

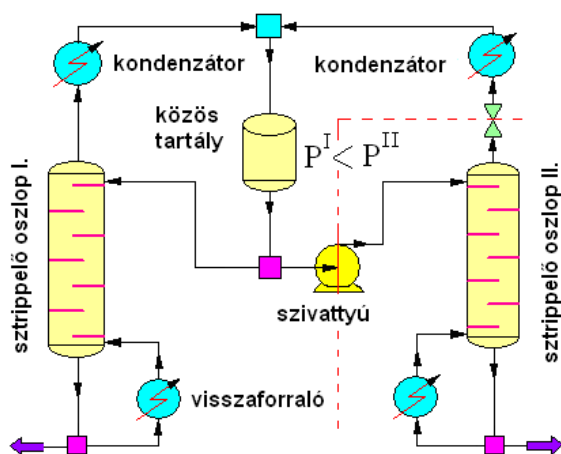
1. Bevezetés

Azeotropot képező komponensek (*A* és *B*) szétválasztásához valamilyen speciális desztillációs eljárást kell alkalmaznunk. A nyomásváltó (NYVD) desztillációt, amely nyomásérzékeny azeotropok szétválasztó ágens alkalmazása nélküli elválasztását teszi lehetővé, először Lewis [2] javasolta 1928-ban, folyamatos üzemmódban. 2000-ben Phimister és Seider vizsgálta először a nyomásváltó desztilláció szakaszos és félfolyamatos megvalósítását, szimulációval. A NYVD szakaszos alkalmazását vizsgálták Repke és mtársai [5] 2006-ben. Egy minimális forrponútú homoazeotrop elegy (acetonitril-víz) szétválasztását vizsgálták, szakaszos rektifikálás és sztrippelés esetére. Félüzemi mérések és részletes modellező számítások eredményeit közzölték.

Modla és munkatársai [3] 2007-ben -maximális szétválasztás feltételezése mellett-, különböző szakaszos oszlop konfigurációkra a NYVD megvalósíthatóságát vizsgálták binér minimális és maximális forrponútú azeotrop elegyek esetére. A különböző nyomásokat egymástól elválaszthatjuk:

- időben, egy oszloprészt (szakaszos rektifikáló és sztrippert), illetve
- térben, két oszloprészt (pl. középső tartályos oszlop (KTO)) alkalmazva.

Megállapították, hogy a KTO nem alkalmas a binér NYVD-ra.



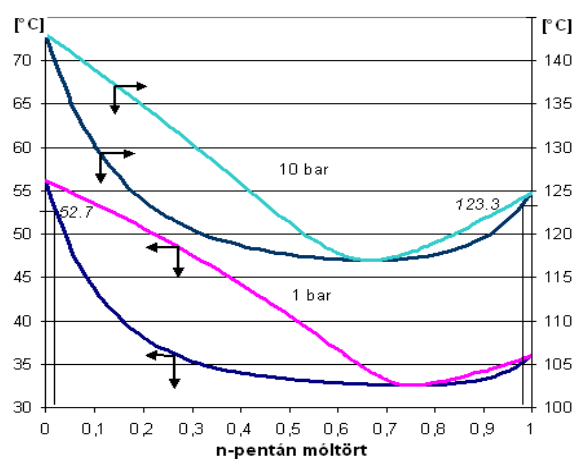
1.ábra A dupla oszlopos szakaszos sztrippert működési vázlatja

Két új konfigurációt is javasoltak: a dupla oszlopos szakaszos rektifikálót (DOSZR) és a dupla oszlopos szakaszos sztrippert (DOSZSZ), melyeknek számos előnyük van: például nincs időbeli nyomásváltás a folyamat során, és mindkét oszlop állandósult állapotban üzemelhet.

A rendszer megfelelő üzemeltetéséhez a közös tartályban lévő elegy összetételét a két különböző nyomáshoz tartozó azeotrop összetétel között kell tartani. Ezt a két fenéktermékáram arányának beállításával lehet biztosítani. A fenéktermékek áramát a visszaforralási arányok, illetve közös tartályt elhagyó folyadékáram két oszlop közötti-elosztási aránya befolyásolja. E munka céljai a következők:

- a duplaoszlopos szakaszos sztrippert (DOSZSZ) működésének vizsgálata egy minimális forrponútú azeotropra,
- egy egyszerű szabályzási séma alkalmazásának vizsgálata, mely biztosítja a követelményeknek megfelelő tisztaságú termék előállítását (összetétel- és hőmérséklet- alapjel vizsgálata),
- az optimális folyadék-elosztási arány meghatározása (minimális energia felhasználás célfüggvény mellett).

Számításainkat egy minimális forrponútú homoazeotrop elegyre végeztük a ChemCad professzionális folyamatszimulátor dinamikus moduljának segítségével (CCDCOLUMN).



2.ábra A n-pentán – aceton elegy T-x,y diagramja

Az egyensúlyi diagramokat és az azeotropok adatait a két különböző nyomáson a 2. ábra ill. az 1. táblázat tartalmazza.

Komp.	pentán(A)	acetón(B)
P [bar]	1.01	10
x_{az}	0.754	0.668
T_{az} [°C]	32.5	116.9
$T_{BP,A}$ [°C]	36.0	124.7
$T_{BP,B}$ [°C]	56.2	142.9

1. táblázat Azeotrop adatok

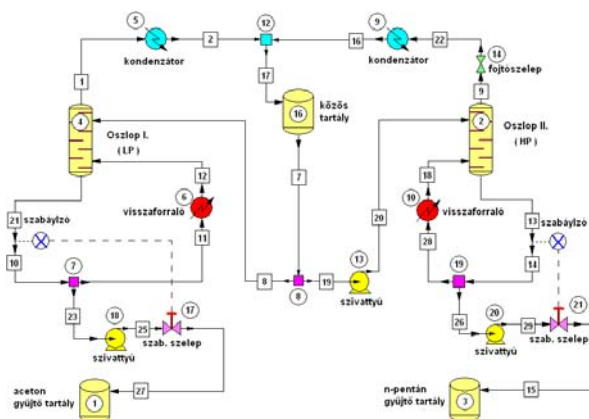
2. A szimulációs módszer

A következő egyszerűsítő feltételeket alkalmaztuk:

- elméleti tányérok,
- állandó térfogatú folyadék hold-up a tányérokon,
- elhanyagolható gőz hold-up.

A megoldandó modell egyenletek jól ismertek:

- nem-lineáris differenciál-egyenletek (anyag- és hőmérlegek),
- algebrai egyenletek (gőz-folyadék (VLE) egyensúlyi egyenletek, összegzési egyenletek, hold-up egyenértékűség, fizikai jellemzők modelljei).



3. ábra A szabályozott DOSZSZ modellje

A számításokhoz a Chemstations (2006, [1]) professzionális folyamatszimulátora dinamikusan modellező részét (CCDCOLUMN) használtuk, a következő modulokat alkalmazva:

- DYNCOLUMN (oszloprészek)
- DYNAMIC VESSEL (közös-, ill. termékgyűjtő tartályok)

-HEAT EXCHANGER, PUMP, VALVE (hőcserélők, szivattyúk, szelepek)

-MIXER, DIVIDER (keverők és elosztók)

- CONTROLLER, CONTROL VALVE

(szabályzók és beavatkozó szelepek)

A 3. ábrán a szabályozott DOSZSZ ChemCad modellje látható.

3. Szimulációs eredmények

Az elméleti tányérok száma minden oszloprészben 40 volt (kondenzátor és visszaforráló nélkül). A hold-up mennyisége $2 \text{ dm}^3/\text{tányér}$, az oszlopok nyomásai: $P^{LP}=1.013 \text{ bar}$ és $P^{HP}=10 \text{ bar}$. A művelet kezdetén a tányérokat forrponthőmérsékletű folyadékkal töltjük fel a sarzsból. A közös tartályt elhagyó folyadék térfogatarama $L_{0, teljes} = L_0^{LP} + L_0^{HP} = 6 \text{ m}^3/\text{h}$. A feldolgozott sarzs mennyisége $4,022 \text{ kmol}$ ($0,471 \text{ m}^3$), melynek 30 mol%-a n-pentán. A termék tisztaságát 98 mol%-nak írtuk elő. A visszaforrálás arányokat (R_s^{LP} és R_s^{HP}) egy PID szabályzó segítségével állítjuk be. E szabályzók a termék elvételi ágakba épített szabályzó szeleppel avatkoznak be a folyamatba, megszabva a termék térfogataramát (W^{LP} ill. W^{HP}). A művelet akkor fejeződik be, amikor a közös tartályban a folyadék mennyisége a kiindulásiénak 12,5%-a alá csökken.

3.1 A PID paraméterek beállítása

Első feladatunk egy olyan szabályozási paraméter készlet (A_p , T_I and T_D) meghatározása volt, mely az előírt terméktisztaságok mellett stabil és jó minőségű szabályozást biztosít a vizsgálni kívánt teljes elosztási arány ($\phi=L_0^{LP}/L_{0, teljes}$) tartományon belül. (Követelményeket írtunk elő a szabályozás minőségére vonatkozóan: maximális túllendülés, lengések száma, szabályzási idő)

A szabályzási követelmények teljesülésénél nem csak a szabályozott jellemzőt, hanem a szelepek állását (%-os nyitás) is figyelembe vettük, mivel a rendszerben lévő holtidő miatt a szelepállás sokkal gyorsabban változik, mint a szabályozott paraméter (hőmérséklet vagy összetétel).

A szabályozás jóságára a következő kritériumokat írtuk elő:

-maximális túllendülés:33 %

-a lengések maximális száma a szabályozási idő (T_s) alatt (± 5 %-os hibahatárral): 3 db

Kétféle szabályozást is vizsgáltunk (ugyanazon szabályzási séma esetén) az alapjeleként megadott paraméter szempontjából. Első vizsgálatunkat úgy végeztük, hogy alapjelként a fenéktermék összetételét vettük, és ennek értékét igyekeztünk a szabályzóköörökkel 98mol%-os tisztaság közelében tartani. Ezek után a fenéktermék 98mol%-os tisztaságához tartozó hőmérsékletet állítottuk be alapjelként. A két szabályozás eltérő dinamikát mutatott, és eltérő PID paraméter beállításokat követelt. (Az összetétel és hőmérséklet közötti kapcsolat nem-lineáris (2. ábra)).

Az alkalmazott PID paraméterek a (2. és 3. táblázatban) és a szabályzás minőségét (4. és 5. táblázat) jellemző értékek az alábbi táblázatokban találhatóak.

	PB, %	T_I , min	T_D , min	Set point
I. oszlop	80	2.5	0	0.982
II. oszlop	50	10	1	0.98

2. táblázat A PID szabályzó paraméterei (összetétel alapjel)

	PB, %	T_I , min	T_D , min	Set point
I. oszlop	45	13	0,5	52,7
II. oszlop	120	3	1	123

3. táblázat A PID szabályzó paraméterei (hőmérséklet alapjel)

	I.oszlop	II.oszlop
Max. túllendülés, %	8	11
T_s , min	20,5	15
Lengések száma	2	1

4. táblázat A szabályozás minősége (összetétel alapjel)

	I.oszlop	II.oszlop
Max. túllendülés, %	33	32
T_s , min	6,75	7,75
Lengések száma	1	1

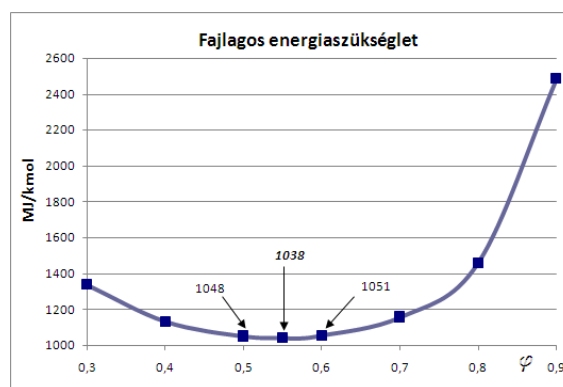
5. táblázat A szabályozás minősége (hőmérséklet alapjel)

3.2 A folyadék elosztási arány hatása

Ezek után megvizsgáltuk elosztás arány (ϕ) változtatásának hatását a folyamatra. ϕ optimális értékét a fajlagos energia felhasználás $(SQ^{LP} + SQ^{HP}) / (SW^{LP} + SW^{HP})$ minimális értéke alapján jelöltük ki. (SQ^{LP} és SQ^{HP} hőmennyiségek értékét a visszaforrálónál történő hőbevitelt és a kondenzátornál történő hőelvonást abszolút értékben összegezve értelmeztük.)

A közös tartályt elhagyó folyadék elosztási arányát 0,3-0,9 tartományban változtattuk 0,1-es lépésközökkel. A fajlagos energia felhasználás minimuma mindkét vizsgált alapjel fajta (összetétel és hőmérséklet alapjel) esetén $\phi=0,55$ esetén adódott.

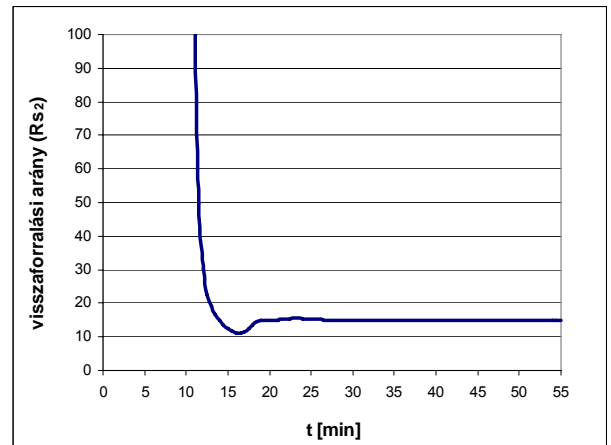
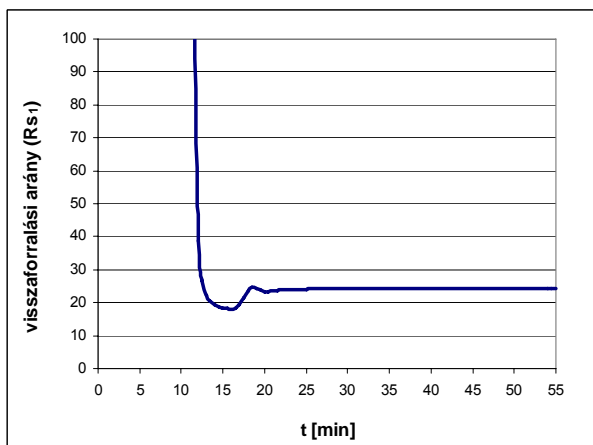
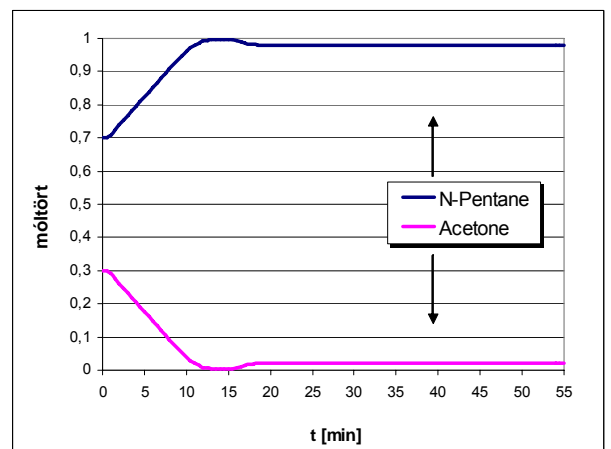
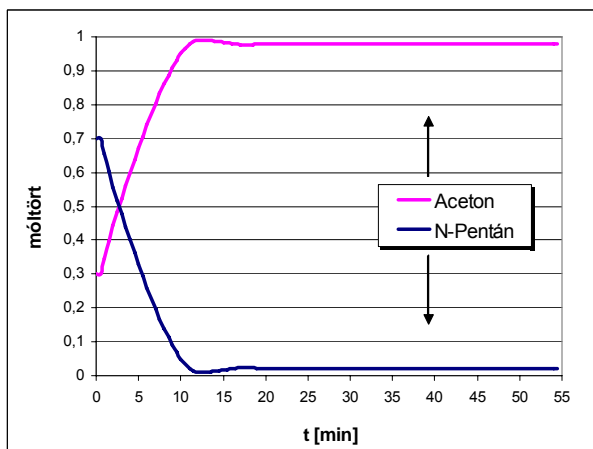
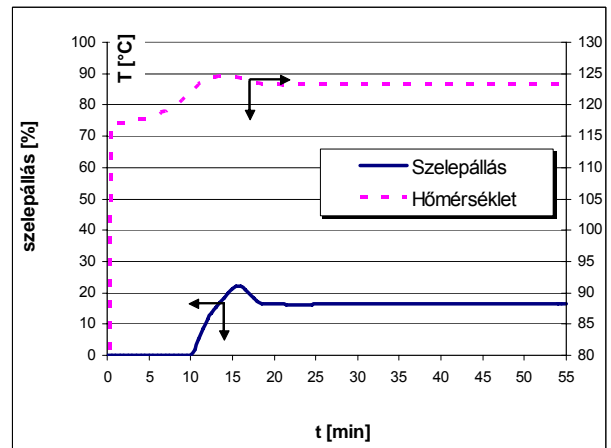
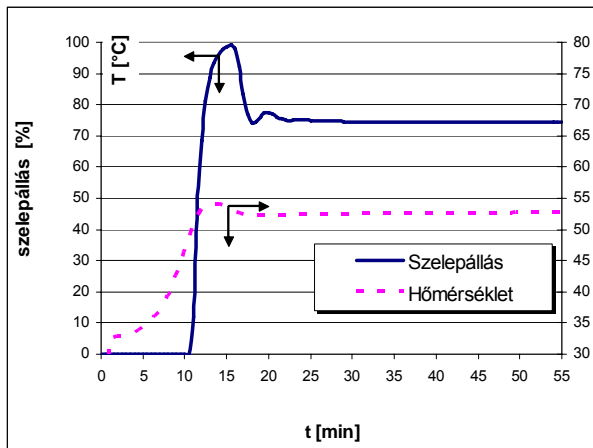
A 4. ábrán látható a fajlagos energiaszükséglet alakulása az elosztási arány függvényében hőmérséklet alapjel esetén.



4. ábra Az elosztási arány hatása a fajlagos energiaszükségletre ($SQ / (SW_A + SW_B)$)

Az előírt terméktisztaságokat sikerült teljesíteni jó kinyerés mellett. A 6. táblázat tartalmazza az optimális ϕ esetére a gyártás legfontosabb jellemzőit (termék tisztaság, kinyerés, energia felhasználás, művelet idő). Meg kell jegyeznünk, hogy a kinyerések növelhetők a közös tartályban maradó mennyiségének (12,5%) csökkentésével.

Vizsgálataink szerint a közös tartályt -a terméktisztaságok megtartása mellett- teljesen le is tudtuk üríteni. Ugyan akkor 12% alatt a szabályzó körök működése instabillá vált. Az 5. ábrán látható a szeleppállások, a fenékhőmérsékletek és fenékösszetételek valamint a visszaforralási arányok időbeni változása $\phi = 0,55$ esetén.



I. oszlop (LP)

II.oszlop (HP)

5. ábra A szelepállások és a feínhőmérsékletek (a), a feínhőösszetételek (b) és a visszaforralási arányok(c) időbeni változása (hőmérséklet alapjel, $\phi = 0,55$).

		összetétel	hőmérséklet
n-pentán kinyerés	%	86,5	75,32
aceton kinyerés	%	79,5	67,54
n-pentán tisztaság	mol %	98,65	98,20
acetone tisztaság	mol %	97,96	98,03
teljes energia szükséglet (SQ)	MJ	3517	3106
fajlagos energia szükséglet SQ/(SW _A + SW _B)	MJ/mol	1019	1038
műveleti idő	min	62,5	54

6.táblázat Fontosabb eredmények

Összefoglalás

Egy minimális forrponú azeotrop elegy (n-pentán – aceton) dupla oszlopos szakaszos sztripperben történő szétválasztását vizsgáltuk szimulációval, a ChemCad professzionális folyamat-szimulátor CCDCOLUMN moduljának alkalmazásával. Meghatároztuk a PID szabályozók egy lehetséges beállítási módját, melynél az előírt terméktisztaságok mellett a szabályzás jóságára előírt követelmények is teljesültek. Megvizsgáltuk a folyadékelosztási arány hatását a folyamatra, és megállapítottuk annak optimális értékét (a fajlagos

energiafelhasználás minimumát keresve). Mindkét vizsgált szabályozási alapjel (termékösszetétel és termék hőmérséklet) esetén hasonló eredményeket kaptunk a minimális energiafelhasználás számszerű értékére nézve.

Irodalom

- [1] Chemstations, "CHEMCAD User Guide" (2006).
- [2] Lewis W. K., "Dehydrating Alcohol and the Like", U.S. Patent, 1,676,700, July 10, (1928).
- [3] Modla G., Láng P., Kopasz Á. Új kolonna konfigurációk nyomásváltó szakaszos desztillációra I. Megvalósíthatósági vizsgálatok, MKN 2007
- [4] Perry R. H., D.W. Green, J.O. Maloney, "Perry's Chemical Engineer's Handbook" Seventh edition, McGraw Hill, New York, (1998)
- [5] Repke J. U., Klein A., Bogle D., Wozny G., "Pressure Swing Batch Distillation for Homogenous Azeotropic Separation", Proceedings of Distillation and Absorption 2006, London, 709-718.

Köszönetnyilvánítás

Munkákat az Országos Tudományos Kutatási Alap (OTKA, T-049184) és a Bolyai János Ösztöndíj Program támogatásával készítettük.