

Többkomponensű ipari hulladék-oldószerkegy szakaszos desztillációs szétválasztása

Separation of a multicomponent, industrial waste-solvent mixture by batch distillation

NÉMETH Bence Gábor, Dr. HÉGELY László, egyetemi docens

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Épületgépészeti és Gépészeti Eljárástechnika Tanszék, Magyarország, H-1111, Budapest, Műegyetem rkp. 3., +3614632633, benceanemeth@gmail.com, hegely.laszlo@gpk.bme.hu, <https://epget.bme.hu/index.php>

Abstract

The separation of an industrial waste-solvent mixture containing four components: A, B, C and D is investigated. The regeneration of B is performed by (conventional) batch distillation in the plant. Our goal is to study the separation process with the ChemCAD flow-sheet simulator and to experimentally validate the simulation model. By the results, we stated, that the B recovery could be considerably increased by the application of a special distillation method such as batch heteroazeotropic distillation.

Keywords: batch distillation, laboratory experiment, isopropanol regeneration, dynamic simulation

Kivonat

Egy négykomponensű ipari hulladékoldószer-egye feldolgozását vizsgáltuk, melynek komponensei: A, B, C és D. A B komponens regenerálását a gyárban (hagyományos) szakaszos desztillációval valósítják meg. Célunk az ipari szétválasztási művelet tanulmányozása a ChemCAD folyamatszimulátorral, illetve a modell validálása laboratóriumi kísérlettel. Megállapítottuk, hogy a jelenleginél lényegesen magasabb B kinyerés lenne elérhető speciális desztillációs módszer, például szakaszos heteroazeotróp desztilláció alkalmazásával.

Kulcsszavak: szakaszos desztilláció, laboratóriumi kísérlet, izopropanol regenerálás, dinamikus szimuláció

1. BEVEZETÉS

A desztilláció napjaink egyik legelterjedtebb elválasztó művelete, mely az elegyet alkotó komponensek illékonyságának különbségén alapul. A művelet megvalósítható folyamatosan és szakaszosan is [2], utóbbit a gyógyszeripar széles körben alkalmazza. Nem-ideális elegyek esetén egy bizonyos koncentrációnál előfordulhat, hogy a gőz és a folyadék összetétele megegyezik, a két komponens azeotrópot képez. Minimális forráspontú azeotróp elegyeknél az azeotróp elegy forráspontja a tiszta komponensek forráspontjainál alacsonyabb. Hagyományos desztillációs eljárással az ilyen elegyek nem választhatók szét tiszta komponensekre, ezért speciális desztillációs eljárást kell alkalmazni [1].

Egy gyógyszeripari desztillációs műveletet vizsgáltunk. A szimulációs modell validálására laboratóriumi kísérletet végeztünk, ami előtt elvégeztük a kísérlet előzetes szimulációját annak paramétereinek meghatározására. A kísérlet után elvégeztük annak utólagos szimulációját a részletesebb kiértékelés érdekében. A szétválasztandó elegy négy komponenst tartalmaz (forráspont szerint növekvő sorrendben): A, B, C és D, melyek közül a B komponenst kell kinyerni nagy tisztaságban (99.7 mol%). A kiindulási elegy összetétele mol%-ban: 0,45% A, 93,12% B, 6,39% C, 0,044% D. Az elegy komponensei hét minimális forráspontú azeotrópot képeznek: öt binér és két terner, melyek közül kettő, illetve egy heteroazeotróp, mely lekondenzálva két folyadék fázist képez (dekantálással az azeotróp pont átléphető). A dinamikus szimulációt a ChemCAD programmal végeztük. A gőz-folyadék egyensúlyt az UNIQUAC modellel írtuk le, melynek paramétereit úgy választottuk ki, hogy a mért és számolt forráspont, illetve összetétel adatok a lehető legjobban illeszkedjenek egymásra [3].

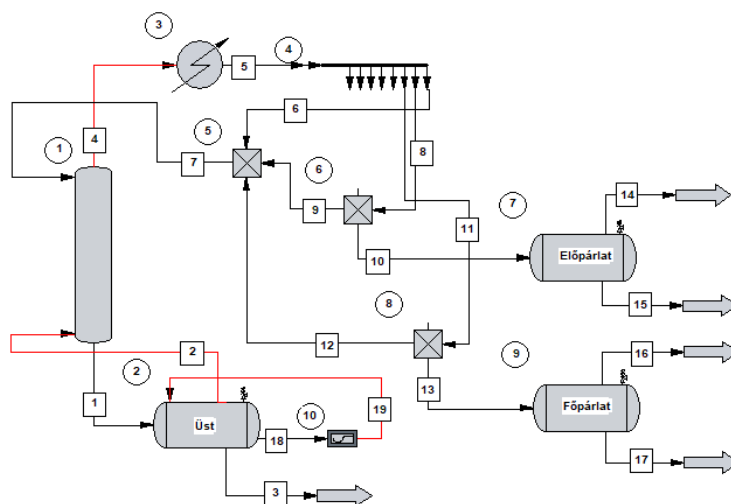
2. MŰVELETI LEÍRÁS

Az ipari művelet a következő lépésekből áll:

1. Felfűtés: Elkezdik fűteni az üstben lévő kiindulási anyagot. A lépés addig tart, amíg a kondenzátum áram el nem éri a 700 l/h-t. A kondenzátorban a fejtöltés túlűtik (75 °C-ra).
2. Üzemeltetés teljes refluxszal 60 percig.
3. Előpárlat szedése: A kondenzátum 95%-át refluxként visszavezetik a kolonnába, a maradék 5%-ot pedig desztillátumként elveszik (a refluxarány R=19). Előpárlatot addig szednek, amíg a kondenzátumban a C komponens koncentrációja 0,2 térfogat% alá nem csökken.
4. Értékes komponens áthajtása (R=1), amíg a maradék térfogata 1 m³ alá nem csökken.

3. SZIMULÁCIÓS MODELL

A művelet dinamikus szimulációját ChemCAD-ben végeztük el ipari és laboratóriumi méretben is (1. ábra).



1. ábra. ChemCAD modell

A kiindulási elegyet a fűtött üstbe (2) töltik. A desztilláló oszlop (1) SCDS modul, mely nem rendelkezik üsttel és kondenzátorral (3). A TIME SWITCH (4) anyagelosztó egység, amit az idő beállításával lehet működtetni. Ez határozza meg, hogy az egyes lépésekben merre megy a kondenzátum (a felfűtési lépésben a 6-os, az előpárlat szedéskor a 8-as, míg az áthajtási lépésben a 11-es áramba). Az előpárlat (7) és a főpárlat (9) szedő tartályok, valamint az üst DYNAMIC VESSEL modulok. A különböző műveleti lépések alatt érkező refluxáramok keverőn (MIXER, 5) át jutnak vissza az oszlopba. Az egyes lépésekben a refluxarány anyagelosztókban (6 és 8) állítható. A RAMP CONTROL modullal (10) állítható az üst fűtési teljesítményének az időbeni változása. Az 1. táblázatban adtuk meg az ipari és laboratóriumi méretű szimulációk kiindulási adatait.

Szimulációs adatok az ipari és laboratóriumi méretű kolonnákra

1. táblázat

	Ipari méret	Laboratóriumi méret
Becsült elméleti tányérszám	10	30
Üsttérfogat, dm ³	14 700	3
Maximális fűtési teljesítmény, kW	208	0,7
Hold-up (kolonna / kondenzátor), dm ³	40 / 25	0,05 / 0,095

Az 1. táblázatban szereplő 0,7 kW-os laboratóriumi fűtési teljesítmény az elektromos fűtőkosár névleges teljesítménye, míg ipari méretben az üstben átadott hőmennyiségre vonatkozik.

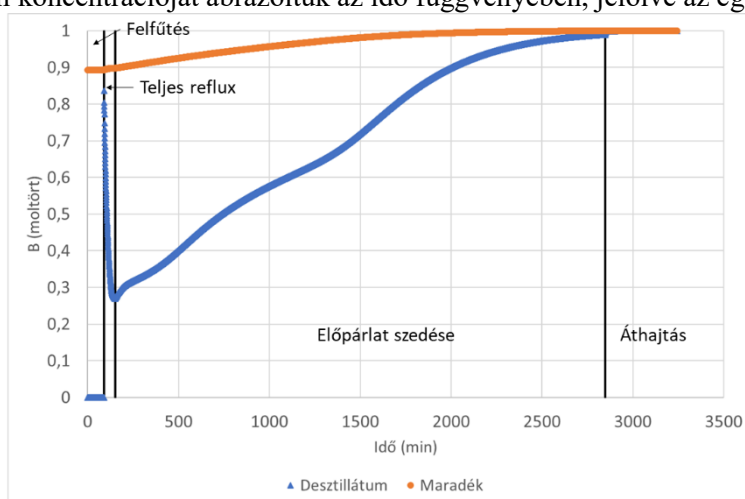
4. LABORATÓRIUMI KÍSÉRLET

A kolonna hőszigetelt, melyet egy légritkított, foncsorozott belső felületű köpeny biztosít. Az üst többnyakú gömblombik, amelyet elektromos fűtőkosárral fűtünk. A refluxarány beállítását elektromágneses úton refluxszabályozó szelep végzi, amely a gőzjáratot az oszlop tetején lévő kondenzátorba vagy az elvételi ágra irányítja. Az elosztószervezet a beállított refluxaránytól függő ideig van egyik vagy másik helyzetben. Az oszlopból elvett gőz egy kondenzátoron keresztül a skálázott szedőbe jut, amelyet egy csapon keresztül le is lehet üríteni.

A kolonnát a felfűtése után (amikor a gőz elérte a fejet) még 25 percig teljes refluxszal működtettük. Ekkor (46. percben) 19-es refluxarányt állítottunk be, így elindult az előpárlat szedése, amit 10 percenként engedünk le a szedőből, és megmértük a tömegét. A mérés 76. percéig 2, utána 5 percenként jegyeztük fel a hőmérsékleteket az üstben, az oszlopban és a fejben. A mérést addig folytattuk, amíg mindhárom hőmérő ugyanazt a hőmérsékletet nem mutatta: 82,5 °C (a B komponens forráspontja 1010 mbar nyomáson).

5. EREDMÉNYEK

A 2. táblázatban foglaljuk össze az elvégzett szimulációk, illetve a kísérlet eredményeit. Az előpárlatok és a maradékok mennyiségét a jobb összehasonlíthatóságért a kiindulási anyagmennyiségre vonatkoztattuk. Az ipari méretű szimuláció 8,4 m³ kiindulási elegy feldolgozására vonatkozik: a B kinyerése az előpárlat szedése (3. lépés) után 70,76%, az áthajtás (4. lépés) után pedig 57,80%. A 2. ábrán a B komponens desztillátum- és üstbéli koncentrációját ábrázoltuk az idő függvényében, jelölve az egyes műveleti lépéseket.



2. ábra. Desztillátum és maradék pillanatnyi B koncentrációja (ipari méret)

A teljes refluxos lépésben B koncentrációja csökken a desztillátumban (BCE azeotróp összetételig). A 3. lépésben (R=19) a B koncentrációja 99 mol%-ig növekszik, ezért a B veszteség már jelentős. Az üstben B koncentrációja folyamatosan növekszik a szennyező komponensek eltávozása miatt. A 3. lépés végén a maradék mennyisége 4375 kg. Az áthajtási lépés során a desztillátumban és maradékban tovább növekszik B koncentrációja, a lépés végén (394 perc alatt) 3643 kg a termék és 721 kg a maradék.

Laboratóriumi kísérlet előzetes szimulációjában a kiindulási elegy mennyisége 1,5 liter volt. A teljes refluxszal való üzemelés idejét 25 percre csökkentettük (ennyi idő alatt állandósult a fejfőmérséklet). Laborméretben a „Ramp Control” egységgel változtattuk az üst fűtését az időben: a felfűtés alatt kisebb (309 W), míg a teljes reflux és az előpárlat szedése alatt nagyobb volt a fűtési teljesítmény (387 W).

A kísérletben a feldolgozott anyagmennyiség 1,3 liter volt. Az utólagos szimulációban az üst fűtését több szakaszra bontottuk fel a desztillátum – kísérlet során – mért átlagos tömegáramok alapján: a cél, hogy a szimulációban számított és a mért tömegáramok a lehető legjobban illeszkedjenek egymásra.

A kísérletben a teljes anyagmérleg hibája 94 g (8,7%), ami párolgási veszteség volt. A kísérletben és az utólagos szimulációban az előpárlatok mennyisége, illetve aránya jó egyezést mutat, valamint a kinyerések is hasonló nagyságrendbe esnek. Ipari és laborméretben az előpárlatok aránya elfogadható mértékben egyezik, különbségük ~8%. Az ipari méretben elért kinyerés (áthajtási lépés nélkül) lényegesen nagyobb, aminek oka, hogy a laborkolonna hold-upja (a nagyobb tányérszám miatt) sokkal nagyobb (laborméretben a kiindulási elegy 11,8%-a, míg ipari méretben ez csak 1%). Ugyancsak ez az oka annak, hogy az utólagos szimuláció és a kísérlet maradékmennyisége jelentősen eltér (104 g különbség).

	Ipari méret	Előzetes szimuláció	Kísérlet	Utólagos szimuláció
Működés teljes reflux mellett, min	60	25	25	25
Előpárlat szedési ideje, min	2698	297	245	251
Teljes műveleti idő, min	3243	333	291	290
Kiindulási anyagmennyiség, kg	6701 (100%)	1,171 (100%)	1,077 (100%)	1,077 (100%)
Előpárlat mennyisége, kg	2253 (33,6%)	0,474 (40,5%)	0,451 (41,9%)	0,453 (42,1%)
Maradék mennyisége, kg	4375 (65,3%)	0,529 (45,2%)	0,533 (49,5%)	0,429 (39,8%)
B kinyerés, %	70,76	46,40	53,38	43,73

6. ÖSSZEFOGLALÁS

Egy gyógyszeripari négykomponensű hulladék-oldószer elegy feldolgozását vizsgáltuk ipari és laboratóriumi méretben dinamikus szimulációkkal, illetve laboratóriumi kísérlettel. A komponensek hét minimális forrásponthú homoazeotrópot és 2 heteroazeotrópot képeznek. Az iparban a B komponens visszanyerését hagyományos szakaszos desztillációval végzik. A laboratóriumi méretben elvégzett szimulációk és a kísérlet hasonló nagyságrendű kinyeréseket eredményeztek. Az utólagos szimuláció, melyben az üst fűtési teljesítményét igazítottuk az előpárlat (kísérlet során) mért szedési sebességéhez mind műveleti időben és előpárlat mennyiségében jól egyezett. Az ipari művelet előpárlat szedésének lépését az elvégzett kísérlet jól leírta: az előpárlatok mennyiségének kiindulási elegyre vonatkoztatott aránya jól egyezett. Megállapítottuk továbbá, hogy a hold-up arányának jelentős hatása van a kinyerésre: ipari méretben ez csak 1%, míg laborméretben 11,8%, ami jelentősen csökkenti a kinyerést. Az előpárlatbeli B veszteség azonban minden esetben jelentős volt az azeotrópok miatt, ezért javasolt például szakaszos heteroazeotróp desztilláció alkalmazása.

7. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A tanulmány alapjául szolgáló kutatás a Bolyai János Kutatási Ösztöndíj és az Innovációs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-21-5 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült.

8. IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] Luyben, W.L., Chien, I.L., *Design and Control of Distillation Systems for Separating Azeotropes*, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, USA, 2010.
- [2] Mujtaba I.M., *Batch distillation: design and operation*, Imperial College Press, London, UK, 2004.
- [3] Nemeth B., Hegely L., Lang P., *Comparison of batch heteroazeotropic distillation operational strategies for the dehydration of isopropanol*. *Chemical Engineering Research and Design*. Elsevier, 2019, 146, 486-498.