletét a páratér nyomásával határozhatjuk meg az oldószer tenzió görbéje, vizes oldat bepárlásánál vízgőz táblázat segítségével. Esetünkben pár cm vastag tiszta vizet forralunk, ezért az érték megfelel a valós hőmérsékletnek. Forráspon emelkedés esetén a látszólagos jelzővel látjuk el a fogalmakat: látszólagos folyadékoldali forrásponot ($T_{\text{látsz}}$), látszólagos hőmérsékletkülönbséget és látszólagos hőátbocsátási tényezőt ($k_{\text{látsz}}$) definiálunk.

$$\dot{Q} = k_{\text{látsz}} \cdot A \cdot (T_{1,m} - T_{\text{látsz}}), \text{ ahol} \quad (1)$$

$\dot{Q}$	a bepárló fűtőfelületén áradott hőáram [W]
$k_{\text{látsz}}$	látszólagos hőátbocsátási tényező [W/(m ² ·K)]
A	fűtőfelület [m ²]
$T_{1,m}$	esetünkben a hőszivattyú munkaközegének hőmérséklete [°C]
$T_{\text{látsz}} = T_p$	látszólagos hőmérséklet, amely a páratér hőmérsékletét jelenti [°C]

A hőátbocsátási tényező meghatározásához a falon átment hőáramot kell mérnünk. Egy bepárló vizsgálatakor a pára keletkezéséhez kell döntően hőt befektetni. A pára kondenzátum mérése nagyon pontos tömegmérésen alapszik. A fűtött felületen átment hőmennyiség azonban eltérhet a pára mennyiségből számítható értéktől. Két tényezőt kell figyelembe venni:

- hőveszteség. Ha a bepárlás a környezeti hőmérséklethez képest lényegesen magasabb hőmérsékleten történik (jellemzően ez a helyzet nagynyomású gőzzel fűtött berendezéseknél), a környezet felé való hőátadással (hődisszipációval) kell számolnunk. Jelen esetben a bepárlás vákuum alatt történik, közel szobahőmérsékleten, ezért a hőveszteség elhanyagolható. Ennek megfelelően a bepárló test nincs szigetelve.
- önellpárolgás. Ha egy folyadékot olyan kisebb nyomású térbe táplálunk be, ahol a hőmérséklete magasabb, mint a tér nyomásához tartozó forráspon, önellpárolgás (vesd össze sarjú gőz, flash desztilláció) lép fel. Ekkor a bepárlóból távozó pára kondenzátum egy kis része önellpárolgás eredménye.

A két jelenség hatása: a hőveszteség folytán a szigeteletlen falon lecsapódó pára, illetve az önellapárolgásból keletkező pára a teljes hőáramból számítottához viszonyítva pár százalékos nagyságrendű, és egymást kompenzálja abban az esetben, amikor $T_0 > T_1$ és $T_1 > T_{\text{környezet}}$.

A teljes anyagmérleg (2a) és a hőveszteség elhanyagolásával felírt hőmérleg (3a) ismeretében felírható (4) egyenlet megadja, hogy a hőközléssel, illetve az önellapárolgással mekkora pára mennyiség keletkezik.

$$L_0 = W + L_1, \text{ ahol} \quad (2a)$$

$$W = W_{1,\text{önellap}} + W_{HK} \quad (2b)$$

$$L_0 \cdot i_0' + \dot{Q} = W \cdot i_{p1}'' + L_1 \cdot i_1' \quad (3a)$$

$$\dot{Q} = W \cdot i_{p1}'' + L_1 \cdot i_1' - L_0 \cdot i_0' \quad (3b)$$

$$\dot{Q} = L_0 \cdot (i_1' - i_0') + W \cdot (i_{p1}'' - i_1') \quad (3c)$$

$$W = \frac{\dot{Q}}{(i_{p1}'' - i_1')} + L_0 \cdot \frac{(i_0' - i_1')}{(i_{p1}'' - i_1')}, \text{ ahol} \quad (4)$$

L_0	a betáplálás anyagmennyisége [kg/s]
W	a párakondenzátum mennyisége [kg/s]
L_1	a maradék mennyisége [kg/s]
W_{HK}	a hőközlés hatására elpárologott pára mennyisége [kg/s]
$W_{1,\text{önellap}}$	az önellapárolgás során keletkező pára mennyisége [kg/s]
i_0'	az adott hőmérsékletű betáplálás fajlagos entalpiája [kJ/kg]
i_{p1}''	a páratér nyomásának megfelelő pára fajlagos entalpiája [kJ/kg]
i_1'	a páratér nyomásának megfelelő folyadék fajlagos entalpiája [kJ/kg]

$$\frac{\dot{Q}}{(i_{p1}'' - i_1')} = W_{HK} \quad \text{hőközléssel elpárologtatott pára mennyisége [kg/s]}$$

$$\frac{L_0 \cdot (i_0' - i_1')}{i_{p1}'' - i_1'} = W_{1,\text{önellap}} \quad \text{az önellapárolgással keletkező pára mennyisége [kg/s]}$$

$$\frac{(i_0' - i_1')}{i_{p1}'' - i_1'} = \beta \quad \text{önellapárolgatási tényező [-]}$$

A hőmérséklet értékek és entalpiák ismeretében az önellapárolgással keletkező pára mennyisége számítható ($W_{1,\text{önellap}}$).

Hőszivattyús bepárló tekintetében a hőveszteségtől eltekintve a bepárló fűtőfelületén átadott hőáram és az önellapárolgással befektetett hőáram összege megegyezik a párakondenzáció során elvont hővel.

$$\dot{Q}_{kond} = W \cdot (i_{p1}'' - i_1'), \text{ ahol} \quad (5)$$

$$\dot{Q}_{kond} \quad \text{kondenzátorban elvont hőáram [W]}$$

$(i''_{p1} - i'_1)$ oldószer (víz) pára és kondenzátumának entalpia különbsége [J/kg].

Teljes kondenzációt megvalósítva a pára tömegárama megegyezik a pára kondenzátum tömegáramával, így elegendő a kondenzátum áramának mérése.

A fűtőfelületen átadott hőáram a kondenzátorban elvont hőáram és az önelpárolgás ismeretében a (6) egyenlet segítségével számítható.

$$\dot{Q} = \dot{Q}_{kond} - L_0 \cdot \beta \cdot (i''_{p1} - i'_1) \quad (6)$$

A berendezés által felvett elektromos energia (P_0) a keverőmotor, a ventilátor, a kompresszor és a vákuumot biztosító centrifugál szivattyú elektromos áram igényéből tevődik össze, hiszen a fűtőfelületen átadott hőáramot ($\dot{Q}$) a párakondenzációból nyert hőáram biztosítja.

Az 1 dm³ párakondenzátum térfogatra vonatkozó fajlagos elektromos energia értéke a (7) egyenlet segítségével számolható:

$$\frac{\overline{P_0} \cdot t}{V_p}, \text{ ahol} \quad (7)$$

t a mérési idő [h]

$\overline{P_0}$ a t mérési idő alatt a fogyasztásmérő által mutatott elektromos energiák átlaga [kW]

V_p a t mérési idő alatt gyűjtött párakondenzátum térfogata [dm³]

A mérés tárgyát képező hőszivattyús elven működő bepárlót jellemzően szennyvíz, olajos emulzió, mosó-, zsírtalanító- galvánfürdők elfolyó vizének tisztítására használják, és a keletkező párakondenzátumot visszavezetik a technológiába.

A különböző bepárlókat egységnyi visszanyert vízhez szükséges energiamennyiséggel hasonlítják össze. A hőszivattyús bepárló csak elektromos áramot igényel.

Miért előnyös a hőérzékeny anyagok bepárlásánál a vákuum alkalmazása?

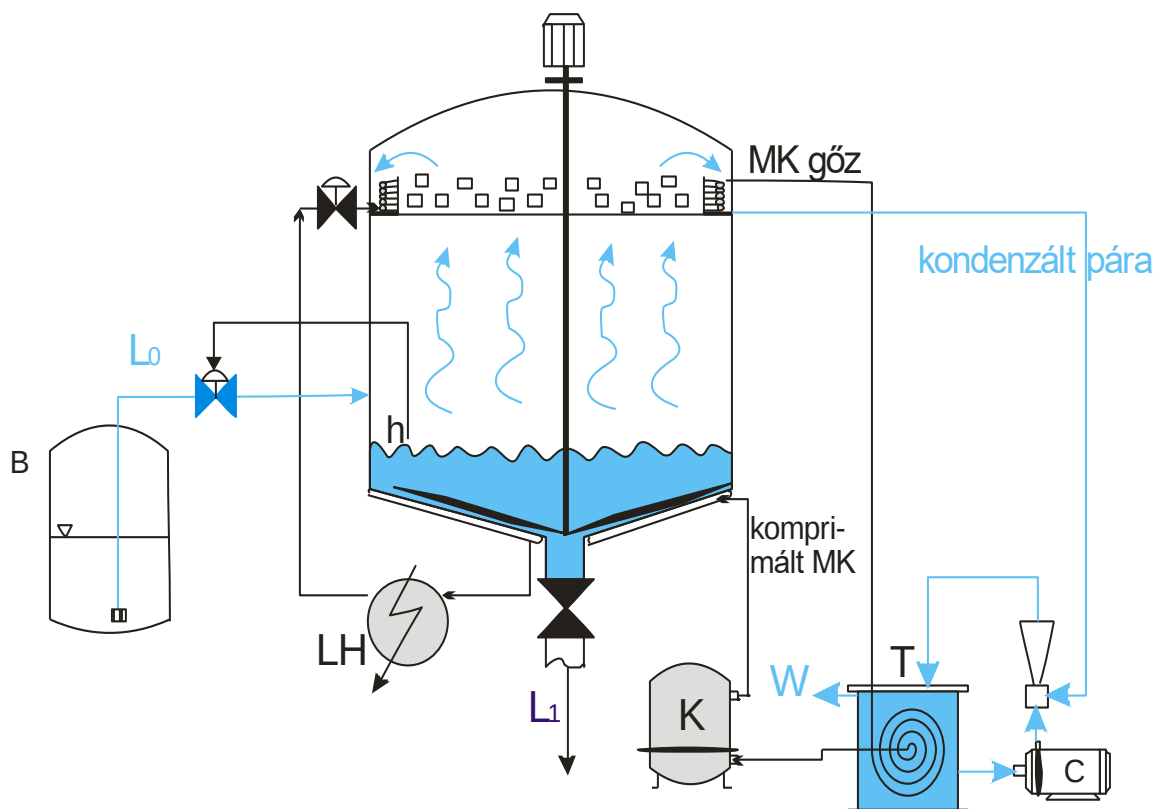
2. A berendezés leírása

A berendezés folyamatábrája a 1. ábrán látható. Csak a mérés szempontjából legfontosabb elemeket tüntettük fel.

A készülék kialakítását nézzék át a mérésvezető megérkezése előtt!

Az egyes helyeken milyen nyomás illetve hőmérséklet várható?

A kísérleti berendezés R150 v03-as típusú munkaközeges hőszivattyús vákuumbepárló, amely 150 kg/nap párakondenzátum előállítására képes csapvizes üzemeltetés esetén és munkaközegként R407C típusú freon gázt használ. A bepárló duplikált fenekű, keverővel ellátott és saválló kivitelben készült. Az üst kialakítását tekintve domborított edényfenék, amelynek hőátadó felülete (A) 0,29 m².



1. ábra: Az R150 v03-as típusú bepárló sematikus ábrája.

Bepárló anyagforgalma:

A berendezés elindításakor létrejövő vákuum a „B” jelű betáplálási tartályból ~16 liter L_0 bepárlandó folyadékot rövid idő (max. 1 perc) alatt beszív a bepárlóba. Az üstben a folyadék az üstfűtés és a vákuum hatására forrni kezd. Az így keletkező pára Raschig gyűrűs cseppfogón halad át, majd egy csőkígyó külső felületén lekondenzál és a „T” jelű tartályba jut, melynek túlfolyóján keresztül távozik (W). A „T” tartály utóelpárológatóként is működik, amely biztosítja, hogy a munkaközeg gáz fázisban lépjen vissza a kompresszorba. A tartály aljához centrifugál szivattyú csatlakozik, mely Venturi csövön keresztül keringeti a kondenzátumot. Az ejektor által keletkező vákuum elszívja a nem kondenzálható gázokat is a bepárlóból.

A bepárlóban elhelyezett szintérzékelő vezérli a betáplálási vezeték membrán szelepét, így az üstben levő anyagmennyiség állandó. A stacioner állapot esetében a pára-kondenzátum áramának meg kell egyeznie a betáplálási árammal. Az L_1 maradék a mérés végén, a vákuum leállítása után távolítható el az üstből.

A munkaközeg körforgalma:

A munkaközeg R407C jelzésű freon gáz, amely a pára-kondenzátorban - a bepárló tetején található csőkígyóban - alacsony nyomáson, az ehhez tartozó alacsony hőmérsékleten elpárolog, majd az így felvett hő magas nyomáson az ahhoz tartozó magas hőmérsékleten leadja, úgy, hogy lekondenzál a bepárló duplikált fenekében. A munkaközeg nyomását kompresszor emeli a megfelelő szintre. A felszabaduló kondenzációs hő forralja a vizet a bepárlóban. A munkaközeg kondenzációját „LH” jelű léghűtővel tesszük teljessé, majd egy expanziós szelepen keresztül a folyadék a bepárló tetején található csőkígyó belsejébe kerül vissza. Így záródik a munkaközeg körfolyamata. Az R407C típusú gáz nyomás-entalpia diagramja a készülék mellett megtalálható.

3. A mérési feladat

A mérés célja a bepárlás vizsgálata félüzemi méretű, duplikált fenekű, hőszivattyús vákuumbepárlóval, kapacitás (a kondenzátorban elvont hőáram és az önelpárolgás ismeretében a fűtőfelületen átadott hőáram) számítása, anyag-mérlegegyenlet felírása, anyagmérleg hiba számítása, a látszólagos hőátbocsátási tényező kiszámítása, egységnyi párakondenzátumra vonatkozó felhasznált elektromos teljesítmény számítása.

Milyen adatokra van szüksége ezek kiszámításához? Minden szükséges adatot mérni fog? Előír a mérési leírat bármit, amit nem kell felhasználnia? Ha igen vajon miért érdemes mégiscsak mérni?

Útmutatás a készülék kezeléséhez

A mérés megkezdése előtt az 1. sematikus ábra alapján végigjárjuk a készüléket és elvégezzük az alábbi utasításokat:

1. Ellenőrizze, hogy a pára kondenzátum gyűjtőtartály (T) szintje maximális.
2. Töltse fel a betáplálási tartályt (B) min. 40 liter vízzel, és mérje meg a hőmérsékletét.
3. Ellenőrizze, hogy a bepárló szívócsonkjának szűrője tiszta.
4. Amennyiben az üst látszaka nyitott állapotban van, törölje le az ablaktömítést, és zárja le a bepárlót.
5. Zárja a maradék leeresztő gömbszelepet (CSAK A MÉRÉSVEZETŐ SZABÁLYOZHATJA!!!).
6. Helyezze a habzásgátló adagoló csonkot víz alá (ezáltal a fals levegő beszívást lehet elkerülni).
7. Helyezzen gyűjtőedényt a pára kondenzátum cső alá, hogy a bepárló elindítása során kilőtt vizet összegyűjtsük.

Mi lehet az oka, hogy összegyűjtjük? Miért nem engedjük a lefolyóba?

8. Nyugtázza a készüléken az esetleges hibaüzeneteket.

A bepárló 220 V-os feszültségű elektromos árammal üzemeltethető. A bepárlót egy elektromos fogyasztásmérőn keresztül csatlakoztatjuk az elektromos hálózathoz, hogy mérni tudjuk az aktuálisan felhasznált elektromos energiát (W-ban) és a mérés kezdetétől eltelt időt. Ezért a mérés megkezdése előtt (a START/STOP gomb megnyomása előtt!) fel kell jegyezni a fogyasztásmérő állását. A mérőműszer az összesen felhasznált elektromos energiát is mutatja kWh-ban, ezért a mérés megkezdése előtt annak értékét is fel kell jegyezni!

Indítás

1. Az ON/OFF kar ON állásba történő billentésével áram alá helyezzük a készüléket és beindul a keverőmotor is.
2. A mérést a START/STOP gomb START állásba történő kapcsolásával indítjuk el, **kiemelten betartva az „Útmutatás a készülék kezeléséhez” 7. pontját.**
3. Mérjük a mérés kezdetétől eltelt időt.

Miért írjuk fel? Hol lesz erre szükség?

4. A végvákuum (stacionárius állapot) eléréséhez kb. 30 perc szükséges.

Stacionárius állapot: A stacionárius állapot beállt, ha a hőmérsékletek állandók, ill. ha a mérőhengerekben az 5 egymás után mért párlat és maradék áram nem mutat egyirányú járást

és az eltérés közöttük kisebb, mint 5%. A hőszivattyús bepárlóban a szintszabályozó gondoskodik a bepárló szintjének állandó értékéről.

5. A mérések során adott időpillanathoz tartozóan leolvassuk:

- a manométerről a bepárlóban lévő vákuumot,
- a kompresszor nyomóágán mért munkaközeg gáz nyomását,
- az R407C típusú munkaközeg hőmérsékletét,
- az elektromos fogyasztásmérőről az aktuális teljesítményértéket,
- mérjük stacioner állapotban a pára térfogatáramát,
- mérjük stacioner állapotban a betáplálás térfogatáramát.

Mennyi időnként mérjük állandósult állapotban? Egyszerre kell mérni a különböző mérési pontokon?

6. A mérésnek vége ha megvan a stacioner állapotban adott időpillanathoz tartozó 5 egymás után mért párlat és maradék áram ill. a hőmérsékletek állandók. (A mérési táblázat kibővítendő, amennyiben az 5 mérés nem elég a stacioner állapot megállapításához.)

Leállítás:

A kísérlet a START/STOP gomb STOP állásba történő kapcsolásával végződik. A hőszivattyús bepárlóból a vákuum megszűnése után, a maradék leeresztő gömbszelep nyitásával (CSAK A MÉRÉSVEZETŐ SZABÁLYOZHATJA!!!) a maradék leereszthető. A maradék mennyiségét szintén felírjuk.

További feladatok:

1. A maradék leengedése után leállítjuk a stoppert és az ON/OFF kar OFF állásba történő elfordításával a hőszivattyús bepárlót áramtalanítjuk.
2. Ezzel egy időben feljegyezzük az elektromos fogyasztásmérőről a mérés kezdetétől eltelt időt és a felhasznált energiát (kWh).
3. A párakondenzátum és a maradék mennyiségét a mérés végeztével a lefolyóba engedjük.
4. Végül a betáplálási tartályt 40 literig visszatöltjük vízzel.

4. Mérési táblázat

Aktuális légköri nyomás:Hgmm

Elektromos fogyasztásmérő állása:sec

mérés végén:.....sec

.....kWh

mérés végén:.....kWh

A betáplálási tartály szintje:.....dm³

mérés végén:.....dm³

A betáplálás hőmérséklete:.....°C

Az indításkor kilövelt pára mennyisége:.....dm³

A páracondenzátum hőmérséklete:.....°C

A maradék mennyisége:.....dm³

A maradék hőmérséklete:.....°C

Az összes pára mennyisége (V_p):.....dm³

		1	2	3	4	5	átlag
	Mérés kezdetétől eltelt idő						
Bepárló	Vákuum [-Hgmm]						
Fűtőgáz	Nyomóági kompresszor nyomás [MPa]						
	Nyomóági kompresszor hőmérséklet, T _{1,m} [°C]						
Pára	Pára mennyisége V _p [dm ³]						
	Adott mennyiségű pára gyűjtési ideje						
Betáplálás	Betáp tartály szintje [dm ³]						
	Adott mennyiségű betáp fogyási ideje						
Elektromos fogyasztás	Fogyasztásmérő aktuális állása [W]						

5. A mérés kiértékelése

A hőszivattyús vákuumbepárló mérés jegyzőkönyvének elkészítése a mérés végén, a gyakorlat keretében kell megvalósuljon, amit a mérésvezető a helyszínen osztályoz. Ahhoz, hogy a jegyzőkönyv készítésével együtt elegendő legyen a rendelkezésre álló időkeret, a mérésen felkészülten, célirányosan kell dolgozni. A jegyzőkönyvben az alább (1.-7. pont) felsorolt mérnöki számításoknak kell szerepelni és ezt táblázatosan összefoglalni.

1. A stacionárius állapotban mért adatok számtani átlagával számoljanak.

Miért? Miért nem az összes mérési adat átlagával vagy csak egy választott adatsorral?

Mit kell pontosan átlagolni és miért (pl. mért adatot, számított adatot, térfogatáramot vagy tömegáramot)? Miért?

2. Ellenőrizze a bepárló anyagmérlegét (tömegáramban kifejezve), értékelje az anyagméréleg hibáját. Vegye figyelembe, hogy térfogatáramot mért, így ebből tömegáramot a hőmérsékletfüggő sűrűség segítségével számolhat.

Mi okozhatja az eltérést, hibát? Szövegesen értékelje az eredményt!

3. Számítsák ki a páratér nyomását, ismerve a barométerről leolvasott atmoszférikus nyomás (p_0) és a bepárló terében uralkodó nyomás ($p_{\text{átlag}}$) értékeket ill. a kondenzátorban elvont hőáram értékét. A számításához szükséges entalpia adatokat a vonatkozó hőmérséklet alapján vízgőztáblázatból vegyék.

4. Számítsa ki az önellaprológatási tényező értékét (β) ill. az önellaprolgás arányát a kondenzációs hőhöz viszonyítva.

Lehet-e negatív érték az önellaprológatási tényező? Amennyiben igen, miért? Mi okozhatja?

5. Számítsa ki a kondenzátorban elvont hőáram és az önellaprolgás ismeretében a fűtőfelületen átvitt hőáram értékét.

6. A bepárló fűtőfelületén átvitt hőáram, a fűtőfelület, a munkaközeg hőmérséklete és a páratér nyomásából szintén vízgőztáblázat segítségével meghatározható látszólagos hőmérséklet (páratér hőmérséklete) ismeretében, határozzuk meg a hőátbocsátási tényezőt.

7. Végül számítsák ki az egységnyi párakondenzátumra eső felhasznált elektromos teljesítmény értékét!

Értékelje az eredményt! Hogyan lehetne gazdaságosabban üzemeltetni a készüléket?

6. Az eredmények összefoglalása

Anyagmérleg hiba		
$\frac{L_0 - (W + L_1)}{L_0} \cdot 100$		%
$\dot{Q}_{kond}$		W
β		-
$\frac{L_0 \cdot \beta \cdot (i_{p1}'' - i_1')}{\dot{Q}_{kond}}$		%
$\dot{Q}$		W
k_{latsz}		W/(m²·K)
$\frac{\overline{P_0} \cdot t}{V_p}$		kWh/dm³ párakondenzátum

Beadandó

1. Az adattábla a mérési adatokkal (mérésvezető által aláírva).
2. A részletes számolás, behelyettesítéssel, mértékegységekkel (1-7. pontok).

A víz és vízgőz adatai a készülék mellett megtalálhatóak, illetve pl. a <http://webbook.nist.gov/chemistry/fluid/> oldalról, vagy kézikönyvekből (pl. CRC Handbook) keresendők ki. A tárgy honlapjáról letölthető vízgőztábla is használható.

Köszönetnyilvánítás

A Kémiai és Környezeti Folyamatmérnöki Tanszék köszönetet mond a Holimex Mérnöki és Kereskedelmi Kft-nek a műegyetemi oktatási infrastruktúra fejlesztésében nyújtott segítségért, hogy az R 150 v03-as típusú hőszivattyús bepárlót oktatási célra a rendelkezésünkre bocsátotta.

Budapest, 2017. augusztus

A leíratot a tanszéki munkaközösség korábbi munkáinak felhasználásával készítette: Tukacs József Márk

A leíratot ellenőrizte: Valentínyi Nóra és Stelén Gábor

Mérést végezte: 1. 2. 3. 4.	Bepárlás vizsgálata hőszivattyús vákuumbepárlóval Dátum:	Mérésvezető: Csoport:
---	--	------------------------------

Mérési adatok

Aktuális légköri nyomás:Hgmm

Elektromos fogyasztásmérő állása:sec mérés végén:.....sec

.....kWh mérés végén:.....kWh

A betáplálási tartály szintje:.....dm³ mérés végén:.....dm³

A betáplálás hőmérséklete:.....°C

Az indításkor kilövelt pára mennyisége:.....dm³

A párakondenzátum hőmérséklete:.....°C

A maradék mennyisége:.....dm³

A maradék hőmérséklete:.....°C

Az összes pára mennyisége (V_p):.....dm³

		1	2	3	4	5	átlag
	Mérés kezdetétől eltelt idő						
Bepárló	Vákuum [-Hgmm]						
Fűtőgáz	Nyomóági kompresszor nyomás [MPa]						
	Nyomóági kompresszor hőmérséklet, $T_{1,m}$ [°C]						
Pára	Pára mennyisége V_p [dm ³]						
	Adott mennyiségű pára gyűjtési ideje						
Betáplálás	Betáp tartály szintje [dm ³]						
	Adott mennyiségű betáp fogyási ideje						
Elektromos fogyasztás	Fogyasztásmérő aktuális állása [W]						

Kiértékelés összefoglaló táblázata

Anyagmérleg hiba		
$\frac{L_0 - (W + L_1)}{L_0} \cdot 100$		%
$\dot{Q}_{kond}$		W
β		-
$\frac{L_0 \cdot \beta \cdot (i_{p1}'' - i_1^l)}{\dot{Q}_{kond}}$		%
$\dot{Q}$		W
k_{latsz}		W/(m²·K)
$\frac{\overline{P_0} \cdot t}{V_p}$		kWh/dm³ párakondenzátum

Részletes számítások, szöveges értékelés és megjegyzések

LENGŐLAPÁTOS KAVARÓS FILMBEPÁRLÓ VIZSGÁLATA

A lengőlapátos kavarós filmbepárló mérés egy komplex hőtani laboratóriumi mérés. A mérés célja, hogy a hallgató a mérés elvégzése után **az alábbi tanulási eredményeket elérje:**

Minimum szint:

A hallgató

- képes egy félüzemi méretű, több alegységből álló készüléken eligazodni, a sematikus rajz alapján a főbb egységeket és a mérőműszereket azonosítani
- meg tudja állapítani, hogy az egyes csővezetékben milyen anyagi minőségű, hőmérsékletű és nyomású fluidum áramlik,
- meg tudja állapítani a stacionárius üzemállapotot,
- folyamatos üzemű egyszerű berendezés és elemei bármelyikére képes helyes anyag- és hő-mérlegegyenletet felírni, és a mérési adatok alapján a mérlegegyenlet hibáját meghatározni,
- rálátással rendelkezik a hőátbocsátási tényezőt befolyásoló fontosabb paraméterekre,
- ismeri és el tudja magyarázni a kondenzátor, a gőzfűtés, a cső a csőben hőcserélő, a többszörös átömlésű csőköteges hőcserélő, a kavarós filmbepárló, a kondenzedény, a szelep, a csap, a rotaméter, a köbözés működési elvét és legalább egy műszaki kialakítását,
- a mérés során a mérési adatokat jól dokumentáltan jegyzi fel és átlátható formában összesíti.
- mérési adatait más szakember számára érthető formában, a megfelelő egyenletek kiválasztásával és a mértékegységek helyes használatával értékeli ki és átlátható kivitelű jegyzőkönyvet készít.
- a számítási eredményeit összeveti a tapasztalati értékekkel és jelentős eltérés esetén keresi a hiba okát.

Optimális szint (a minimum szint felett):

A hallgató:

- képes a cél (számítási feladat) ismeretében a szükséges mérési feladatok meghatározására,
- az egyes módszerek mérési bizonytalanságának ismeretében és a számításához szükséges pontosság figyelembevételével választ mérési/mintavételezési módszert és gyakoriságot,
- átlátja egy hőtani művelet során az egyes mérhető értéket befolyásoló folyamatokat és azok kapcsolatait,
- az eredményeket összefüggéseiben, a gyakorlati tapasztalatai figyelembevételével értékeli.

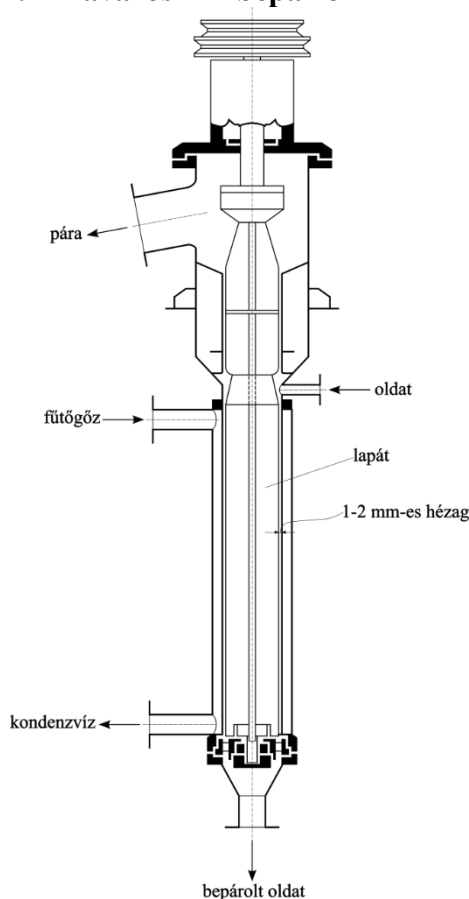
A mérés során az alábbi alapismeretekre építünk, ezek szükségesek a mérési feladat elvégzéséhez, a mérés céljának és a számításoknak a megértéséhez és ezért számon is kérhetők:

- anyagmérleg felírása folyamatos üzemelésű berendezésre vagy annak bármely részegységére, állandósult állapotban,

- hőmérleg (energiamérleg) felírása folyamatos üzemelésű berendezésre vagy annak bármely részegységére, állandósult állapotban,
- hőveszteség értelmezése és meghatározása,
- hővezetési tényező, hőátadási tényező és számítása áramló folyadékokban, hőátbocsátási tényező és számítása a hőmérleg egyenletből illetve hőtani ellenállások felhasználásával,
- gőzfűtés működése, kondenzedény, a fűtőgőz nyomását mi alapján határozzuk meg,
- vízhűtés működése, a vízigényt és a hőcserélő felületét mi alapján határozzuk meg,
- kontinuitási tétel (nem állandó sűrűség esetén is!),
- áramlási sebesség, Reynolds-szám számítása csőben,
- a forráspont és az összetétel valamint a nyomás közötti jellemző összefüggések.

A leíratban a felkészülést és a mélyebb megértést elősegítő *elgondolkodtató és ellenőrző kérdések zölddel vannak szedve.*

1. A kavarós filmbepárló



1. ábra: Egy tipikus kavarós filmbepárló sematikus rajza.

A kavarós filmbepárlók szerkezetileg az esőfilmes bepárlókból alakultak ki. Ezek **egyszeri átfolyású készülékek**, amelyekben – a nagy folyadékterű bepárlóktól eltérően – a bepárlandó anyag rövid ideig tartózkodik, hőmérséklete, koncentrációja, viszkozitása (és így a folyadékoldali hőátadási tényező) folyamatosan változik (és nem a végső, elvételi állapotnak megfelelő érték). A vékony folyadékfilmnek köszönhetően nincs hidrosztatikus forráspontemelkedés, ezért különösen előnyös vákuumbepárlásnál.

Egy kavarós filmbepárló sematikus rajza látható az 1. ábrán. A bepárlandó oldatot a készülék felső részén, a fűtőfelület felett táplálják be és egyenletesen eloszlatják a fűtőfelület belső felületének tetején. Függőleges elrendezésű filmbepárló esetén a kialakuló film a gravitáció hatására lefelé mozog, a sűrítményt (bepárolt oldat) a készülék alján vezetik ki. A fűtőfelület külső oldalán jellemzően fűtőgőz kondenzál, a kondenzvizet az ábrán nem feltüntetett kondenzedényen keresztül vezetik ki a készülék köpenyteréből. A lekondenzálódó fűtőgőz által leadott energia a falon keresztülhalad és forralja a bepárlandó oldatot. A keletkező pára a lapátok között felfelé áramlik és a különálló kondenzátorban kondenzál le (az ábrán a kondenzátor nincs feltüntetve).

Kavarós filmbepárlóban nem csak gőzoldalon, ahol a filmkondenzáció miatt tipikusan magas a hőátadási tényező értéke, hanem a folyadékoldalon is igen jó (az

átlagos) hőátadási tényező, akár $10000 \text{ W/m}^2\text{K}$ körüli érték is elérhető, mert **a keverő hatására vékony, viszonylag nagy sebességgel mozgó film alakul ki a fal belső felszíne mentén.** A keverő kerületi sebessége jellemzően 4-6 m/s. A kiváló gőz- és folyadékoldali hőátadási tényezőt azonban a hőátbocsátási tényezőben rendszerint nem lehet teljes mértékben

kihasználni, mert a kavarós filmbepárlóknak a belső felületét finoman kell megmunkálni (esztergálás, polírozás), ezért vastag a fűtőfal és ennek viszonylag nagy a hőtani ellenállása.

A kavarós filmbepárlók két jellemző alaptípusa a lengőlapátos és a merevlapátos filmbepárló.

A merevlapátos bepárlóknál a lapát és a cső belső palástja közti rés (és a filmvastagság) 1 – 2 mm. Annak érdekében, hogy a finom kialakítású fűtőfelület és a lapát ne sérüljön, a merevlapátos filmbepárló alkalmazása nem kristályosodó oldatok esetén célszerű. A lengőlapátos filmbepárlóban a lapátos rugalmas része hozzásimul a falhoz, a film vastagság: 0,1-1 mm. Az oldatot akár szilárd anyag kiválásig is lehet párolni, a lengőlapátok lekaparják az esetleg képződő száraz réteget, de ekkor előfordulhat, hogy a felület egy része kiszárad, s ezért leromlik a hőátadás. Ettől az esettől eltekintve a lengőlapátok közel állandó, a betáplálás sebességétől független filmvastagságot biztosítanak (az anyag feleslege az ún. orrhullámban van, amit a lapátok maguk előtt tolnak). A lengőlapátok kopásával azonban számolni kell, különösen szilárd anyag kiválása esetén.

A kavarós filmbepárlók fő alkalmazási területei:

- Hőérzékeny anyagok bepárlása (kis átlagos tartózkodási idő, szűk tartózkodási idő eloszlás, vákuumban is jól alkalmazható készülék),
- nagy viszkozitású anyagok bepárlása (a folyadékfilmben megfelelő áramlást biztosítanak a lapátok).

Hőmérsékletviszonyok a filmbepárlóban:

- Forrásponti vagy vegyesfázisú betáplálás esetén a forralt folyadék hőmérséklete a bepárlóban mindenütt forrásponti (a forráspont koncentrációfüggése miatt a hőmérséklet axiális irányban változó lehet);
- forráspontnál kevéssel hidegebb táplálékot a fűtőgőz a fűtőfalon keresztül, de főleg a felszálló pára belülről gyorsan forráspontra melegíti, a folyadék hőmérséklete tehát gyakorlatilag itt is forrásponti;
- hideg betáplálás esetén a hőmérséklet-lefutás eltolódik az egyáramú hőcserélő exponenciális hőfoklefutása irányába (a bepárló egy része dolgozik csak bepárlóként!).

A filmbepárló túl drága készülék ahhoz, hogy fűtőfelülete egy részét előmelegítőként használjuk. Ezért előmelegítőt (pl. csőköteges hőcserélőt) célszerű a készülék elé iktatni - kivéve, ha a feldolgozandó anyag hőmérséklete csak kevéssé tér el a bepárlóban kialakuló forrásponttól (pl. ha nagy vákuumban, emiatt alacsony forrásponton dolgozunk).

Miért előnyös a hőérzékeny anyagok bepárlásánál a vákuum alkalmazása?

Miért előnyös a hőérzékeny anyagok bepárlásánál a rövid átlagos tartózkodási idő és a szűk tartózkodási idő eloszlás?

Várhatóan vákuumbepárlásnál vagy atmoszférikus bepárlásnál nagyobb a folyadékfilm viszkozitása? Miért?

A hidrosztatikus forráspontemelkedés függ a bepárló nyomásától? Ha igen, mikor jelentősebb, vákuumban, vagy légköri nyomáson? Miért?

A folyadékdali hőátadási tényezőt befolyásolja a folyadék viszkozitása? Ha igen hogyan? Ha nem miért nem?

Mi az a hőtani ellenállás? Miért érdemes ismerni a hőtani részellenállásokat?

Hol léphet fel hőveszteség az 1. ábrán bemutatott bepárlóban?

Milyen műszaki nehézségekre számítana egy az 1. ábrán bemutatott készülék tartós üzemeltetése esetén?

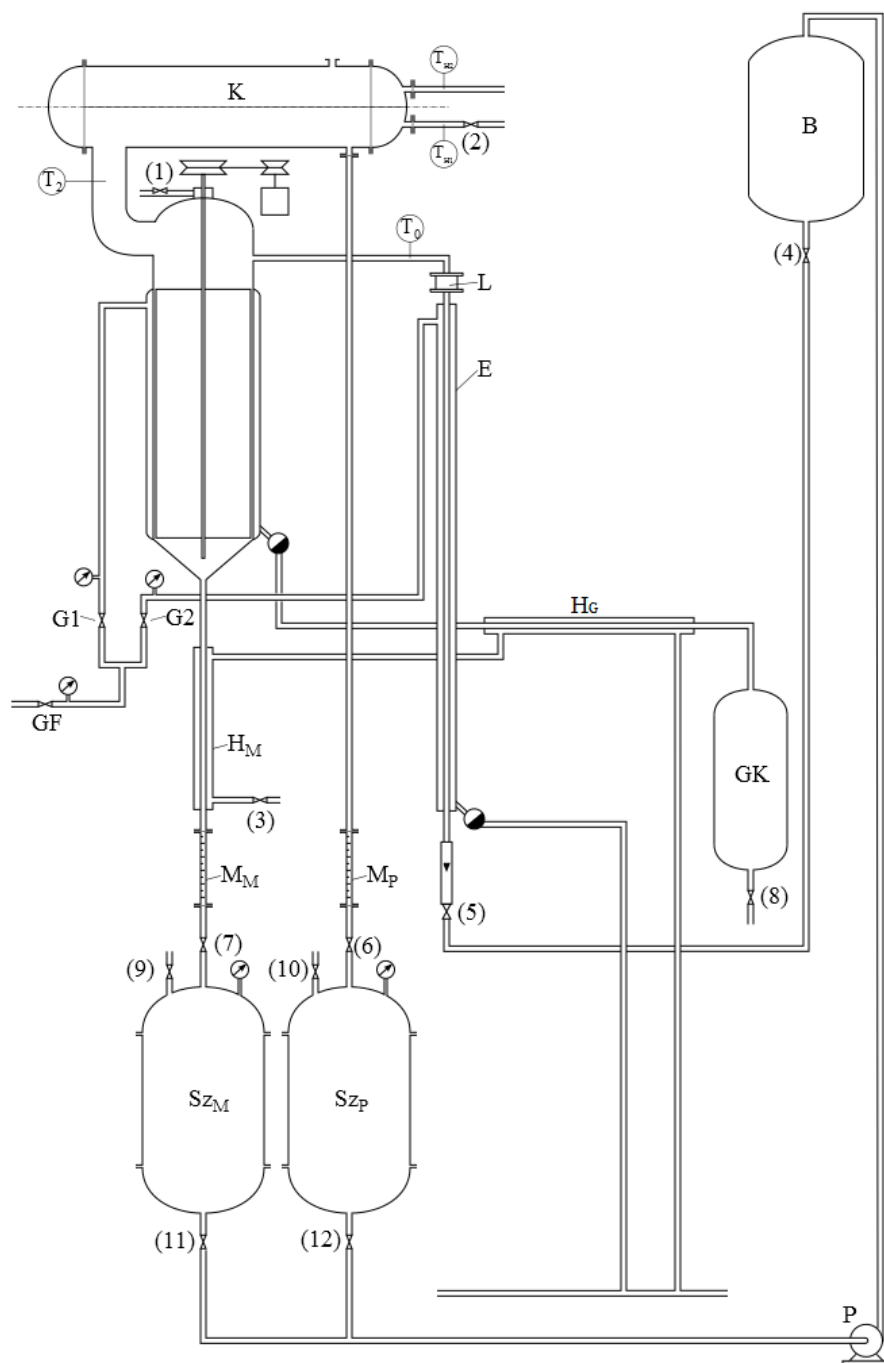
2. A berendezés leírása

A berendezés folyamatábrája a 2. ábrán látható. Csak a mérés szempontjából legfontosabb elemeket tüntettük fel.

A készülék részletes kialakítását nézzék át a mérésvezető megérkezése előtt!

Kövessék végig minden belépő áram útját a sematikus rajzon és a valóságban is (betáplálás, fűtőgőz, hűtővíz).

Az egyes helyeken milyen nyomás illetve hőmérséklet várható?



2. ábra: A lengőlapátos filmbepárló mérés folyamatábrája.

Jelölések
magyarázata:

- (1) Lengőlapátok tengelyének csapágát hűtővíz csap
- (2) Kondenzátor hűtővíz csap
- (3) A maradékot és a fűtőgőz-kondenzátumot hűtővíz szabályozószelepe
- (4) Betáp térfogatáramát beállító szelep
- (5) Rotaméter előtti záró szelep
- (6) Páraszedő feltöltő csap
- (7) Maradékszedő feltöltő csap
- (8) Fűtőgőz-kondenzátum leeresztő csap
- (9) Maradékszedő levegőztető csap
- (10) Páraszedő levegőztető csap
- (11) Maradékszedő leeresztő csap
- (12) Páraszedő leeresztő csap

GF	Fűtőgőz főcsap
G1	Bepárlót fűtő gőz szabályozó szelepe
G2	Előmelegítőt fűtő gőz szabályozó szelepe
B	Táptartály
E	Előmelegítő
L	Látszakasz
H _M	Maradék (bepárolt anyag) hűtője
M _M	Maradék mennyiségét mérő mérőhenger
H _G	Bepárló fűtőgőz-kondenzátumának hűtője
GK	Fűtőgőz-kondenzátum szedőtartálya
K	Csőköteges kondenzátor
M _P	Parakondenzátum (kondenzált oldószer) mennyiségét mérő mérőhenger
SZ _M	Maradékszedő
SZ _P	Páraszedő
P	Szivattyú

T ₀	A bepárlóba belépő folyadék hőmérsékletét mérő műszer
T ₂	A bepárlóból távozó pára hőmérsékletét mérő műszer
T _{H1}	A kondenzátorba bemenő hűtővíz hőmérsékletét mérő műszer
T _{H2}	A kondenzátorból távozó hűtővíz hőmérsékletét mérő műszer

A bepárlandó folyadék a **B** táptartályból a nehézségi erő hatására folyik le a bepárlóba. A táplálás térfogatáramát (S_0) a megfelelő mérőhatárú rotaméterrel mérjük, és a **(4)** jelű csappal állandó értékre állítjuk be. Figyelem! A rotaméter térfogatáramot mér, szobahőmérsékleten (T_B) és 20 °C hőmérsékletű vízre van kalibrálva.

Az **E** előmelegítő gőzzel fűthető. Az előmelegítő hossza 80 cm, a belső cső 21,8 mm külső átmérőjű, falvastagsága 2 mm. Az előmelegítőben a fűtőgőz nyomását a **(G2)** jelű szeleppel kell beállítani, viszonylag alacsony, 0,4-0,8 bar túlnyomás értékre.

Mi alapján állítjuk be az előmelegítő nyomását? Meg tudná becsülni a szükséges fűtőgőz-nyomás értéket? Milyen adatokra volna szüksége?

Az **L** látszakaszban ellenőrizni tudjuk, hogy a táplálás nem melegedett-e túl (gőzbuborék ne legyen benne, a bepárlóban forralunk csak). Akkor megfelelő a fűtés beállítása, ha a filmbepárlóba belépő oldat hőmérséklete 86-96 °C (még nem forr). A betáplálás hőmérséklete mérhető az előmelegítő után (T_0), az előmelegítő előtt szobahőmérsékletű. A besűrített oldat az **Sz_M** szedőben gyűlik össze a **H_M** hűtőn való áthaladás után. A sűrített oldat térfogatáramát az **M_M** mérőhengerben köbözéssel mérjük.

Mi a szerepe a sűrítőmennyiség előtti lehűtésnek? Általános, és a méréshez kapcsolódó gyakorlati szempontot is találhat.

A filmbepárlóból kilépő pára hőmérsékletét (T_2) mérjük, mielőtt a páraáram a **K** kondenzátorban kondenzál. A pára hőmérséklete a légnyomás alapján is számítható, hiszen atmoszférára nyitott készülékben desztillált vizet forralunk. A **K** kondenzátor felülete: 1 m², csőköteges, mind a hűtővíz-, mind a gőzoldalon kétjáratú. A pára a (vízszintes terelőlappal két részre osztott) csövek közti térben kondenzál.

A kondenzátort a valóságban megfigyelve hogyan veheti észre, hogy csőoldalon többszörös átömlésű?

Ha a mért és a számított hőmérsékletérték eltér, melyiket használja a további számításoknál (pl pára hőmérséklete)? Miért?

Megfelelő méretű a kondenzátor, ami rendelkezésre áll? Hogyan tudná megbecsülni, hogy mekkora felületű kondenzátor lenne szükséges a feladat megoldására?

A párakondenzátum térfogatáramát az **M_P** mérőhengerrel határozhatjuk meg. A párakondenzátum az **Sz_P** szedőben gyűlik össze.

A szedőkben összegyűjtött folyadékot a megfelelő csapok nyitása után (mindig ellenőrizték a csapok állását!) a **P** jelű szivattyúval lehet visszajuttatni a táptartályba.

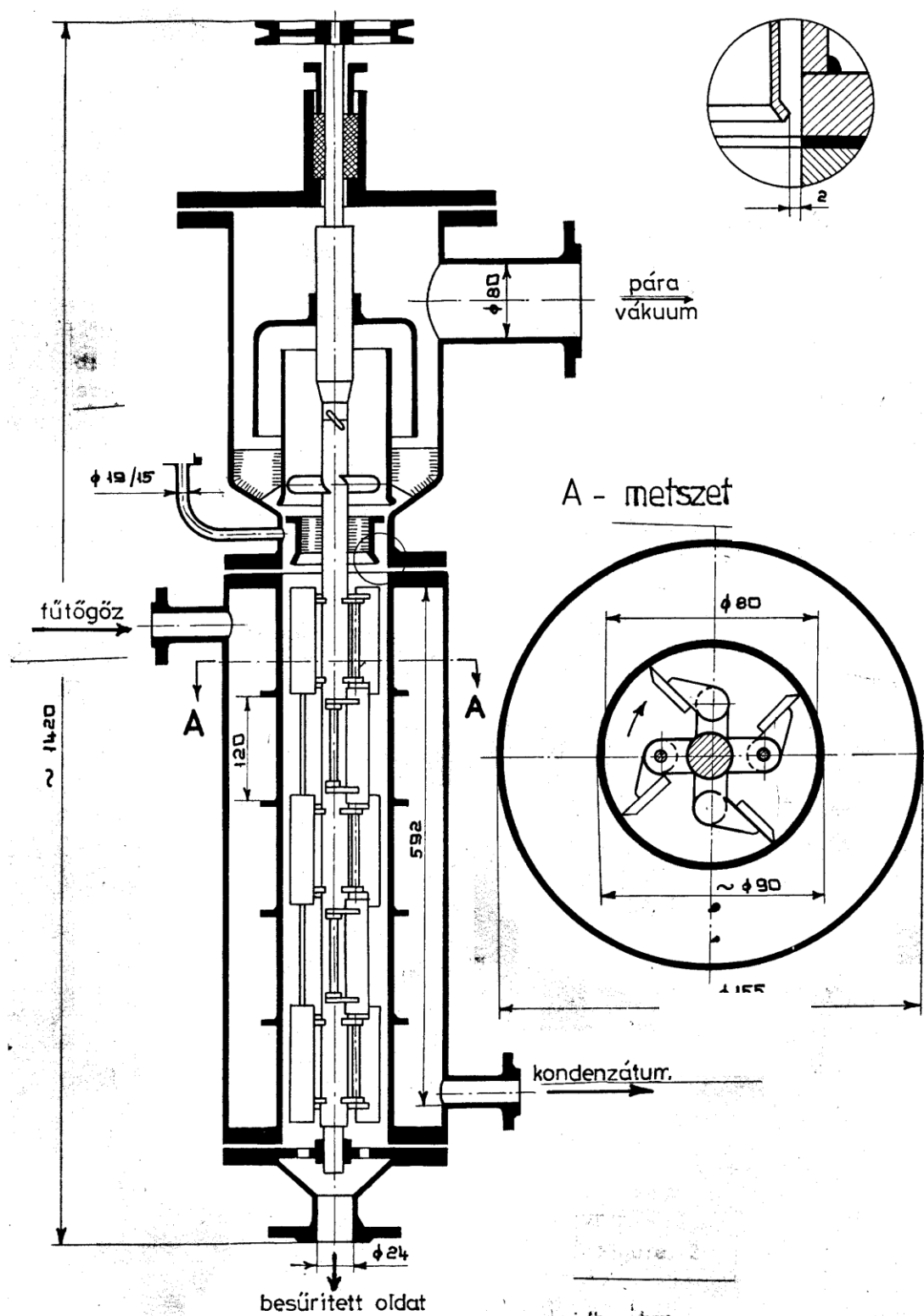
A bepárlótestben lekondenzált gőzt a **GK** tartályban gyűjtjük, mennyiségét tömegáram-méréssel (időegység alatt keletkezett fűtőgőz-kondenzátum tömeg meghatározásával) határozzuk meg.

Mi a szerepe a GK tartály előtti HG hűtőnek? Mi az a sarjűgőz?

A berendezés anyaggal érintkező részei saválló acélból készültek.

A filmbepárló részletes metszeti ábrája látható a 3. ábrán. A belső fűtőfelülete: 0,15 m², falvastagsága: 5 mm, a fal hővezetési tényezője: 14,5 W/mK. A kavaró fordulatszáma: 7,6 ill. 9,1 s⁻¹, az ékszíj helyzetétől függően. A lapátok bélése teflon. A fűtőoldalon 4 kondenzátum-elterelő gyűrű van. (3. ábra)

A bepárló atmoszférikus működtetésre alkalmas. A mérés megkezdése előtt ellenőrizni kell, hogy a táptartály és a szedőtartályok levegőztető nyílásai nyitva vannak-e (a tartályok tetején levő csapok nyitott állásúak). A kondenzátor felső részén nem elzárható levegőzócsonk található (a berendezés atmoszférikus nyomáson működik).



3. ábra: Lengőlapátos filmbepárló.

Mérési helyek

Hőmérsékletmérés: Pt ellenállás hőmérőkkel, leolvasás a műszerfalon mérőhely átkapcsoló segítségével. A kapcsoló 4 mérési lehetőséget biztosít, ezek a következők:

1. mérőhely: betáplálás előmelegítők utáni hőmérséklete (T_0)
2. mérőhely: hűtővíz kilépő hőmérséklete (T_{H2})
3. mérőhely: pára hőmérséklete (T_P)
4. mérőhely: hűtővíz belépő hőmérséklete (T_{H1})

A fűtőgőz (fűtőgőz kondenzátum) hőmérsékletét a nyomása alapján vízgőztáblázatból keressük ki (T_{G1} , T_{G2}).

A betáplálás előmelegítők előtti hőmérsékletét (T_B) a labor hőmérsékletével tekintjük egyenlőnek.

Mennyiségmérés: a betáplálás anyagáramát 15-100 dm³/h (fém úszó) ill. 4...40 dm³/h (műanyag úszó) méréshatárú rotaméter úszókkal mérjük. A rotaméter úszók 20 °C-os vízre vannak kalibrálva. A műanyag úszó rotaméter kalibrációs összefüggése:

$\dot{V} [\text{dm}^3/\text{h}] = -2,9 + 0,45 \cdot \text{skr}$ a fémúszó skálabeosztása közvetlenül dm³/h-t jelent.

A párlat kondenzátumának mennyiségét az **M_P** 1000 ml-es, 250 ml-enként kalibrált mérőhengerben mérjük. A mérőhenger alatti csapot elzárjuk és mérjük pl. 250 ml párlat lefolyásához szükséges időt stopperórával.

A maradék mennyiségét az **M_M** mérőhengerben mérjük hasonló módon, a két osztás közötti rész 40 ml.

A fűtőgőz-kondenzátum mennyiségét műanyag edényben mérjük, tömegvizsgálással.

Nyomásmérés: csőrugós manométerrel mérjük a fűtőgőz nyomását a **GR** stabilizált nyomáscsökkentő szelep (gőzreduktor) után (p_0), az **E** előmelegítő köpenyterében (p_{G1}) és a bepárló fűtővezetékében (p_{G2}). A légnyomást a laboratóriumban elhelyezett barométerről olvassuk le.

3. A mérési feladat

A mérés célja a filmbepárló kapacitásának (azaz a hőátadó felületen átadott hőáramnak), a bepárló tömeg-mérlegegyenletének és hővesztésének ill. a hőátbocsátási és hőátadási tényezőknek (bepárló és előmelegítő) a megállapítása.

Milyen adatokra van szüksége ezek kiszámításához? Minden szükséges adatot mérni fog? Előír a mérési leírat bármit, amit nem kell felhasználnia? Ha igen, vajon miért érdemes mégiscsak mérni?

Útmutatás a készülék kezeléséhez

A mérés megkezdése előtt a folyamatábra alapján végigjárjuk a készüléket. Ellenőrizzék, hogy minden tartály levegőre nyitott legyen! Keressék meg, hogy a kondenzátornál hol nyitott a levegőre a bepárló!

Indítás

Bármely készülék esetén, amit fűteni kell, az indításkor a hűtés és a betáplálás biztosítása megelőzi a fűtés elindítását. A mérésvezető adja meg: a fűtőgőz nyomását (előmelegítő és bepárló) és a betáplálás sebességét. Az indítás lépései részletesen:

1. Kinyitjuk a T táptartály alatti (4) szelepet, majd a (5) csappal beállítjuk a rotamétert a kívánt jelre. (10-25 dm³/h)
2. Megindítjuk a filmbepárló kavarástengely csapágának hűtővizét (1).
3. Megindítjuk a K kondenzátor és a H_M valamint a H_G hűtők hűtővizét ((2) és (3) csapok). A két hűtő sorba van kötve (ellenőrizzék!). A csapokat a kék jelig kell nyitni.
4. Bekapcsoljuk a kavarást motort. (a kavarást csak akkor indítsák el, amikor már van betáplálás, különben a lengőlapátok a száraz belső falon gyorsan kopnak.)
5. A reduktor előtti gőzszelep (GF) lassú nyitásával helyezzék nyomás alá a gőzdómot (a folyamatábrán nincs jelölve).

Mi lehet az oka, hogy lassan szabad csak nyitni a GF szelepet (gyakorlati okra gondoljon)?

6. Megkezdjük a bepárló fűtését: a fűtőgőznyomást a megadott értékre állítjuk be a G1 gőzszeleppel.
7. Az E előmelegítő fűtését beszabályozzuk a G2 gőzszeleppel, hogy a T₀ a kívánt érték legyen (kb. 86-96 °C). Az L látszakaszban ne legyenek gőzbuborékok (1-1 levegőbuborék előfordulhat, intenzív buborékolás forrást jelent).

Miért éppen ez a javasolt indítási sorrend? Mi az, amiben el lehetne térni és mik azok, ahol fontos az egymásutánosság? Más helyes indítási sorrendet is össze tudna állítani? Válaszát indokolja!

A beállított értékek és a táptartály folyadékszintje rendszeres, folyamatos ellenőrzést igényel.

Miért várható a beállított értékek megváltozása? Mely értékeknél a legvalószínűbb ez?

A műszereket legalább 5 percenként olvassuk le és rögzítsük egy adattáblázatban.

Miért 5 percenként? Miért írjuk fel?

A számoláshoz a stacionárius állapot elérése után 3-5 egymás utáni mérés eredményét kell felhasználni.

Mennyi időnként mérjük állandósult állapotban? Egyszerre kell mérni a különböző mérési pontokon? Mi a célszerűbb, kevés vagy sok fűtőgőzkondenzátum összegyűlési idejét mérni? Miért?

Stacionárius állapot: A stacionárius állapot beállt, ha a hőmérsékletek állandók, ill. ha a mérőhengerekben 3 egymás után mért párlat és maradék áram nem mutat egyirányú járást és az eltérés közöttük kisebb, mint 5 % (legalább 3 adatunk legyen a párlatmennyiség számításához), a gőzkondenzátum mennyisége 10%-on belüli szórást mutat.

Gondolják, végig milyen hőmérsékleteket mérnek. Melyek beállított (elvileg állandó) értékek? Melyek fognak várhatóan a legkésőbb állandósulni? Miért, mi minden befolyásolja ezeket a hőmérsékleteket? Érdemes köbözni (pl. páratérfogatóáramot mérni) amíg a hőmérsékletek nem állandósultak? Mikor igen, mikor nem?

Leállítás:

1. Zárják a reduktor előtti gőzszelepet.
2. Zárják az előmelegítő és a bepárló fűtését.
3. Kapcsolják ki a keverést, zárják le a csapágyhűtést.
4. Amikor már nem keletkezik több párakondenzátum, zárják el a kondenzátor és maradék hűtését.
5. Állítsák le a betáplálást a csap zárásával (a táptartály alatti szelepet is zárják el!).
6. A **P** szivattyú segítségével szivattyúzzák vissza a táptartályba a maradék és párakondenzátum szedőkből a folyadékot.

4. A mérés kiértékelése

1. A stacionárius állapotban mért adatok számtani átlagával számoljanak.

Miért? Miért nem az összes mérési adat átlagával vagy csak egy választott adatsorral?

Mit kell pontosan átlagolni és miért (pl. mért adatot, számított adatot, térfogatáramot vagy tömegáramot)? Miért?

2. Ellenőrizze a bepárló anyagmérlegét (tömegáramban kifejezve), értékelje az eltérést. Vegye figyelembe, hogy térfogatáramot mért, így ebből tömegáramot a hőmérsékletfüggő sűrűség segítségével számolhat. Ahol a térfogatáram-mérés helyén nem ismeri a pontos hőmérsékletet, becsülje meg!

$$S_0 = S_1 + V, \text{ ahol}$$

S_0 a betáplálás tömegárama (kg/s)

S_1 a maradék tömegárama (kg/s)

V a pára tömegárama (kg/s)

Lehet-e különbség az egyenlet két oldala között? Ha igen, miért (mérési, készülékhez kapcsolható, számításból eredő okok)?

3. Számítsák ki a bepárló hőtáadó felületén átadott hasznos hőáramot ($\dot{Q}_{hasznos}$) és a hővesztés-áramot ($\dot{Q}_{veszt}$). A számításhoz szükséges entalpia és fajhő adatokat a vonatkozó hőmérséklet alapján vízgőztáblázatból vegyék. Mivel a bepárlót tiszta vízzel üzemeltették, a $T_1 = T_P$ forrásponti hőmérséklet a barométerről leolvasott atmoszférikus nyomáshoz, a fűtőgőz hőmérséklet a fűtőgőznyomáshoz tartozó telített érték. Ezeket vízgőztáblázatból vegyék.

$$\dot{Q}_{teljes} - \dot{Q}_{veszt} = \dot{Q}_{hasznos} \quad \text{a fűtőfelületen átadott hasznos hőáram (W)}$$

$$\dot{Q}_{hasznos} = S_1 \cdot i_1 + V \cdot i_V'' - S_0 \cdot i_0 = G_1 \cdot r_1 - \dot{Q}_{veszt}, \text{ ahol}$$

i_1 a maradék entalpiája forrponti hőmérsékleten (kJ/kg)

i_V'' a pára entalpiája harmatponti hőmérsékleten (kJ/kg)

i_0 a betáplálás entalpiája forrponti hőmérsékleten (kJ/kg)

- G_1 a bepárlóban felhasznált fűtőgőz tömegárama (kg/s)
 r_1 a bepárló fűtőterében kondenzálódó fűtőgőz párolgáshője (kJ/kg)

Értékelje a hőveszteség-áram értékét. Mi lehet a kapott eredmény oka?

Amit az egyenlet hőveszteség-áramként definiál az valóban csak a hőveszteségből eredhet? Soroljon fel 2-3 egyéb lehetőséget (gyakorlati vagy számítási okot, pl. hol alkalmazunk közelítést)!

- Számítsa ki a hőátbocsátási tényezőt a bepárló belső felületére. A bepárlóban az átlagos hőmérsékletkülönbség, ha a betáplálás közel forrásponti hőmérsékleten történt és volt páráképződés, a fűtőgőz, ill. a páratér nyomásához tartozó telítési hőmérsékletek különbsége.
- Számítsa ki a Nusselt egyenletből a gőzoldali hőátadási tényezőt:

$$\alpha_G = 1,88 \lambda \left(Re_L \frac{\eta^2}{\rho^2 g} \right)^{-1/3}$$

ahol

$$Re_L = \frac{4 G_1}{5 z \eta}$$

lecsorgó kondenzfilm Reynolds száma (a nevezőben azért osztunk 5-tel, mert a köpenyben 4 kondenzvíz-elterelő gyűrű van, vagyis a gőzáram 5 egyenlő részre oszlik.)

$$G_1 = \frac{\dot{Q}_{hasznos}}{r_1}$$

A hasznos fűtőgőz-kondenzátum tömegárama (kg/s)

$$z = D\pi$$

D a 3. ábrán látható A-A metszeten a hengeres hőátadó felület külső átmérője (90 mm = 0,090 m)

Figyelem! a Nusselt egyenletben szereplő anyagi állandók (η , ρ , c_p , λ) mind a fűtőgőz-kondenzátumra vonatkoznak (azaz folyadékra) a kondenzátum átlaghőmérsékletén. Ez utóbbi nem ismert, de jó közelítéssel a kondenzálás hőmérsékletével helyettesíthető. Az értékeket vízgőztáblázatból vegyék.

- Számítsák ki a folyadékördali hőátadási tényezőt a filmbepárlóban a hőátbocsátási tényező, a gőzoldali hőátadási tényező, a falvastagság és –minőség ismeretében úgy, hogy az esetleges szennyeződésektől tekintsenek el.

Sík falra, vagy hengeres falra vonatkozó hőátbocsátás képlettel érdemes számolni a folyadékördali hőátadási tényezőit? Miért?

- Számítsák ki az egyes hőtani ellenállások értékét a filmbepárlóban (gőzoldal, fal, folyadékördal). Értékeljék az eredményt!

Mi a hőtani ellenállások jelentősége? Tudnánk valahogyan javítani a hőátbocsátási tényező értékét? Mit javasolna?

8. Számítsák ki a fűtőgőz-felhasználást az előmelegítőben (a hőveszteség elhanyagolható) és a hőátbocsátási tényező értékét. A betáplálásra vonatkozó anyagi jellemzőket az átlaghőmérsékleten vegyék figyelembe.

Beadandó

A jegyzőkönyvben mérési leírást, készülékábrát csak akkor tüntessenek fel, ha arról valamit mondani is szeretnének (pl. nem egyezett meg a jelen leirattal, ezért a különbséget jelölik). Ellenkező esetben elegendő egy mondat, hogy a mérést a mérési leirat szerinti készüléken és módon végezték.

1. Az adattábla a mérési adatokkal (mérésvezető által aláírva).
2. A részletes számolás, amelyben az eredmények (1-8. pontok) ki vannak emelve és szövegesen értékelték a kapott számadatokat.

A víz és vízgőz adatai pl. a <http://webbook.nist.gov/chemistry/fluid/> oldalról, vagy kézikönyvekből (pl. CRC Handbook) keresendőek ki. A tárgy honlapjáról letölthető vízgőztábla is használható.

Budapest, 2017. július

A leíratot a tanszéki munkaközösség korábbi munkái alapján készítette: Dr. Székely Edit

A leíratot ellenőrizte: Dr. Deák András és Dr. Kmecz Ildikó

Mérést végezte: 1. 2. 3. 4.	Lengőlapátos filmbepárló vizsgálata Dátum:	Mérésvezető: Csoport:
---	--	------------------------------

Mérési adatok:

Barométerállás (p_0): Hgmm;

Fűtőgőznyomás (p_G): bar túlnyomás;

Betáplálás: dm³/h; Rotaméterállás: skr

Tápfolyadék hőmérséklete (T_B): °C

Idő	Fűtőgőz, bar túlnyomás		Hőmérséklet, °C				Maradék térfogatáram			Párlat térfogatáram			Fűtőgőzkondenzátum tömegáram			
	p_E	p_{G1}	T_0	T_2	T_{H1}	T_{H2}	cm ³	idő	cm ³ /s	cm ³	idő	cm ³ /s	idő	tára [g]	bruttó [g]	g/s

DROGEXTRAKCIÓ MODELLEZÉSE

1. Elméleti összefoglaló

Szilárd - folyadék extrakción oldható anyag szelektív kioldását értjük oldhatatlan szilárd vázanyagból folyékony oldószerrel. Ez a művelet számos értékes anyag (pl. cukor, növényolaj, gyógynövény hatóanyag, stb.) kinyerésére szolgál. Vegyük példaként a cukorrépa extrakcióját. A cukorrépa szeletet 70°C-os forró vízzel extrahálják. A kinyerendő cukor a sejtlében van oldott formában. Mivel ez esetben a sejtlé és az extrahálólé azonos anyag, ezért az extrakció során koncentráció kiegyenlítődés megy végbe. Az oldott cukor molekula a sejtfalakon át a répaszelet külső felületéhez diffundál. Ez az akadályozott diffúzió a sebesség meghatározó folyamat. A kísérleti tapasztalatok szerint a szilárd részecskét körülvevő lamináris határréteg diffúziós ellenállása a belső diffúziós ellenálláshoz képest elhanyagolható, még kis áramlási Reynolds-számoknál is, ha az oldott anyag effektív diffúziós állandója (D_{eff}) a szilárd vázanyagban kicsi és a diffúziós úthossz nagy. Ezért hívják ezt műveletet diffúziós extrakciónak is.

A diffúziós extrakció matematikai modellezésénél a következő egyszerűsítő feltételeket fogadjuk el:

1. Szakaszos extrakciónál az extrahálólé (B) és a sejtlé tömegének (A) aránya a művelet során nem változik (*folyadékarány*: $f = B / A = \text{állandó}$). Folyamatos extrakciónál a tömegáramok aránya állandó.
2. Az extrahálólé és a sejtlé sűrűsége az extrakció alatt gyakorlatilag nem változik.
3. A kioldódó komponenst a szilárd vázanyag csak gyengén és elhanyagolható mértékben adszorbeálja.
4. A sejtlé (raffinátum) összetétele az extrakció kezdetén ($t = 0$) a szilárd anyagban mindenütt azonos: x_0 (kg értékes anyag / kg sejtlé).
5. Az extrahálandó anyag azonos alakú és méretű szabályos részecskékből áll, és az extrakció közben a részecskék alakja és mérete nem változik.
6. Az extrahálandó anyag lemez, henger vagy gömb alakú (pl. gyógynövény levél, szár illetve aprított, őrölt anyag). Feltételezzük, hogy a planparallel lemez a vastagságához képest a tér másik két irányában végtelen kiterjedésű, a henger alakú részecske az átmérőjéhez viszonyítva végtelen hosszúságú.
7. A szilárd részecske minden irányban azonos tulajdonságú (izotróp), azaz az effektív diffúziós tényező értéke iránytól független.
8. Szakaszos extrakciónál a folyadékot keverjük vagy cirkuláltatjuk a rendszerben, így az extrahálólé tökéletesen kevertnek tekinthető, azaz az extrahálólében mindenütt ugyanaz a koncentráció.

Amikor a kezdetben szobahőmérsékletű anyagot forró oldószerrel extraháljuk, akkor is a részecskében egyenletes hőmérséklettel számolhatunk, mivel a hő terjedése a szilárd anyagban sokkal gyorsabb folyamat, mint a diffúzió (a LEWIS-szám $Le = \alpha / D_{eff} \geq 10^3$, ahol α a hődiffúzitívus tényező, D_{eff} az effektív diffúziós tényező).

Az instacionárius hővezetés differenciál egyenletét síklap, henger és gömb alakú testekre először FOURIER írta fel 1808-ban [1]. Matematikailag a diffúziós folyamatot leíró FICK törvény (1855) hasonló FOURIER hővezetési törvényéhez.

1.1 Szakaszos extrakció számítása

A szilárd vázanyagba zárt sejtében végbemenő diffúziós folyamatot a FICK II. differenciálegyenlet írja le. A diffundáló anyag koncentrációja (x) a t idő és az r helykoordináta függvénye (r lemezalakú részecskénél a szimmetria síktól, hengernél a szimmetria tengelytől és gömb esetén a középponttól mért távolság).

$$D_{eff} \left[\frac{\partial^2 x}{\partial r^2} + \frac{C-1}{r} \frac{\partial x}{\partial r} \right] = \frac{\partial x}{\partial t} \quad (1)$$

ahol C a szimmetria tényező.

Megjegyezzük, hogy a fenti egyenlet szigorúan véve csak híg oldatokra érvényes (a diffúziós tényező koncentráció függő!), ezért a gyakorlatban a diffúziós együtthatónak az adott koncentráció tartományra vonatkozó átlag értékével számolunk.

A szilárd részecske felületének (F_p) és térfogatának (V_p) aránya:

$$\frac{F_p}{V_p} = \frac{C}{R} \quad (2)$$

ahol R a lemez félvastagsága, a henger illetve a gömb sugara, a p index a részecskére (particle) utal, C értéke: planparallel lemez ($C = 1$), henger ($C = 2$), gömb ($C = 3$).

Peremfeltételek:

1. A szilárd anyagnak az extraháló lével érintkező külső felületén a sejté és az extrahálólé koncentrációja y megegyezik, mivel a külső komponens-transzport sokkal gyorsabb, mint az akadályozott diffúzió a szilárd vázanyagban.

$$x(r = R, t) = y(t) \quad (3)$$

2. A diffundáló anyag koncentráció eloszlása a sejtében az r helykoordináta függvényében lemez esetén a felezősíkra, hengernél a tengelyre és gömbnél a középpontra nézve szimmetrikus és $r = 0$ -nál maximuma van.

$$\left[\frac{dx}{dr} \right]_{r=0} = 0 \quad (4)$$

1.2 A kinyerendő értékes anyag mérlegegyenlete szakaszos extrakcióra

$$Ax_0 + By_0 = A\bar{x} + By \quad (5)$$

ahol x_0 és y_0 a sejté illetve az extrahálólé kezdeti koncentrációja, $\bar{x}$ a sejté átlag koncentrációja a szilárd anyagban

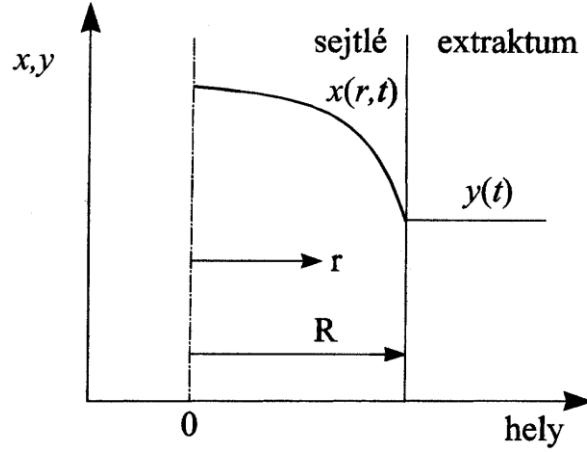
Végtelen idő múlva kiegyenlítődik a koncentráció a sejté és az extrahálólé között

$$y_\infty = \bar{x}_\infty = \frac{x_0 + f y_0}{1 + f} \quad (6)$$

A szilárd anyagból időegység alatt kidiffundáló anyag mennyisége a szilárd anyag és az extrahálólé érintkezési felületénél a szilárd anyagban kialakuló koncentráció gradienssel arányos (1. ábra).

$$B \frac{dy}{dt} = -D_{eff} F \rho_A \left[\frac{dx}{dr} \right]_{r=R} \quad (7)$$

ahol ρ_A a sejté sűrűsége.



4. ábra: A diffundáló komponens koncentráció-eloszlása egy adott időpillanatban a sejt- és az extrahálólében a hely függvényében.

A diffúzió szempontjából hasznos felület

$$F = \varepsilon F_p = \varepsilon \frac{C}{R} V_p \quad (8)$$

ahol ε a sejtlé térfogat hányada a szilárd részecskében:

$$\varepsilon = \frac{A}{\rho_A V_p} \quad (9)$$

Behelyettesítve ezt a kifejezést a fenti egyenletbe

$$F = \frac{AC}{\rho_A R} \quad (10)$$

A (3), (7) és (10) egyenletek alapján írhatjuk

$$-\frac{fR}{CD_{eff}} \left[\frac{\partial x}{\partial t} \right]_{r=R} = \left[\frac{\partial x}{\partial r} \right]_{r=R} \quad (11)$$

A (11) parciális differenciálegyenlet megoldása [2]:

$$\frac{\bar{x}(t) - x_\infty}{x_0 - x_\infty} = \frac{y_\infty - y(t)}{y_\infty - y_0} = P(t) \quad (12)$$

$$P(t) = 2f(1+f)C \sum_{j=1}^{\infty} \frac{\exp(-\xi_j^2 \cdot Fi)}{(f\xi_j)^2 + (1+f)C^2} \quad (13)$$

ahol $Fi = D_{eff}t/R^2 = t/t_D^*$ dimenziómentes FICK-szám,

$t_D^* = R^2/D_{eff}$ diffúzió időállandója,

ξ_j az alábbi egyenletek j -edik pozitív gyöke

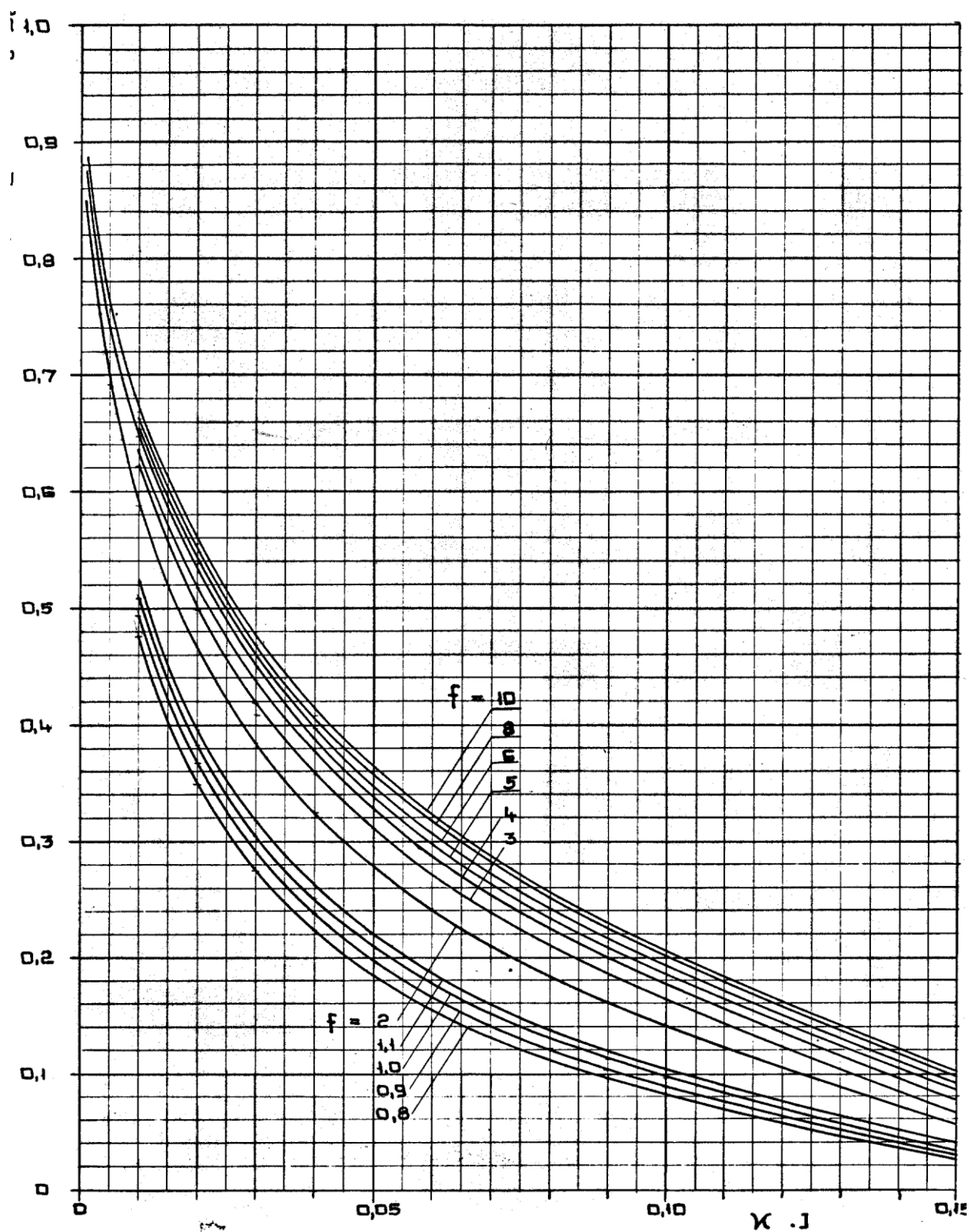
plánparallel lemez: $tg \xi_j = -f \xi_j$

henger: $\frac{J_1(\xi_j)}{J_0(\xi_j)} = -\frac{f \xi_j}{2}$

J_0 és J_1 nullad- ill. elsőfajú Bessel-függvény [3].

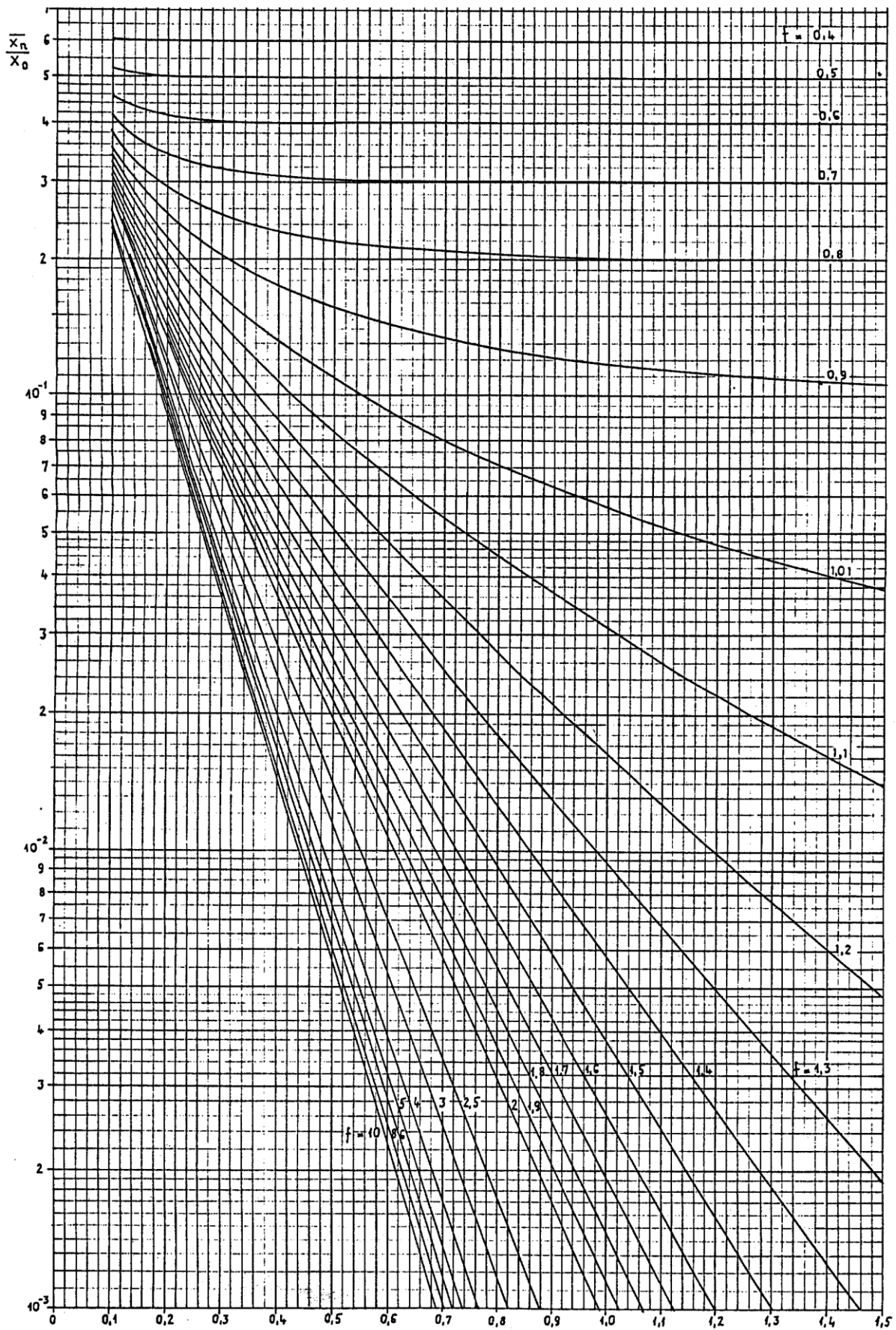
gömb: $tg \xi_j = 3\xi_j/(3+f\xi_j^2)$

A 2. ábrán $\frac{y_\infty - y(t)}{y_\infty - y_0}$ változása látható gömb-alakú részecske esetén különböző folyadékarányok mellett a FICK-szám függvényében.



5. ábra: Gömb-alakú részecskék szakaszos extrakciója.

Ha valamilyen anyagra szakaszos rendszerben meghatározzuk t_D^* értékét, akkor segítségével ellenáramú extrakció is számítható. A számításnál feltételezzük, hogy mindkét fázis dugattyúszerűen halad végig a készüléken és a hosszirányú keveredés elhanyagolható. A folyamatos ellenáramú extrakcióra vonatkozó adatok a 3. ábrán láthatók.



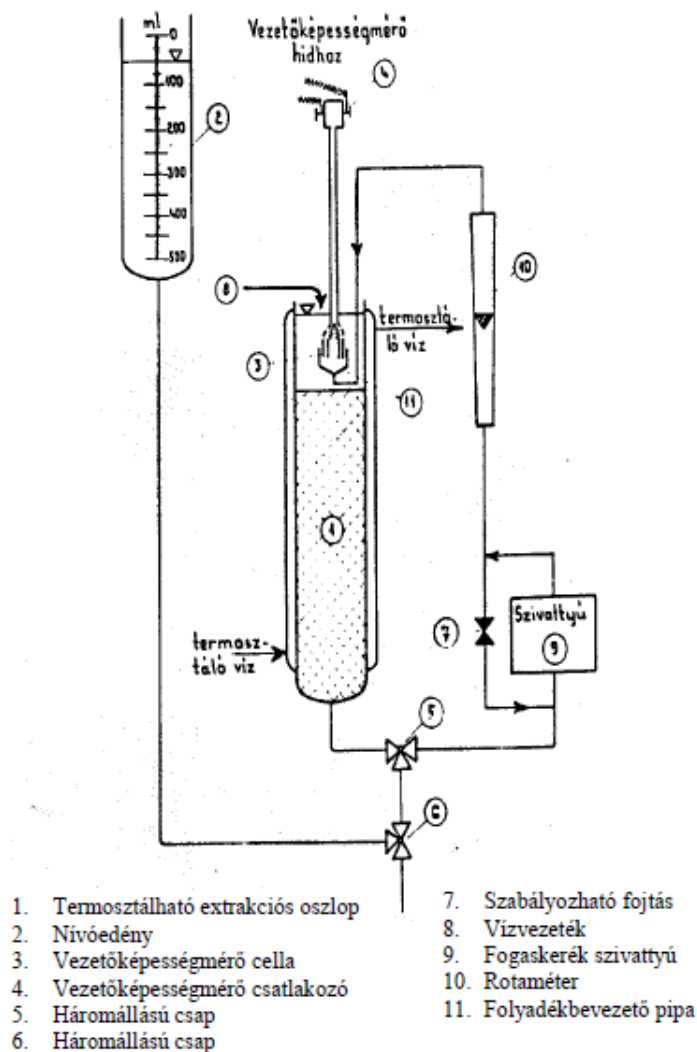
6. ábra: Gömb-alakú részecskék ellenáramú extrakciója.

2. A mérési gyakorlat célja

A feladat a diffúzió időállandójának ($t_D^* = R^2/D_{eff}$) meghatározása laboratóriumi szakaszos extrakciós kísérletekből. A mért t_D^* értékéből számítható a geometriai méret (R) ismeretében az effektív diffúziós állandó (D_{eff}).

3. A készülék leírása

A laboratóriumi szilárd-folyadék extraháló berendezés a 4. ábrán látható.



7. ábra: Laboratóriumi szilárd-folyadék extraháló berendezés folyamatábrája.

A készülék termosztálható extrakciós oszlopában (1) a diffundáló anyag oldatával átitatott egyenlő nagyságú porózus Al O 2 3 tabletták vannak. A tabletták átmérője 8 mm ($R = 4$ mm) és közelítőleg gömböknek tekinthetők. Az extraktorcső átmérője 40 mm, magassága 500 mm és a benne levő töltet magassága 400 mm. A tökéletes keveredés (8. egyszerűsítő feltétel) teljesítése érdekében az extraháló folyadékot állandó sebességgel cirkuláltatjuk a (9) fogaskerék-szivattyú segítségével a rendszerben. A cirkuláció sebességét a (10) rotaméterrel ellenőrizzük és a (7) kerülő vezeték fojtásával szabályozzuk. A rotamétert vízzel kalibrálták, skálája (dm^3/h) beosztású. Az extrahálólé koncentrációját a (3) vezetékeképességmérő cellával és

a (4) műszerrel mérjük. Az (5) és (6) háromállású csapok a készülék alulról való gyors, buborékmentes feltöltését és leürítését szolgálják.

4. Útmutatás a mérési gyakorlathoz

A mérés megkezdése előtt kapcsoljuk be a termosztátot és nyissuk meg a hűtővizének csapját. Az oszlop hőmérsékletének állandóságára az egész mérés alatt ügyelni kell.

Az extraktorcsőben lévő tablettákra az előző mérőcsoport só-oldatot töltött. A tabletták száraz és só-oldattal átitatott tömege a mérés melletti hirdetőtáblán található. A só-oldatot engedjük le az extraktorcsőből és tegyük félre belőle mintát tiszta edényben. 10 ml mintát 100 ml-es mérőlombikban hígítsuk tízszeresére és határozzuk meg a só tartalmát, a mérés után, vezetőképesség méréssel. A tabletták külső felületére tapadt só-oldatot a mérés megkezdése előtt le kell mosni, ezért az extraktorcsőbe fent - nyitott csapok mellett - öntsünk be kb. 100 ml desztillált vizet. Az öblítő vizet a leeresztő csapon keresztül közvetlenül a csatornába engedjük.

Ezután kössük be a vezetőképesség mérő cellát. Töltsük fel desztillált vízzel a nívóedényt, ügyelve az összekötő vezeték légtelenítésére. Forgassuk meg kézzel óvatosan az ékszíjtárcsát, így ellenőrizzük, hogy a fogaskerék szivattyú nem szorul-e.

A mérés megkezdése előtt ellenőrizzük a háromfuratú csapok állását! A csapok helyes beállításához az útmutató a mérőberendezés mellett van kifüggesztve. Rossz indítás esetén, a mérést aznap már nem lehet elvégezni.

A fentiekben leírt módon előkészített készüléket a nívóedényből desztillált vízzel feltöltjük, úgy, hogy a folyadék a termosztált csőszakaszt teljesen megtöltse. Ezután a fogaskerékszivattyút és a stoppert egyidejűleg indítva azonnal megkezdjük a mérést. A rotaméteren beállítandó értéket a mérésvezető adja meg. Az indulástól meghatározott időközönként (0 és 20 perc között 2 percenként, 20 és 50 perc között 5 percenként, 50 perc után 10 percenként) leolvassuk a vezetőképességmérő műszeren a mért értékeket.

A mérést addig folytatjuk, amíg a vezetőképesség közel állandó lesz (80...90 min). Ezután leállítjuk a szivattyút és leengedjük a folyadékot a készülékből. A készüléket, a szivattyút is járattva, desztillált vízzel átmoszuk. Ezután az előkészített 30...40 g NaCl /dm³ koncentrációjú sóoldattal feltöltjük az extrakciós oszlopot. Ügyeljünk arra, hogy a fogaskerék szivattyúba sólé ne kerüljön. Az extraktorcsövet sóléval feltöltve állni hagyjuk, hogy a következő napi méréshez a só a tablettákba bediffundálhasson.

5. Mérési adatok értékelése

Az extrahálólé koncentrációjának értékét (y) és vezetőképességét a vezetőképességmérő műszer mutatja. A sóoldat sűrűsége 1 g/cm³-nek vehető. Az y_{∞} -nek az utolsó mért y koncentrációt fogadjuk el. Ellenőrzésképpen hasonlítsuk össze a (6) anyagmérleg alapján számított értékkel.

Ábrázoljuk y -t és a diffúzió időállandóját (t_D^*) az idő függvényében. Számítsuk ki t_D^* értékéből az effektív diffúziós állandót és hasonlítsuk össze a NaCl tiszta vízben mért diffúziós állandójával: 20 °C-on $D = 1,39 \cdot 10^{-5}$ cm²/s. (A tabletták sugara $R = 4$ mm).

Hivatkozások

- [1] Fourier, J. B. J.: Théorie analytique de la chaleur, 1808.
- [2] Akszelrud, G. A.: Zsurnal Fiziceszkoj Himii, 33, 2316 (1959)
- [3] Bronstejn, I. N., Szemengyajev, K.A.: Matematikai zsebkönyv, 3. kiadás, 596. old., Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1974.

Ajánlott irodalom

Simándi Béla szerk.: Vegyipari műveletek II. Anyagátadó műveletek és kémiai reaktorok, Typotex, 2012.

Akszelrud, G.A.: Tömegátadás szilárd-folyadék rendszerben, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1974.

Fonyó Zs., Fábry Gy.: Vegyipari művelettani alapismeretek, 842. old., Nemzeti Tankönyvkiadó, Budapest, 1998.

Treybal, R.E.: Diffúziós vegyipari műveletek, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1961.

Készítette: Dr. Sawinsky János

Dr. Hunek József

Ellenőrizte: Dr. Simándi Béla

Mérést végezte: 1. 2. 3. 4.	Drogextrakció modellezése Dátum:	Mérésvezető: Csoport:
---	--	------------------------------

A tabletták száraz tömege: g
 A sólével átitatott tabletták tömege: g
 Sejtlé mennyisége (A): g
 Extrahálólé mennyisége (B) g
 Folyadékarány (f)
 Rotaméter állás: skálarész: dm³/h
 Hőmérséklet: °C
 Kezdeti sejtlé koncentráció (x_0): g/kg
 Mért y_∞ : g/kg
 A (6) anyagmérleg alapján számított y_∞ : g/kg
 D_{eff}/D :

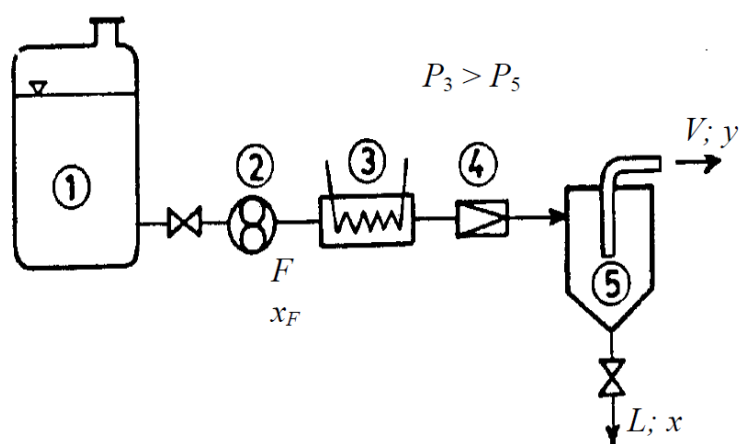
Idő (min)	Vezető- képesség ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	y (g/kg)	$\frac{y_\infty - y}{y_\infty}$	Fi	t_D^* (min)
--------------	---	-------------	---------------------------------	----	------------------

FOLYAMATOS EGYENSÚLYI DESZTILLÁCIÓ

1. Elméleti összefoglalás

Folyamatos egyensúlyi desztillációnak vagy flash lepárlásnak nevezzük azt a desztillációs műveletet, amelynek során egy folyadék elegyet felmelegítés után vagy egyidejű forralással állandó áramban egy desztilláló rendszerbe táplálunk és a keletkező egyensúlyi gőz és folyadékfázist egy fázis szeparátorban (egyensúlyi kamrában) elválasztva külön-külön elvezetjük. A művelet során az idő függvényében a rendszer össznyomása, hőmérséklete, valamint a két egyensúlyi fázis összetétele nem változik.

A művelet egyik gyakorlati megvalósítási módja látható az 1. ábrán.



8. ábra: Folyamatos desztilláció (flashing)

E szerint a szétválasztandó elegyet az 1. adagoló tartályból a 2. adagoló szivattyúval a 3. hőcserélőn keresztül P_3 nyomáson a 4. fojtószelep előtt az 5. fázisszeparátorban lévő P_5 nyomáson lévő forráspontjánál magasabb hőmérsékletre hevítjük, majd a P_3 nyomáson felmelegített elegyet P_5 nyomásra expandáltatva (flash vagy fojtásos elpárologatás) a folyadék egy részét elpárolgatva egyensúlyi összetételű gőz és folyadékfázist kapunk.

Az 1. ábra alapján a műveletre a következő mérlegegyenletek írhatók fel:

$$\text{anyagmérleg: } F = L + V \quad (1)$$

$$\text{komponens mérleg: } Fx_F = Lx + Vy \quad (2)$$

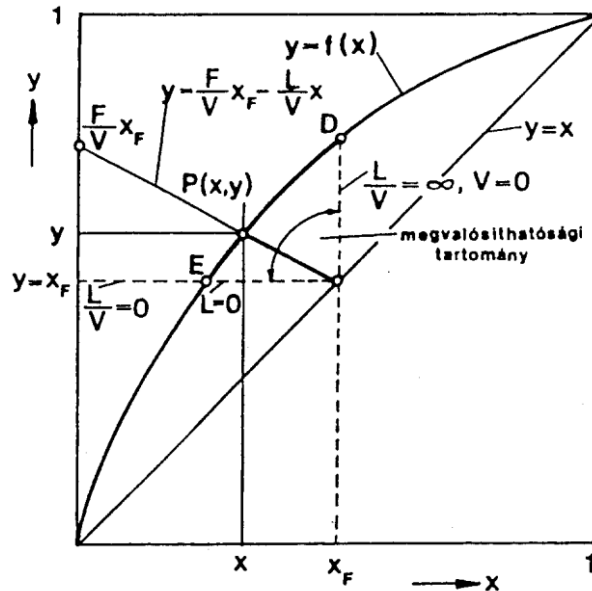
A szükséges számítások az (1) és (2) mérlegegyenletek felhasználásával elvégezhetők. A mérlegegyenletek móláramokkal vagy tömegáramokkal is felírhatók. A folyamatos egyensúlyi desztilláció másik gyakorlati megvalósítása történhet oly módon, hogy pl. egy fűtött duplikátorba folyamatos üzemben táplálunk be F mennyiségű és x_F összetételű folyadékelegyet maradékként L mennyiségű és x összetételű maradékot és V mennyiségű és az x folyadék összetétellel egyensúlyban lévő y összetételű gőzfázist kapunk. Folyamatos üzemben erre a rendszerre is az (1) és (2) egyenlet írható fel, tehát a két megoldás számítása is azonos módon történik. A második módszer gyakorlati kivitelezését azonban egy felfutási (indítási) szakasznak kell megelőznie, amelynek ismertetésére a későbbiek során térünk ki.

1.1 A folyamatos egyensúlyi desztilláció számítása

Az (1) és (2) egyenletből az egyensúlyi kamrából távozó gőzfázis (y) összetételét kifejezve

$$y = -\frac{L}{V}x + \frac{F}{V}x_F \quad (3)$$

egyenlethez jutunk. A (3) egyenlet és az egyensúlyi görbe együttes ábrázolása látható a 2. ábrán.



9. ábra: Folyamatos egyensúlyi desztilláció egyensúlyi diagramja.

A művelet számításához minden esetben adott a betáplálás mennyisége és összetétele (F, x_F) és vagy a maradék és párlat mennyisége (L, V) vagy pedig az előírt maradék (x) esetleg a párlat koncentrációja (y). A (3) egyenlet alapján az $x = x_F$ pontból kiinduló $-L/V$ iránytangensű egyenesnek az egyensúlyi görbével való metszéspontja, adja meg az egyensúlyi kamrából távozó egyensúlyi folyadék és gőzfázis összetételét jellemző $P(x, y)$ pontot.

Az ábrából egyik határesetként látható, ha a folyadék teljes mennyiségét elpárologtatjuk ($L = 0$; $F = V$; $L/V = 0$), akkor a gőzfázis összetétele megegyezik a be-táplált folyadék elegy összetételével ($y = x_F$). Másik határesetben, ha a gőzfázis mennyisége nulla ($V = 0$; $F = L$; $L/V = \infty$), akkor $x = x_F$, vagyis a maradék összetétele megegyezik a betáplált folyadék elegy összetételével. A folyamatos egyensúlyi desztilláció során a folyadék és gőzfázis mennyiségének arányát a két határeset között az elpárologtatás mértékének (fűtésnek) változtatásával tudjuk befolyásolni.

A folyamatos egyensúlyi desztillációt a gyakorlatban akkor szokás alkalmazni, ha a komponensek relatív illékonysága nagy, vagy pedig ha a gőz-folyadék fázis-egyensúlyon alapuló desztillációs szétválasztást egy folyadék-folyadék fázisegyensúlyon alapuló fizikai elválasztással tudjuk összekapcsolni.

1.2 Felfutási szakasszal egybekötött folyamatos egyensúlyi desztilláció

A folyamatos egyensúlyi desztilláció felfutási szakasza kétféleképpen valósítható meg:

a.) A desztilláló üstbe betöltjük a szétválasztandó L_0 mennyiségű és x_0 összetételű elegyet és szakaszos üzemben desztilláljuk az előírt x_w összetételű maradék koncentráció eléréséig. Ekkor

megindítjuk a betáplálást és a maradék elvételt is és a fűtést úgy szabályozzuk, hogy folyamatos üzemben állandó összetételű maradékot és desztillátumot vezetünk el.

b.) A desztilláló üstbe folyamatos üzemben tápláljuk be az F mennyiségű és x_F összetételű elegyet oly módon, hogy maradékot nem vezetünk el, a desztillátumáram pedig megegyezik a betáplálás áramával $F = V$. Mivel a desztillátumban az illékonyabb komponens koncentrációja mindig nagyobb az üstben lévő folyadék koncentrációjánál, az üstben lévő elegy koncentrációja az idő függvényében csökken. Amikor az üstben lévő elegy koncentrációja eléri az előírt x koncentrációt, a betáplálási áramot és vele együtt a fűtést is megnövel-jük olyan mértékben, hogy az üstből folyamatos üzemben x koncentrációjú maradékot és a vele egyensúlyban y koncentrációjú desztillátumot vezethessük el.

1.2.1 A felfutási idő számítása

A felfutási idő számítását a b) esetre a $F = V$ feltétellel végezzük el. Ez a gyakorlatban könnyen megvalósítható oly módon, hogy az üstben egy túlfolyó alkalmazásával állandó folyadékszintet tartunk. Az egész művelet így felfogható egy szakaszos desztilláció utántöltéses változatának.

A felfutási szakaszban a műveletre a következő komponensmérleg írható fel:

$$F x_F - V y_{(x)} = L_0 \frac{dx}{dt} \quad (4)$$

ahol	F	a táplálék tömegárama (kg/h)
	V	a desztillátumáram (kg/h)
	$x_F = x_0$	a táplálék koncentrációja, tömegtört
	$y_{(x)}$	a desztillátum időben változó koncentrációja, tömegtört

Figyelembe véve, hogy a felfutási szakaszban $F = V$ a (4) differenciálegyenletet átrendezve és integrálva a következő formában írhatjuk

$$\int_0^t dt = t = -\frac{L_0}{F} \int_{x_F}^x \frac{dx}{y_{(x)} - x_F} \quad (5)$$

Az (5) egyenlet integrálását grafikusán végezhetjük el egy $\frac{1}{y_{(x)} - x_F} - x$ diagram segítségével.

Az (5) egyenletből látszik, hogy a felfutási idő állandó betáplálási áram esetén annál rövidebb, minél kisebb az üstben lévő L_0 kiindulási elegy mennyisége, adott L_0 kiindulási elegy mennyiség esetén a felfutási idő a betáplálás (F) áramának növelésével csökkenthető.

2. A kísérleti berendezés leírása

A készülék rajza a 3. ábrán látható.

A készülék egy adagolótartályból (1), áramlás szabályozó csapból (2), áramlás-mérőből (3) (kapillométer), belső fűtésű lombikból (4) maradék hűtőből (5) és desztillátumhűtőből (6) áll.

A maradékot és a desztillátumot lombikba gyűjtjük és mivel a desztillátum két fázisra válik szét, a két fázist választótölcsérben szétválasztjuk.

3. A mérési feladat leírása

A mérés célja etilacetáttal telített vizes oldatból az etilacetát kinyerése. Az etil acetát-víz rendszer oldékonysági és gőz-folyadék egyensúlyi viszonyait a 4. ábrán közöljük.

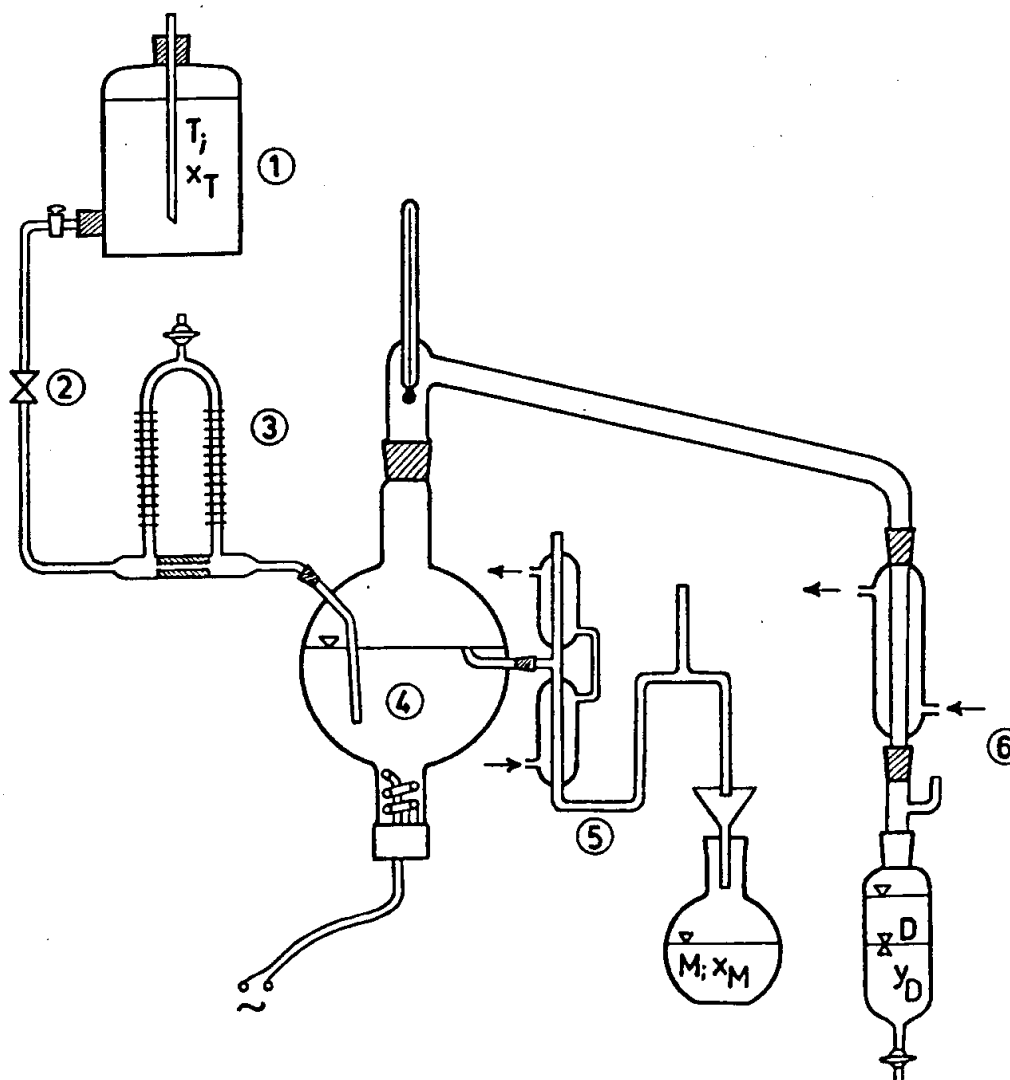
Az etilacetát-víz rendszer korlátoltan elegyedik, ezért a párákat kondenzáltatva és a desztillátumot szobahőmérsékletre lehűtve az általában két fázisra válik szét. Így a desztillációs dúsítást a desztillátum szétválása tovább fokozza. Ilyenkor üzemi körülmények között az etilacetátos fázist, mint végterméket elvezetik, a vizes fázist pedig, mivel annak összetétele rendszerint megegyezik a betáplálás összetételével a desztilláló üstbe visszavezetik.

A számításokhoz az (1) és (2) egyenleteket a fázisszétválás miatt ki kell egészíteni a fázisszeperátor (florentini edény) mérlegegyenleteivel.

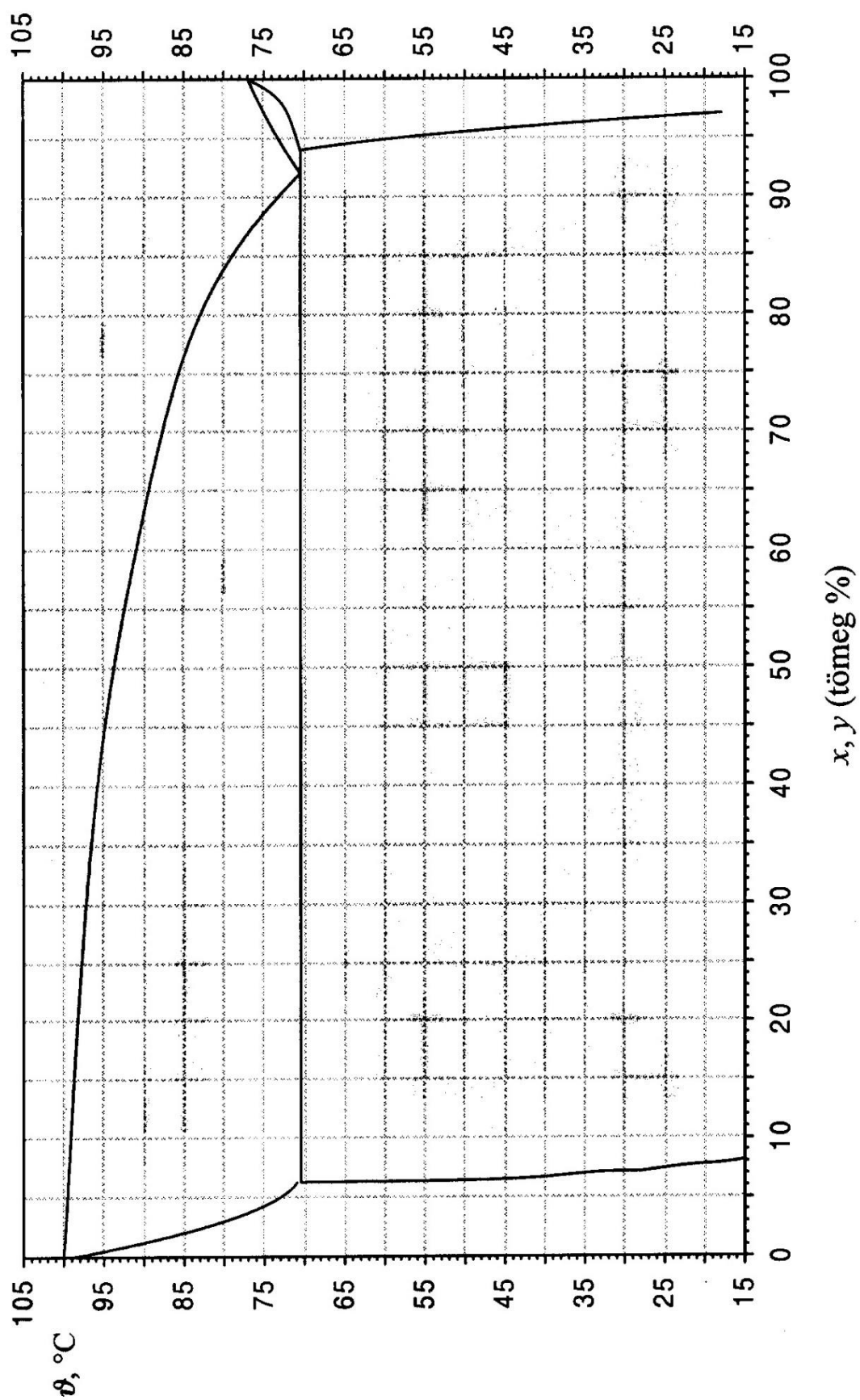
A fázisszeperátor anyagmérlege: $V = L_1 + L_2$ (6)

A fázisszeperátor komponensmérlege: $Vy = L_1x_1 + L_2x_2$ (7)

A (6) és (7) egyenletben L_1 az etilacetátos fázis, L_2 pedig a vizes fázis mennyisége (kg/h), x_1 az etilacetátos, x_2 pedig a vizes fázis koncentrációja (tömegtört). Általában $x_2 = x_0 = x_F$.



10. ábra: Egyensúlyi desztilláció laboratóriumban.



11. ábra: Etil acetát - víz elegy egyensúlyi diagramja.

3.1 A felfutási idő mérése

A 4-es lombikba etilacetáttal telített víz van töltve. Először megnyitjuk a hűtővizet, majd a belső fűtésű lombik fűtését 150 V fűtőfeszültséggel. A forrás kezdete pillanatában a fűtőfeszültséget 110 V-ra állítjuk és az első csepp áthaladásától mérjük a felfutási időt stopperórával. A betáplálást olyan értékre állítjuk be, hogy a folyadék szint az üstben ne változzék ($F = V$), ami esetünkben $\Delta h = 10$ mm eltérést jelent a kapillométer két ágának folyadékszintje között. 90°C-os hőmérséklet elérésekor leállítjuk a stopperórát és a mért időt fogadjuk el felfutási időnek.

3.2 Mérés stationer szakaszban

A 90°C -os forráspont elérésekor a betáplálást úgy állítjuk be, hogy kb. $\Delta h = 120$ mm legyen a kapillométer két folyadékszintje közötti különbség. A cél az, hogy a forrási hőmérséklet 87-93°C hőmérséklet tartományban állandósuljon (a tartományon belül bármely érték megfelelő). Az állandósult forrási hőmérséklet jelzi a stationer szakasz beállítását. Ekkor szedőket cserélünk és 20 perc időtartamban állandósult állapotban mérünk. Ha a hőmérséklet csökken, a betáplálást kismértékben csökkentjük, vagy a hőfok növekedése esetén növeljük. 20 perc után mérjük a maradék tömegét, melynek koncentrációját törésmutató méréssel határozzuk meg, mérjük a desztillátum két fázisának mennyiségét, és a két fázis szobahőfokon lévő hőmérsékletét, amelyből az oldékonysági diagram alapján határozzuk meg a két folyadékfázis koncentrációját. A betáplálás pontos értékét a maradék és a desztillátum két fázisának együttes tömege adja meg. A kapillométer állása csupán a betáplálás egyenletességét jelzi.

3.3 Beadandó

1.) A mért felfutási idő, összehasonlítva az (5) egyenletből számított értékkel. A számítás a trapéz-módszerrel történjék.

2.) A komponensmérleg hibája az alábbi egyenlet szerint

$$\Delta\% = \frac{Fx_F - (Vy + Lx)}{Fx_F} \cdot 100 = \quad (8)$$

A (8) egyenletben szereplő y (átlagos desztillátum) összetétel a (6) és (7) egyenletekből számítható.

Készítette: Dr. Rezessy Gábor, Dr. Manczinger József, Dr. Tóth András József

Ellenőrizte: Dr. Sawinsky János

Mérést végezte: 1. 2. 3. 4.	Folyamatos egyensúlyi desztilláció Dátum:	Mérésvezető: Csoport:
---	---	------------------------------

Felfutási szakasz

Kiindulási anyagmennyiség	$L_0 =$	g
Fűtőfeszültség	$U =$	V
Betáplálás (labor) hőmérséklet	$\vartheta =$	°C
Betáplálás összetétele hőmérsékletből	$x_F =$	tömeg%
Hőmérséklet a felfutás végén	$\vartheta =$	°C
Mért felfutási idő	$t =$	min

Stacioner szakasz

Mérés időtartama	$t =$	min
Fűtőfeszültség	$U =$	V
Betáplálás a kapillométeren	F	g/min
Forráspont	$\vartheta =$	°C
Desztillátum hőmérséklete	$\vartheta =$	°C
Maradék törésmutatója	$n_D^{20} =$	-

Komponensmérleg

Desztillátum				Maradék	
Felső fázis		Alsó fázis			
L ₁ g	x ₁ tömeg%	L ₂ g	x ₂ tömeg%	L g	x tömeg%

FOLYAMATOS REKTIFIKÁLÁS VIZSGÁLATA FÉLÜZEMI MÉRETŰ REKTIFIKÁLÓ OSZLOPON

A mérés célja, hogy a hallgató a mérés elvégzése után *az alábbi tanulási eredményeket elérje:*

Minimum szint:

A hallgató

- képes egy félüzemi méretű, több alegységből álló készüléken eligazodni, a sematikus rajz alapján a főbb egységeket és a mérőműszereket azonosítani,
- meg tudja állapítani a stacionárius üzemállapotot,
- fel tudja írni az oszlop alsó- és felső oszloprésze esetében az anyag- és komponens-mérlegegyenleteket,
- ismeri és el tudja magyarázni a kondenzátor, a gőzfűtés, a kondenzedény, a szelep, a csap, a rotaméter, a köbözés működési elvét és legalább egy műszaki kialakítását,
- fel tudja sorolni a laborgyakorlat során a mért paramétereket, illetve el tudja magyarázni, hogy a kiértékelésnél mire kell ezeket használni,
- a laborgyakorlat során a mérési adatokat jól dokumentáltan jegyzi fel és átlátható formában összesíti,
- fel tud sorolni több, a desztillációs gyakorlatban elterjedt rendezett és rendezetlen töltetet, illetve tányértípust,
- mérési adatait más szakember számára érthető formában, a megfelelő egyenletek kiválasztásával és a mértékegységek helyes használatával értékeli ki és átlátható kivitelű jegyzőkönyvet készít,
- a számítási eredményeit összeveti a tapasztalati értékekkel és jelentős eltérés esetén keresi a hiba okát.

Optimális szint (a minimum szint felett):

A hallgató:

- képes a cél (számítási feladat) ismeretében a szükséges mérési feladatok meghatározására,
- az egyes módszerek mérési bizonytalanságának ismeretében és a számításához szükséges pontosság figyelembevételével választ mérési/mintavételezési módszert és gyakoriságot,
- az eredményeket összefüggéseiben, a gyakorlati tapasztalatai figyelembevételével értékeli,
- fel tudja írni a kondenzátor hő-mérlegegyenletet.

A mérés során az alábbi alapismeretekre építünk, ezek szükségesek a mérési feladat elvégzéséhez, a mérés céljának és a számításoknak a megértéséhez és ezért számon is kérhetők:

- gőzfűtés működése, kondenzedény, a fűtőgőz nyomását mi alapján határozzuk meg,
- összetétel átszámítása tömegszázalékból móltörtbe,
- areométer működési elve,
- gőz-folyadék egyensúlyi diagramok felrajzolása és értelmezése (ideális eset és minimális forráspontú azeotróp esetek),

További, a laborgyakorlathoz kapcsolható kérdések:

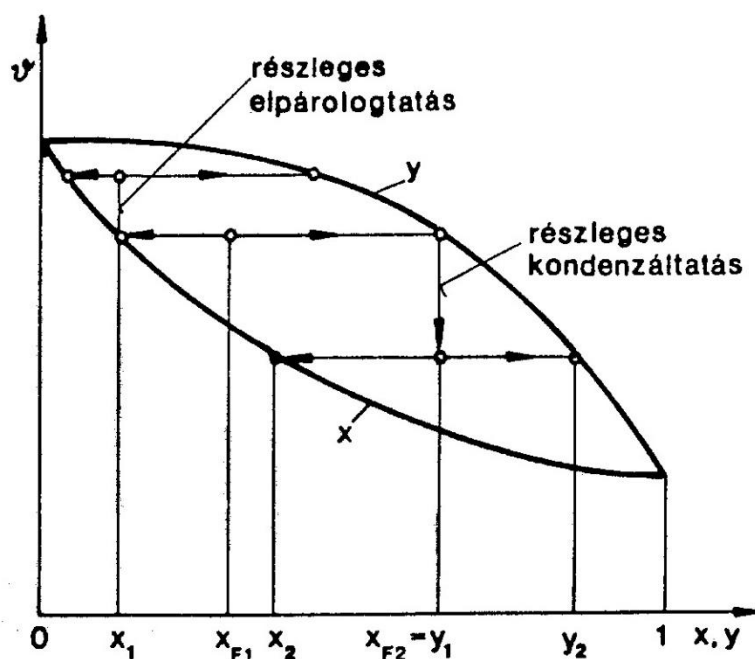
- Vázolja egy rektifikáló készülék felépítését és magyarázza el a működését! Miért kell a reflux?
- Mi az elméleti tányér definíciója?
- Mi a minimális refluxarány? Mutassa be a minimális refluxarány meghatározási módszereit! Mit jelent a végtelen refluxarány? Hogyan üzemel ekkor az oszlop? Miért itt minimális az elméleti lépcsők száma?
- Vázolja egy töltött rektifikáló oszlop felépítését!
- Hogyan csoportosíthatók az anyagátadó műveleteknél használt töltetek? Hasonlítsa össze az ömlesztett és a rendezett tölteteket!
- Sorolja fel a jó töltet tulajdonságait!
- Mutassa be egy töltött rektifikáló oszlop felépítését! Mi a szerepe a tartórácsnak és a leszorítórácsnak? Miért kell az oszlopba betáplált folyadékot egyenletesen elosztatni a teljes oszlopkeresztmetszetben?
- Mutassa be a rektifikáló készülékhez tartozó hőcserélőket! Mi a hőcserélők szerepe a desztillációnál?

1. Bevezetés

Az egyszerű, egyfokozatú, reflux nélküli desztillációnál az elválasztás egyetlen egyensúlyi fokozatnak felel meg. Az elválasztás mértékét a komponensek egyensúlyi viszonyai határozzák meg.

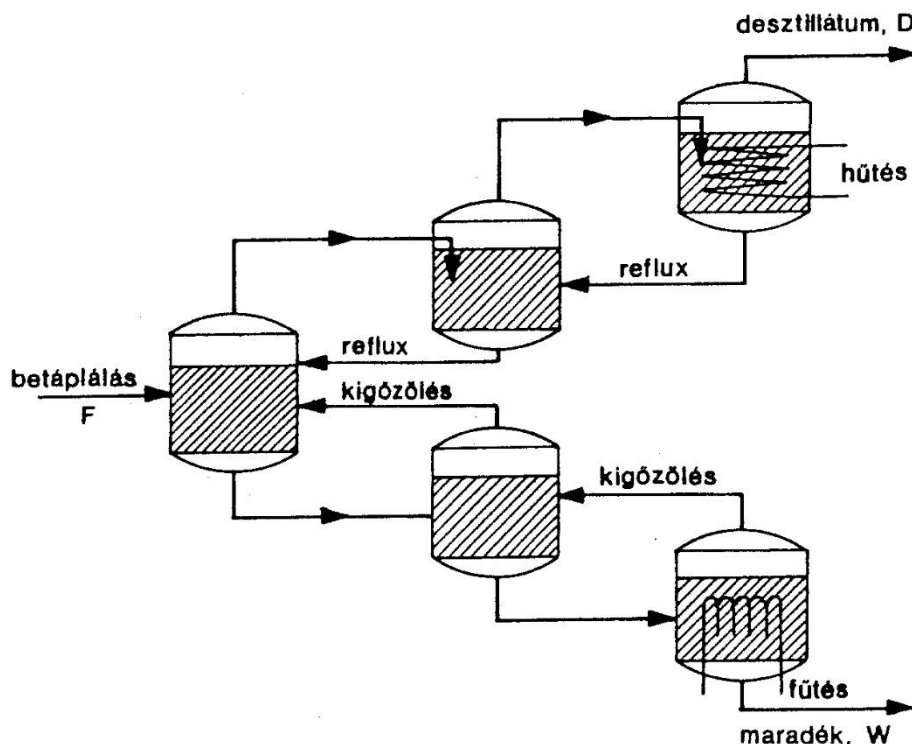
Az illékonyabb komponensnek a desztillátumban kapott koncentrációját azonban tovább növelhetjük, ha az eddigi egyetlen ún. egyensúlyi fokozat (egyéb használatos elnevezések: elméleti fokozat, elméleti tányér) helyett továbbiakat is alkalmazunk. Ez úgy valósítható meg, hogy az első fokozatból kapott párást a második fokozatba betáplálva tovább dúsítjuk, és az eljárást többször is megismétljük. Ilyen módon az egyensúlyi desztillációt többszörösen megismételve tetszőleges koncentrációig juthatunk el. A képződő páraáramokat hűtéssel részlegesen kondenzáltatjuk.

Hasonlóképpen járhatunk el az első egyensúlyi egységből távozó folyadékkal is, amelyet az illékonyabb komponensben való további szegényítés céljából részlegesen elpárologtatunk, és az így kapott pára koncentrációja kisebb lesz az első egységből távozóénál. Az így megvalósított részleges kondenzáltatást és részleges elpárologtatást a forráspontdiagramon, az 12. ábra mutatjuk be.



12. ábra: Részleges kondenzáltatás és részleges elpárologtatás elve.

Az eljárás gyakorlati alkalmazhatóságát nagymértékben korlátozza az, hogy minden egyes fokozat külön hűtést, ill. fűtést igényel, és közbeni gőz-, ill. folyadék-halmazállapotú terméket ad. Kézenfekvő a gondolat, hogy ezeket az áramokat az előző, ill. utána következő fokozatba visszavezetjük és azt így módon hűtjük, ill. fűtjük. Az elképzelés megvalósításának elvét a 13. ábra mutatja.



13. ábra: Rektifikálás elve.

Látható, hogy az egész berendezés egy egyensúlyi egységekből álló kaszkárendszer alkot, amely csak egy helyen igényel fűtést és egy helyen hűtést. A kaszkád két végén két terméket kapunk: egy illékonyabb komponensben dús, gőz halmazállapotú, és egy illékonyabb komponensben szegény, folyadék halmazállapotú terméket. A gőz halmazállapotú terméket rendszerint kondenzáltatják, sőt sokszor túlhűtik. A visszavezetett dúsított folyadékot refluxnak (visszafolyásnak), a dúsított terméket desztillátumnak (fejterméknek), az alsó folyadékterméket pedig maradéknak (fenékterméknek) nevezik. A hőenergiát fűtéssel az ún. visszaforralóban vagy visszaforraló üstben (reboilerben) viszik be. Az ilyen műveletet, vagyis a többfokozatú desztillációt rektifikálásnak vagy frakcionált desztillációnak nevezik. Használatos még a frakcionálás (rövidített) megnevezés is.

A gyakorlatban a folyamatot egyetlen berendezésben, rendszerint egy függőleges elrendezésű hengeres készülékben valósítjuk meg. Ez a rektifikáló oszlop vagy kolonna, amely a felfelé szálló pára és lefelé csurgó folyadék intenzív érintkeztetése céljából rendszerint vízszintes tányérokat vagy nagy fajlagos felületű részecskékből álló töltetet tartalmaz. A berendezéshez tartozik egy visszaforraló üst (reboiler) a hőközlésre, és egy kondenzátor a keletkezett pára kondenzálására.

2. Elméleti tányérszám meghatározása folyamatos rektifikálás esetén

Az ún. elméleti tányérszámmal jellemezni lehet egy rektifikáló oszlop szétválasztó képességét, vagy egy szétválasztási feladat nehézségét. Elméleti tányérnak, vagy elméleti fokozatnak nevezzük az olyan működő tányért, amelyről felszálló pára egyensúlyban van a tányérról lecsorgó folyadékkal. Az elméleti tányérszám számítására több módszer ismeretes. Ezek közül egyszerű számításoknál leggyakrabban a tányérról tányérra számító analitikus eljárást, vagy az ennek megfelelő, McCabe-Thiele-féle grafikus módszert használjuk.

Ez a számolásoknál az állandó moláris párolgás (közelítő) feltételezését alkalmazza, amely szerint az oszlop egy zavarás nélküli szakaszának hossza mentén a felszálló pára mólárama állandó (és ezért a lecsurgó folyadéké is). Az állandó moláris párolgás (vagy más néven állandó moláris túlfolyás) feltétele (Lewis-feltétel) úgy értelmezhető, hogy minden egyes mól kondenzálódó pára a tányéron egy mól illékonyabb komponensben dúsabb pára képződését eredményezi. Az állandó moláris túlfolyás tétele feltételezi, hogy:

1. a két komponens moláris párolgáshője azonos,
2. a szenzibilis hőváltozások a párolgáshőkhöz viszonyítva elhanyagolhatók,
3. nincs elegyedési hőeffektus,
4. a hőveszteség elhanyagolható.

2.1 A rektifikáló kolonna mérlegegyenletei

Egy folyamatos rektifikáló berendezés sematikus rajza a 14. ábra látható.

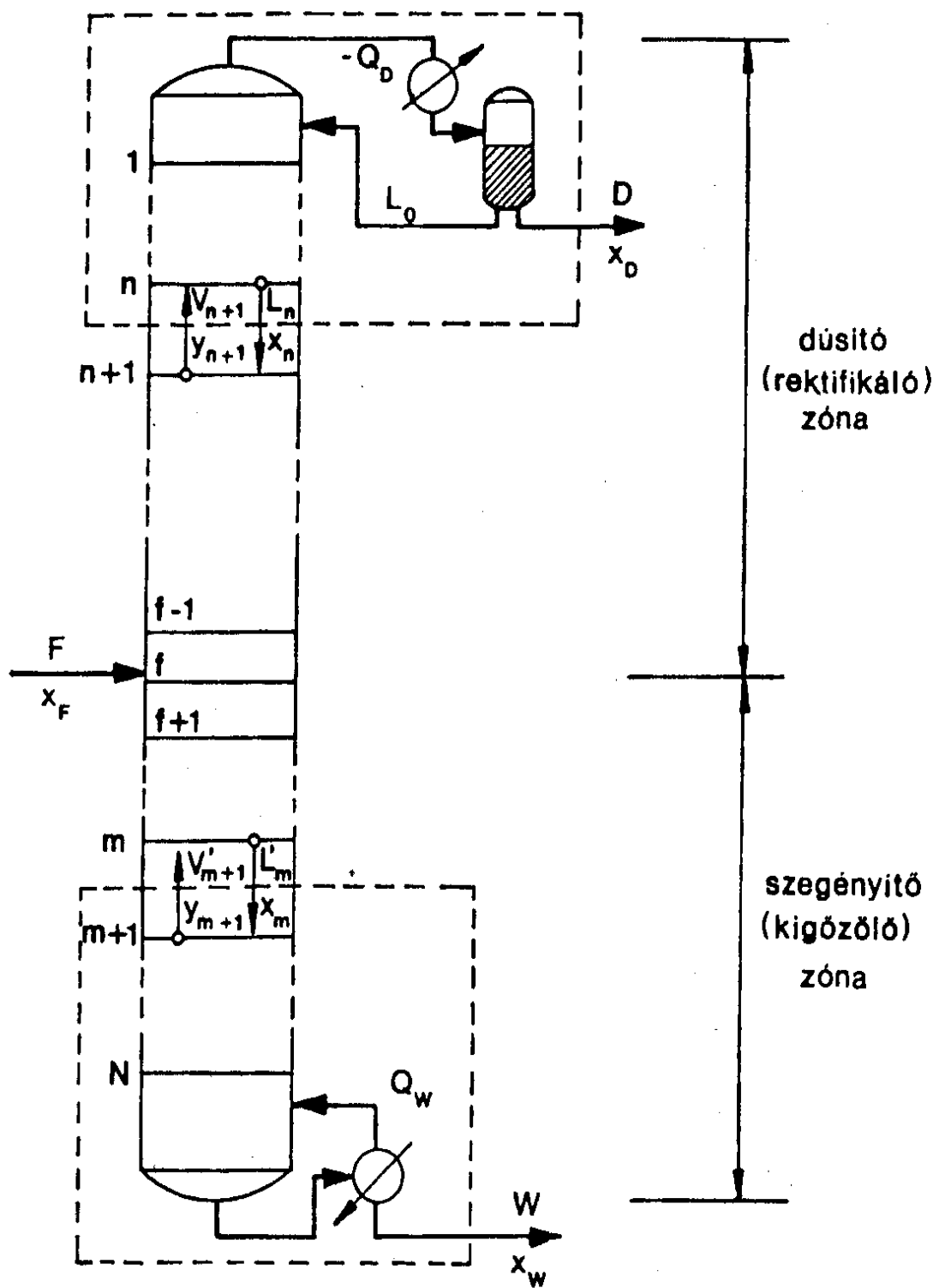
Az ábrán F , D és W sorra a táp (angolul: feed), a desztillátum és a fenéktermék (nehéz termék, angolul: weight product) mólárama, x_F , x_D és x_W ugyanilyen sorrendben a kétkomponensű (ún. biner) elegy esetére az illékonyabb komponensnek a móltörtje a megfelelő áramban. Q_W a forralóban közölt hőteljesítmény, Q_D a kondenzátorban elvont hőteljesítmény.

Az $x_D - x_W$ elválasztáshoz szükséges elméleti tányérszám meghatározásához szükségünk van a rektifikálandó elegy egyensúlyi adataira, az anyagáram és a koncentráció értékekre. A meghatározás elve a következő: Elméleti tányérok feltételezésével az egyes tányérokra lecsurgó folyadék és ugyanazon tányérról felszálló pára koncentrációt jellemző pontok az egyensúlyi görbén vannak. Szükségünk van még két szomszédos tányér esetén a felső tányérról lecsurgó folyadék és a vele szemben felszálló pára koncentrációja közötti összefüggésre, általánosan az $y_{n+1} - x_n$ közötti összefüggésre. Ez az összefüggés az ún. "munkavonal" egyenlete, amit a megfelelő oszlopszakasz komponensmérlege határoz meg.

2.1.1 A teljes berendezés anyag- és komponensmérlege

$$F = D + W \quad (1)$$

$$F x_F = D x_D + W x_W \quad (2)$$



14. ábra: A folyamatos rektifikáló berendezés sematikus rajza.

2.1.2 A felső oszloprész anyag- és komponensmérlege

Ha a be- és kimenő anyagáramokat a kolonna felső, dúsító (rektifikáló) részére vizsgáljuk, a következő egyenlőségeket nyerjük, figyelembe véve az állandó moláris párolgás tételét.

$$V_{n+1} = V \quad \text{és} \quad L_{n+1} = L \quad (3)$$

$$V = D + L \quad (4a)$$

$$Vy_{n+1} = Dx_D + Lx_n \quad (4b)$$

A (4b) egyenlet tartalmazza az y_{n+1} és x_n közötti, általunk keresett összefüggést. Ezt az egyenletet átrendezve, és felhasználva az ún. "refluxarány" fogalmát, amely a lecsurgó folyadék és a desztillátumáram aránya ($R = L/D$), megkapjuk a rektifikáló oszlop felső oszloprészének munkavonal-egyenletét:

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1} x_n + \frac{x_D}{R+1} \quad (5)$$

A munkavonal egyenlete tehát egy tányérról lecsurgó folyadék és az alatta lévő tányérról felszálló gőzáram koncentrációi közötti összefüggést fejezi ki.

2.1.3 Az alsó oszloprész anyag- és komponensmérlege

Hasonló egyenleteket írhatunk fel a kolonna alsó (szegényítő) részére. Az alsó oszloprészben az áramok azonban különböznek a felső oszloprészben folyó áramoktól, jelöljük ezeket L' és V' -vel. A különbség oka a betáplálás, amely a hőállapotától függően a lecsurgó folyadék, ill. a felszálló pára móláramát megváltoztatja.

$$L' = V' + W' \quad (6a)$$

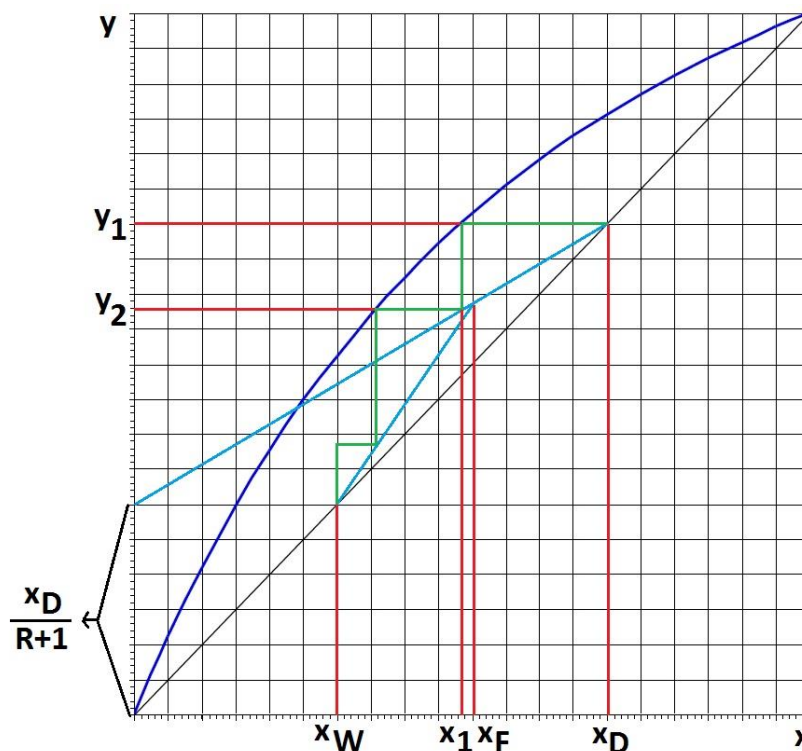
$$L'x_m = V'y_{m+1} + W'x_W \quad (6b)$$

A (6b) egyenletből y_{m+1} -et kifejezve kapjuk az alsó oszloprész munkavonal egyenletét:

$$y_{m+1} = \frac{L'}{V'} x_m - \frac{W}{V'} x_W \quad (7)$$

2.2 McCabe-Thiele-féle grafikus szerkesztés

A szerkesztés menete a 15. ábra látható.



15. ábra: Elméleti tányérszám meghatározása a McCabe-Thiele-féle szerkesztéssel, forrásfonti betáplálás esetére.

A szerkesztés első lépéseként elkészítjük a rektifikálandó elegy egyensúlyi diagramját. Berajzoljuk a felső oszloprész munkavonalát. Ezt célszerű $x_D = y_1$ pont és az $\frac{x_D}{R+1}$ tengelymetszet alapján elvégezni. Forrásponti folyadék betáplálása esetén az alsó oszloprész munkavonal egyenlete két ponton átmenő egyenesként szerkeszthető meg. Az egyik az $y = x = x_W$ pont, a másik a felső munkavonalnak és az $x = x_F$ egyenesnek a metszéspontja. Ezután “lépcsőket” rajzolunk az egyensúlyi görbe és a munkavonal közé. A lépcsőknek az egyensúlyi görbén levő pontja az azonos tányért elhagyó fázisok koncentrációit, a munkavonalon levő pontjai pedig a szomszédos tányérokat elhagyó két fázis koncentrációit adják meg. A 15. ábra látható, hogy az első tányérról felszálló y_1 összetételű pára koncentrációja a totálkondenzáció miatt megegyezik x_D desztillátum összetételével. Az első tányérról x_1 lecsorgó összetételű folyadék koncentrációja az egyensúlyi görbéről olvasható le. Az 1. számú tányérról lecsorgó x_1 összetételű folyadékkal szemben a 2. számú tányérról felszálló pára y_2 összetételét x_1 -hez a munkavonalról kapjuk meg. Az x_D és x_W pontok közé így beszerkeszthető “lépcsők” száma megadja az adott elválasztáshoz szükséges elméleti tányérok számát.

Megjegyzés: Vizsgálat céljából gyakran használjuk az ún. “teljes reflux” -szal történő rektifikálást, melynek célja lehet adott geometriájú töltött oszlop elválasztóképességének meghatározása. A töltött oszlop elválasztóképessége az elválasztandó komponensek relatív illékonyaságától is függ, így minden elegyre más. A teljes refluxszal történő rektifikálás során $D = 0$; $W = 0$ és így $F = 0$. Ebből következik, hogy az R refluxarány végtelen. A két munkavonal ilyenkor egybeolvad: mindkettő a négyzet átlóján halad.

3. A berendezés leírása

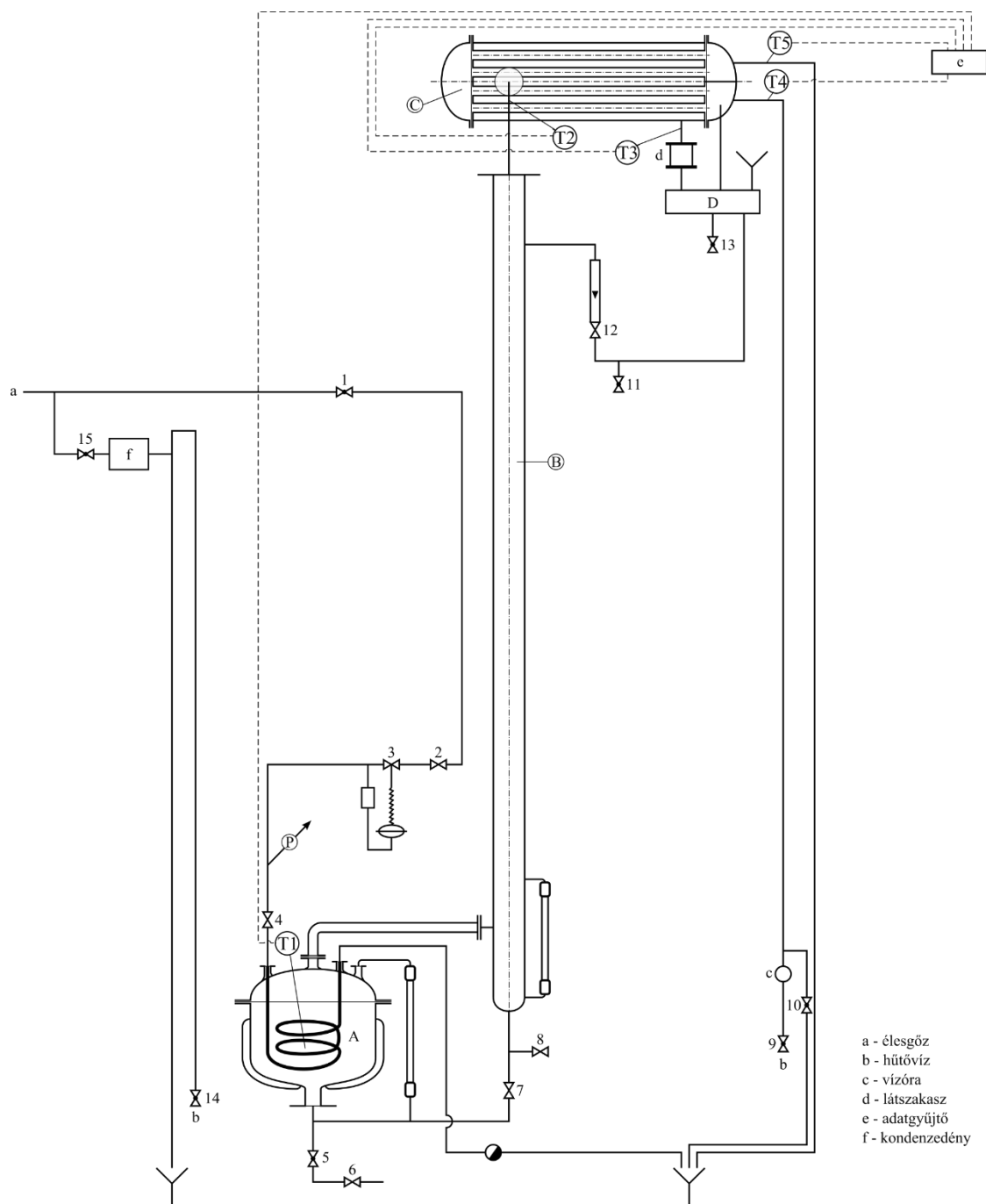
A teljes berendezés elvi folyamatábrája az 16. ábra látható. A rektifikáló berendezés fő elemei:

- A** 100 dm³ térfogatú forraló, amelynek köpenytere és belső csőkiágója gőzzel fűthető
- B** 150 mm belső átmérőjű, $H=1,5$ m hosszúságban VM-350-es rendezett töltettel töltött rektifikáló oszlop
- C** kondenzátor
- D** refluxelosztó (refluxtartály)

Hőmérsékletmérők:

- T1 Üsthőmérséklet (Fenék)
- T2 Párahőmérséklet (Fej)
- T3 Párakondenzátum hőmérséklete
- T4 Hűtővíz belépő hőmérséklete
- T5 Hűtővíz kilépési hőmérséklete

A készüléket a jelenlegi mérés során légköri nyomáson, teljes refluxszal, etanol-víz eleggyel üzemeltetjük, fűtés a csőkiágón keresztül történik.



16. ábra: A folyamatos rektifikáló berendezés elvi folyamatábrája.

Meghatározandó:

- I. A töltet egy méterére jutó elméleti tényérok száma
- II. A kondenzátor hőmérlege

4. A mérés menete

Ellenőrizzük, hogy (6), (11), (13) csapok zárva vannak-e, illetve, hogy a (4) gőzszelep és a (14) csap nyitott állásban van-e.

A (9) csappal megindítjuk a kondenzátor hűtővizét, amelynek áramát a mérés során úgy állítjuk be, hogy a belépő és a kilépő hűtővíz hőmérsékletkülönbsége legalább 10°C legyen, de ne haladja meg a 40°C-ot. Az átment hűtővíz mennyisége a (c) vízárával mérhető.

A (2) szelep teljes nyitásával ráadjuk a gőzfűtést az üstben lévő csőkégyóra, majd megvárjuk, míg a stationer állapot beáll, melyet a mért hőmérsékletek állandó értéke jelez. Az *instacioner állapot* hőmérséklet értékeit és reflux rotaméter állásait 5 percenként jegyezzük fel.

A *stationer állapot* beállása után a mérési adatlapon található adatokat olvassuk le majd a (6) és (11) csapokon keresztül kb. 200 ml mintákat vegyünk mérőhengerekbe. A mintákat folyó víz alatt hűtsük le 35°C alá, digitális hőmérővel ellenőrizzük az értéket. A mintákból areométerrel határozzuk meg a fej- és fenéktermék összetételét. A meghatározáshoz szükséges sűrűség-összetétel diagramok a 7-10. ábrán találhatóak. Az összetétel adatokat ellenőrizni lehet az etanol-víz rendszer forrpontharmatpont (11. ábra) és gőz-folyadék egyensúlyi (12. ábra) diagramjain.

Leállítás: zárjuk a (2) fűtőgőz szelepet, majd a mérési jegyzőkönyv elkészítése után zárjuk a (9) hűtővíz csapot.

Mérést végezte: 1. 2. 3. 4.	Folyamatos rektifikálás vizsgálata félüzemi méretű rektifikáló oszlopon Dátum:	Mérésvezető: Csoport:
---	--	------------------------------

1. Instacioner állapot:

Időpont	T1 Üst	T2 Pára	T3 Páarakond.	T4 Hv. be	T5 Hv. ki	Reflux rotaméter állása
[perc]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[sk]
0						
5						
10						
15						
20						
25						
30						
35						
40						
45						
50						
55						
60						
65						
70						
75						
80						
85						
90						

2. Stacioner állapot:

Légköri nyomás: Hgmm

Fűtőgőz nyomása a csőígyóban (túlnyomás): bar

Reflux rotaméter állása (felső úszó): Liter/h

0,1 m³ hűtővíz átfolyási ideje: min s

Hőmérsékletek:

- Üst (Fenek) hőmérséklete (T1) °C
- Pára (Fej) hőmérséklete (T2) °C
- Párakondenzátum hőmérséklete (T3) °C
- Belépő hűtővíz hőmérséklete (T4) °C
- Kilépő hűtővíz hőmérséklete (T5) °C

Fejtermék:

Sűrűség: g/cm³ °C
Összetétel: etanol tömeg%
etanol moltört

Fenektermék:

Sűrűség: g/cm³ °C
Összetétel: etanol tömeg%
etanol moltört

Elméleti tányérszám (programmal):

3. Számítási eredmények összefoglalása:

I. A töltet egy méterére jutó elméleti tányérok száma: 1/m

II. A kondenzátor hőmérlegének két oldala:

Pára oldalon kJ/h
Hűtővíz oldalon kJ/h
Eltérés %

4. Megjegyzések:

5. A mérés kiértékelése

I. A töltet egy méterére jutó elméleti tányérok száma

A mért fej- és fenéktermék-koncentrációból grafikus tányérszám-szerkesztéssel meghatározzuk az elméleti tányérszámot. Ehhez szoftver áll rendelkezésre, hogy a szerkesztés kis és nagy etanol koncentrációknál is pontos legyen. A töltet egy méterére eső tányérszám ebből számolható.

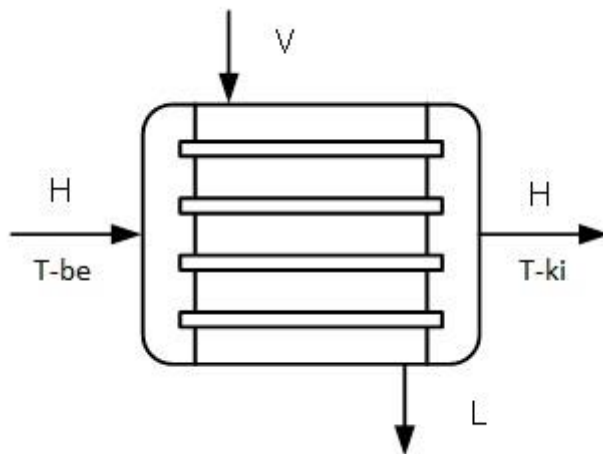
A programban 3 helyen állítunk be paramétereket:

1. Etanol-víz modell kiválasztása
2. Légköri nyomás beállítása
3. Rektifikálás paraméterei, a moltörtek.

Ezután az „Egyensúlyi görbe kiszámítása”-ra, illetve az „Elméleti tányérszám kiszámítása”-ra kattintunk. A számítás elvégzése után felírjuk a tányérszámot. (A munkavonal a teljes reflux miatt a 45°-os egyenes volt). Mivel az oszlop visszaforráló üsttel rendelkezik a tányérok közül egy az üst, tehát ezt le kell vonni a kapott értékből.

II. A kondenzátor hőmérlege

A hőmérleget a kondenzátorra írjuk fel (17. ábra), a hővesztéségtől tekintsünk el.



17. ábra: A kondenzátor vázlatos rajza.

ahol	V	a párlat tömegárama	$[kg/h]$
	L	a kondenzátum tömegárama	$[kg/h]$
	H	a hűtővíz tömegárama	$[kg/h]$

$$V \cdot \ddot{i}_V + H c_{p,víz} \cdot T_{be} = L \cdot c_{PL} T_L + H \cdot c_{p,víz} \cdot T_{ki} \quad (8)$$

átrendezve:

$$V \cdot (\ddot{i}_V - i') = V \cdot r = H \cdot c_{p,víz} \cdot (T_{ki} - T_{be}) \quad (9)$$

$V = L$ a totál kondenzáció miatt

Számoljuk ki a (20) hőmérleg mindkét oldalát. Elemezzük a hőmérleg hibáját.

$$V \cdot r = H \cdot c_{p,víz} \cdot (T_{ki} - T_{be}) \quad (10)$$

Az egyenlet bal oldala fejezi ki a párolgáshőből számolt hőteljesítmény-igényt, a jobb oldala pedig a hűtővízzel elvont hőteljesítményt.

A számítás során a kondenzátorból távozó folyadék forrásponti hőmérsékletűnek tekinthető

($c_{PL} \cdot T_L = i'$).

Mivel a reflux rotaméter skálája vízre vonatkozik, a párlat tömegáramának számításához a rotaméteren leolvasott Liter/h víz értéket először Liter/h etanolra kell átszámítani. Ez az átszámítás a következő összefüggéssel végezhető el:

$$W_{Reflux} \approx W_{víz} \sqrt{\frac{\rho_{Víz}}{\rho_{Etanol}}} \quad [dm^3/h] \quad (11)$$

ahol	$\rho_{Víz}$	víz sűrűsége	1000 kg/m^3
	ρ_{Etanol}	etanol sűrűsége	782 kg/m^3

Ezután a folyadék állapotú etanol térfogatáramot az etanol folyadék sűrűségével tömegáramra számítjuk át, ami a teljes reflux miatt megegyezik az oszlopban felszálló gőz tömegáramával.

$$V = W_{Reflux} \cdot \rho_{Etanol} \quad [kg/h] \quad (1000\text{-el történő osztás után}) \quad (12)$$

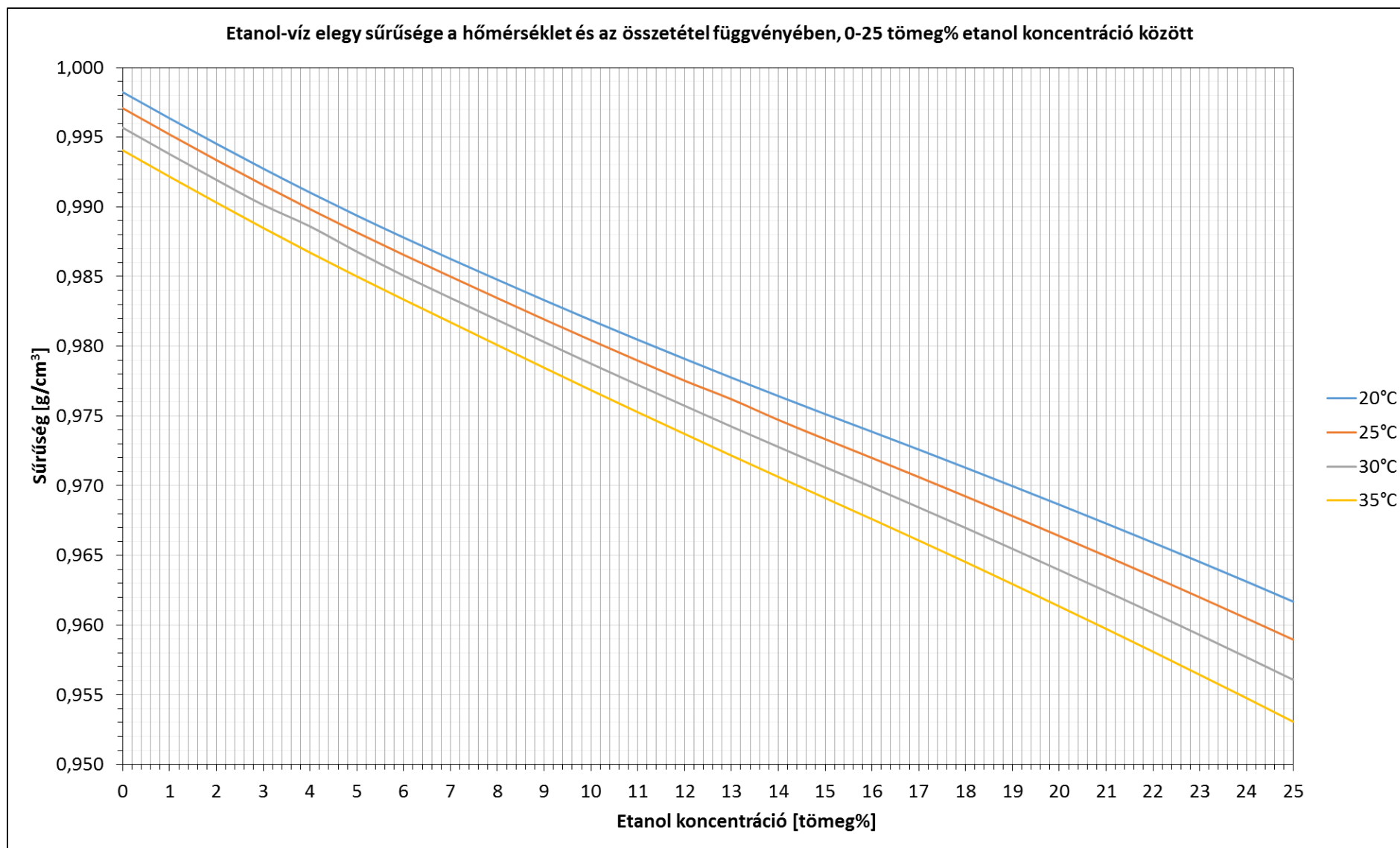
Adatok:

Az etanol párolgáshője:

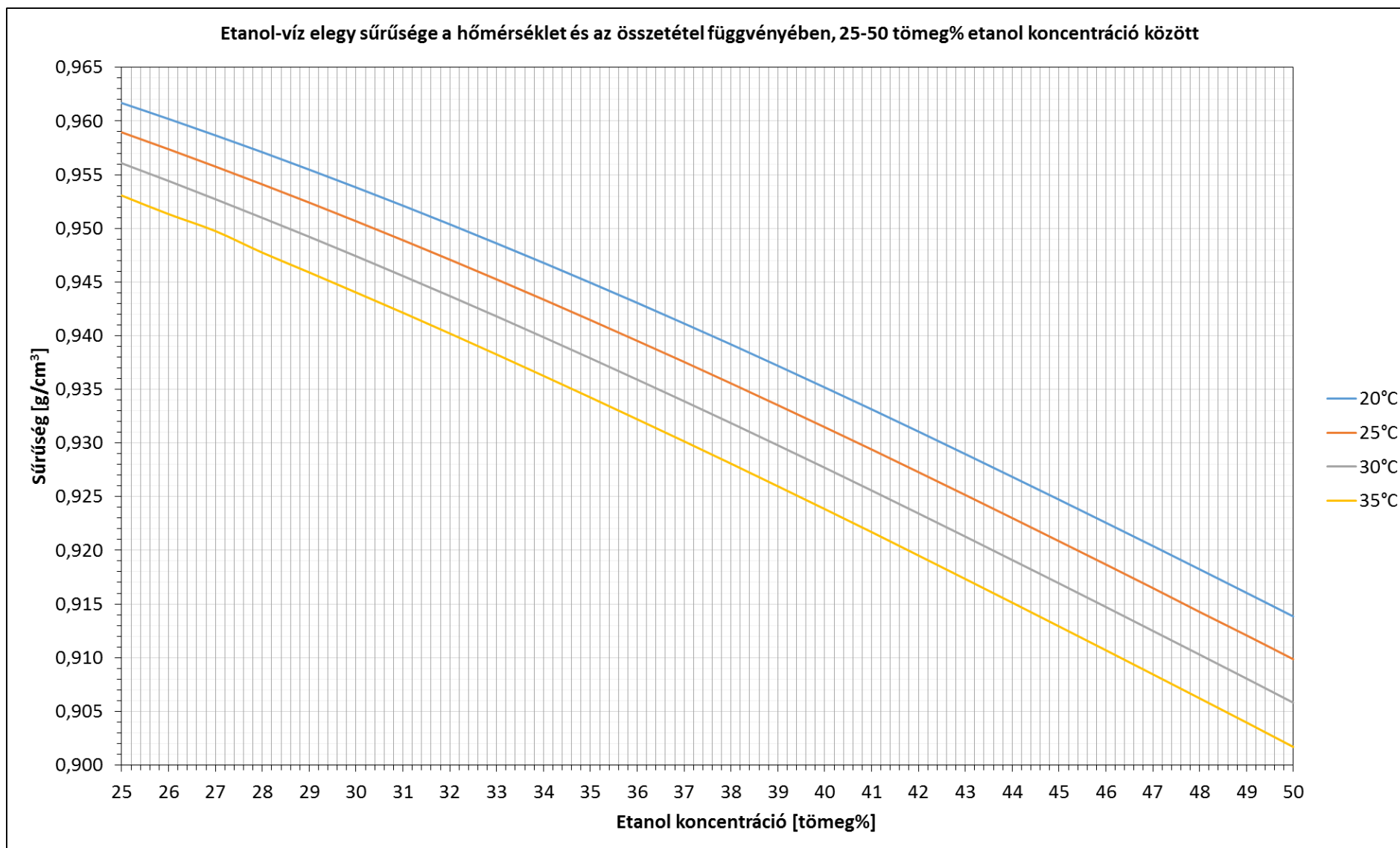
$$r = 840 \text{ kJ/kg}$$

A víz fajhője:

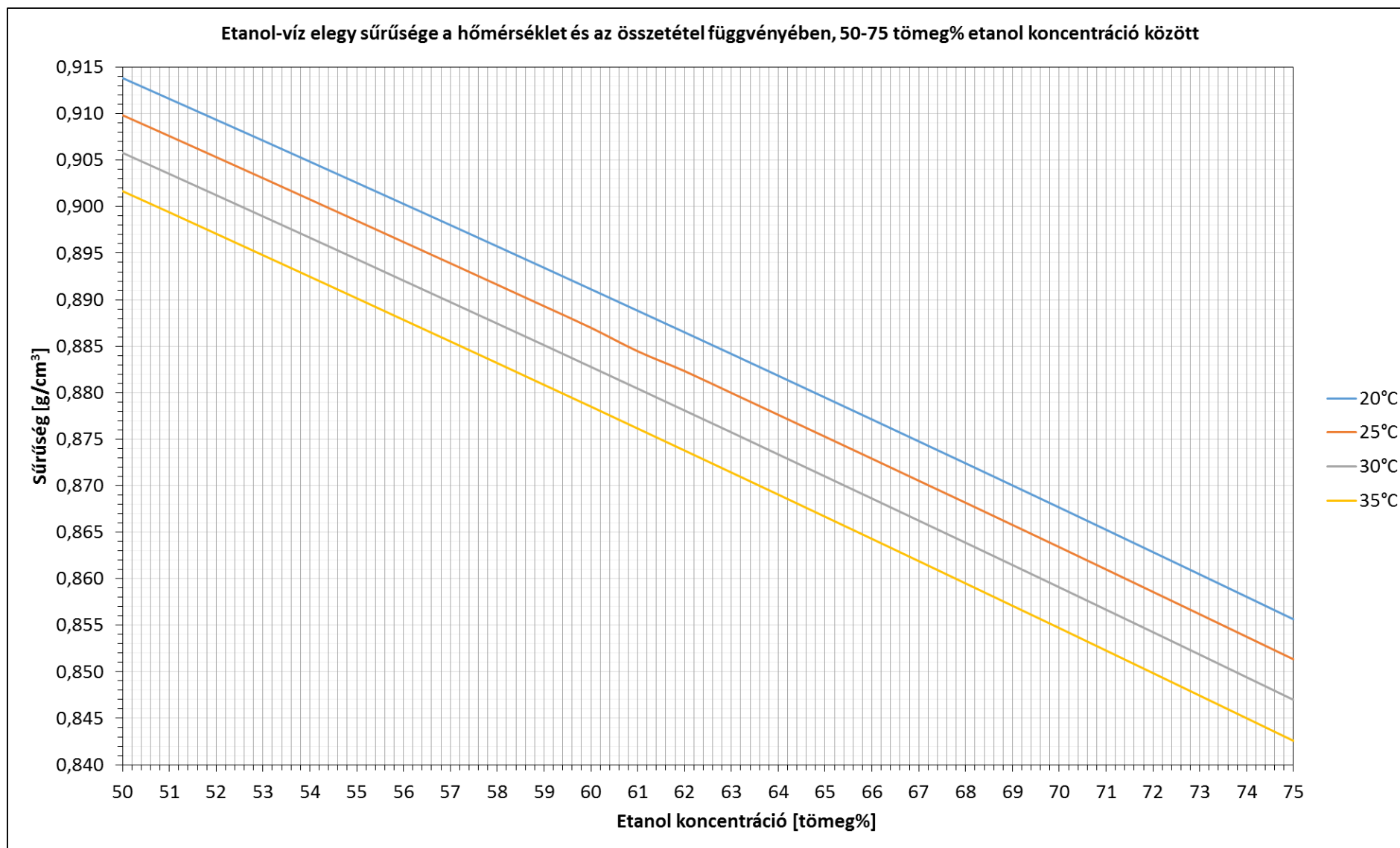
$$c_{p,Víz} = 4,1813 \text{ kJ/kg} \cdot K$$



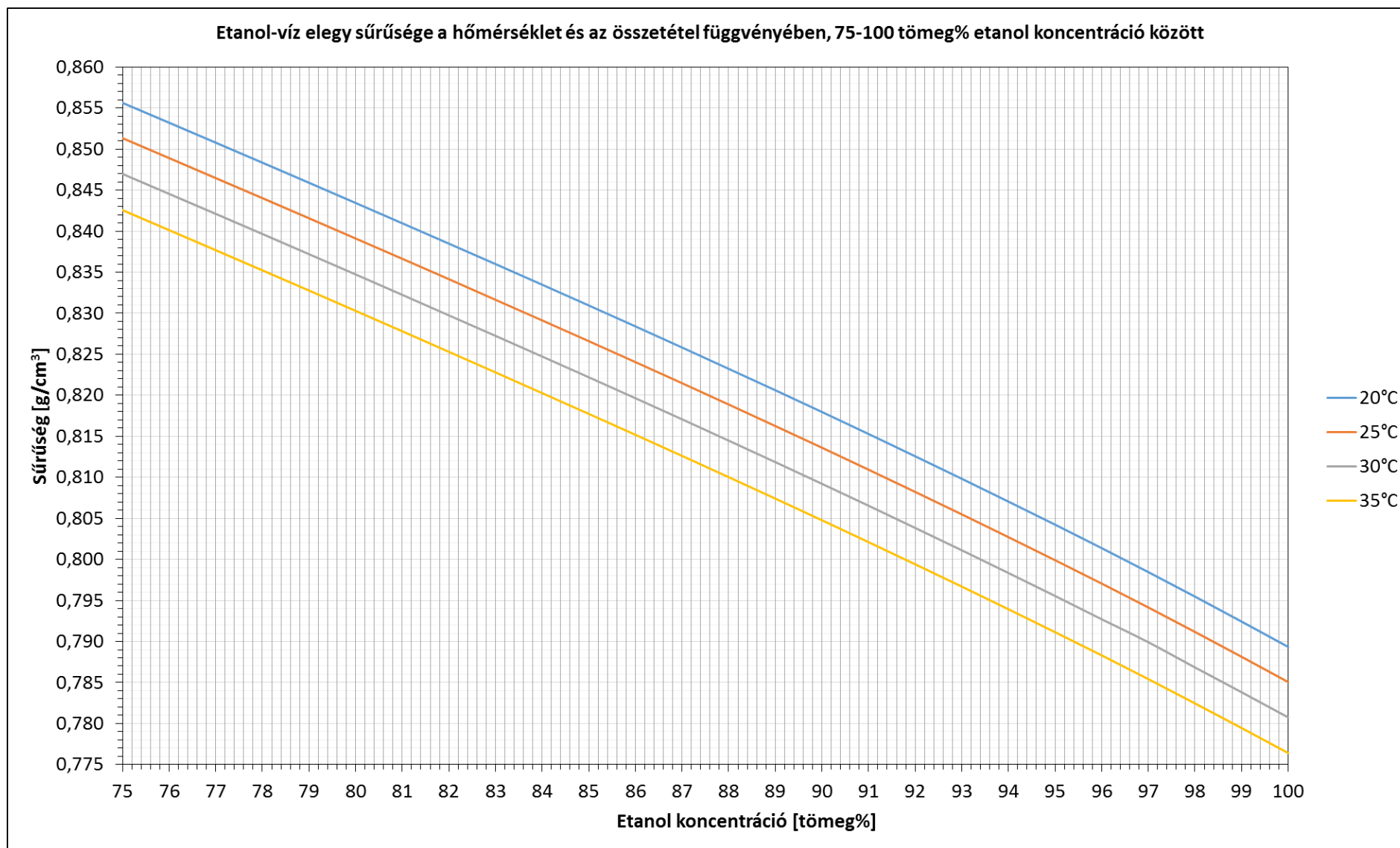
18. ábra: Etanol-víz elegy sűrűsége a hőmérséklet és az összetétel függvényében, 0-25 tömeg% etanol koncentráció között.



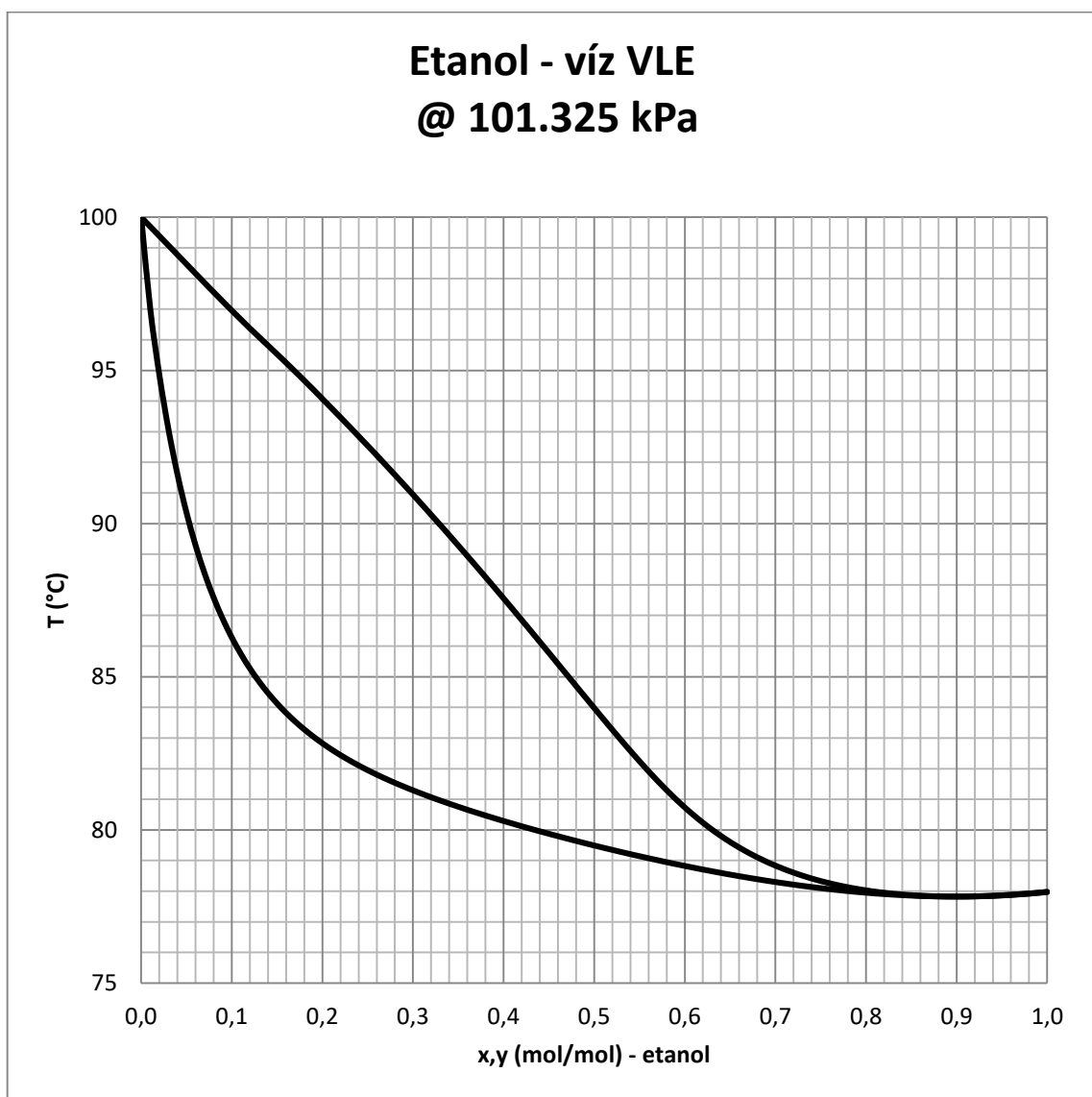
19. ábra: Etanol-víz elegy sűrűsége a hőmérséklet és az összetétel függvényében, 25-50 tömeg% etanol koncentráció között.



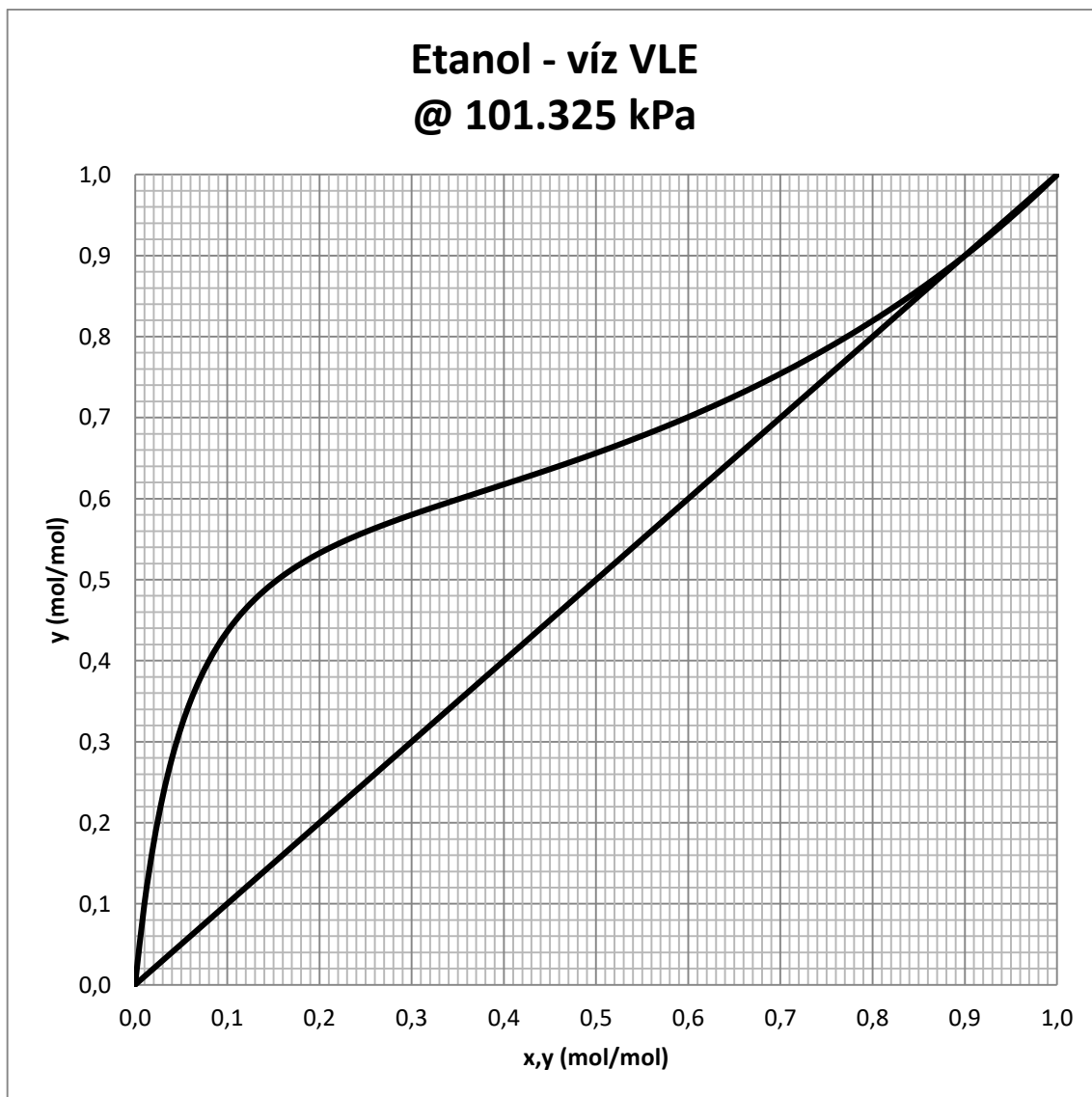
20. ábra: Etanol-víz elegy sűrűsége a hőmérséklet és az összetétel függvényében, 50-75 tömeg% etanol koncentráció között,



21. ábra: Etanol-víz elegy sűrűsége a hőmérséklet és az összetétel függvényében, 75-100 tömeg% etanol koncentráció között.



22. ábra: Etanol-víz rendszer számított forrpont-harmatpont diagramja (UNIQUAC modell, 1 bar).



23. ábra: Etanol-víz rendszer számított gőz-folyadék egyensúlyi diagramja (UNIQUAC modell, 1 bar).

Részletes elméleti összefoglalás a folyamatos rektifikáláshoz:

- Fonyó Zs., Fábry Gy.: Vegyipari Művelettani Alapismeretek, Nemzeti Tankönyvkiadó, Budapest, 2004, 18-20. fejezet.
- Simándi B. (szerk.): Vegyipari műveletek II., Typotex Kiadó, Budapest, 2011, pp. 89-110.

További ajánlott szakirodalmak:

- Pálfi Z. (szerk.): Vegyipari készülékek, szerkesztési atlasz, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1986.
- Don W. Green, Robert H. Perry: Perry's Chemical Engineers Handbook, McGraw-Hill, New York, 2007.
- Klaus Sattler: Termikus elválasztási műveletek, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1983
- Klaus Sattler: Termikus elválasztási műveletek példatára, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1983
- James M. Douglas: Conceptual Design of Chemical Processes, McGraw-Hill, 1989

Készítette: Dr. Tóth András József

Dr. Manczinger József

Dr. Rezessy Gábor

Dr. Benkő Tamás

Számítógépes kiértékelés: Bánsághi György

Ellenőrizte: Dr. Rév Andre

André Anita

SZAKASZOS REKTIFIKÁLÁS ÜVEG HARANGTÁNYÉROS KOLONNÁN

A laboratóriumi méretű, üveg harangtányérokkaal ellátott rektifikáló kolonnán heptán-toluol elegy szétválasztásának vizsgálata, valamint az oszlop hatásfokának meghatározása a cél. A készülék szakaszos üzemuű. A mérés célja, hogy a hallgató a mérés elvégzése után **az alábbi tanulási eredményeket elérje**:

Minimum szint:

A hallgató

- érti a szakaszos rektifikálás műveletét
- tudja, hogyan kell szakaszos rektifikálást állandó refluxarány mellett üzemeltetni;
- képes egy laboratóriumi méretű, több alegységből álló készüléken eligazodni, a sematikus rajz alapján a főbb egységeket és a mérőműszereket azonosítani;
- meg tudja állapítani a stacionárius üzemállapotot (teljes reflux alkalmazása esetén);
- rálátással rendelkezik az oszlop elválasztó képességét befolyásoló fontosabb paraméterekre;
- ismeri és el tudja magyarázni a kondenzátor, a refluxszabályozó, a harangsapkás tányér, a refraktométer működési elvét és legalább egy műszaki kialakítását;
- a mérés során a mérési adatokat jól dokumentáltan jegyzi fel és átlátható formában összesíti;
- mérési adatait más szakember számára érthető formában, a megfelelő egyenletek kiválasztásával és a mértékegységek helyes használatával értékeli ki és átlátható kivitelű jegyzőkönyvet készít;
- a számítási eredményeit összeveti a tapasztalati értékekkel és jelentős eltérés esetén keresi és értékeli a hiba okát.

Optimális szint (a minimum szint felett):

A hallgató:

- ismeri a szakaszos rektifikálás két jellemző üzemletetési módját és azok előnyeit és hátrányait;
- képes a cél (számítási feladat) ismeretében a szükséges mérési feladatok meghatározására;
- az egyes módszerek mérési bizonytalanságának ismeretében és a számításához szükséges pontosság figyelembevételével választ mérési/mintavételezési módszert és gyakoriságot;
- átlátja egy elválasztási művelet során az egyes mérhető értéket befolyásoló folyamatokat és azok kapcsolatait;
- az eredményeket összefüggéseiben, a gyakorlati tapasztalatai figyelembevételével értékeli.

A mérés során az alábbi alapismeretekre építünk, ezek szükségesek a mérési feladat elvégzéséhez, a mérés céljának és a számításoknak a megértéséhez és ezért számon is kérhetők:

- anyagmérlegek felírása a szakaszos üzemuű berendezés teljes üzemidejére;
- hőmérleg (energiamérleg) felírása szakaszos üzemuű berendezésre;
- elméleti tányér fogalma;
- egyensúlyi és forrpontharmatponti diagram értelmezése;
- állandó moláris párolgás és túlfolyás tétele;
- az oszlop nyomásesésének meghatározása;
- törésmutató vizsgálat elvégzése;
- McCabe-Thiele féle tányérszerkesztés szakaszos rektifikálás esetén (Vegyipari műveletek 2 elektronikus jegyzet 1.3.2.3.6 fejezet).

A leíratban a felkészülést és a mélyebb megértést elősegítő **elgondolkodtató kérdések zölddel vannak szedve.**

1. Elméleti összefoglaló

Az elméleti összefoglaló a Vegyipari Műveletek 2. digitális jegyzet alapján készült.

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

A szakaszos műveleteket gyakran a folyamatos technológiához vezető út egyik lépésének tekintik és alkalmazzák, aminek a célja adatok és tapasztalatok gyűjtése a kérdéses rendszerről, melyek alapján a folyamatos technológia biztonságosan megtervezhető.

Meg kell azonban jegyezni, hogy a szakaszos műveleteknek, folyamatoknak számos előnye és persze hátránya van a folyamatos műveletekhez, folyamatokhoz képest, amely gyakorta abból ered, hogy egy plusz üzemeltetési tényezővel rendelkeznek, és ez az idő. Amíg a folyamatos technológiában az egy műveletre fordított időt nem változtathatjuk, addig a szakaszos műveleteknél ezt is szabadon változtathatjuk, ha erre valamilyen okból szükség van. Ez jelentős flexibilitást és üzemeltetési szabadságot eredményez azok működtetésében. A szakaszos folyamatoknak szintén előnye, hogy gyorsabban kialakíthatók, mint a folyamatosak, ami új termékek előállításánál fontos szempont. A szakaszos folyamatok beruházási igénye általában kisebb, mint a hasonló kapacitású folyamatosoké, de a munkaerőköltsége viszont nagyobb. A folyamatos üzemek nagyobb technológiai fegyelmet is követelnek, mint a szakaszos üzemek. Ugyanakkor a szakaszos műveletek, folyamatok alkalmazásának fontos indoka a termelési kapacitás, ugyanis kis mennyiségek feldolgozása, termelése esetén szakaszos technológiát tervezünk. E mellett vannak olyan speciális iparágak, ahol többnyire szakaszos technológiákat alkalmaznak, pl. gyógyszeripar, aromaanyagok gyártása, finomkémiai termékek.

A szakaszos műveletek közül az egyik legjellegzetesebb a rektifikálás. A szakaszos rektifikálás és folyamatos rektifikálás, bár műveleti alapjaik azonosak, mégis alkalmazásukban és működtetésükben eltérnek egymástól.

Szakaszos rektifikálást általában akkor alkalmazunk, ha kisebb anyagmennyiséget kell feldolgoznunk, de éles elválasztást akarunk. Ilyenkor a már megismert szakaszos desztilláció nem célravezető, és rektifikálásra van szükség. Ugyanakkor elképzelhető, hogy csak kis tányérszámú kolonnával rendelkezünk és az elválasztás élességét a refluxaránnal akarjuk biztosítani. Az éles elválasztás és a kis tányérszám azzal jár, hogy a refluxarány magasabb értéket is felvehet, mint ami egy jól megtervezett oszlop esetében szokásos. Ezzel egyidejűleg a nagy refluxarány a desztillátum áramának jelentős csökkenését jelenti, ugyanis a kolonna, és így a benne megengedhető maximális gőzáram, mérete adott és állandó. Másképp mondva a desztillátum elvétele, azaz az anyag feldolgozása lassú lesz. Itt előjön a már említett időtényező, amely folyamatos üzemeknél nem alkalmazható.

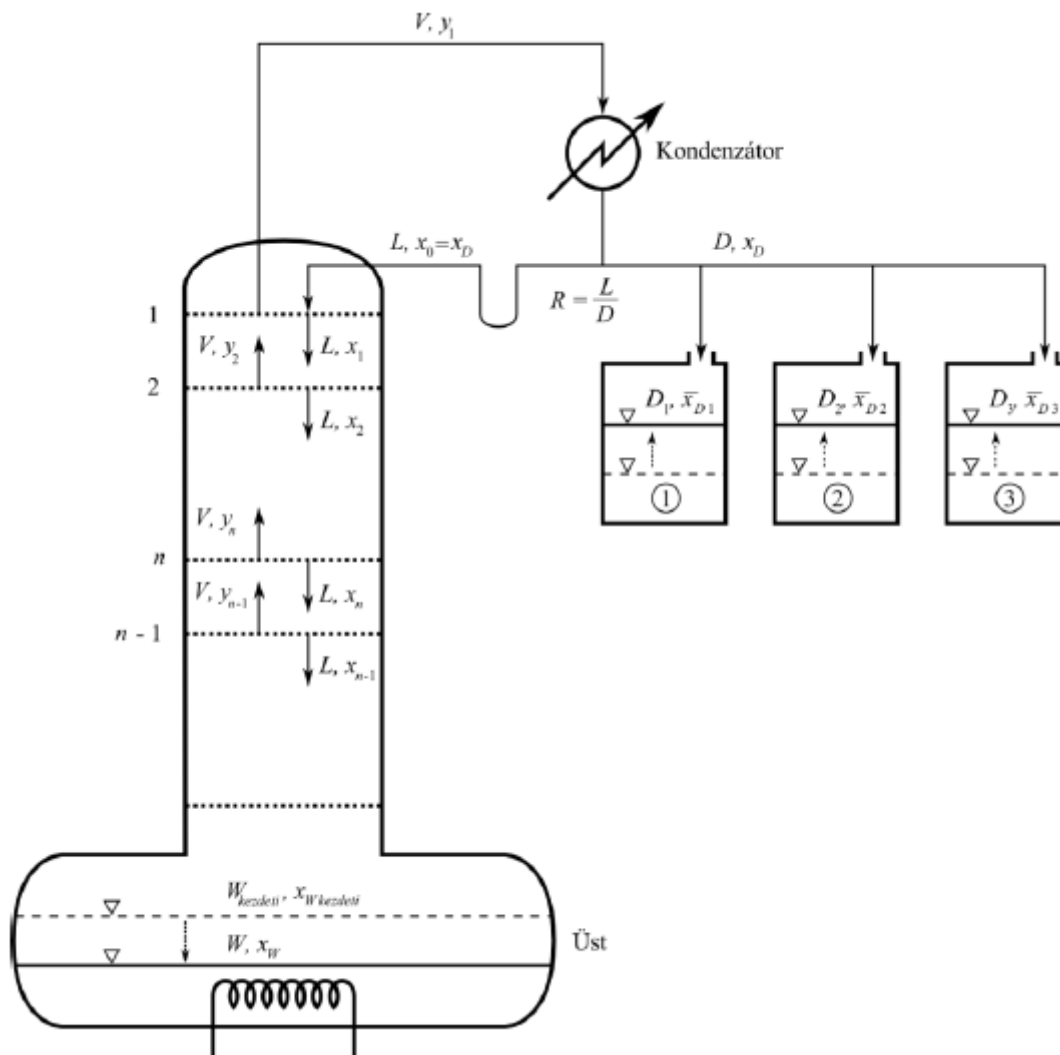
Szintén szakaszos rektifikálást alkalmazunk, ha egy kolonnában kettőnél több terméket akarunk nyerni vagy a betáplálás összetétele gyakran változik, ami folyamatosan változó üzemeltetést kíván. A jelentősen változó betáplálási összetétel kezelését szintén nehéz lenne folyamatos technológiában megoldani. Viszont általános elv, hogy nagyobb mennyiségek esetén, a tapasztalatok szerint, több mint 5000 t/év termelés mellett, szinte mindig csak folyamatos technológiában gondolkodunk. 500 t/év alatt a szakaszos a jellemző technológia, míg a két érték közt bármelyik elképzelhető (Douglas, 1989).

Az 1. ábra bemutatja egy szakaszos rektifikáló oszlop (kolonna) vázlatos rajzát. A készülék ugyanazokból a főbb elemekből áll, mint egy folyamatos üzemű berendezés: oszlop, tányérok

vagy töltet, kondenzátor szedőedénnyel, üst, más néven visszaforráló. A desztillátumok esetében a felülvonás egy átlagértéket jelent, mivel állandó refluxaránynál az összetétel időben változik.

Mely iparágakban alkalmazzák a szakaszos rektifikálást?

Milyen tányér-és töltettípusokat ismer?



24. ábra: Szakaszos rektifikáló berendezés elvi vázlata.

A szakaszos rektifikálás esetén, az egyszerű desztillációhoz hasonlóan, az üstbe töltjük be a kiindulási elegyet és a rektifikálás során már nincs további betáplálás. Az üstöt fűtve az illékony komponens(ek) elpárolog(nak) és azt/azokat a kondenzátorban kondenzáltatjuk. A lekondenzált pára egy részét refluxként visszavetjük az oszlopba. A rektifikáló oszlopban a pára és a folyadék találkoznak, és megtörténik az anyagátadás, ami a pára illékonyabb komponens(ek)ben való dúsulását jelenti. Az anyagátadáshoz a kolonnába beépített tányérokkal vagy töltettel biztosítunk felületet.

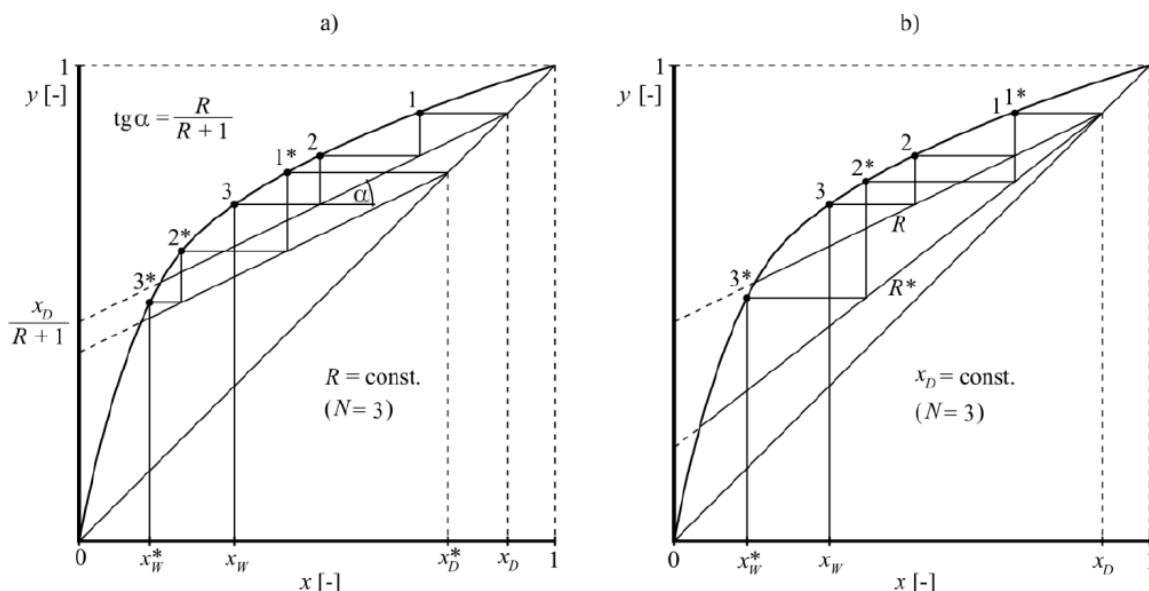
Szakaszos rektifikálásnál fontos annak ismerete, hogy ilyenkor a desztilláló oszlop csak dúsító, azaz rektifikáló oszloprésszel (felső oszloprésszel) rendelkezik. Ez azt jelenti, hogy mivel a szegényítő oszloprész, azaz az alsó oszloprész hiányzik, ezért az üstben maradó folyadék tisztítása nehezebb, mint folyamatos üzemű, középbetáplálósos kolonna esetében, de az is

elképzeltető, hogy a kérdéses tisztítást nem is tudjuk megvalósítani. Ezért szakaszos rektifikálásnál célszerű a tiszta terméket a fejben elvenni.

A szakaszos rektifikálás alapvetően két üzemmódban üzemel:

- állandó refluxarány,
- állandó fejtermék, desztillátum-összetétel.

A szakaszos rektifikálás két alapesetét a 2. ábrán szemléltetjük. A gyakorlaton állandó refluxarányval fognak dolgozni.



25. ábra: A szakaszos rektifikálás két alapesete.

Állandó refluxarányal történő üzemeltetés esetén a desztilláció előrehaladásával a desztillátum összetétele változik, az illékonyabb komponensben egyre szegényebb lesz (2.a ábra). Az üstben lévő folyadék mennyisége csökken, és ez is egyre szegényedik az illékony komponensben. Általában akkor célszerű választani, ha kis mennyiségű illékony anyag eltávolítása a feladat, melynek a desztillátumban koncentrációja nem fontos szempontja az elválasztásnak.

Állandó desztillátum-összetétel (2.b ábra) esetét akkor választjuk, ha az illékony komponens az előírt koncentrációban szeretnénk megkapni. Ilyenkor, mivel az üst egyre szegényedik az illékony komponensben, egyre növelni kell a refluxarányt. A refluxarány minden határon túl történő növelését a berendezés és költségtényezők korlátozzák.

2. Szakaszos rektifikálás állandó refluxarányal

A műveletet differenciális és véges anyag- és komponensmérleggel írhatjuk le. Ennek során az oszlopban és a kondenzátorban lévő anyagmennyiség, „hold up” változását elhanyagoljuk.

A differenciális anyag- és komponensmérleg:

$$dD = dW \quad (1)$$

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

ahol:

- W az üstben lévő anyag mennyisége (mol);
- D a desztillátum mennyisége (mol);
- x_D a desztillátum koncentrációja;
- x_W a maradék koncentrációja.

A komponensmérlegben lévő műveleteket elvégezve, és a differenciálok másodrendűen kicsiny szorzatát ($dWdx_W$) elhagyva kapjuk, hogy:

$$Wx_W = Wx_W - x_WdW - Wdx_W + x_DdW \quad (3)$$

ill. átalakítás után kapjuk:

$$\frac{dW}{W} = \frac{dx_W}{x_D - x_W} \quad (4)$$

Az egyenletet integrálva a szakaszos desztillációnál is előforduló képletet kapjuk:

$$\ln \frac{W_{kezdeti}}{W_{végső}} = \int_{x_{W_{végső}}}^{x_{W_{kezdeti}}} \frac{dx_W}{x_D - x_W} \quad (5)$$

Az integrálást grafikusán, vagy numerikusan végezzük. Az összetartozó $x_D - x_W$ párokat mérjük, vagy a 2. ábrán bemutatott lépcsőszerkesztéssel határozzuk meg. Szakaszos rektifikálásra igaz, hogy a desztillátum mennyisége a kezdeti és végső üsttartalomból számolható:

$$D = W_{kezdeti} - W_{végső} \quad (6)$$

Állandó refluxaránnal történő üzemeltetés esetén a desztillátum átlagos összetétele ($\bar{x}_D$) a komponensmérleg alapján számítható:

$$\bar{x}_D = \frac{W_{kezdeti}x_{W_{kezdeti}} - W_{végső}x_{W_{végső}}}{D} \quad (7)$$

A rektifikáláshoz szükséges összes elpárologtatandó páramennyiség (V) a refluxarányból meghatározható:

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

A gyakorlat során az integrálást, valamint a kiértékelést számítógépes program segítségével kell elvégezni. Az állandó desztillátum összetétellel történő rektifikálásról, valamint a szakaszos sztrippelésről a Vegyipari Műveletek 2. jegyzetben olvashatnak.

3. A készülék leírása

A készülék alkalmas állandó refluxaránnal, illetve állandó desztillátum összetétellel történő szakaszos rektifikálásra.

A készülék fő része egy üveg hőszigetelő köpennyel védett 10 darab buboréksapkás tányért tartalmazó üveg rektifikáló kolonna, melyhez 1 literes 3 nyakú üveglombik üstként, valamint refluxszabályozásra alkalmas desztilláló feltét csatlakozik.

Az üstben a folyadékhőmérsékletet, valamint a légkörihez képest megnövekedett nyomást, azaz a rektifikáló kolonna nyomásesését mérjük. Az U-csöves manométerbe töltött folyadék toluol.

Mivel lehetne még mérni az oszlop nyomásesését?

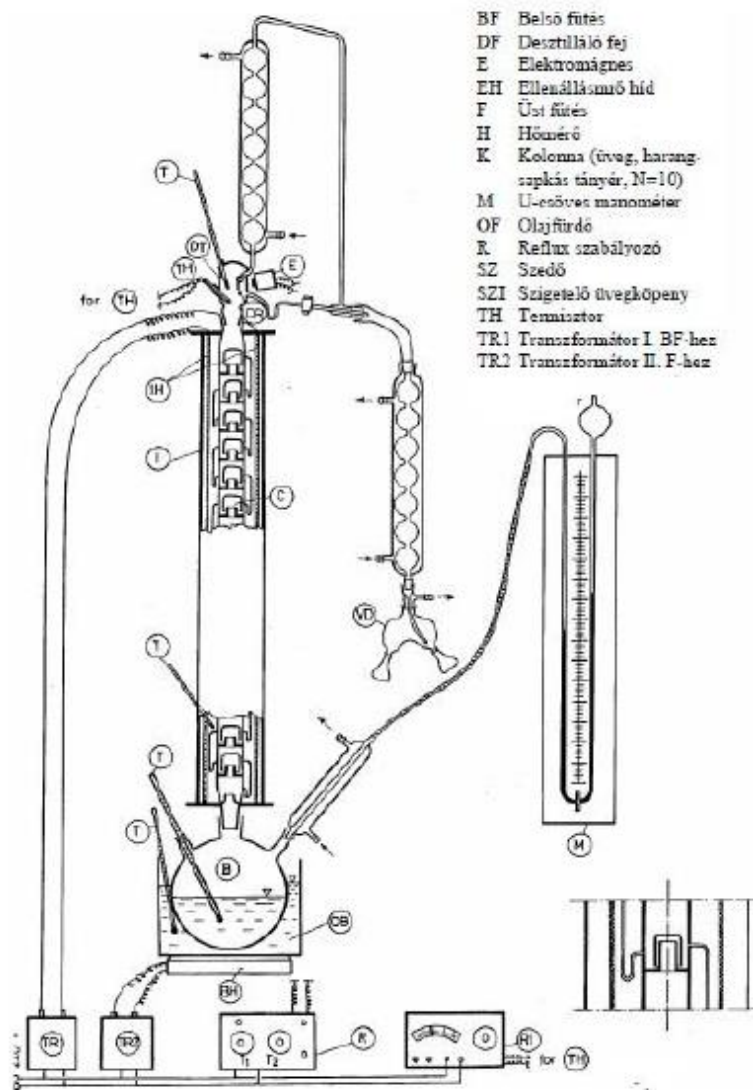
Az üst szilikonolaj fürdőbe merül, melyet transzformátorral változtatható feszültséggel elektromosan fűtünk. Az olajfürdő hőmérsékletét higanyos hőmérővel mérjük.

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

A desztillátum koncentrációjának meghatározása törésmutató méréssel történik, az erre szolgáló refraktométer állandó hőmérsékletét termosztát biztosítja.

Milyen egyéb módszerekkel lehetne meghatározni a desztillátum koncentrációját? Mi az előnye a törésmutató mérésnek az egyéb analitikai eljárásokkal szemben?

A készülék a 3. ábrán látható. A munka tűzveszélyes! A mérés elkezdése előtt gondolja végig, mit kell tennie tűz esetén, és győződjön meg a szükséges tűzvédelmi eszközök meglétéről.



26. ábra: Szakaszos rektifikáló készülék.

Miért van a szedő fölé hűtő szerelve?

4. A mérés menete

A kiértékeléshez szükség van:

- a heptán toluol elegy törésmutató-koncentráció diagramjára (4. ábra)
- a heptán-toluol elegy forrpont-harmatpont görbéjére (5. ábra)
- az elegy egyensúlyi diagramjára (6. ábra)
- mérési adatlapra (a leíratban mellékletként elérhető)

4.1 Mérésindítás

1. Az üstbe töltött n-heptán-toluol elegyből (heptán tartalom: 40 és 55 mol % között) a hőmérőcsonton keresztül mintát veszünk és meghatározzuk refraktométerrel a törésmutatóját. A koncentráció a 4. ábráról leolvasható.

2. Megnyitjuk a hűtővizet (óvatosan!).

3. Az olajfürdőt az üst alatt elkezdjük fűteni, miután szemrevételezéssel megállapítottuk, hogy elegendő a szintje és nem vizes. A villanyrezsó fűtőteljesítménye kezdetben legyen maximális, majd amikor elérte a fűtőolaj hőmérséklete a 90-100 °C-ot, a jelölésig tekerjük vissza a rezsó szabályozóját.

Miért fontos, hogy ne legyen víz az olajfürdőben?

4. Elzárjuk a desztillátum elvezető csövön lévő csapot.

5. Amikor az üstben lévő folyadék forr, és a tányérok elkezdenek működni, a transzformátort állítsuk 20 skr-re – ezzel bekapcsoljuk a hőveszteség megakadályozására szolgáló belső fűtést. Ügyeljünk arra, hogy a mérés közben se közelítse meg a köpenyben lévő hőmérséklet 5 °C-nál jobban a fejhőmérsékletet. Célszerű 90-95 °C köpenyhőmérséklet mellett dolgozni, így a hőveszteség miatt kialakuló vadreflux elhanyagolható.

Mi az a vadreflux?

4.2 Üzemeltetés teljes reflux alkalmazása mellett

Teljes reflux alkalmazásával meghatározhatjuk a berendezés elméleti tányérszámát a következő módon:

1. Miután a reflux elkezdett visszacsorogni az oszlopra, megvárjuk a stacioner állapot beállítását.

Honnan tudják, hogy beállt a stacioner állapot?

2. A stacioner állapot beállása után kapcsoljuk be a refluxszabályozót és állítsuk végtelen állásra. Figyeljünk arra, hogy a refluxszabályozó ingarészét állandó folyadékfilm fedje!

3. Kinyitjuk a desztillátum elvezető csapot. Pár csepp anyaggal a vezetékeket mossuk át, majd egy másik, tiszta, száraz edénybe vegyünk néhány csepp mintát. Határozzuk meg a minta törésmutatóját, majd koncentrációját. Ezt a műveletet gyorsan kell elvégezni, mert csak így jellemző a mért koncentráció a teljes refluxszal elérhető elválasztásra. Leolvassuk az üst hőmérsékletét, valamint az oszlop nyomásesését, és ebből határozzuk meg az üstben lévő folyadék koncentrációját a P=101325 Pa nyomáson felvett forráspont diagram alapján (5. ábra).

4.3 Mérés állandó refluxarány mellett

1. Beállítjuk a mérésvezető által megadott refluxarány értéket (legyen 0,5 és 2 között).

$$R = \frac{T_2 - T_1}{T_1} \quad (9)$$

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

Ez az egyenlet milyen esetben adja meg a reflux értékét helyesen?

2. Kinyitjuk a desztillátum-elvezető csövön lévő csapot és elindítjuk a stopperórát.

3. A mérési jegyzőkönyvben megadott időközönként (30-30 s ideig) a tiszta, száraz szedőedényekbe a desztillátumból mintát veszünk, és egy-két csepp folyadék felhasználásával megmérjük a törésmutatóját. Az egyes mintavételek 30 s időtartama alatt, a mintavétel kezdetétől számított 15. s-ben leolvassuk először az üst hőmérsékletét, majd a jegyzőkönyv kitöltéséhez szükséges többi adatot.

Lehetne-e más időközönként, más időtartamig mintát venni? Miért a mintavétel félidejében olvassuk le a hőmérsékletet?

4. Az utolsó mintavétel után leállítjuk a stopperórát és feljegyezzük a desztillálás időtartamát.

5. A mintákat és a közben levett desztillátumot letárazott, száraz üvegedényben összegyűjtjük és a mérés végén megmérjük az átlagos desztillátum koncentrációt, valamint a desztillátum mennyiségét.

6. Az üstkonzentráció meghatározása a 760 torr nyomáson (101325 Pa) felvett forráspont-diagram alapján történik, ezért a mért forráspontot 760 torr-ra át kell számítani, figyelembe véve a barométerállást és az oszlopon mért nyomáskeresőt. A számítás menete:

I. Először meghatározzuk a nyomáskeresőt az oszlopon

$$\Delta P = \frac{0,862 \text{ g/cm}^3}{13,6 \text{ g/cm}^3} \Delta H_m \quad (10)$$

ahol ΔP : a nyomáskereső az oszlopon; Hgmm; ΔH_m : a mért toluol szintkülönbség; mm.

Miért így lehet kiszámítani a nyomáskeresőt az oszlopon?

II. Kiszámítjuk a forráspont különbséget a nyomáskeresőből és az aktuális nyomásból.

$$\Delta T = [760 - (P_b + \Delta P)] \frac{dT}{dP} \quad ^\circ\text{C} \quad (11)$$

ahol P_b : a barométerállás; Hgmm; $\frac{dT}{dP} = 0,046 \frac{^\circ\text{C}}{\text{Hgmm}}$: a forráspont nyomás szerinti deriváltja, a toluol megfelelő adataival számolva.

III. Kiszámítjuk az atmoszférikus nyomáson vett forráspontját az elegynek.

$$T_{\text{üst}}^{\text{atm}} = T_{\text{üst}} + \Delta T \quad (12)$$

Nagyságrendileg mekkora eltérést vár a mért és az atmoszférikus nyomáson számított hőmérséklet között? Miért fontos korrigálni a mért hőmérsékletet?

5. A mérés befejezése

Kikapcsoljuk és áramtalanítjuk az elektromos fűtőegységeket. A forrás leállása után elzárjuk a hűtővizet. A desztillátum mintákat a desztillátumgyűjtő edénybe öntjük, melyet lezárunk. Megmérjük a desztillátum tömegét. A mintavevő edényeket kiszárítjuk.

6. A mérési adatok számítógépes értékelése

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

A számítógépes kiértékeléshez találnak segédletet a készülék mellett.

7. A jegyzőkönyv felépítése (otthoni jegyzőkönyv készítés esetén)

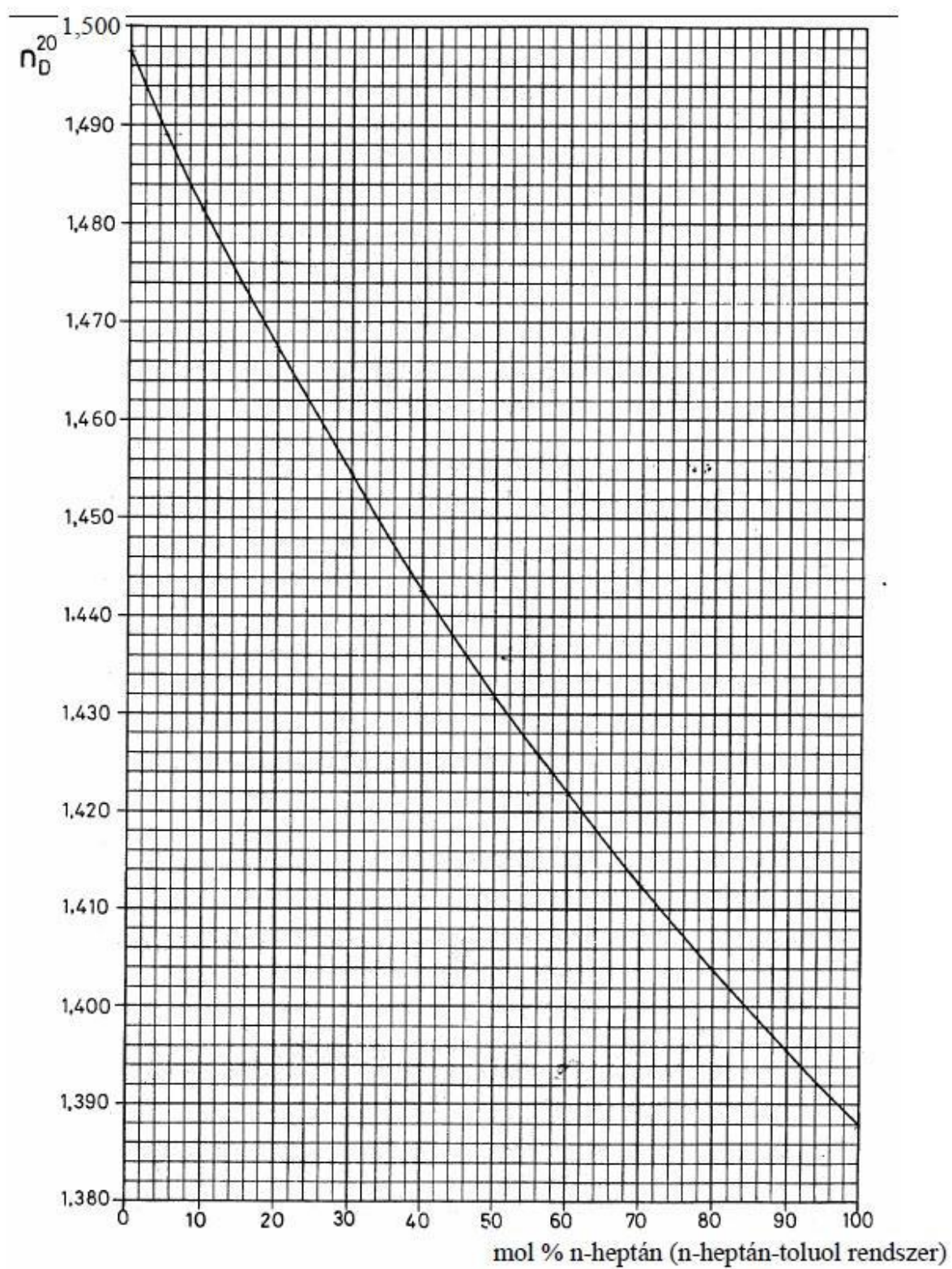
1. A mérés összefoglalása egy-két mondatban
2. A mérés menete saját szavakkal leírva
3. Desztillátum koncentráció meghatározásának bemutatása ábrán
4. Az üsthőmérséklet átszámításának menete egy példaszámításon keresztül
5. Az üstbéli koncentráció meghatározásának bemutatása ábrán
6. A számítógépes értékelés eredményei
7. Szöveges értékelés

Budapest, 2018. január

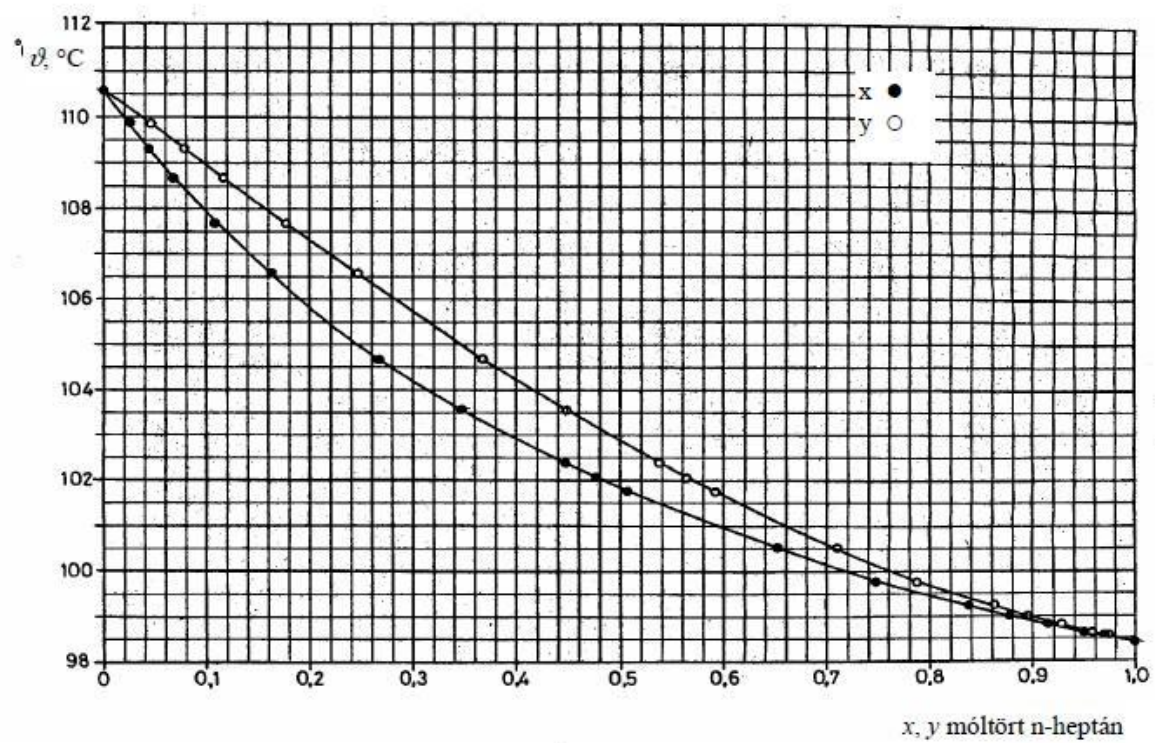
A leíratot a tanszéki munkaközösség korábbi munkáinak felhasználásával készítette: Stelén Gábor, Dr. Tóth András József

A leíratot ellenőrizte: Dr. Székely Edit.

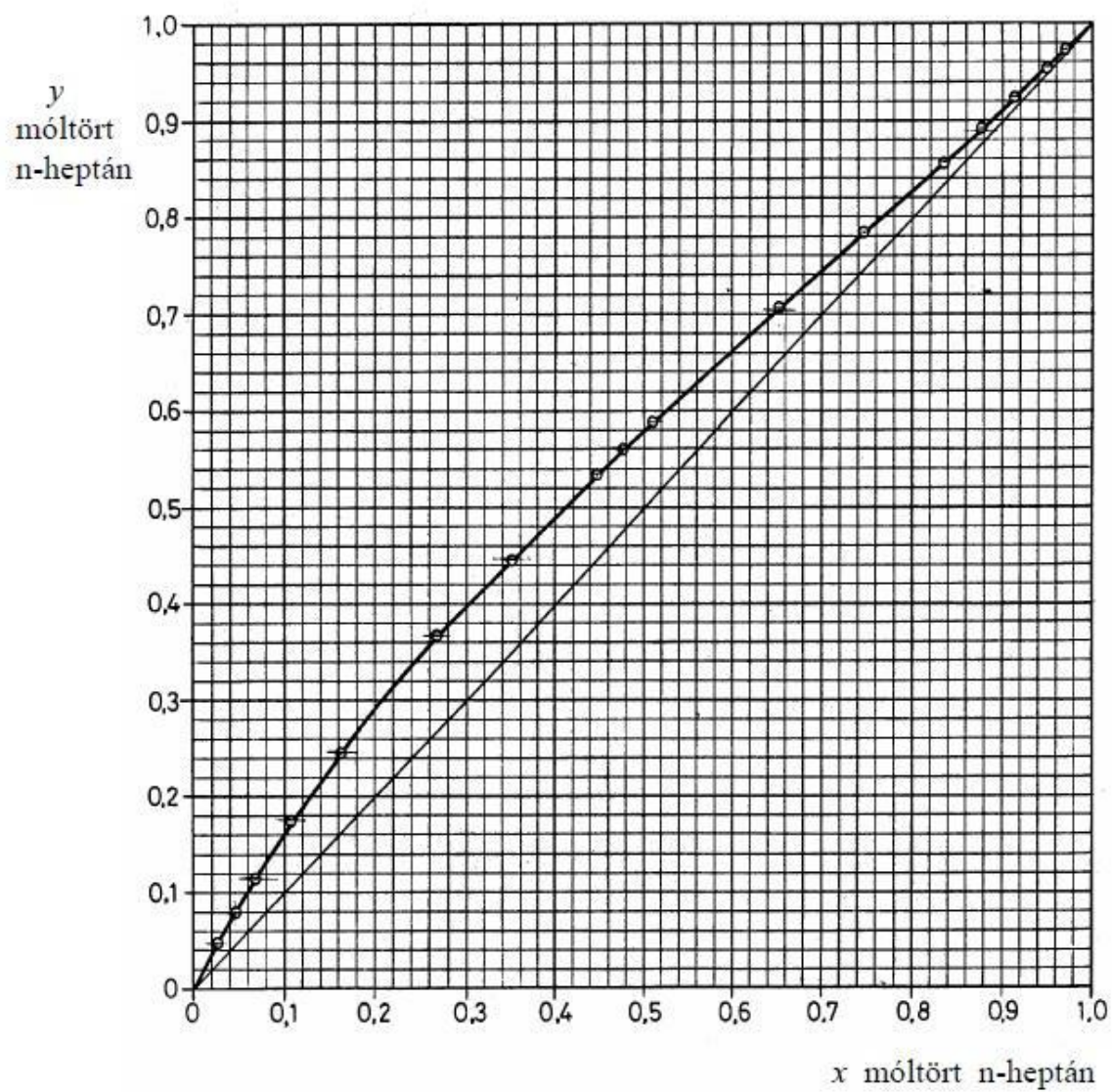
8. Mellékletek



4. ábra: a heptán-toluol elegy törésmutató-koncentráció diagramja.



5. ábra: a heptán-toluol elegy forrpont-harmatpont diagramja.



6. ábra: a heptán-toluol elegy egyensúlyi diagramja.

Mérést végezte: 1. 2. 3. 4.	Szakaszos rektifikálás üveg harangtányéros kolonnán Dátum:	Mérésvezető: Csoport:
---	--	------------------------------

Jelölések:

n: törésmutató x: koncentráció T: hőmérséklet N: tányérszám
F: kiindulási elegy W: üst, fenéktermék D: desztillátum, fejtermék P: nyomás

Barométerállás: torr Pa

1. Kiindulási elegy vizsgálata

n_F (20°C):

x_F : mol% 4. ábra

2. Teljes reflux

Oszlop fűtés: sk.

$T_{\text{fürdő}}$: °C

T_{oszlop} : °C

ΔH_m : mm

T_W : °C

T_W (760 torr): °C 4.3 rész, 6. pont

x_W : mol% 5. ábra

T_D : °C

n_D (20°C):

x_D : mol% 4. ábra

3. Állandó refluxarány

Refluxarány: $T_2 =$ s $T_1 =$ s $R =$

Idő [perc]	T_W [°C]	T_W (760) [°C]	x_W [mol%]	$T_{\text{fürdő}}$ [°C]	T_{oszlop} [°C]	ΔH_m [mm]	T_D [°C]	n_D (20°C) [-]	x_D [mol%]
4 ³⁰ -5									
9 ³⁰ -10									
19 ³⁰ -20									
29 ³⁰ -30									
39 ³⁰ -40									
49 ³⁰ -50									
59 ³⁰ -60									

Mérés időtartama: perc

Desztillátum mennyiség: g

Desztillátum átlagos összetétele: n_D (20°C): x_D : mol%

4. Elméleti tányérszám

N_{elm} : grafikus szerkesztő programmal

Átlagos tányérhatások: $\eta = \frac{N_{\text{elm}}}{N_{\text{valódi}}} =$

RÉZ-SZULFÁT SZŰRÉSE FORDÍTOTT OZMÓZIS MEMBRÁNNAL

A réz-szulfát szűrése RO membránnal mérés egy komplex elválasztás-technikai laboratóriumi mérés. Célja, hogy a hallgató a mérés elvégzése után **az alábbi tanulási eredményeket elérje:**

Minimum szint:

A hallgató

- képes egy laboratóriumi méretű membránkészüléken eligazodni, a sematikus rajz alapján a főbb egységeket és a mérőműszereket azonosítani,
- meg tudja állapítani, hogy az egyes csővezetékben milyen anyagi minőségű és nyomású fluidum áramlik,
- a berendezésre képes helyes anyag- és komponens-mérlegegyenletet felírni, és a mérési adatok alapján a mérlegegyenletek hibáját meghatározni,
- rálátással rendelkezik a membrán permeabilitását befolyásoló fontosabb paraméterekre,
- ismeri a titrimetria elvét, képes a koncentráció meghatározására titrálás segítségével,
- a mérés során a mérési adatokat jól dokumentáltan jegyzi fel és átlátható formában összesíti,
- mérési adatait más szakember számára érthető formában, a megfelelő egyenletek kiválasztásával, és a mértékegységek helyes használatával értékeli ki, és átlátható kivitelű jegyzőkönyvet készít.
- a számítási eredményeit összeveti a tapasztalati értékekkel és jelentős eltérés esetén keresi a hiba okát.

Optimális szint (a minimum szint felett):

A hallgató:

- képes a cél (számítási feladat) ismeretében a szükséges mérési feladatok meghatározására,
- az egyes módszerek mérési bizonytalanságának ismeretében és a számításokhoz szükséges pontosság figyelembevételével választ mérési/mintavételezési módszert és gyakoriságot,
- átlátja egy anyagátadási művelet során az egyes mérhető értékeket befolyásoló folyamatokat és azok kapcsolatait,
- az eredményeket összefüggéseiben, a gyakorlati tapasztalatai figyelembevételével értékeli.

A **mérés során az alábbi alapismeretekre építünk**, ezek szükségesek a mérési feladat elvégzéséhez, a mérés céljának és a számításoknak a megértéséhez és ezért számon is kérhetők:

- anyagmérleg felírása szakaszos üzemelésű berendezésre vagy annak bármely részegységére,
- komponens-mérleg felírása szakaszos berendezésre vagy annak bármely részegységére,
- anyagvesztésértelmezése és meghatározása,
- fluxus, visszatartás, koncentráció számítása,
- reverz ozmózis jelensége, RO berendezés működési elvének ismerete,
- réz-koncentráció meghatározása jodometriás titrálással,

A mérés elvégzéséhez szükséges elméleti alapismeretek a VEGYIPARI MŰVELETEK II. Anyagátadó műveletek és kémiai reaktorok c. egyetemi tananyag 1.9. fejezetében találhatók.

1. Elméleti összefoglalás

1.1 Bevezetés

A membrán-műveletek közös jellemzője, hogy valamely hajtóerő eredményeként szelektív transzport megy végbe egy membránon keresztül. A művelet lényegét jelentő membrán (latin eredetű szó, jelentése hártya, héj), olyan válaszfal, amely szelektív áteresztő képességénél fogva az anyagok szétválasztását többnyire kémiai átalakulás nélkül teszi lehetővé.

Az Európai Membrántudományi és Technológiai Társaság (ESMST) terminológiája szerint: *a membrán közbenső fázisként szolgál két fázis elválasztásakor és/vagy aktív vagy passzív válaszfalként résztvevője a vele érintkezésben lévő fázisok közötti anyagátvitelnek.*

A membránoknak azt a tulajdonságát, hogy a különböző anyagokat különböző mértékben engedik át, **permszelektivitásnak** nevezzük. A permszelektív kifejezés magában foglalja a membrán-szeparáció szempontjából fontos legjellemzőbb tulajdonságokat a **permeabilitást** (az áteresztőképességet) és a **szelektivitást**.

A membrán-szeparációs műveletek általános elve a következő:

A szétválasztandó elegyet a membrán egyik, úgynevezett betáplálási oldalára vezetjük, és kémiai potenciálkülönbséget hozunk létre a membránon keresztül. A kémiai potenciálkülönbség, mint hajtóerő hatására az elegy komponensei keresztülhaladnak a membránon és annak átellenes, úgynevezett **permeátum** oldalára kerülnek. Ha az elegy komponenseinek permeabilitása az adott membránra különböző, a permeátum összetétele eltérő a betáplálási összetételtől. Az általános hajtóerő a komponensek kémiai potenciálkülönbsége a membránon keresztül, de attól függően, hogy melyik változó játsza a meghatározó szerepet a kémiai potenciálkülönbség létrehozásában, beszélhetünk nyomás-, koncentráció-, elektrokémiai potenciál- és hőmérsékletkülönbség által létrehozott membrán-szeparációs műveletről. A legfontosabb membrán-szeparációs műveleteket és fontosabb alkalmazásait az 1. táblázatban foglaltuk össze.

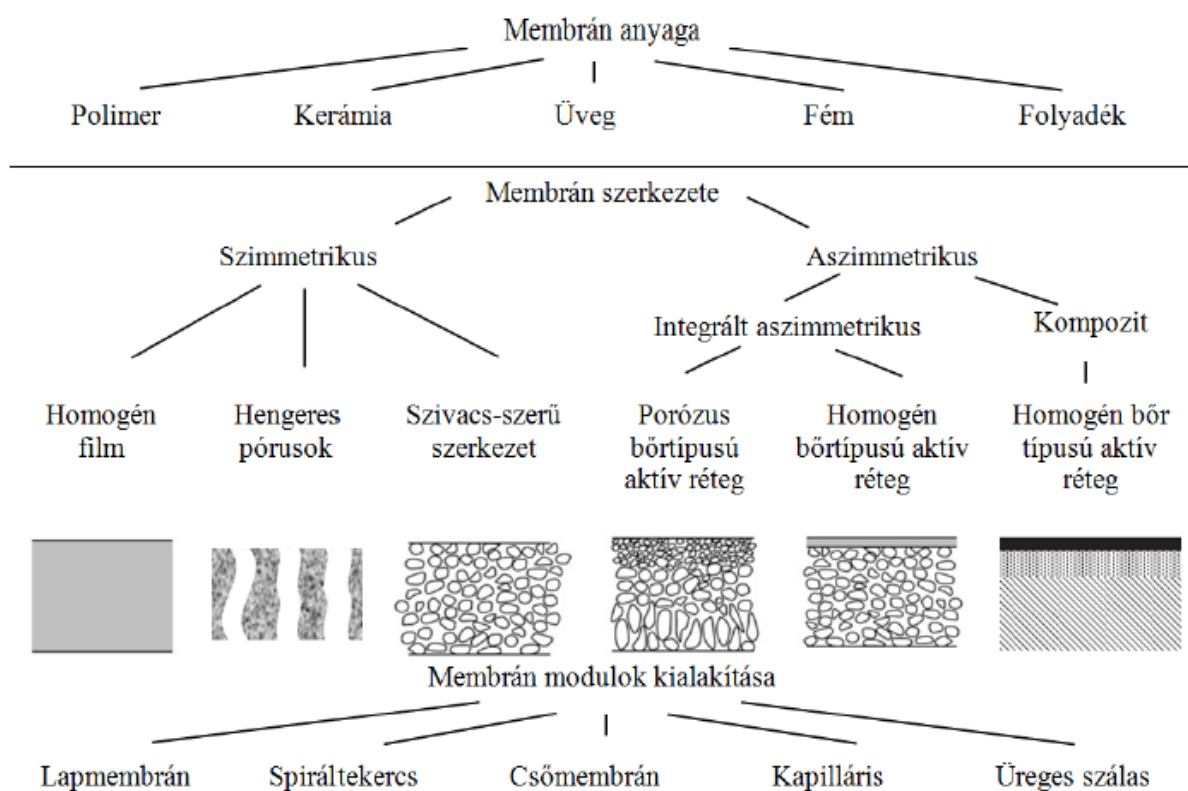
1.2 Membránok csoportosítása

A membrán tulajdonságaitól függően különböző típusú membránokat különböztetünk meg (2. táblázat, 1. ábra).

Halmazállapot	szilárd	folyadék
Felület	porózus	tömör
Szerkezet	szimmetrikus	aszimmetrikus
Elektrokémiai tulajdonság	töltéssel rendelkező, ionos	semleges
Felépítés, összetétel	homogén	heterogén, többrétegű

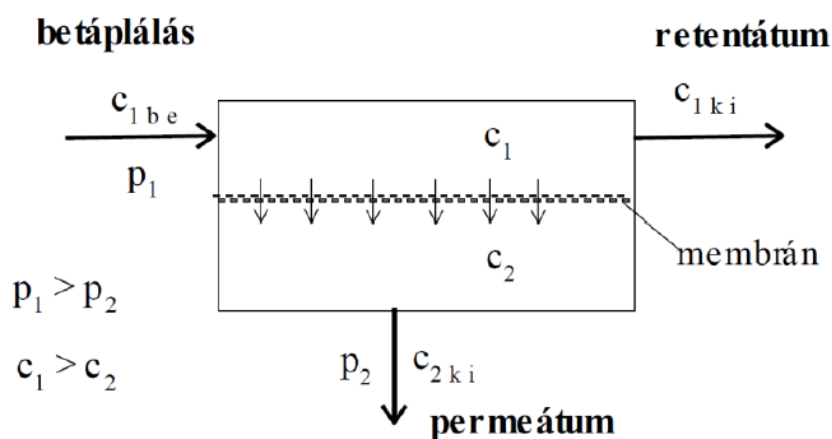
1. táblázat: Membránműveletek és jellemzőik.

Művelet	Membrán típus	Hajtóerő	Mechanizmus	Alkalmazási terület (példák)
Mikroszűrés [MF]	Szimmetrikus mikropórusos, 0,1...10 µm	Hidrosztatikus nyomáskülönbség, 10...500 kPa	Szűrési mechanizmus	Steril szűrés
Ultraszűrés [UF]	Aszimmetrikus mikropórusos, 5...500 nm	Hidrosztatikus nyomáskülönbség, 0,1...1 MPa	Szűrési mechanizmus	Makromolekulák elválasztása
Nanoszűrés [NF]	Aszimmetrikus bőrtípusú, 1...10nm	Hidrosztatikus nyomáskülönbség, 0,6...4MPa	Szűrési mechanizmus	Sűrítés, betöményítés
Fordított ozmózis [RO]	Aszimmetrikus bőrtípusú	Hidrosztatikus nyomáskülönbség, 2...10MPa	Oldódás és diffúzió	Sók, mikrorészecskék elválasztása oldatban
Dialízis	Szimmetrikus mikropórusos, 0,01...1 µm	Koncentráció-gradiens	Diffúzió konvekciómentes közegben	Sók, és kisméretű molekulák elválasztása makromolekuláktól
Elektrodialízis	Kation- és anioncserélő membrán	Elektromos potenciálgradiens	Töltéssel rendelkező részecskék (ionok) vándorlása	Ionos oldatok sómentesítése
Gázpermeáció [GP]	Aszimmetrikus homogén polimer membrán	Hidrosztatikus nyomás és koncentráció-gradiens	Oldódás és diffúzió	Gázelegyek elválasztása
Pervaporáció [PV]	Aszimmetrikus homogén polimer membrán	Gőznyomás-gradiens (nyomás és hőmérséklet)	Oldódás és diffúzió	Azeotróp elegyek elválasztása
Membrán desztilláció	Szimmetrikus hidrofób pórusos membrán	Gőznyomás-gradiens	Gőznyomás-különbség	Vizes oldatok sómentesítése
Folyadék membránokon alapuló eljárások	Folyadékmembrán	Koncentráció-gradiens	Oldódás és diffúzió a folyadékfilmben	Fémionok szelektív eltávolítása, gázszeperáció



1. ábra: Membránok csoportosítása [1].

A membrán-szeparációs műveletek során a hagyományos szűrési (dead-end) eljárással ellentétben a betáplált fluidumot (folyadékot vagy gázt) a membrán felülettel párhuzamosan áramoltatják, miközben az elegy komponenseinek egy része a hajtóerő hatására keresztülhalad a membránon és a *permeátum* oldalon távozik (cross-flow). A membrán által visszatartott komponensek a betáplálási oldalt elhagyó anyagáramban (*retentátum*) feldúsulnak.

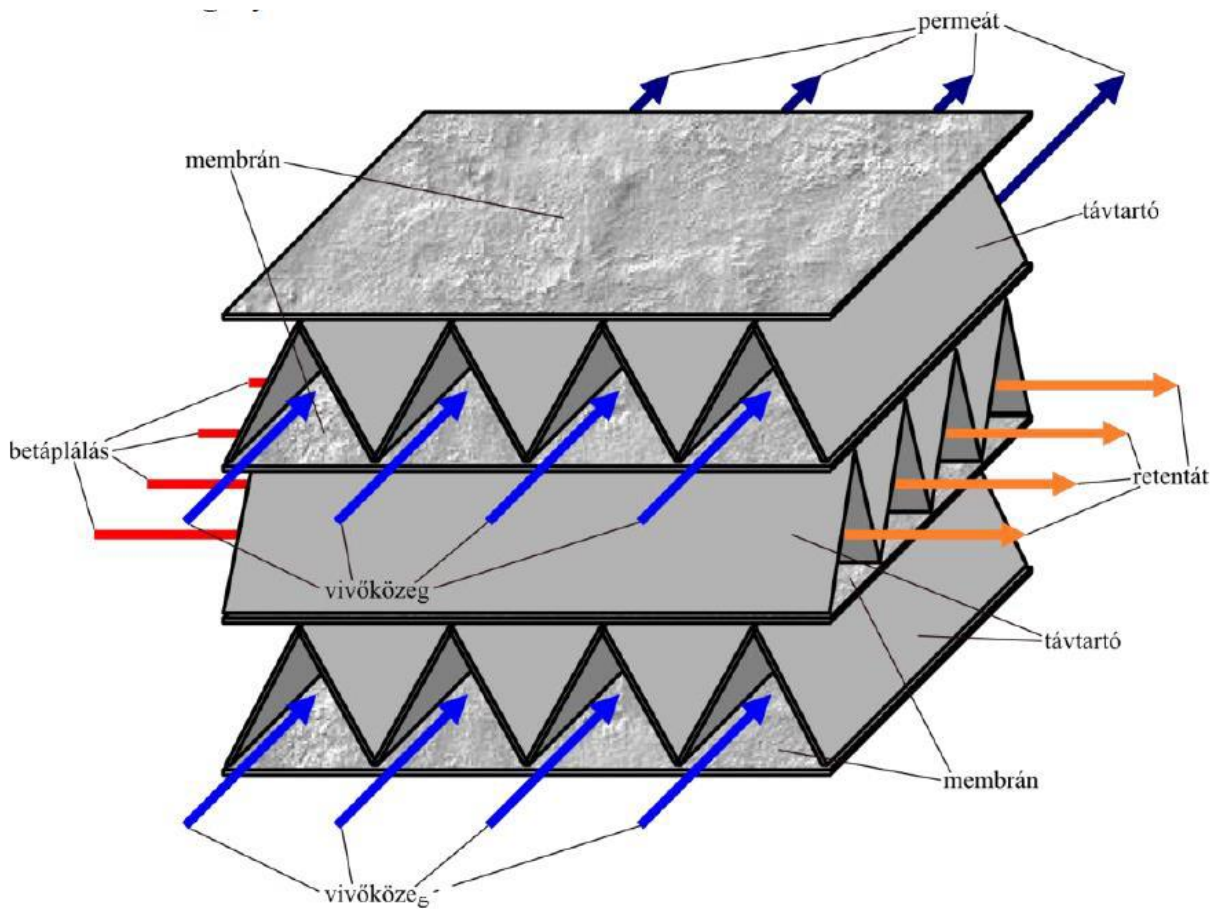


2. ábra: Cross-flow típusú membrán-szeparáció.

1.3 Membránmodulok

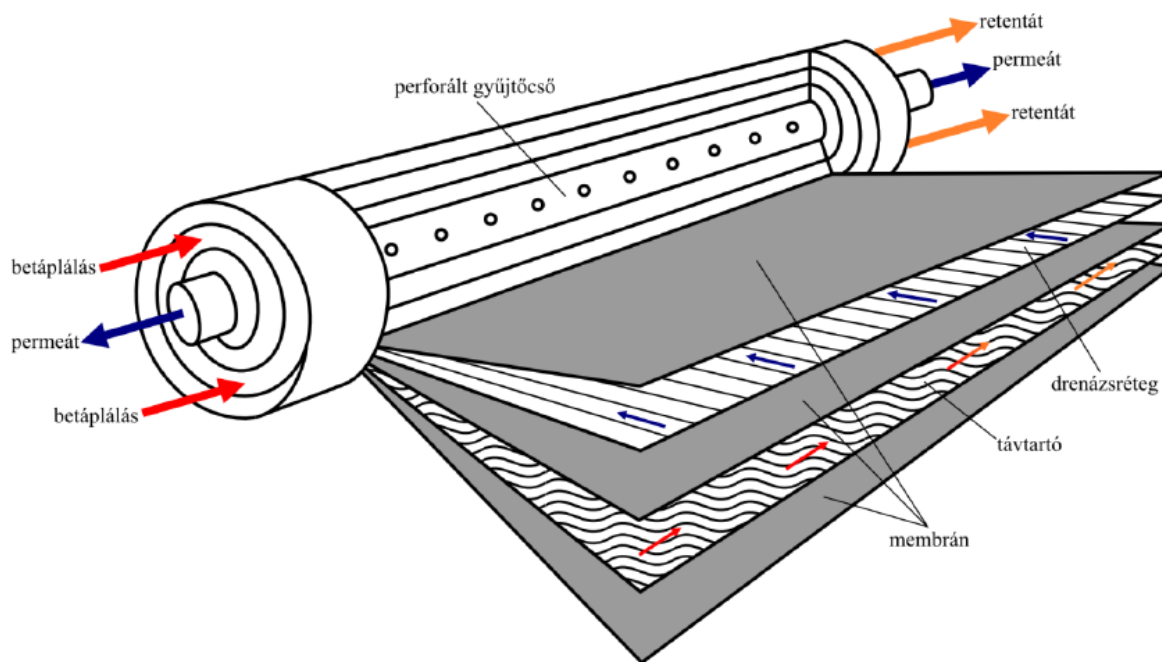
A membránszűrő egységeknek (moduloknak) több típusa ismeretes: a síkmembránt tartalmazó lapmembrán és spiráltekercs modul, valamint a cső alakú membránokból álló cső-, kapilláris- és üreges szál modul.

A lapmembrán-modul (*plate-and-frame system*) felépítése a szűrőpréshez, ill. a lemezes hőcserélőhöz hasonlít (3. ábra). A síkmembrán lapokat porózus hordozók (support plate) és távolság tartók (spacer) választják el egymástól. A betáplált oldat és a permeátum 0,5-1 mm nagyságú csatornában áramlik, a koncentrátum oldali csatornában az áramlási sebesség elérheti a 2 m/s értéket is. A síkmembrán modulok hátránya, hogy viszonylag drágák, üzemeltetésük jelentős szivattyúzási energiát igényel, kicsi a térfogategységre eső membránfelület nagysága, szerelésük nehézkes és időigényes.



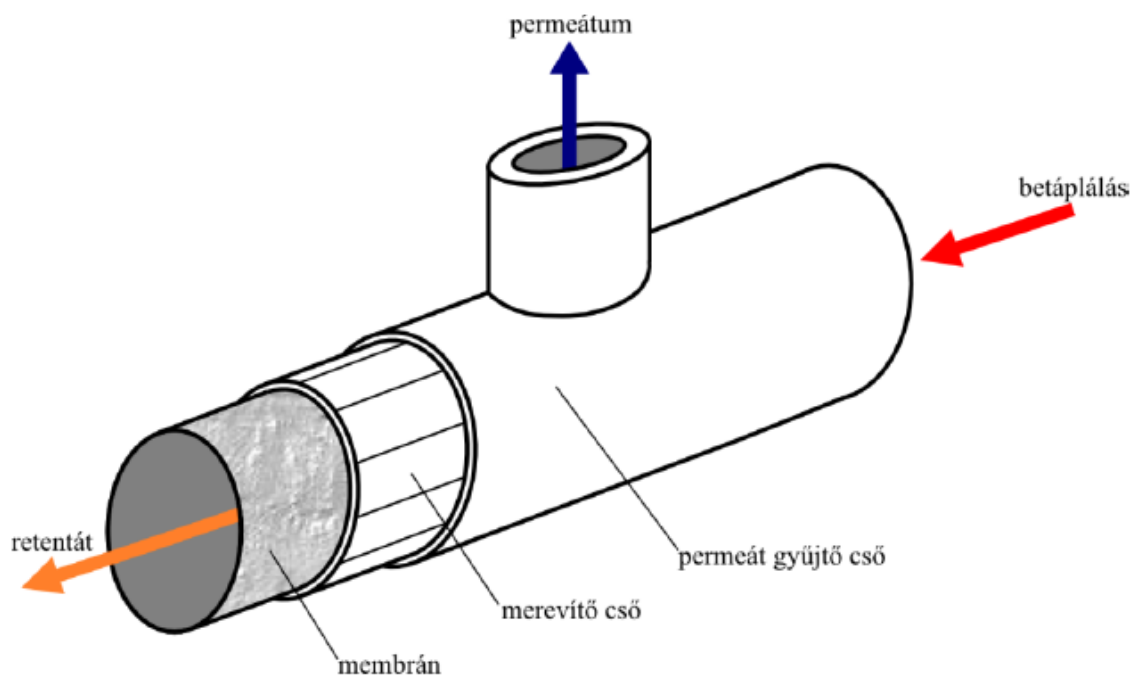
3. ábra: Lapmembrán (plate and frame) modul [2].

A spiráltekercses (*spiral wound*) modul felépítését a 4. ábra szemlélteti. E modultípusnál a szendvicsszerűen összerakott lapokat (membrán, távtartó, szűrlet gyűjtőréteg) egy perforált cső köré tekercselik. A spiráltekercs modult kompozit membránból készítik.



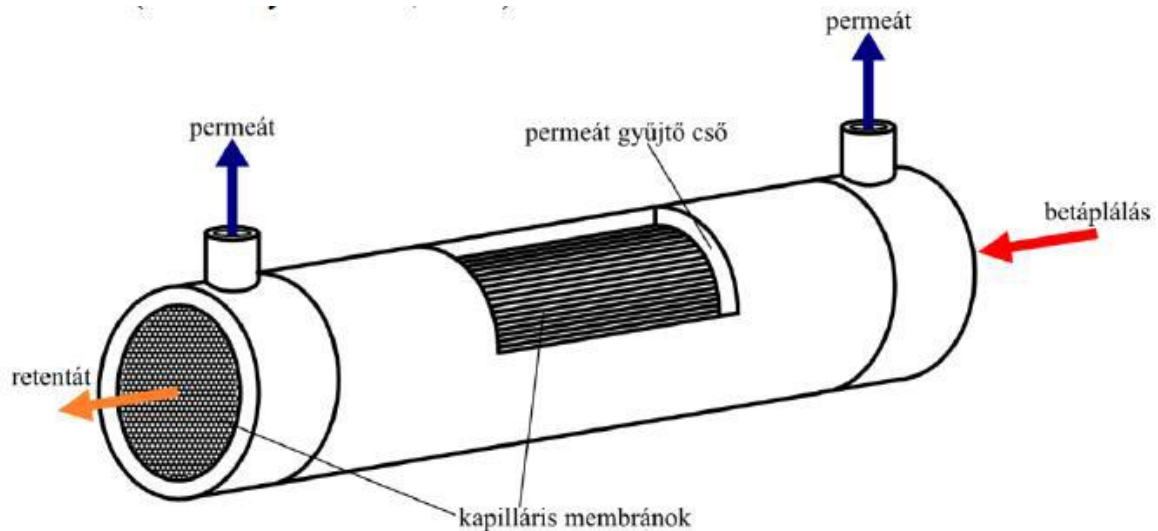
4. ábra: Spiráltekercs modul [2].

Csőmembrán modult (*tubular system*) mutat be az 5. ábra. A csőmembránok belső átmérője 10-25 mm. Az áramlás a csőben turbulens, az áramlási sebesség 2-6 m/s. A viszonylag kis térfogategységre eső membránfelület (20-500 m²/m³) miatt csak szuszpenziók koncentrációja esetén gazdaságos a használatuk. A csőmembránok egyaránt használhatók fordított ozmózisra, ultra- és mikroszűrésre.



5. ábra: Csőmembrán modul [2].

A kapilláris modul felépítése a csőköteges hőcserélőhöz hasonlít. A kapilláris membrán belső átmérője 0.5-4 mm. A kapilláris membránoknál nincs tartó vagy hordozó réteg, mint a sík- és csőmembránoknál, hanem maga a csőfal biztosítja a szükséges mechanikai szilárdságot. A falvastagság 120-180 µm. Az ilyen típusú membránoknál az üzemeltetési nyomás kisebb, mint pl. az azonos célra használt spiráltekerces modulnál, mivel mechanikai stabilitása kisebb (nincs hordozó réteg). Az alacsonyabb üzemeltetési nyomás sok esetben gazdaságosabb is, kisebb a szivattyúzási munka.



6. ábra: Kapilláris modul [2].

Műveleti szempontból a membránoknak két fontos jellemzője van:

- a tiszta víz áteresztő képesség (*pure water permeability*) és
- az elválasztó képesség (*R*).

A pórusos membrán tiszta vízáteresztő képessége a pórusok méretétől és felületegységre eső számától függ. A működő réteg pórusainak átlagos mérete a membrán elválasztóképességét, méretének szórása az elválasztás élességét szabja meg (elválasztási görbe, vágási érték).

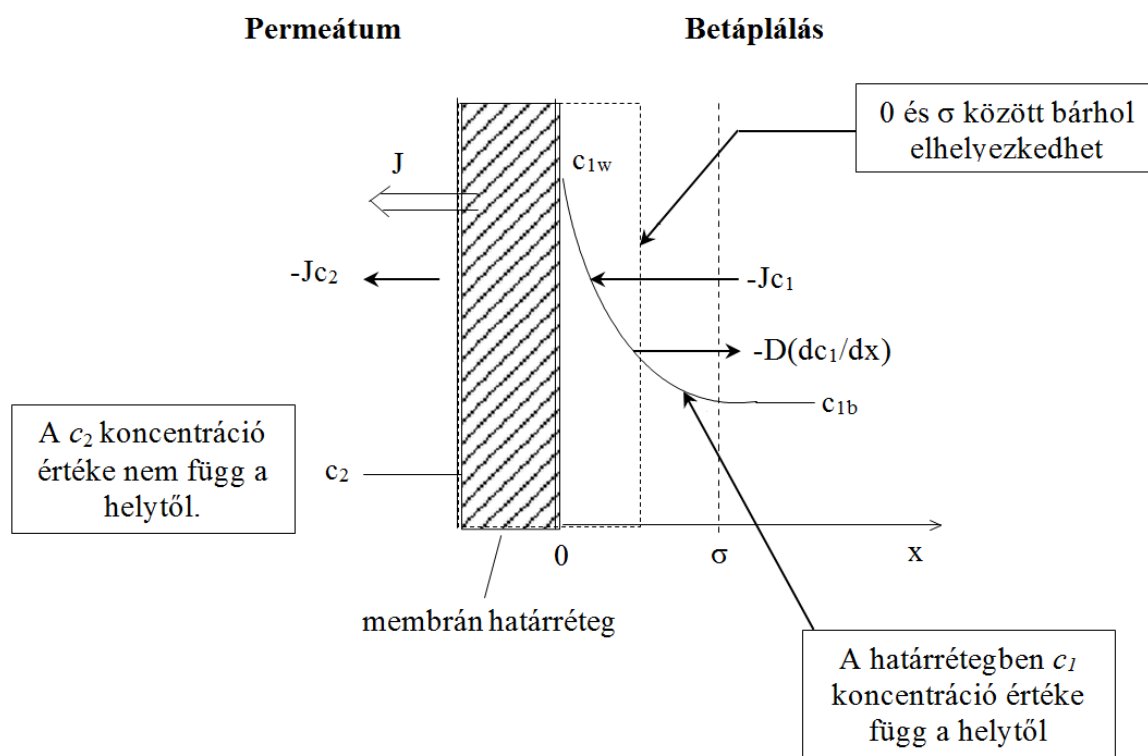
A membránszűrésre alkalmas membránok elválasztóképességét a betáplált elegy egy adott komponensére az *R* visszatartási tényező jellemzi (*membrane rejection coefficient*):

$$R = 1 - \frac{c_2}{c_1} \quad (1)$$

ahol	c_1	koncentráció a membrán betáplálási oldalán
	c_2	koncentráció a membrán permeát oldalán

1.4 Koncentráció polarizáció

Jelölje J az egységnyi felületű membránon áthaladó oldószer térfogatáramát. A membrán felé haladó térfogatáram magával ragadja a kiszűrendő komponens(ek) molekuláit. Ennek megfelelően a 7. ábrán a szaggatott vonallal keretezett részbe jobbról belépő komponensáram: Jc_1 . Ezek egy része átjuthat a membránon keresztül a permeátumba (a szaggatott vonallal keretezett rész bal oldalán kilépő komponensáram: Jc_2).



7. ábra: Koncentráció polarizáció.

Jelentse J_c azt a komponensáramot, ami a membrán felé halad, de nem jut át a membránon. A korábbi jelöléseket alkalmazva:

$$J_c = J(c_1 - c_2) \quad (2)$$

Mivel a membrán felé haladó komponensáram nagy részét a membrán visszatartja, a membrán közelében (a falnál) megnő az oldat koncentrációja (c_{1w}). Az oldat belsejében mérhető koncentráció értéke: c_{1b} . A határrétegben kialakuló koncentráció-gradiens (a szaggatott vonallal keretezett rész jobb oldalánál) egy ellentétes irányú diffúciónak lesz a hajtóereje. Természetesen stacionárius állapotban a két áramlás kiegyenlíti egymást:

$$J_c = -D \frac{dc_1}{dx} \quad (3)$$

A (2) és (3) egyenletek összevonásával kapott differenciálegyenletet szeparálva, majd a membrán falától ($x=0$) az oldat belsejéig ($x=\sigma$) integrálva a (4) általános megoldást kapjuk:

$$J = \frac{D}{\sigma} \ln \frac{c_{1w} - c_2}{c_{1b} - c_2} \quad (4)$$

σ azt a távolságot jelöli (határréteg vastagság), amely után a membránnál mért koncentráció érték eléri az oldatra jellemző c_{1b} koncentrációt (7. ábra). Az itt leírt jelenséget koncentráció polarizációnak nevezik.

Turbulens áramlásnál σ -t definiálhatjuk, mint az anyagátadási határréteg vastagságát és D/σ értéke az anyagátadási koefficiens: k . A koncentráció polarizáció mértékét tehát az alkalmazott membrán tulajdonságaitól is függő J áramsűrűség és az anyagátadási tényező értéke együttesen határozza meg. Ha az (1) összefüggés felhasználásával kifejezzük c_2 értékét (5) és behelyettesítjük (4)-be, megadhatjuk a betáplálás oldali koncentrációváltozást:

$$c_2 = c_{1w}(1 - R) \quad (5)$$

$$\frac{c_{1w}}{c_{1b}} = \frac{\exp(J/k)}{R + (1-R)\exp(J/k)} \quad (6)$$

A membrán tulajdonságai mellett az oldat fizikai jellemzői és az áramlási viszonyok is döntő jelentőségűek, mivel az anyagátadási koefficiens és az előbb említett paraméterek összefüggésére turbulens áramlás esetén érvényes a (7) összefüggés:

$$Sh = \frac{k \cdot d}{D} = const \cdot Sc^a Re^b \quad (7)$$

ahol d áramlás jellemző mérete,
 Sc Schmidt szám pedig a kinematikai viszkozitás és a diffúziós együttható hányadosa.

A jó elválasztás érdekében megfelelő anyagátadási koefficiens (k) értéket kell biztosítani (áramlási sebesség, modul kialakítás) azért, hogy a koncentráció polarizációt minél alacsonyabb értéken tartsuk, mivel adott visszatartási tényező ($R < 1$) esetén a permeátum koncentrációja egyenesen arányos a membrán falánál kialakuló betáplálás oldali koncentrációval (c_{1w}).

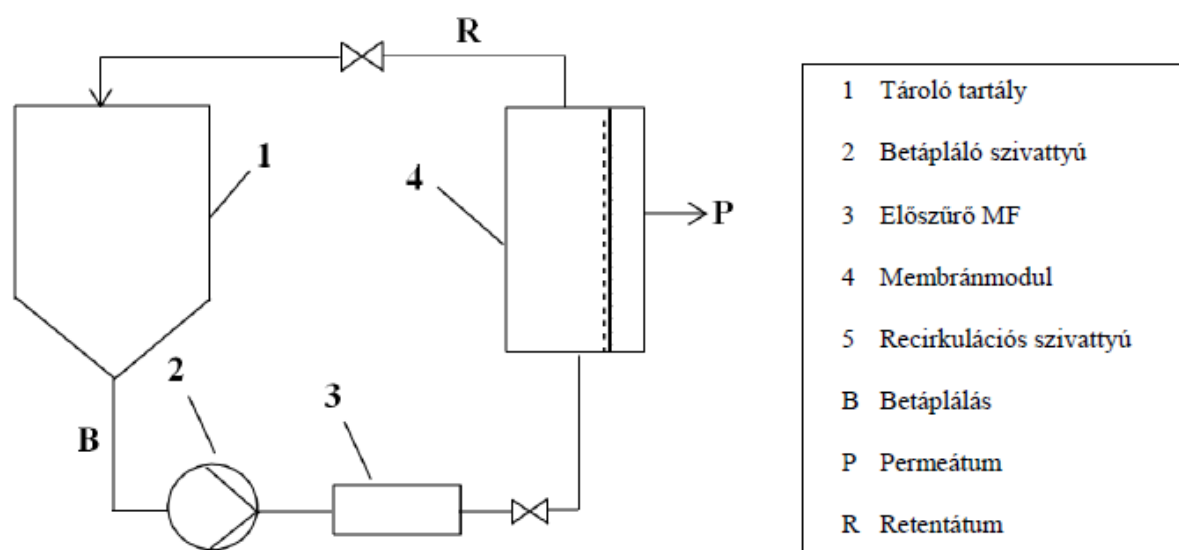
Jelentős mértékű a koncentráció polarizáció mikro- és ultraszűrésnél, ahol az anyagátadási koefficiens értékéhez képest nagy J értéke (pórusos membránok). A fordított ozmózisnál alkalmazott tömör membránok áteresztőképessége (J) kisebb, ugyanakkor az anyagátadási koefficiens értéke nagyobb (a szervesetlen sók transzportjának sebessége nagyobb, mint az ultraszűrésben elválasztott makromolekuláké), ezért a koncentráció polarizáció valamivel kevesebb gondot okoz.

1.5 A membránfelület elszennyeződése

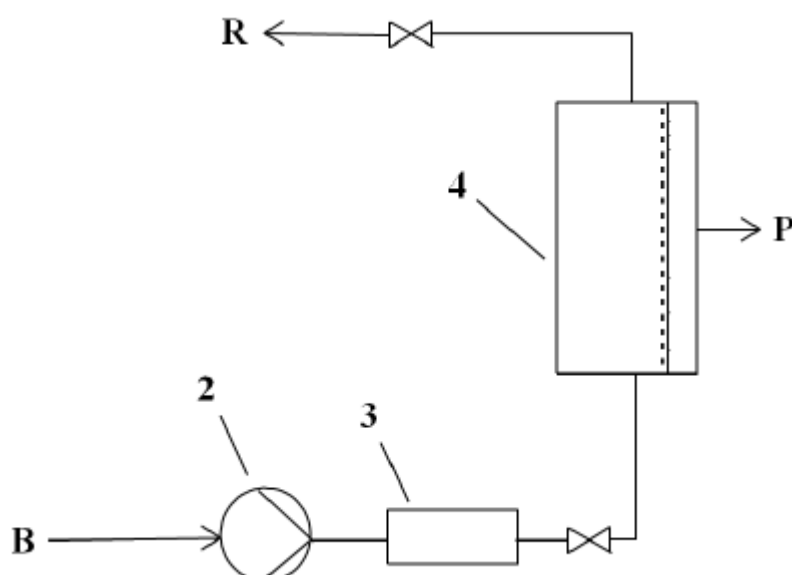
A membránszűrés műveleténél a membránfelület szennyeződése (fouling) következtében üzemeltetés során állandóan csökken az áteresztőképesség. Ezért meghatározott időközönként a szűrési műveletet tisztítási (mosási) ciklusnak kell követnie, amikor megfelelő kezeléssel (víz, tisztítószer, híg HNO_3 , 1%-os $NaOCl$ oldat, stb.) az ellenállás-növekedést okozó lerakódásokat eltávolítjuk. A membránmodul élettartama nagymértékben függ az alkalmazott tisztítási technológiától. Helyesen kidolgozott és alkalmazott tisztítási eljárás esetén a jelenlegi modulok élettartama általában 2-3 év.

1.6 Üzemeltetési módok

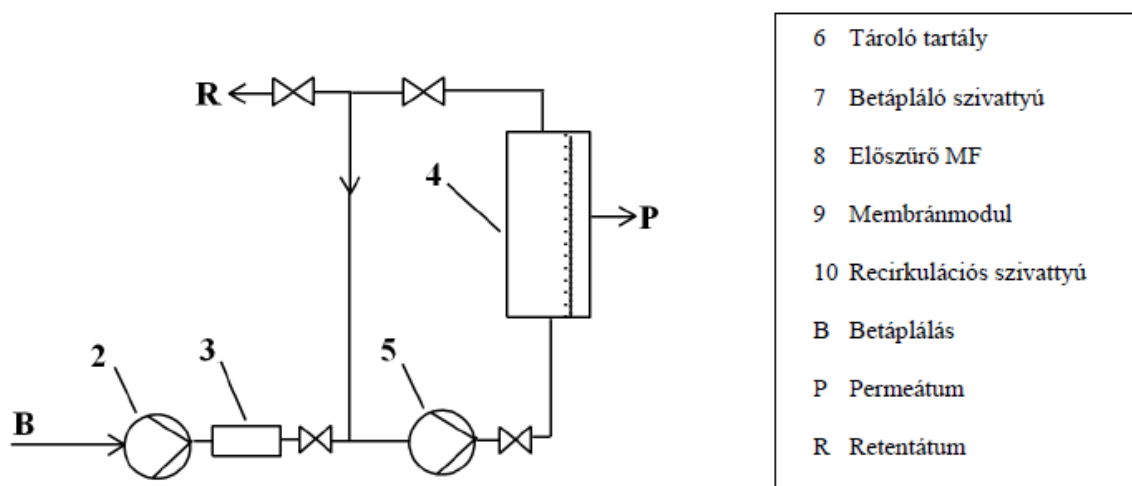
A membránszűrést szakaszosan vagy folyamatosan végezhetjük. A kisebb anyagmennyiségeket szakaszosan dolgozzuk fel (*batch operation*). A koncentrátumot addig cirkuláltatjuk, amíg a kívánt töménységet el nem érjük (8. ábra.). Ezen üzemmód hátránya, mint minden szakaszos műveleté, hogy az indítás, leállítás időigénye miatt, alacsony az időegységre eső termelékenység és a termék minősége sarzsonként változhat. A folyamatos üzemeltetés legegyszerűbb, recirkuláció nélküli formáját (egyszeri áthaladás) a gyakorlatban ritkán, csak híg oldatok feldolgozásánál használják (9. ábra.). A koncentrációs polarizáció csökkentésére a koncentrátumot recirkuláltatják (*feed-and-bleed system*) (10. ábra.). Alkalmaznak két- és többlépcsős feed-and-bleed rendszert is. Ennek előnye, hogy csak az utolsó lépcsőben nagy az oldott anyag koncentrációja (11. ábra).



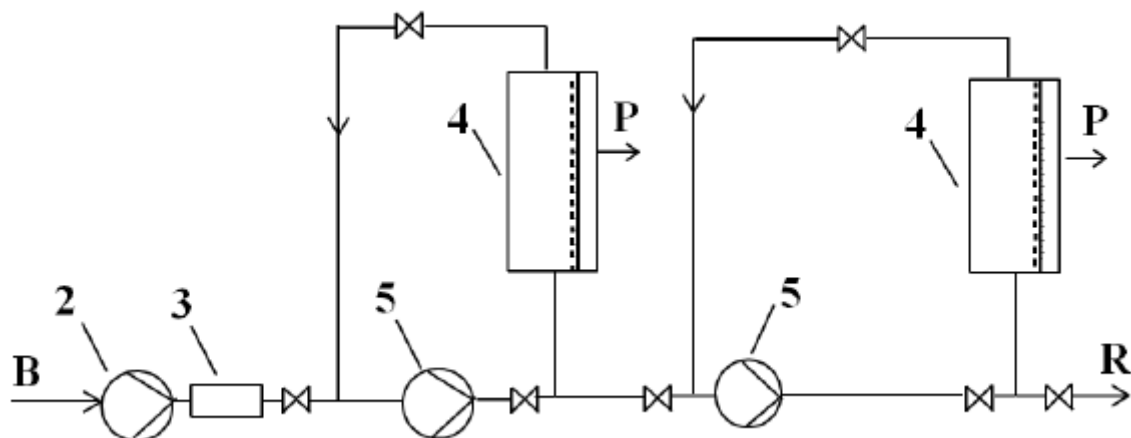
8. ábra: Szakaszos membránszűrés.



9. ábra: Folyamatos membránszűrés recirkuláció nélkül.



10. ábra: Folyamatos membránszűrés recirkulációval.

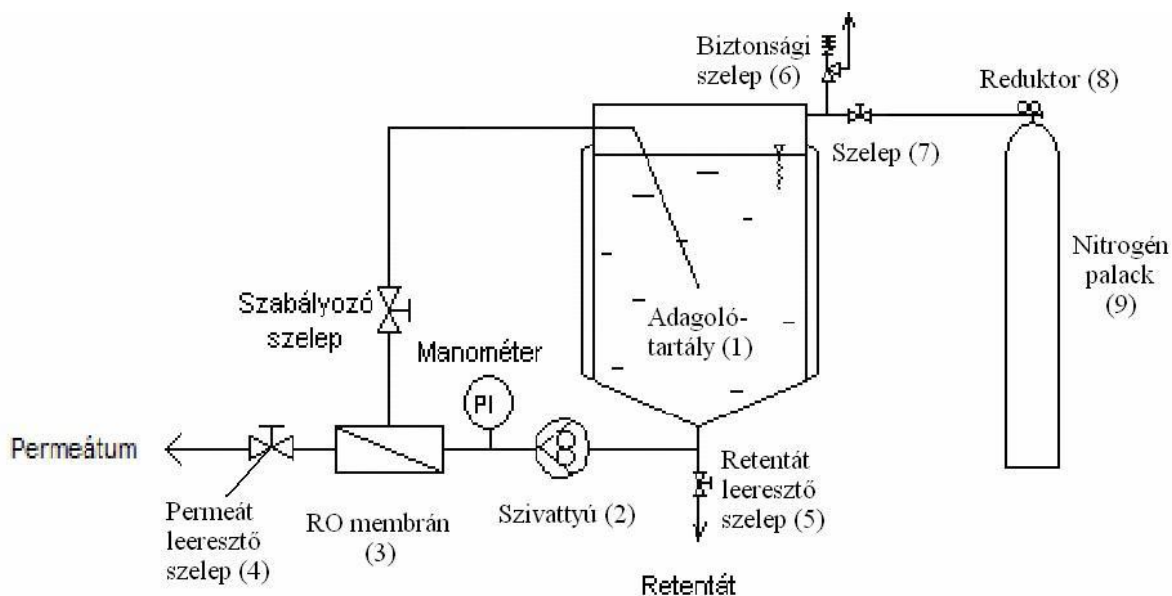


11. ábra: Kétlépcsős feed-and-bleed rendszer.

Hivatkozások:

- [1] H Strathmann et al., Basic Aspects in Polymeric Membrane Preparation, in: E. Drioli, L. Giorno, Comprehensive Membrane Science and Engineering, Volume I., p. 92.
- [2] Cséfalvay Edit és mtsai., Vegyipari Műveletek II. Anyagátadó műveletek és kémiai reaktorok, Egyetemi tananyag, 2011, Typotex

2. Gyakorlati feladat



12. ábra: CELFA P-28 membrán tesztberendezés sematikus ábrája.

2.1 A készülék üzemeltetése RO mérésnél

1. Elkészítjük a megadott koncentrációjú 300 ml térfogatú szűrendő oldatot
2. A koncentrátum és a permeátum leeresztő alá szedőt helyezünk
3. Ellenőrizzük a (4) (5) (7) szelep zárt állását, és a reduktort (a reduktor nyomásszabályozója legyen teljesen balra tekerve, így ha kinyitjuk a palackot, akkor is nulla lesz a túlnyomás a palackot és a tartályt összekötő csőben).
4. Kb. 50 ml desztillált vizet töltünk az adagoló tartályba (1), majd bekapcsoljuk a szivattyú hálózati kapcsolóját (kis zöld gomb a fordulatszám-szabályozó mellett, amely bekapcsolás után világít). Ezzel átmossuk a membránt.
5. Kb. 1-2 perc keringtetés után a szivattyú hálózati kapcsolóját lekapcsoljuk és a berendezésben lévő desztillált vizet az (5) retentát leeresztő szelepen át leengedjük, majd a szelepet elzárjuk.
6. Az előkészített kb. 300 ml térfogatú réz-szulfát oldatot a (1) adagolótartályba öntjük, a szivattyút beindítjuk (zöld gomb), majd ismét 1-2 perc keringtetés után a szivattyút lekapcsoljuk és az oldatot az (5) retentát leeresztő szelepen át leengedjük, majd a szelepet elzárjuk. (Erre a lépésre azért volt szükség, mert a mosás után a berendezésben maradt kb. 10 g desztillált víz, és az ez által okozott oldat hígulást figyelembe tudjuk venni.)
7. Az így módosult szűrendő oldatnak megmérjük a vezetőképességét.
8. A szűrendő oldatból 5 ml mintát veszünk pipettával a réz-tartalom meghatározáshoz, majd megmérjük az oldat tömegét.
9. A szűrendő oldatot az (1) adagolótartályba öntjük.

10. A berendezés (szivattyú) kikapcsolt állapotában a (1) adagolótartály fedelét rázárjuk.
11. Elindítjuk a kevertetést a szivattyú bekapcsolásával (zöld gomb).
12. Külső nitrogén palackból ráadjuk a nyomást: a palackot kinyitjuk, majd a reduktoron a kívánt nyomásértéken óvatosan beállítjuk.
13. Ezután lassan kinyitjuk a (7) szelepet, így a tartály túlnyomás alá kerül. A tartályban uralkodó túlnyomást a manométer mutatja.
14. Amint a tartályban megjelenik a túlnyomás, kinyitjuk a permeát elvételi csomagtű szelepet, és elindítjuk a stoppert, ezzel megkezdődik a kísérlet.
15. Mérjük a mérés elindításától kezdve a leállításhoz az időt, közben a permeátumot köbözéssel mérjük. A mérésvezető által megállapított térfogatonként (ált. 10 ml) felírjuk a mérési időt.
16. Elvégezzük a megfelelő méréseket (köbözéssel fluxus mérés, ebben az időpillanatban leolvassuk a permeát vezetőképességét)
17. A mérést 1 órán keresztül végezzük. Egy óra elteltével elzárjuk a permeát szelepet.
18. Leállítjuk a kevertetést (szivattyú kikapcsolása a zöld gombbal), elzárjuk a nitrogén palackot.
19. Megvárjuk, amíg a nyomás kicsit csökken, majd a retentát leeresztő szelepet óvatosan kinyitjuk. Leengedjük a retentátot az (5) retentát elvételi szelepen, megmérjük a tömegét és térfogatát.
20. Ha a túlnyomás megszűnt, elzárjuk a (7) szelepet és a reduktor szabályozóját ütközéssig balra fordítjuk.
21. A mérés végén az (1) adagolótartály tetejét leszedjük.
22. A membránt desztillált vízzel átmossuk az 5-6 pontoknak megfelelően. A mosást addig ismételjük, amíg a leengedett mosóvíz vezetőképessége kb. 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$ nem lesz.
23. A mosás befejeztével 50 ml desztillált vizet öntünk a membránra, hogy elkerüljük annak kiszáradását.
24. A RETENTÁTUMBÓL MINTÁT VESZÜNK, ÉS A BETÁPLÁLÁSI OLDATTAL EGYÜTT MEGHATÁROZZUK ANNAK RÉZTARTALMÁT JODOMETRIÁS TITRÁLÁSSAL
25. A permeátum réztartalmát vegyük 38 mg/l-nek. (A permeátum réztartalma jodometriás titrálással nem, csak atomabszorpcióval határozható meg.)
26. A mérés végén a permeátumot és a megmaradt retentátumot visszatöltjük a folyadéktároló edénybe, melyet a következő csoport újra fel tud használni.

Szűrendő oldat: ~10 g/l koncentrációjú $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ oldat

Alkalmazott membrán felülete: 28 cm^2

Mérési körülmények:

Transzmembrán nyomás: ~30 bar

Hőmérséklet: laborhőmérséklet (kb. 25°C)

Mérési idő: 60 min

2.2 Beadandó

1. Táblázatban a mérési körülmények, beleértve a mérési időt, és a hozzá tartozó permeátumot térfogatot.
2. Anyagmérleg; komponensmérleg RÉZIONRA vonatkozóan (a retentát esetében is a víz sűrűségével lehet számolni).
3. A membrán visszatartása rézionra.
4. Diagram: Fluxus változása a mérési idő függvényében $\text{Fluxus}=[\text{l/m}^2\text{h}]$, $\text{idő}=[\text{min}]$ (Így szemléletes az ábra)
5. Diagram: permeátum vezetőképessége az idő függvényében.

2.3 Réz (II) ionok meghatározása jodometriás titrálással

A mérés elve: A réz(II) ionok a jodidionokat jóddá oxidálják miközben réz(I) ionok keletkeznek. Ezek a feleslegben lévő jodidionokkal igen rosszul oldódó réz(I)-jodid csapadékot adnak. A reakció:



A csapadék kiválása tolja el az egyensúlyt a I_2 keletkezésének irányába. Mivel azonban a bruttó reakció egyensúlyi állandója sem nagy ($K \sim 10^4$), ezért nagy jodidion felesleg szükséges a méréshez.

Megfelelő jodidion felesleg esetén a kivált jódd mennyisége gyakorlatilag egyenértékű a titrálandó réz (II) ionokkal. A réz (I)-jodid csapadék mennyiségileg akkor válik le teljesen, ha a reakcióelegyet ecetsavval gyengén megsavanyítjuk. Erős savval nem szabad savanyítani, mert az erős savak oldják a csapadékot.

A réz (II) ionok által kiválasztott jódot nátrium-tioszulfát mérőoldattal, keményítő indikátor jelenlétében mérjük:



1 ml 0,1 mol/liter koncentrációjú nátrium-tioszulfát mérőoldat 1 mmol, azaz $63,54 \cdot 0,1 = 6,354$ mg réz(II) iont mér.

Szükséges vegyszerek:

- 0,1 mólos $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat 5%-os ecetsav oldat
- kálium-jodid
- keményítő indikátor

Mérési eljárás:

100 cm³ üveg dugós Erlenmeyer-lombikba bemérjük a mintát. Desztillált vízzel kb. 50 cm³-re hígítjuk. Hozzáadunk 5 cm³ ecetsavat és kb. 1 g KI-ot, majd a lombikot gyorsan ledugaszoljuk. Öt perc várakozás után a kivált jódot a 0,1 mólos $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal megtitráljuk, az egyenértékpont közelében 1 cm³ keményítő indikátort téve az oldatba. A megtitrált oldat tiszta fehér csapadékot tartalmaz.