



KM482-Kimya Mühendisliği Laboratuvarı III

2B- SÜREKLİ DİSTİLYASYON

TEORİ

- Distilasyon, bir karışımı meydana getiren bileşenlerin **uçuculuklarının (buhar basınçlarının)** farklı olmasından yararlanan ayırma işlemidir.
- Distilasyonda ayırma işleminde, buhar ve sıvı fazları temas ettirerek ve daha uçucu maddenin **buhar fazına** geçmesi, daha az uçucu maddenin **sıvı faza** geçmesini sağlayarak gerçekleşir.

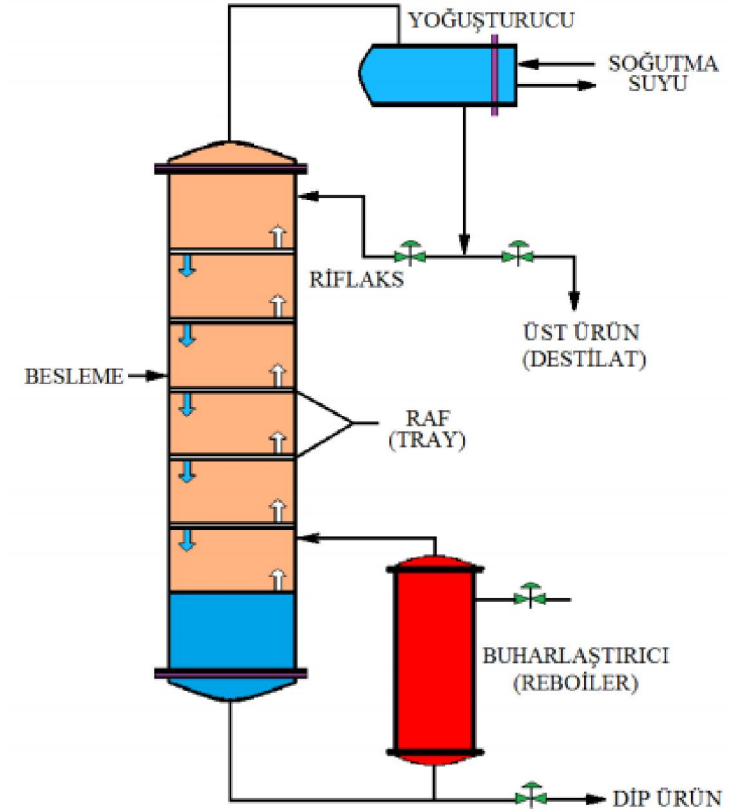
Raoult Yasası

$$p_A = P_A * x_A$$

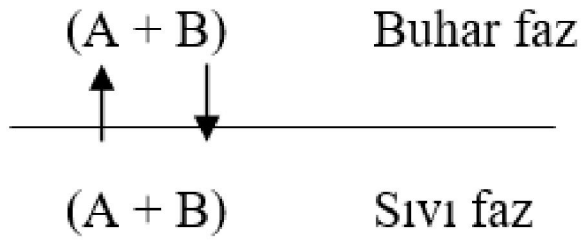
p_A =Buhar içinde bir bileşenin kısmi basıncı

P_A =Saf A'nın buhar basıncı

x_A =sıvı içinde A'nın mol kesri



- (A + B) ikili bir karışım.
- A: Daha uçucu bileşen
- B: Daha az uçucu bileşen



- Buhar akımı yukarı doğru çıktıkça daha uçucu bileşence zenginleşir.
- Sıvı faz, kolonun altından alacağımız bileşen ise daha az uçucu bileşen bakımından zengindir.
- Distilasyon işleminde fazlar arası kütle transferini etkileyen en önemli faktör, **buhar ve sıvı fazları** arasındaki dengedir.

Distilasyonla ilgili terimler

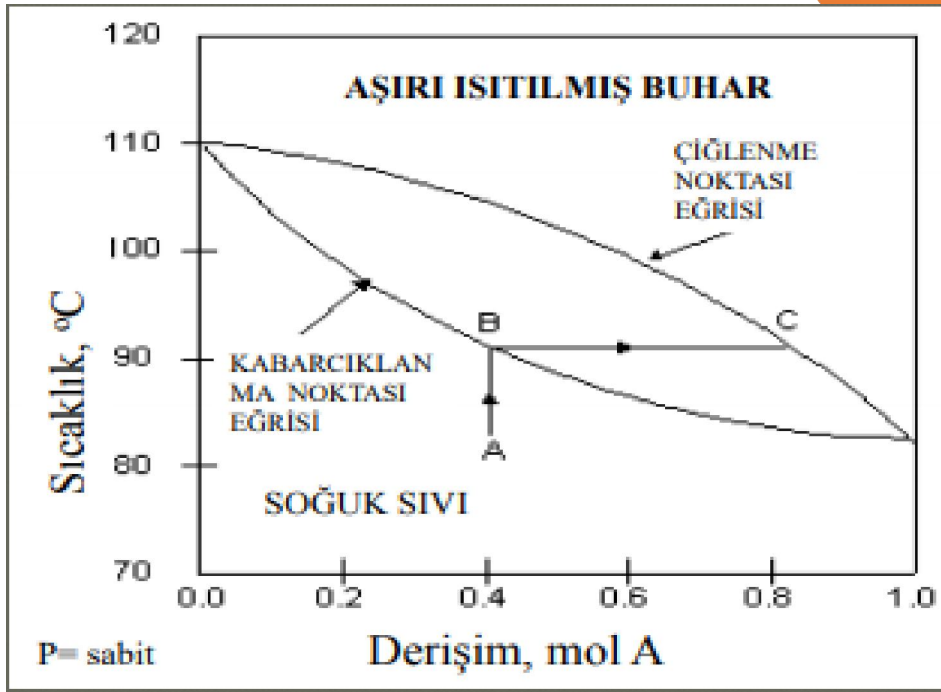
- **Uçuculuk:** Bir maddenin ne kolaylıkta buharlaştığını tanımlayan bir özelliktir. Belirli bir sıcaklık ve basınçta, yüksek uçuculuğa sahip bir maddenin buhar olarak bulunma olasılığı daha yüksektir.
- **Bağıl (relatif) uçuculuk:** Daha çok uçucu bileşenin buhar basıncının daha az uçucu bileşenin buhar basıncına oranıdır.

$$a_{AB} = \frac{\left(\frac{y_A}{x_A}\right)}{\left(\frac{y_B}{x_B}\right)} = \frac{\left(\frac{y_A}{x_A}\right)}{(1-y_A)/(1-x_A)} = \frac{P_A}{P_B}$$

A'nın B'ye göre bağıl uçuculuğu anlamına gelir. Bağıl uçuculuk ayırmanın bir ölçüsüdür, distilasyonun ne kadar yapılacağını gösterir.

$$a_{AB} = 1 ?$$

$$a_{AB} > 1 ?$$



Bir karışım saf bir bileşiğin aksine belli bir basınç için sabit bir sıcaklıkta kaynamaz. Belli bir kompozisyonda bir karışımın buharlaşmaya başladığı sıcaklık **kabarcıklanma noktası** denirken,

bunun tersi buhar olan bir karışımın sıcaklık düşüşü ile ilk sıvı damlacığını vermeye başladığı sıcaklık **çiğlenme noktası** (sıcaklığı) denir.

Faz kuralı

$$F = C + 2 - P$$

F ; bağımsız olarak değişebilen intensif değişken sayısı

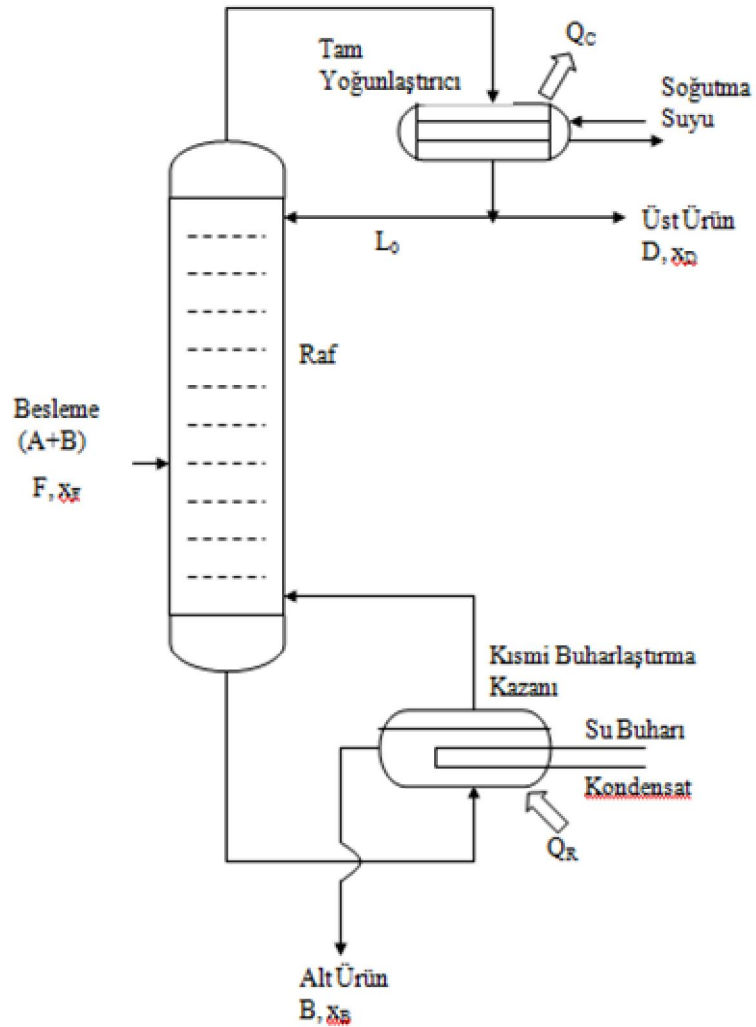
C ; sistemdeki bileşen sayısı

P ; sistemdeki faz sayısını

Etanol-su sistemi için Faz Kuralı uygulanırsa

?

Distilasyon Sisteminin Bileşenleri

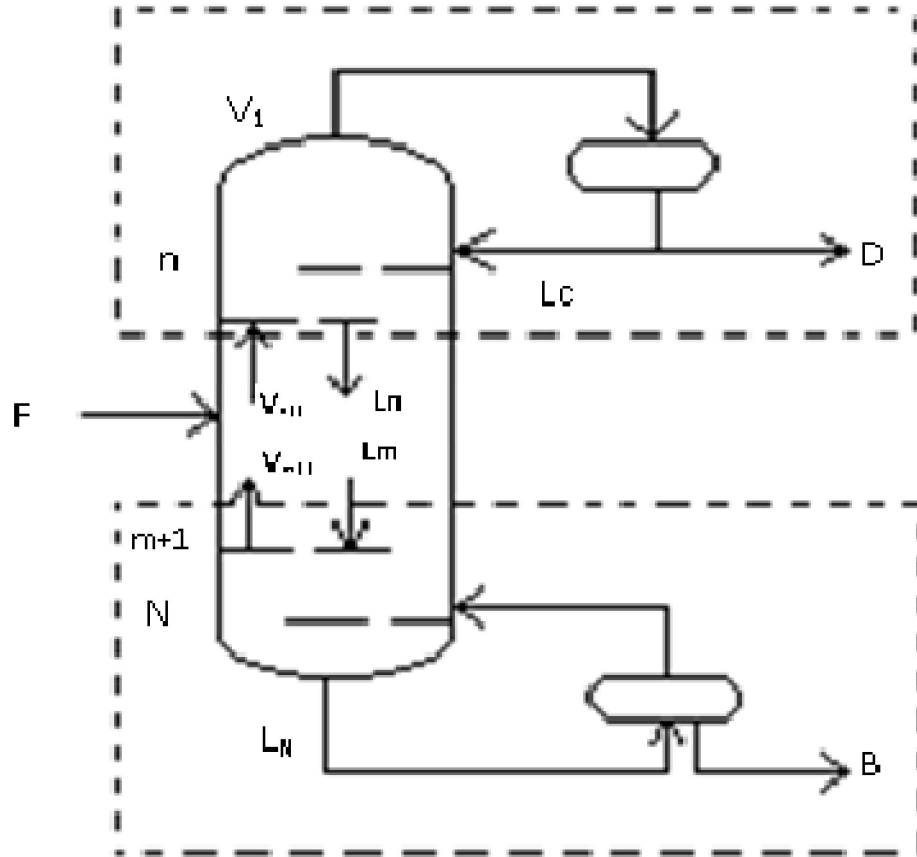


Etanol-su sisteminde hangi bölgede çalışılmaktadır ?
Zenginleştirme Bölgesi
Sıyırma Bölgesi

Sistemin en sıcak ve en soğuk bölgeleri neresidir ?

Neden raflı sistem kullanılır ?

Distilasyon Kolonunda Madde Denkliđi



Kolonun orta kısmında bir yerden beslenen besleme akımı daha uçucu olan A bileşeni bakımından zengin bir üst ürüne (D) ve B bileşeni cinsinden zengin bir alt ürüne (B) ayrılmaktadır.

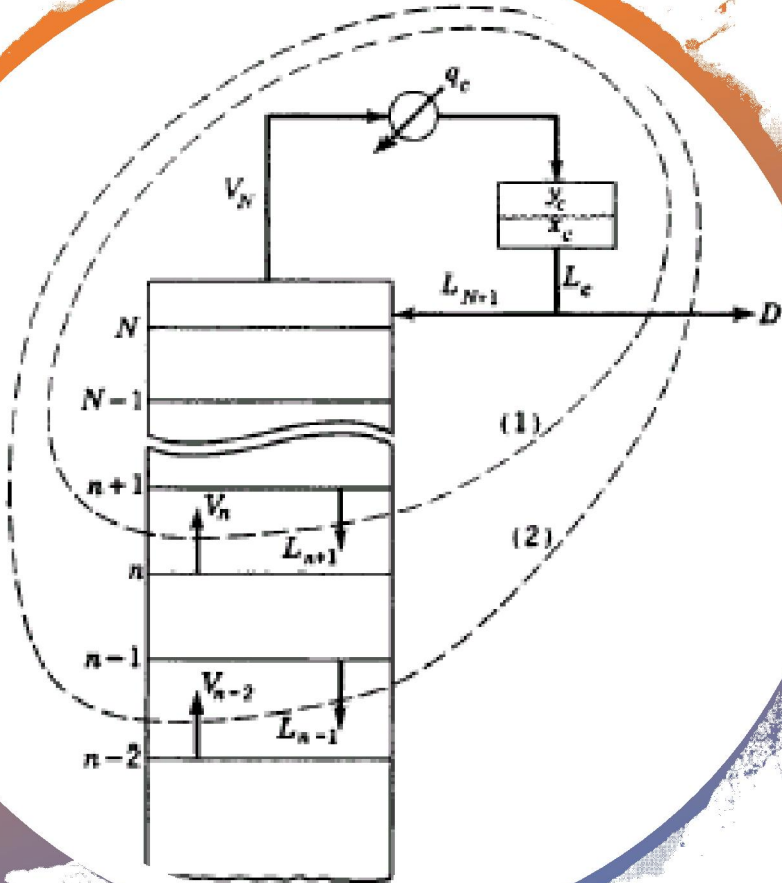
Toplam Madde Denkliđi;

$$F = D + B$$

A bileşnenin Madde Denkliđi;

$$F \cdot X_F = D \cdot X_D + B \cdot X_B$$

Zenginleştirme Bölgesi Madde Denkliği



- $V_N = L_{N+1} + D$

- $D = V_N - L_{N+1}$

Burada D net akış hızı olarak tanımlanır.

- $V_N * Y_N = L_{N+1} * X_{N+1} + D * X_D$

- $D * X_D = L_{N+1} * X_{N+1} - V_N * Y_N$

İşletme Doğrusu

$$Y_N = \frac{L_{N+1}}{V_N} X_{N+1} + \frac{DX_D}{V_N}$$

$$Y_N = \frac{L_{N+1}}{(L_{N+1} + D)} X_{N+1} + \frac{DX_D}{(L_{N+1} + D)}$$

Geri Akım Oranı

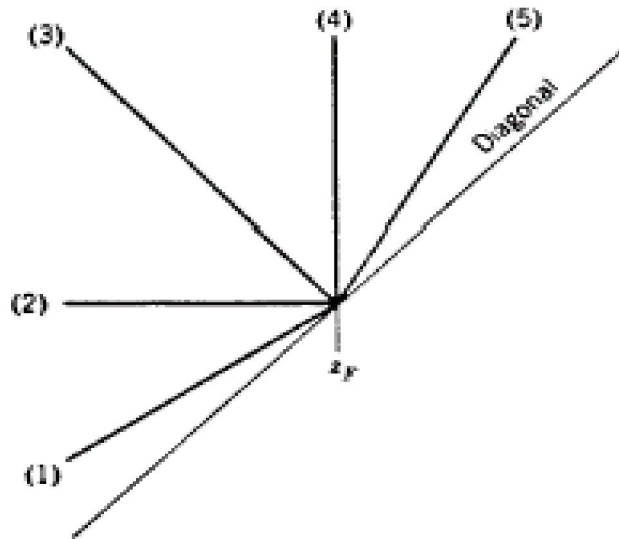
$$R_D = L_0 / D$$

R_D artarsa ne olur?

Zenginleştirme bölgesinde buharı A bileşeni cinsinden beslemeye göre daha da zenginleştirmek için, **yoğunlaştırıcıdan çıkan sıvının bir kısmın (L_0) kolona geri döner.** Bu akımın üst ürün akış hızına oranıdır.

Besleme Doğrusu

- Eğim = $-\frac{(1-f)}{f} = -\frac{q}{(1-q)}$



1= Kızgın buhar $f > 1$ $q < 0$

2= Doygun buhar $f = 1$ $q = 0$

3= Buhar-sıvı karışımı $0 < f < 1$ $0 < q < 1$

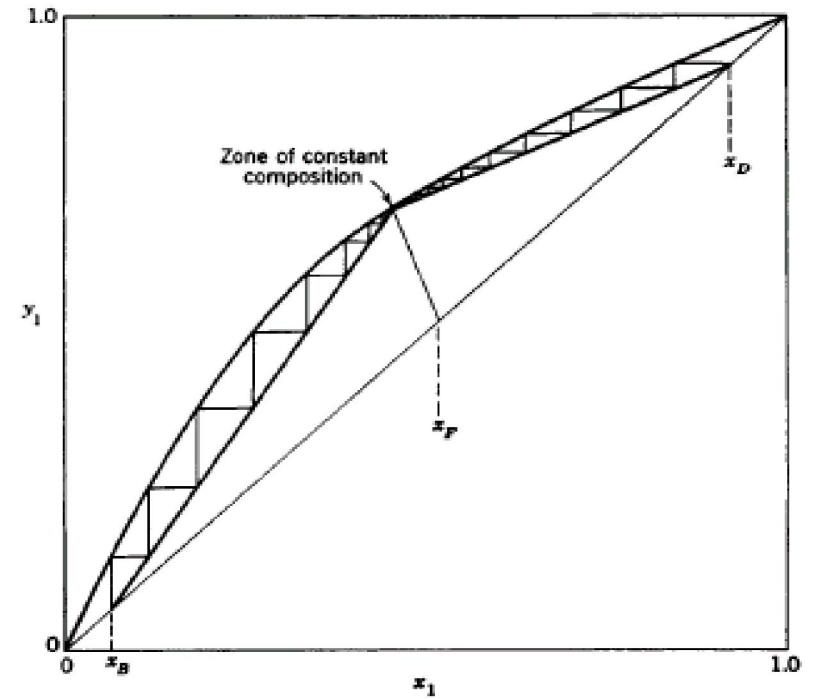
4= Doygun sıvı $f = 0$ $q = 1$

5= Soğuk sıvı $f < 0$ $q > 1$

Sistemde oluşacak besleme doğrusunun hangisine benzemesi beklenmektedir?

İdeal (Teorik) Raf Sayısı Hesabı- McCabe Thiele Methodu

- Belirli bir geri akım oranında çalışıldığında x_F besleme kompozisyonundan x_D ve x_B kompozisyonlarında üst ve alt ürün elde etmek için kullanılan distilasyon işlemi için ideal raf sayısının belirlendiği çizim yapılır.
1. (x_D, x_D) noktası ile y eksenini üzerindeki $x_D/(R_D+1)$ noktasını kesecek şekilde zenginleştirme bölgesi işletme doğrusu çizilir.
 2. (x_F, x_F) noktasından $-(1-f)/f$ eğimli besleme doğrusu çizilir.
 3. Zenginleştirme bölgesi işletme doğrusu ile işletme doğrusu kesişim noktası (x_B, x_B) noktasıyla birleştirilerek sıyırma bölgesi işletme doğrusu çizilir.
 4. Denge eğrisi ve işletme doğruları arasında kalan alanda üçgenler çizilerek ideal (teorik) raf sayısı belirlenir.



DENEYİN AMACI

- Distilasyon kolonunda gerekli ideal raf sayısının belirlenmesi
- Kolon veriminin hesaplanması
- Isıl yüklerin hesaplanması



DENEY SİSTEMİ

Yoğunlaştırıcı

Numune Toplama
Kabı

Zenginleştirme
Bölgesi
20 Rafli Distilasyon
Kolonu

Kontrol Paneli

Kazan

Etanol Kaynama Noktası ?

DENEYSEL

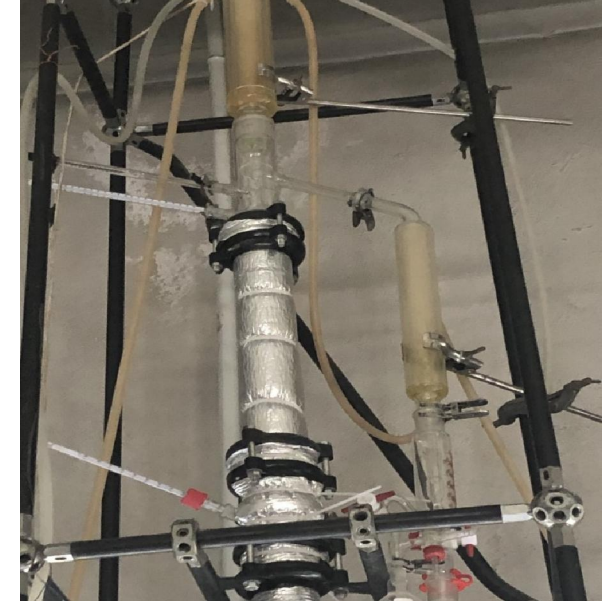
- Yoğunlaştırıcıya su beslemeye başlanır.
- Kazan açılarak kazandaki sıvı karışım kaynama noktasına gelinceye kadar ısıtılır.
- Sistemdeki etanol-su oranı refraktometreyle belirlenmiştir. (Hacimce %34)
- Sistemdeki hortum bağlantıları ve vanaların konumu kontrol edilir.
- Kolon üzerindeki termometre değerleri kontrol edilerek kolon boyunca sıcaklıkların eşit olması sağlanır.



- Sistem sıcaklıkları dengeye gelince geri akım oranı (reflux) belirlenir. Yoğunlaştırıcıdan ilk ürün damlası geldiği andan itibaren 10 dakika beklenerek kolonun kararlı şartlara ulaşması sağlanır.
- Sürekli distilasyon sistemi kararlı hale geldikten sonra numune toplama haznesinin vanası kapatılarak belirlenen miktarda numunenin ne kadar sürede biriktiği kaydedilir ve üst ürün akış hızı hesaplanır. (20 mL numune)



L akışı D akışı



Farklı reflux değerleri için akış hızı nasıl değişir ?

- Termometrelerdeki sıcaklık deęerleri ve U tipi manometredeki basınç deęeri kaydedilir.
- Farklı geri akım oranlarında işlem tekrarlanır.
- Kazan ısıtması durdurulur.
- Yoęunlaştırıcıdan soęutma suyunu en az bir saat daha geirmeye devam ederek sistemin soęumasını saęlanır.

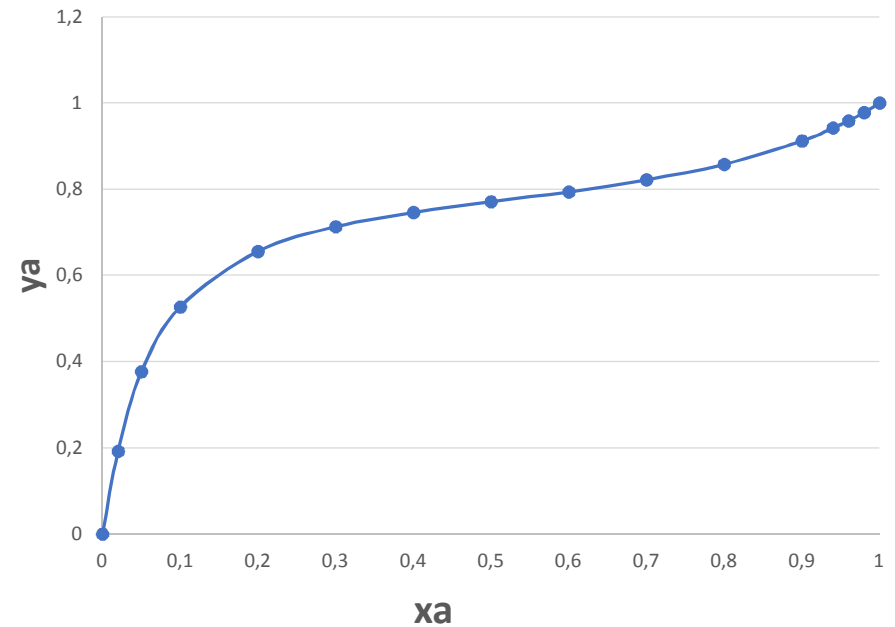
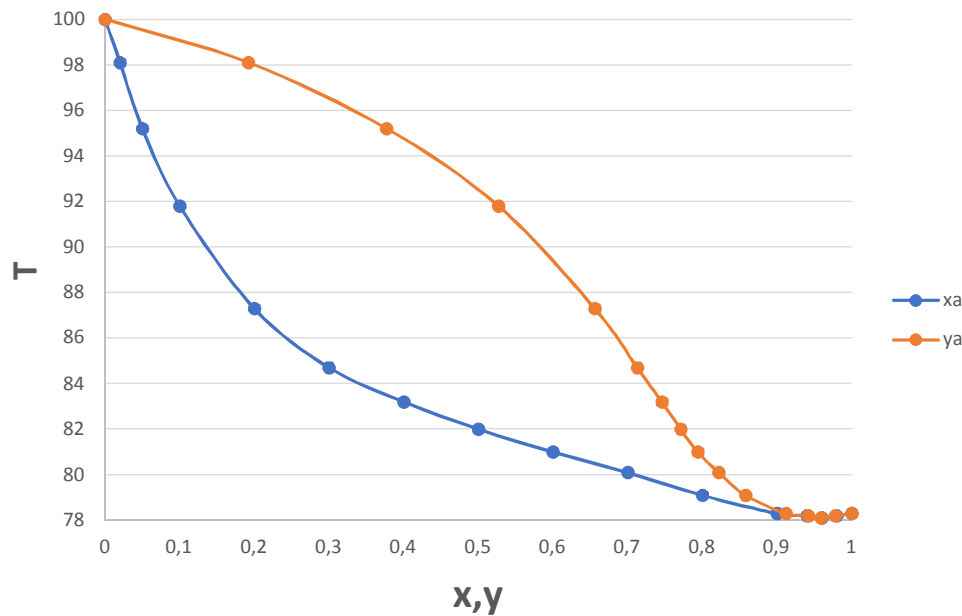


Hesaplamalar

- Antoine Denklemi $\ln P_i^o = A(i) - \frac{B(i)}{C(i)+T}$
- Raoult Denklemi



Etanol-Su için denge verileri

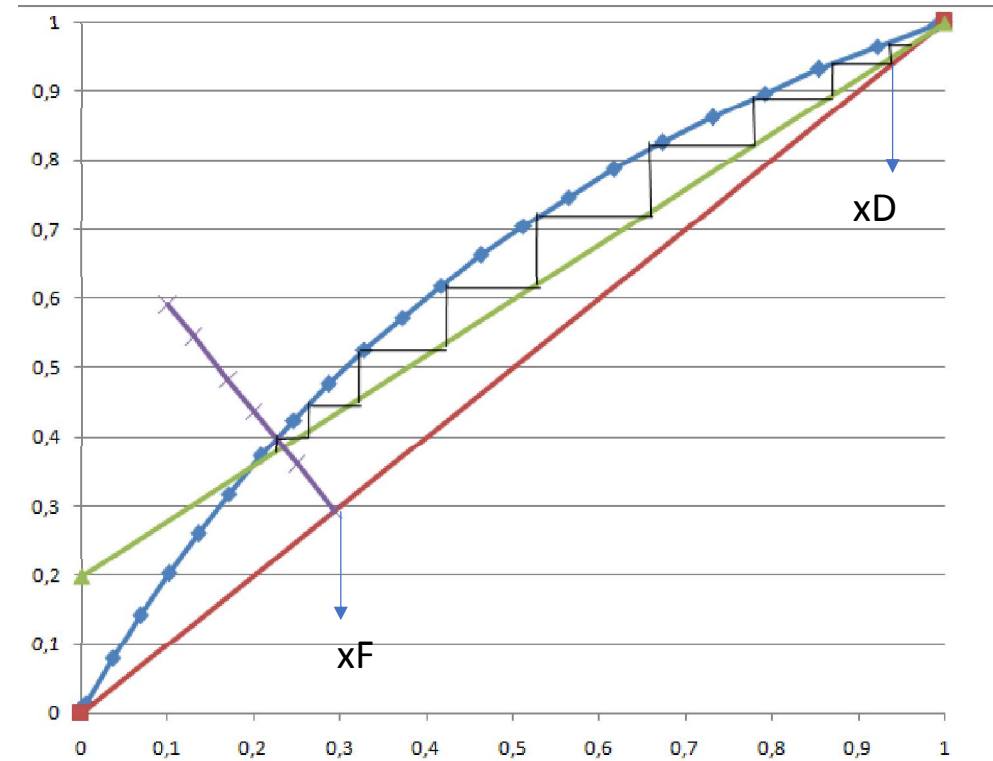


Uysal, B. Z. (2003). *Kütle transferi: esasları ve uygulamaları*. Gazi Üniversitesi.
Geankoplis, C. J. (2011). *Taşınma Süreçleri ve Ayırma Süreci İlkeleri*.

- Farklı R_D değerleri için L_0 ve V_{N+1} değerleri hesaplanır.
- Sabit sistem sıcaklığında denge verilerinden x_D belirlenir.
- Sistemdeki hacimce %bileşim değerinden yararlanılarak x_F belirlenir.
- Zenginleştirme bölgesi için madde denklği kurulur.
- Zenginleştirme bölgesi işletme doğrusu çizilir.

$$y_{N+1} = \frac{R_D \cdot x_N}{R_D + 1} + \frac{x_D}{R_D + 1}$$

- Besleme doğrusu çizilir.
- İdeal raf sayısı bulunur.



- Kolon verimi = $\frac{N_{ideal}}{N_{gerçek}}$
- Tam yoğunlaştırıcı ısı yükü = $Q = V_{N+1} * \lambda$
- Geri dönen akım ısı yükü = $Q = L_0 * \lambda$

Çalışılan her farklı R_D değeri için bu işlemler tekrarlanır.