

# **DISTILAREA SI RECTIFICAREA**



# DISTILAREA SI RECTIFICAREA

- o **DISTILAREA** - operatia de separare a componentilor unui amestec omogen de lichide, pe baza diferentei de volatilitate a componentilor.
- o Operatia de distilare este o operatie dubla, compusa din:
  - Fierberea partiala a amestecului;
  - Condensarea vaporilor.
- o In **RECTIFICARE**, perechea de operatii (fierbere - condensare) se repeta de mai multe ori.
- o **RECTIFICAREA** = **DISTILARE REPETATA**.



# DISTILAREA SI RECTIFICAREA

- o Separarea prin distilare este cu atat mai usoara si mai completa, cu cat diferența dintre volatilitatile componentilor este mai mare (cu cat raportul volatilitatilor este mai departat de unitate).
- o Separarea si conditiile separarii depind de relatiile dintre proprietatile fazei lichide si a fazei de vapori ale sistemului (echilibrul LICHID - VAPORI).



# DISTILAREA SI RECTIFICAREA

o Variante ale operatiei de distilare:

- Distilarea simpla;
- Distilarea fractionata;
- Antrenarea cu vapori;
- Rectificarea;
- Distilarea azeotropa;
- Distilarea extractiva;
- Distilarea adsorbtiva;
- Distilarea moleculara.



# DISTILAREA SI RECTIFICAREA

- o Prin fierbere, un amestec lichid, omogen, multicomponent, degaja vapori.
- o Datorita presiunilor de vapori diferite ale componentilor, componititia fazei de vapori este diferita de componititia fazei lichide din care provine.
- o In timpul fierberii vaporii degajati sunt, in general, mai bogati in componenti usor volatili, faza lichida imbogatindu-se in componenti greu volatili.



# DISTILAREA SI RECTIFICAREA

- o In cazul unui amestec binar:
  - in faza de vapori trece preponderent componentul cu temperatura de fierbere (TF) mai mica = **componentul usor volatil**
  - Componentul cu TF mai mare = **componentul greu volatil**, se concentreaza preponderent in faza lichida.
- o Vaporii scosi in afara spatiului de degajare si condensati intr-un condensator de suprafata = **DISTILAT**;
- o Lichidul nevaporizat din aparatul de fierbere = **REZIDUU**.



# ECHILIBRUL LICHID - VAPORI

- o Un lichid **UNAR** (monocomponent, pur) fierbe la temperatura la care presiunea de vapori a substantei este egala cu presiunea la care se realizeaza fierberea.
  - Apa fierbe la  $P = 1,013 \times 10^5$  Pa la  $T = 100^\circ\text{C}$
- o Temperatura ramane constanta in timpul fierberii (daca presiunea este mentinuta constanta);
- o Compozitia fazei lichide = compozitia fazei de vapori = constanta in timpul fierberii.



# ECHILIBRUL LICHID - VAPORI

- o Intr-un lichid **MULTICOMPONENT** fierberea incepe cand suma presiunilor partiale ale componentilor egaleaza presiunea din sistem (la care se realizeaza fierberea);
- o Temperatura se modifica (creste) in timpul fierberii (la  $P = \text{const.}$ );
- o Compozitia fazei lichide difera de componzia vaporilor (exceptie facand amestecurile azeotrope);
- o Compozitia lichidului si a vaporilor variaza in timp, lichidul imbogatindu-se in component greu volatil, iar vaporii in component usor volatil.



# ECHILIBRUL LICHID - VAPORI

## o Tipuri de amestecuri:

- Binare (2 componente);
- Ternare (3 componente);
- Multicomponente (mai mult de 3 componente).

## o Amestecuri lichide binare:

- Amestecuri (solutii) miscibile in orice proportii (total miscibile):
  - Fara punct de fierbere constant (ideale);
  - Cu temperatura de fierbere maxima (reale);
  - Cu temperatura de fierbere minima (reale).
- Amestecuri partial miscibile;
- Amestecuri total nemiscibile.



# **AMESTECURI IDEALE**

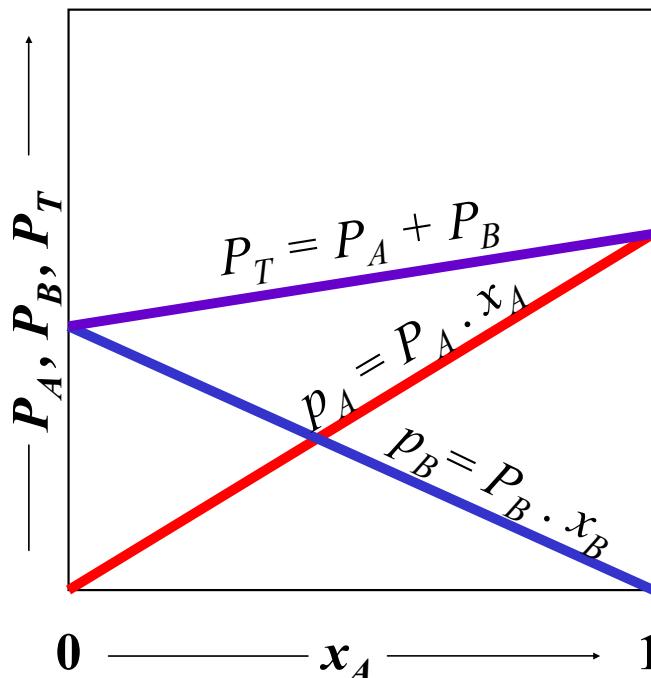
## **diagrame de echilibru**

- o Echilibrul de faze se reprezinta in urmatoarele diagrame:
  - Izoterma de echilibru ( $T = \text{constant}$ );
  - Izobara de echilibru ( $P = \text{constant}$ );
  - Linia de echilibru ( $P, T = \text{constant}$ ).
- o Componentul A - usor volatil;
- o Componentul B - greu volatil.

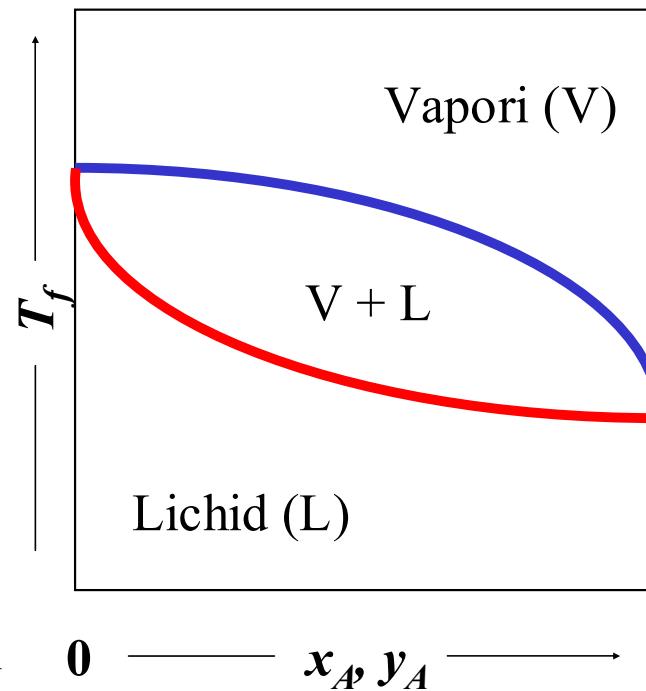


# AMESTECURI IDEALE

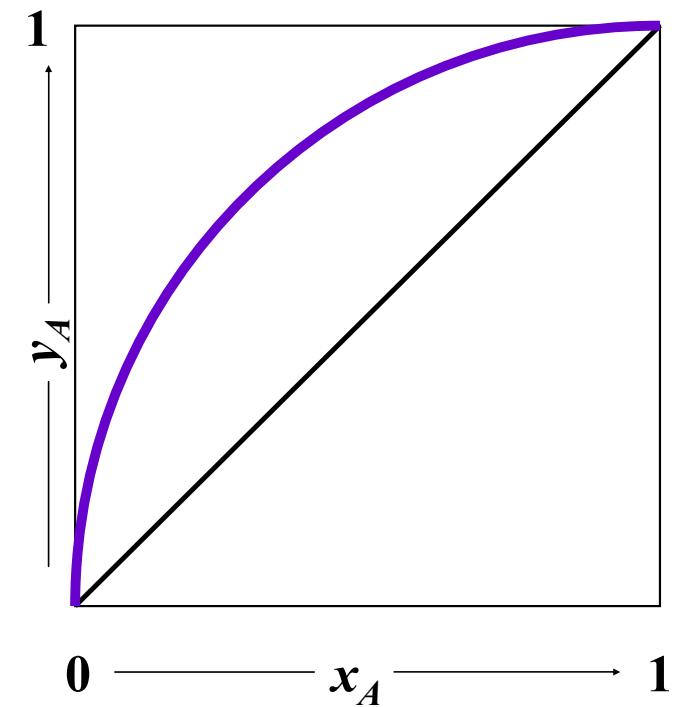
## diagrame de echilibru



a)



b)



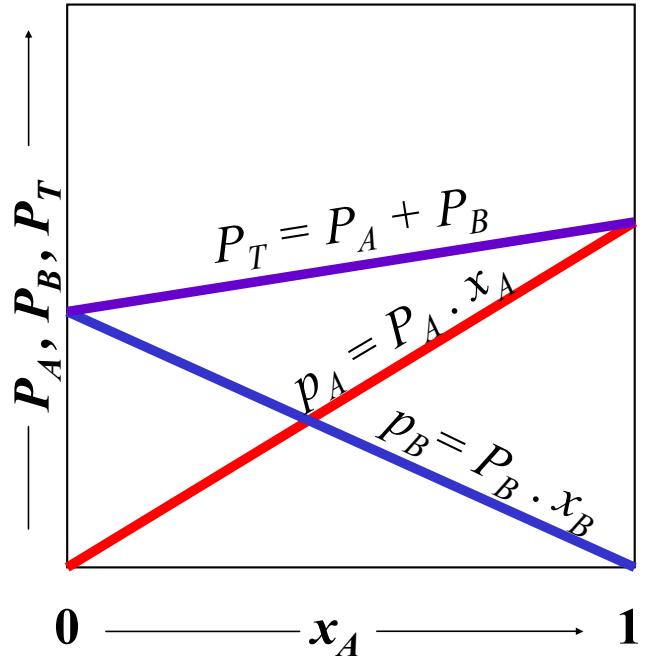
c)

- a. Izoterma;
- b. Izobara;
- c. Linia de echilibru.



# AMESTECURI IDEALE

## diagrame de echilibru



Presiunile partiale din faza de vapori ale componentilor in echilibru cu faza lichida:

- Sunt functii liniare de compozitia fazei lichide;
- Se calculeaza din legea lui Raoult:

$$p_A = P_A \cdot x_A$$

$$P_B = P_B \cdot x_B$$

Presiunea paritala a componentului "B" in amestec

Presiunea de vapori a componentului "B" in stare pura,  
la temperatura de fierbere a amestecului

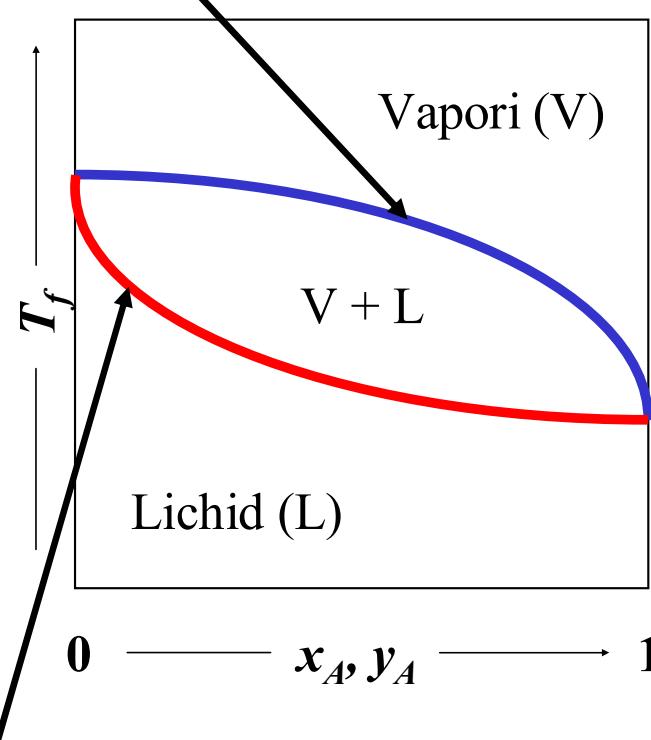
Fractia molara a componentului "B" in amestec



# AMESTECURI IDEALE

## diagramme de echilibru

Curba de condensare



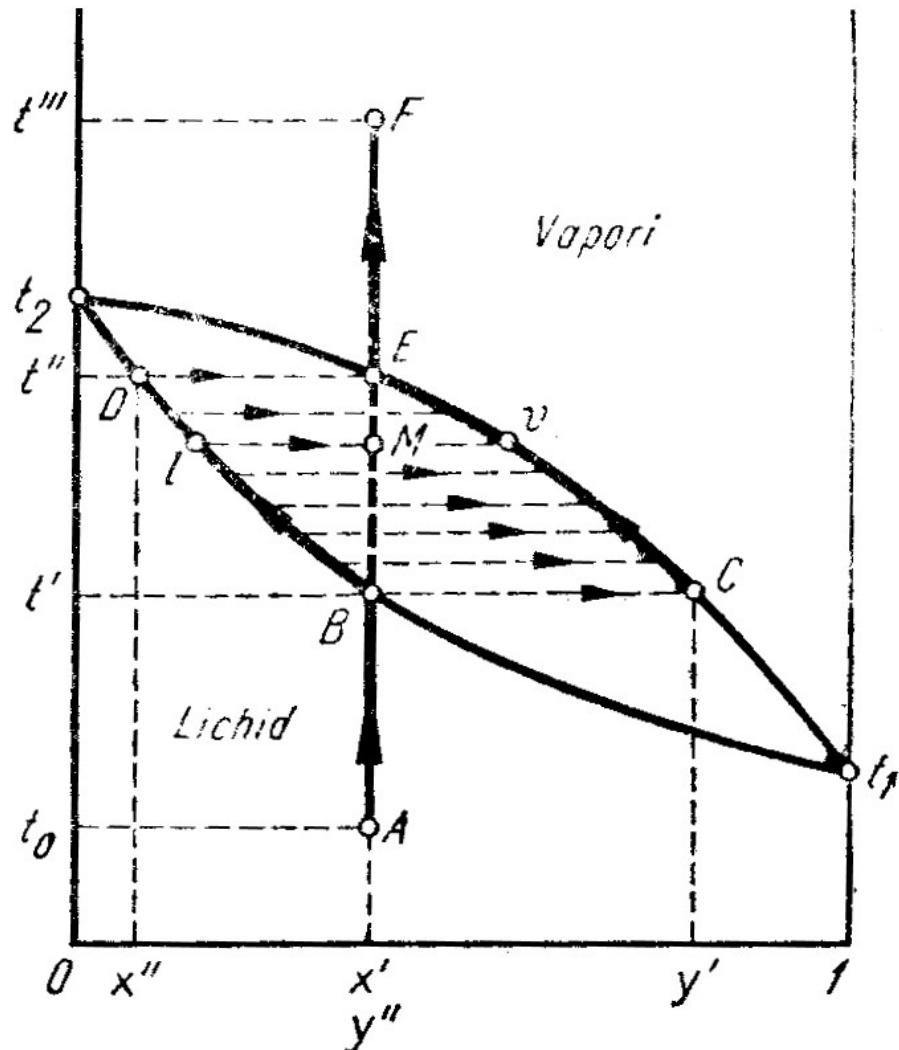
Curba de fierbere

- o Temperatura de fierbere:
  - Functie de componetia amestecului;
  - Variaza intre TF ale celor doi componenti.



# AMESTECURI IDEALE

## diagrame de echilibru



Încălzirea unui amestec binar reprezentată în diagrama de fierbere

- o  $t_1$  - TF a componentului usor volatil;
- o  $t_2$  - TF a componentului greu volatil;
- o În timpul fierberii (intre  $B$  și  $E$ ) compozitia globală a sistemului mixt L-V ramane constantă;
- o Raportul L-V în sistemul mixt este dat de rap. segmentelor:

$$\frac{L}{V} = \frac{\overline{Mv}}{\overline{Mi}}$$



# AMESTECURI IDEALE

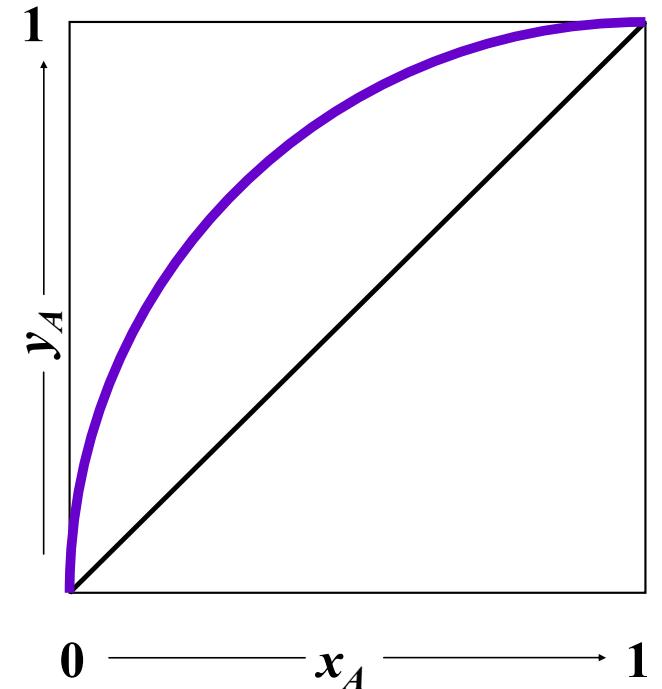
## diagrame de echilibru

- Linia de echilibru reda relatia dintre compozitia vaporilor ( $y_A$ ) in functie de compozitia lichidului ( $x_A$ )
- Pentru amestecurile ideale, curba are ecuatia:

$$y_A = \frac{\alpha \cdot x_A}{1 + (\alpha - 1) \cdot x_A}$$

in care  $\alpha$  reprezinta volatilitatea relativă (raportul dintre volatilitatile celor 2 componenti):

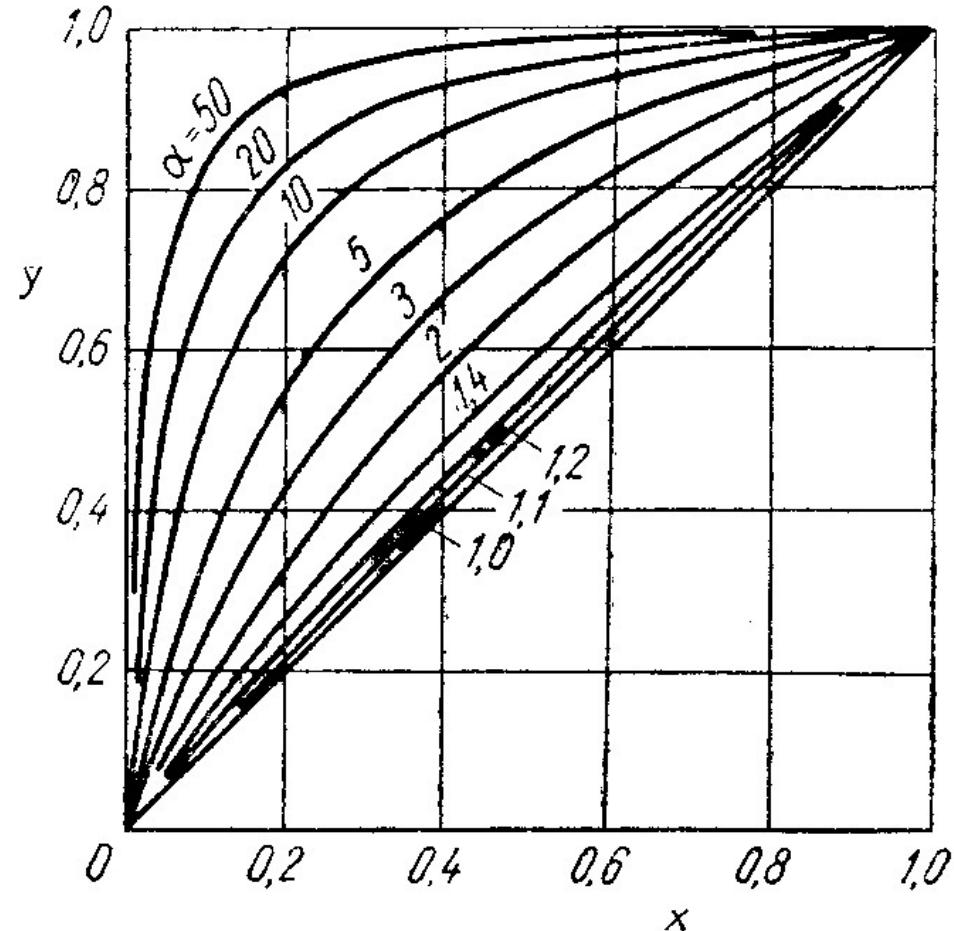
$$\alpha = \frac{P_A}{P_B} = \frac{y_A}{y_B} \cdot \frac{x_B}{x_A}$$



# AMESTECURI IDEALE

## diagrame de echilibru

- Forma curbei de echilibru depinde de volatilitatea relativa a celor 2 componente;
- Intreaga curba se gaseste deasupra diagonalei patratului in care este trasata diagrama;
- Datele pentru trasarea diagramei se calculeaza pe baza legilor lui Raoult si Dalton.



Curbele de echilibru pentru  
diferite valori ale volatilității relative

# AMESTECURI REALE

## diagrame de echilibru

- o Amestecurile reale prezinta abateri de la legea lui Raoult;
- o Presiunile partiale nu mai variaza liniar cu compozitia fazei lichide;
- o Introducandu-se coeficientii de activitate,  $\gamma_A$ ;  $\gamma_B$ , se poate scrie leagea Raoult extinsa:

$$P_A = P_{A^0} \cdot x_A \cdot \gamma_A$$

$$P_B = P_{B^0} \cdot (1 - x_B) \cdot \gamma_B$$



# AMESTECURI REALE

## diagrame de echilibru

- o Daca  $\gamma_A > 1 \rightarrow (p_A)_{\text{real}} > (p_A)_{\text{ideal}}$
- o Abaterea de la idealitate este pozitiva si presiunea totala de vapori prezinta un **maxim** ( $P_{\text{max}}$ );
- o Temperatura de fierbere variaza dupa o curba cu un **minim**;
- o Valoarea minima a TF corespunde compozitiei pentru care presiunea de vapori este maxima.
- o Prima parte a liniei de echilibru este deasupra diagonalei, iar a doua parte sub diagonala;



# AMESTECURI REALE

## diagrame de echilibru

- o Daca  $\gamma_A < 1 \rightarrow (p_A)_{\text{real}} < (p_A)_{\text{ideal}}$
- o Abaterea de la idealitate este negativa si presiunea totala de vapori prezinta un **minim** ( $P_{\min}$ );
- o Temperatura de fierbere variaza dupa o curba cu un **maxim**;
- o Valoarea maxima a TF corespunde componzitiei pentru care presiunea de vapori este minima;
- o Prima parte a liniei de echilibru este sub diagonala, iar a doua parte deasupra diagonalei;



# AMESTECURI REALE

## diagrame de echilibru

o Amestecurile cu:

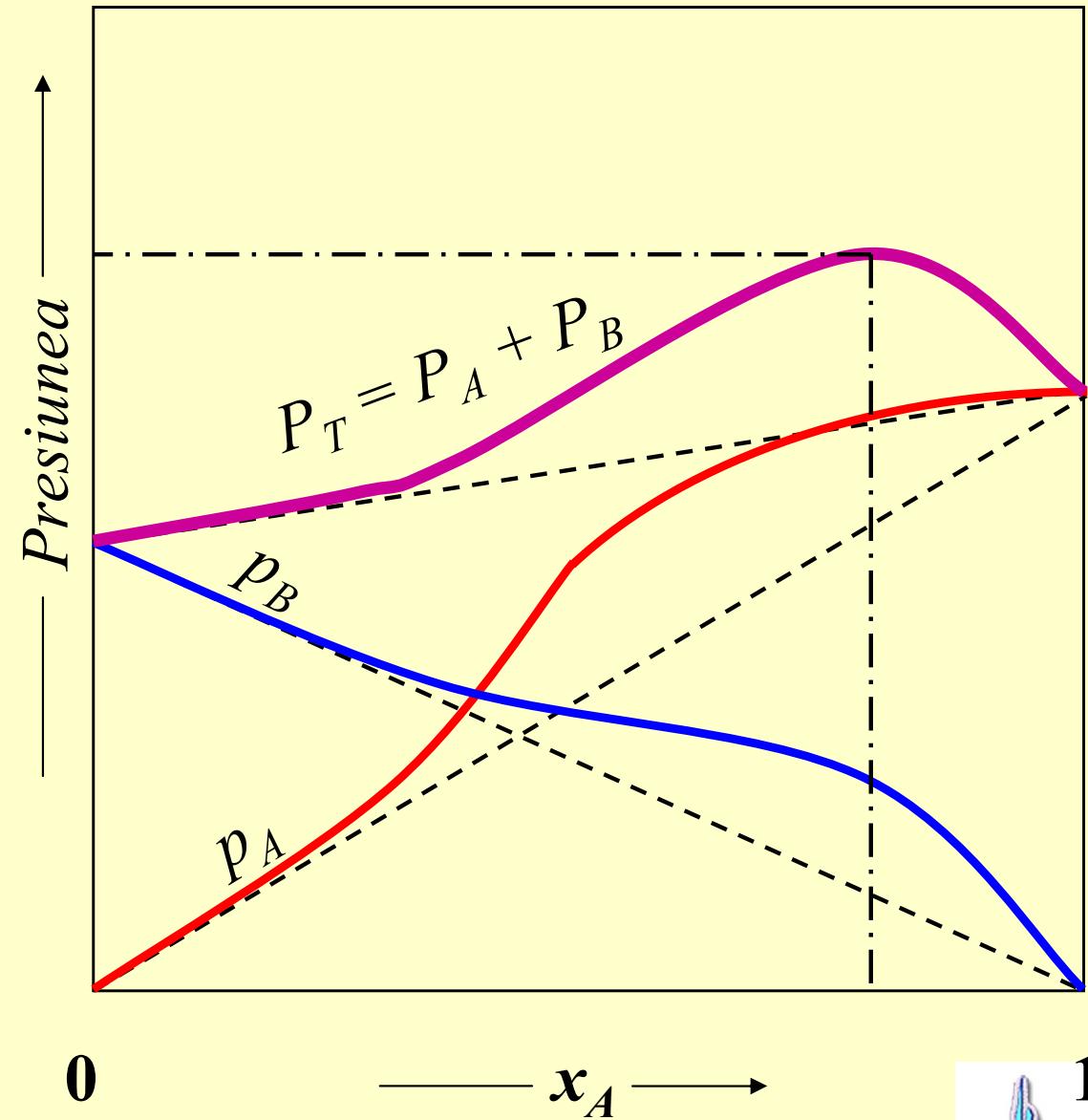
- $\gamma_A > 1 \rightarrow$  azeotrop pozitiv;
- $\gamma_A < 1 \rightarrow$  azeotrop negativ;

o Amestecurile azeotrope NU se pot separa prin distilare obisnuită.

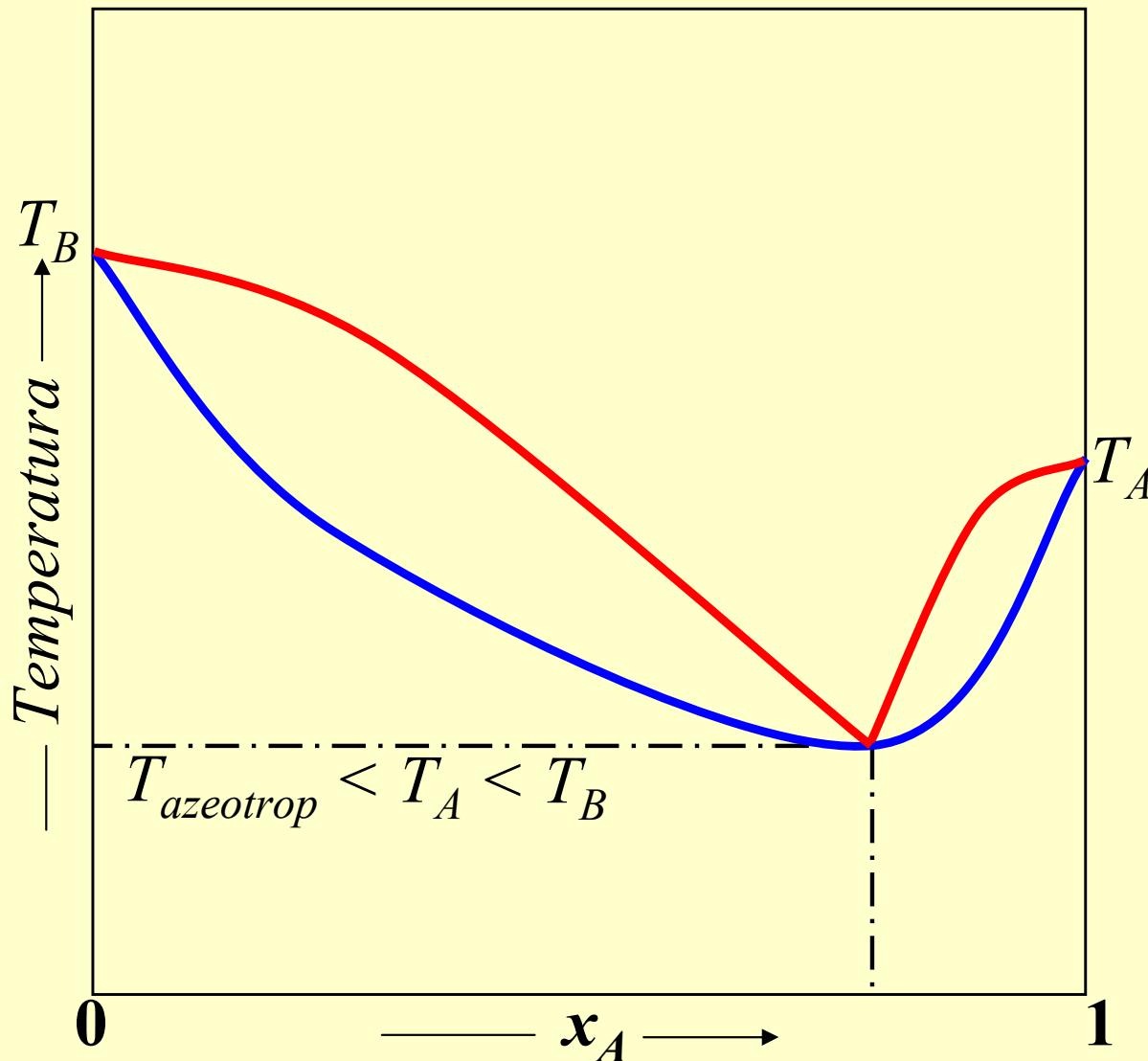


# AZEOTROP POZITIV izoterma de echilibru

$\gamma > 1$  ;  $T = \text{constant}$



# AZEOTROP POZITIV izobara de echilibru

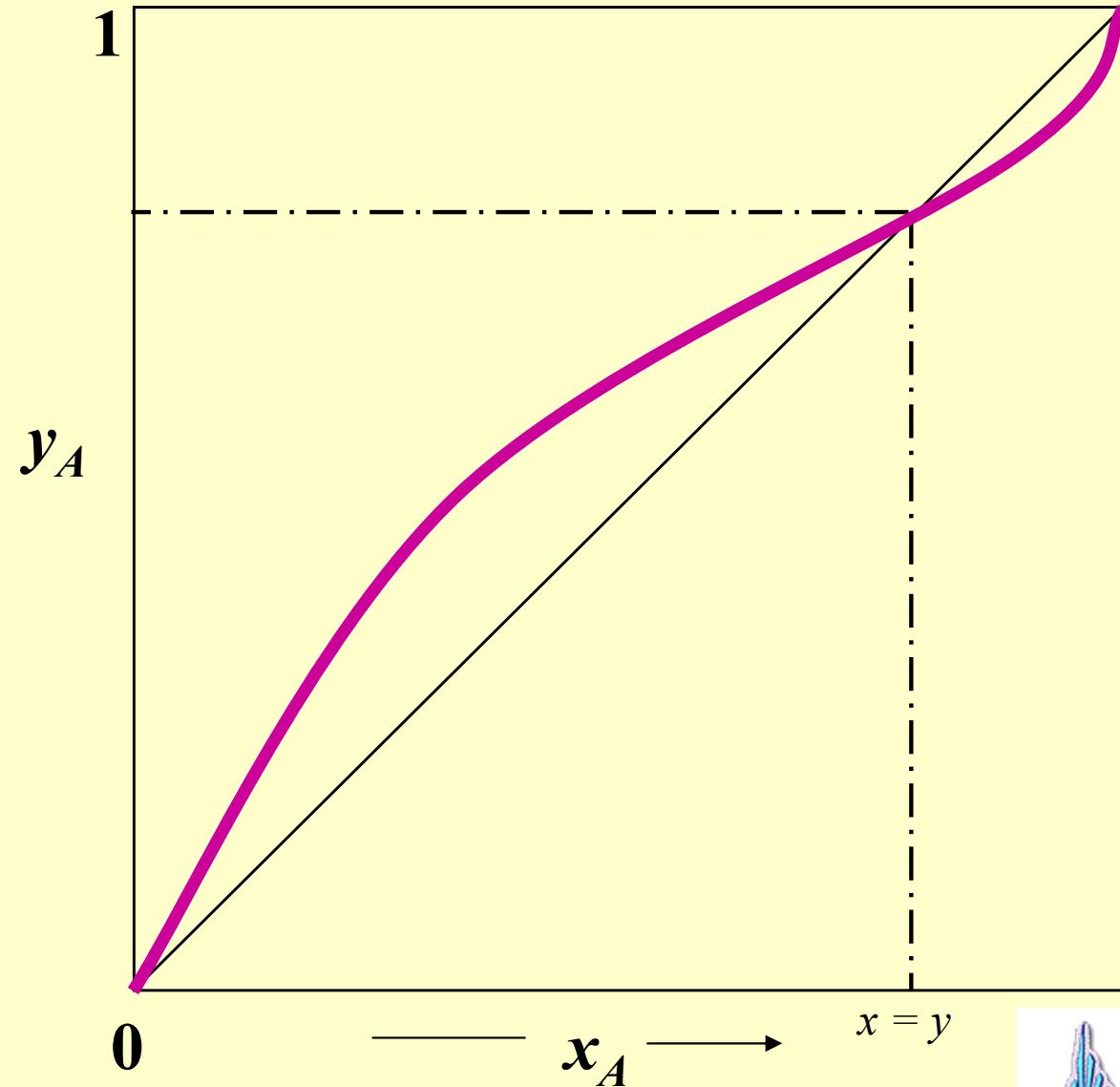


$\gamma > 1$  ;  $P = \text{constant}$



# AZEOTROP POZITIV linia de echilibru

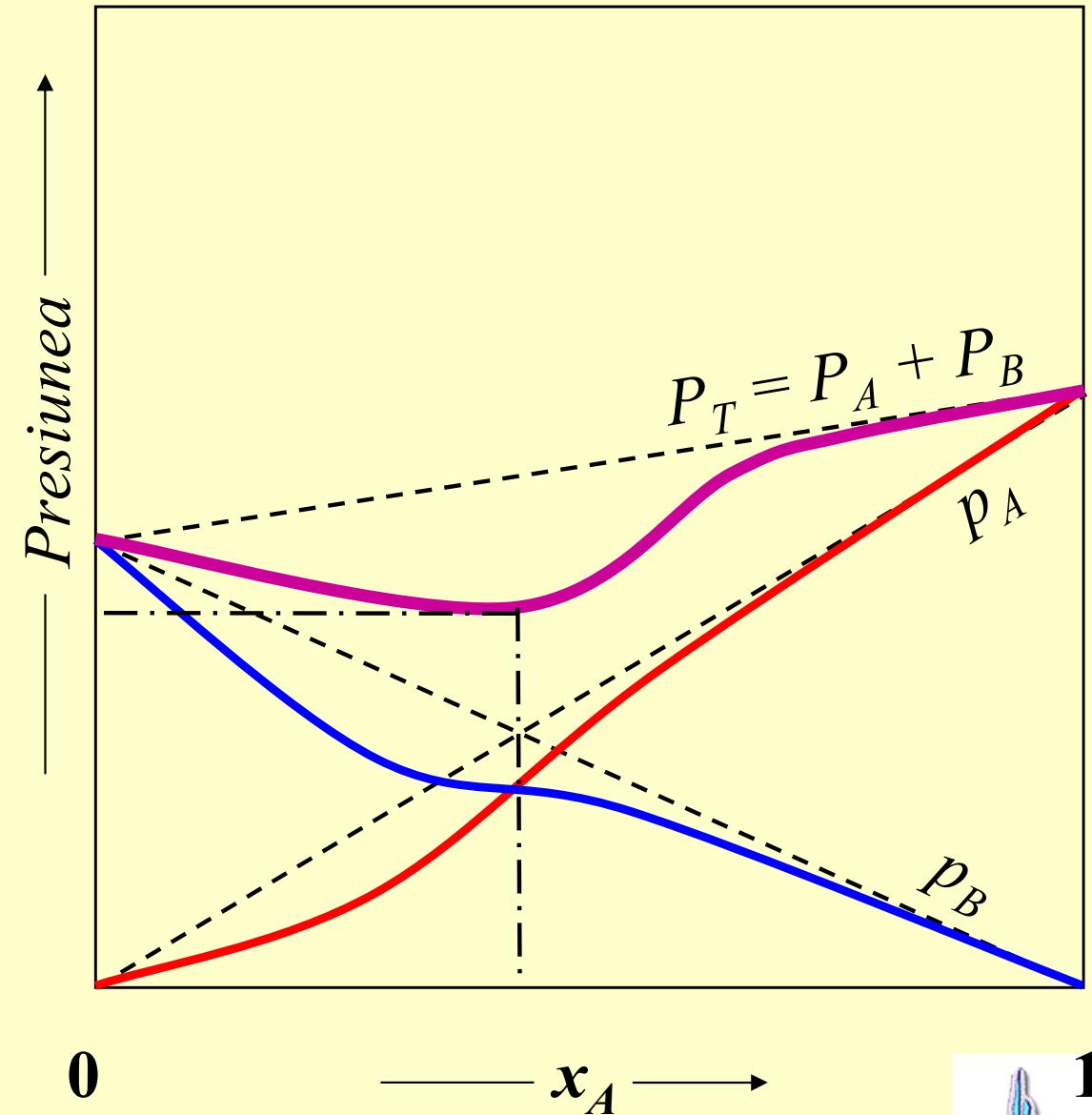
$\gamma > 1$  ;  $P, T = \text{constant}$



# AZEOTROP NEGATIV

## izoterma de echilibru

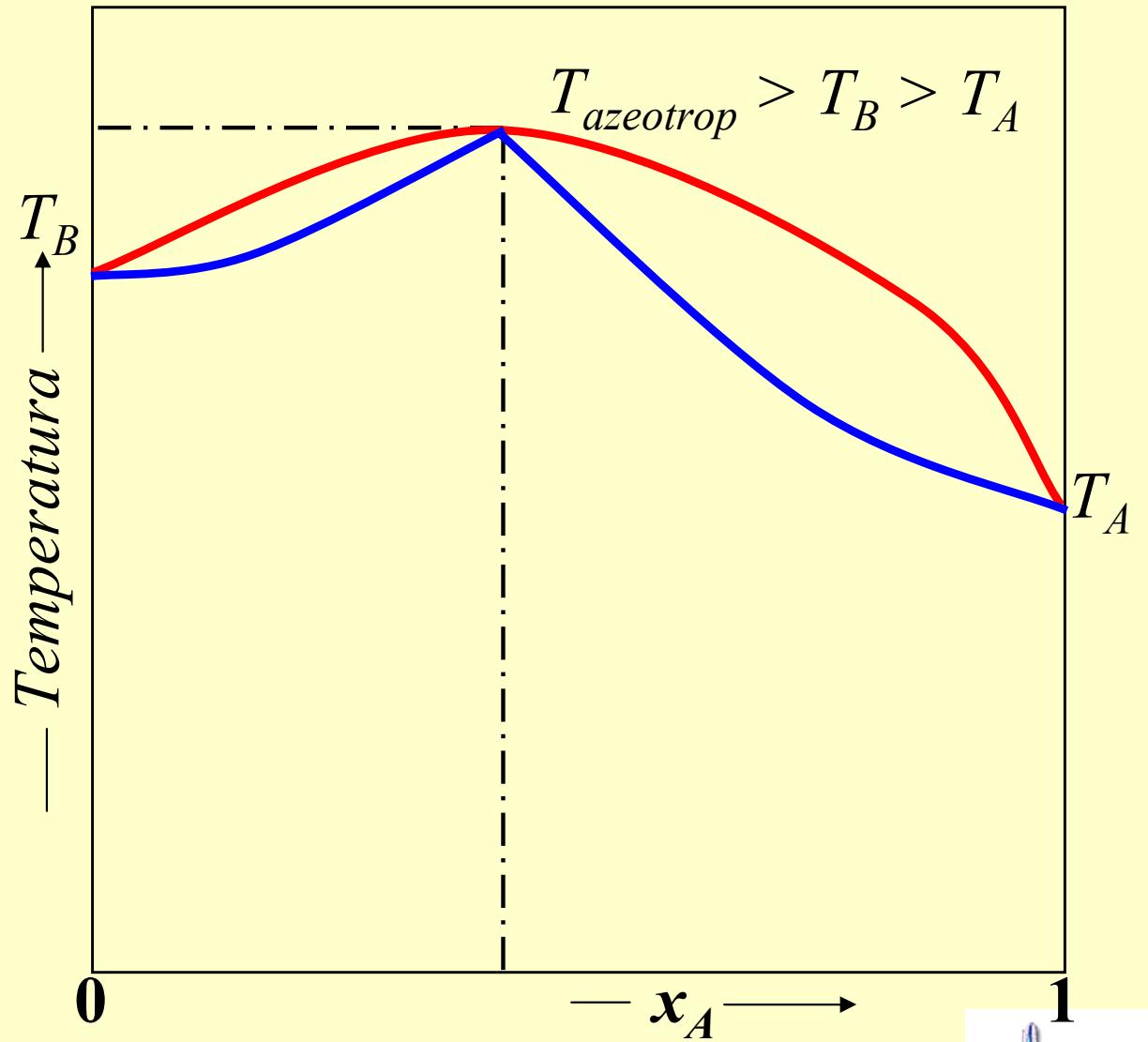
$\gamma < 1$  ;  $T = \text{constant}$



# AZEOTROP NEGATIV

## izobara de echilibru

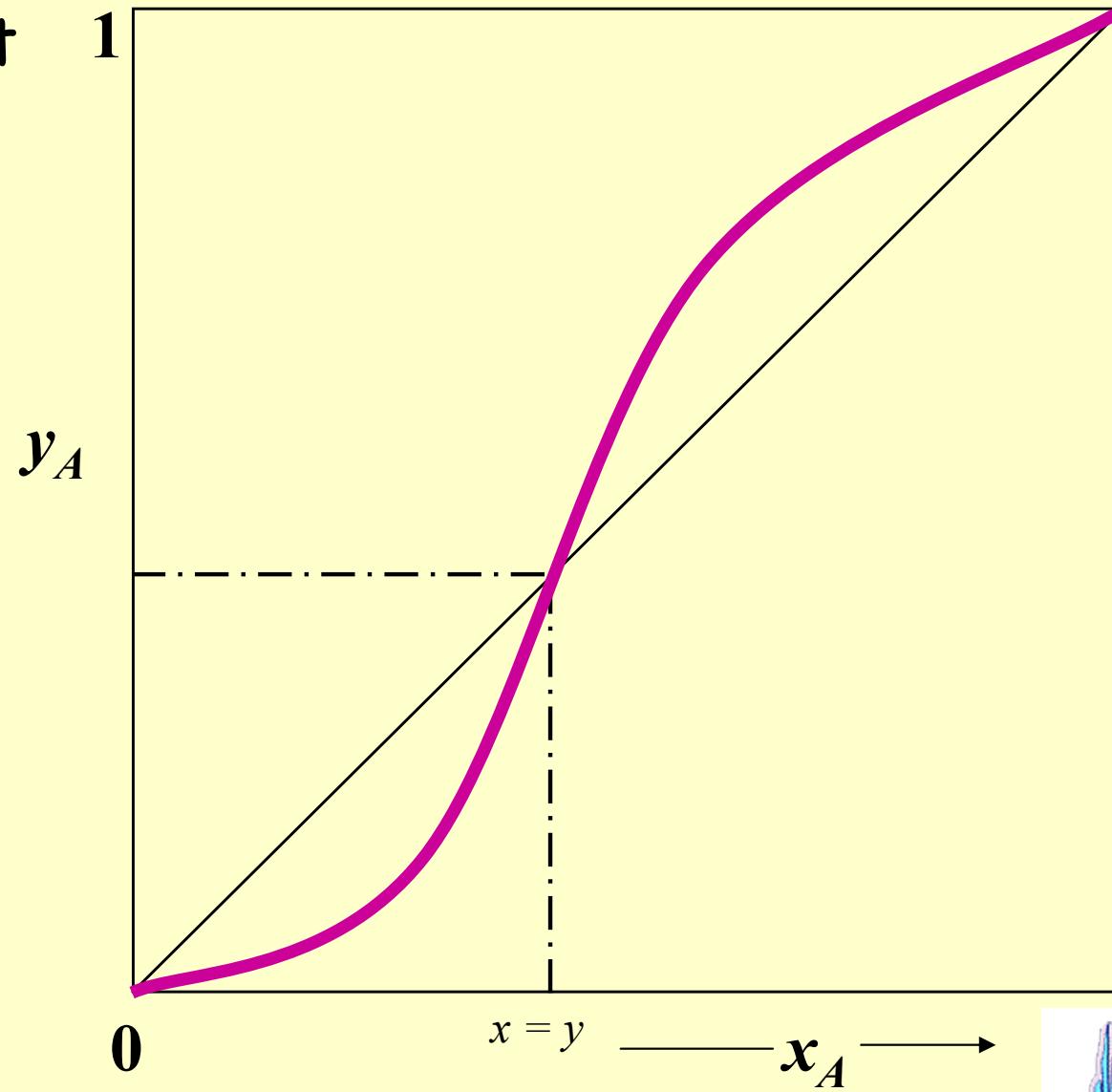
$\gamma < 1$  ;  $P = \text{constant}$



# AZEOTROP NEGATIV

## linia de echilibru

$\gamma < 1$  ;  $P, T = \text{constant}$



# AZEOTROP POZITIV

o Se cunosc cateva mii de astfel de amestecuri;

**Amestecuri azeotrope binare,  $p=1,013 \cdot 10^5$  Pa**

(în ordinea crescindă a punctului de fierbere al componentului volatil A)

Componentul A		Componentul B		Azeotropul	
Numele	Punctul de fierbere °C	Numele	Punctul de fierbere °C	Concen- trația molară % mol A	Punctul de fierbere °C

a. Amestecuri azeotrope pozitive (cu punct minim de fierbere)

i - Pentan	28,0	Alcool metilic Acid formic	64,7 100,7	91 94	24,5 27,2
Izopren	34,2	Eter etilic Alcool etilic	34,6 78,3	54 96	33,2 32,7
n - Pentan	36,2	Sulfură de carbon Alcool metilic Alcool etilic Acid formic	46,2 64,7 78,3 100,7	90 82 93 85	35,7 30,8 34,3 34,2

# AZEOTROP POZITIV

**Amestecuri azeotrope binare,  $p=1,013 \cdot 10^5$  Pa**

(in ordinea crescindă a punctului de fierbere al componentului volatil A)

Componentul A		Componentul B		Azeotropul	
Numele	Punctul de fierbere °C	Numele	Punctul de fierbere °C	Concen- trația molară % mol A	Punctul de fierbere °C
Acetonă	56,2	Alcool metilic	64,7	80	55,7
		n-Hexan	69,0	68	49,8
Acetat de metil	57,2	Alcool metilic	64,7	65	54,0
Cloroform	61,2	Alcool metilic	64,7	65	53,5
		n-Hexan	69,0	74	59,9
		Alcool etilic	78,3	84	59,3
Alcool metilic	64,7	n-Hexan	69,0	30	50,6
		Acetat de etil	77,2	68,5	62,3
		Benzen	80,2	61,4	53,84
		Ciclohexan	80,8	80,4	55,9
		n-Heptan	98,5	77	60,5
		Toluen	110,6	87	63,8
		n-Octan	125,8	90	63,0

# AZEOTROP POZITIV

Amestecuri azeotrope binare,  $p = 1,013 \cdot 10^5$  Pa

(în ordinea crescăndă a punctului de fierbere al componentului volatil A)

Componentul A		Componentul B		Azeotropul	
Numele	Punctul de fierbere °C	Numele	Punctul de fierbere °C	Concen- trația molară % mol A	Punctul de fierbere °C
n-Hexan	69,0	Alcool etilic Metiletilcetonă	78,3 79,6	66,8 59	58,68 64,2
Acetat de etil	77,2	Alcool etilic Ciclohexan Apă (eteroazeotrop)	78,3 80,8 100,0	54 53 70	71,8 72,8 70,4
Alcool etilic	78,3	Metiletilcetonă Benzen Ciclohexan <i>n</i> -Heptan Apă Toluen <i>n</i> -Octan	79,6 80,2 80,8 98,5 100,0 110,6 125,8	51 44,8 44 67,7 89,43 81 90	74,8 68,2 64,9 70,9 78,15 76,65 77

**Amestecuri azeotrope binare,  $p=1,013 \cdot 10^5$  Pa**  
**(în ordinea crescăndă a punctului de fierbere al componentului volatil A)**

Componentul A		Componentul B		Azeotropul	
Numele	Punctul de fierbere °C	Numele	Punctul de fierbere °C	Concen- trația molară % mol A	Punctul de fierbere °C
Metiletilcetonă	79,6	Benzen	80,2	64,4	78,4
		n-Heptan	98,5	76	77
		Apă	100,0	67	73,45
Benzen	80,2	Ciclohexan	80,8	57	77,5
		Alcool izopropilic	82,4	60,7	71,92
		Apa (eteroazeotrop)	100,0	70,40	69,25
		Acid acetic	118,5	97,5	80,05
Ciclohexan	80,8	Acid formic	100,7	56	70,7
		Acid acetic	118,5	97	79,7
Alcool izopropilic	82,4	Apă	100,0	68,54	80,37
Alcool n-propilic	97,2	Apă	100,0	43,17	87,72
		Toluen	110,6	62,8	92,6

# AZEOTROP POZITIV

**Amestecuri azeotrope binare,  $p=1,013 \cdot 10^5$  Pa**

(în ordinea crescăndă a punctului de fierbere al componentului volatil A)

Componentul A		Componentul B		Azeotropul	
Numele	Punctul de fierbere °C	Numele	Punctul de fierbere °C	Concen- trația molară % mol A	Punctul de fierbere °C
Apă	100,0	Alcool izobutilic	107,9	67,14	89,92
		Toluen (eteroazeotrop)	110,6	55,5	84,10
		Alcool <i>n</i> -butilic	116,0	71,6	92,25
Acid formic	100,7	Toluen	110,6	67	85,8
		<i>n</i> -Octan	125,8	91	90,5
		Etilbenzen	136,1	83	94,0
Toluen	110,6	Acid acetic	118,5	55,8	104,95
Acid acetic	118,5	<i>n</i> -Octan	125,8	68	105,5
		Etilbenzen	136,1	77	114,7
		<i>p</i> -Xilen	138,3	82	115,1
		<i>m</i> -Xilen	139,0	82,3	115,4
		<i>o</i> -Xilen	143,6	85	116,0

# AZEOTROP POZITIV

**Amestecuri azeotrope binare,  $p=1,013 \cdot 10^5$  Pa**

(în ordinea crescăndă a punctului de fierbere al componentului volatil A)

Componentul A		Componentul B		Azeotropul	
Numele	Punctul de fierbere °C	Numele	Punctul de fierbere °C	Concen- trația molară % mol A	Punctul de fierbere °C
p-Xilen	138,3	Furfurol	161,5	94	138,0
m-Xilen	139,0	Furfurol	161,5	87	138,4
o-Xilen	143,6	Furfurol	161,5	86	140,6
Stiren	146	Furfurol	161,5	84	141,0



# AZEOTROP NEGATIV

Componentul A		Componentul B		Azeotropul	
Numele	Punctul de fierbere °C	Numele	Punctul de fierbere °C	Concen- trația molară % mol A	Punctul de fierbere °C

*Amestecuri azeotrope negative (cu punct maxim de fierbere)*

Acid clorhidric	-84,9	Apă	100,0	11,2	110
Acetonă	56,2	Cloroform	61,2	34,5	64,5
Acid azotic	86	Apă	100,0	37,8	120,5
Apă	100,0	Acid formic	100,7	43	107,1
Acid formic	100,7	Dietilacetonă Metilpropilcetonă	101,7 102	48 47	105,4 105,3

# AZEOTROP TERNAR

Amestecuri azeotrope ternare,  $p=1,013 \cdot 10^5$  Pa

Componentul A		Componentul B		Componentul C		Azeotrop
Numele	% mol	Numele	% mol	Numele	% mol	Punct de fierbere
Apă	19,4	Tetraclorură de carbon	57,6	Etanol <sup>1</sup>	23,0	61,8
Apă	27,5	Etanol	12,4	Acetat de etil	60,1	70,3
Apă	23,3	Etanol	22,8	Benzen	53,9	64,86
Apă	28,3	Alcool alilic	9,5	Benzen	62,2	68,3
Apă	28,3	Alcool <i>n</i> -propilic	8,9	Benzen	62,8	68,48
Apă	20,4	Tricloretilenă	38,4	Etanol <sup>1</sup>	41,2	67,25
Formiat de metil	44,6	Eter etilic	7,2	<i>n</i> -Pentan	48,2	20,4

<sup>1</sup> Sisteme parțial miscibile (eteroazeotropi)



# SISTEME NEMISCIBILE

- o In practica nu exista lichide complet nemiscibile, ci cu solubilitate reciproca diferita;
- o Daca solubilitatea reciproca este foarte mica, amestecul poate fi considerat practic nemiscibil:
  - Benzen - apa
  - Sulfura de carbon - apa
- o Amestecurile nemiscibile sunt formate din 3 faze: 2 faze lichide si o faza de vapori.



# SISTEME NEMISCIBILE

- o Conform legii fazelor (Gibbs):

$$F + L = C + 2 \rightarrow L = 1$$

- o Fiecare dintre componenti emite vaporii ca si cum s-ar afla in absenta celui de-al doilea component:

$$P_A = P_A; \quad P_B = P_B; \quad p = P_A + P_B$$

- o Amestecul fierbe cand presiunea totala  $p$  egaleaza presiunea de lucru din aparatul in care afla sistemul.



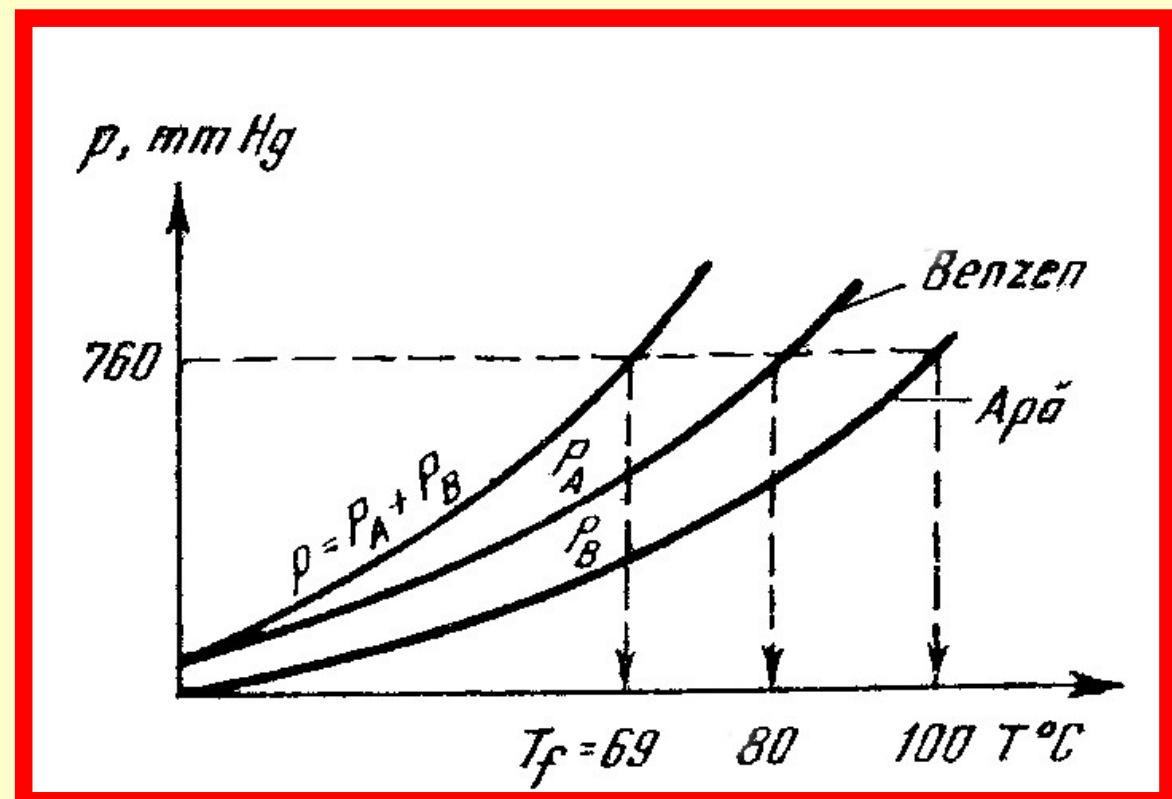
# SISTEME NEMISCIBILE

- o TF sistem < TF component usor volatil - din acest motiv sistemele nemiscibile se mai numesc si **amestecuri azeotrope eterogene sau heteroazeotropi**;
- o Ca o consecinta, un lichid cu TF ridicata poate fi separat la temp. mai mici daca se amesteca cu un lichid nemiscibil avand TF scazuta;

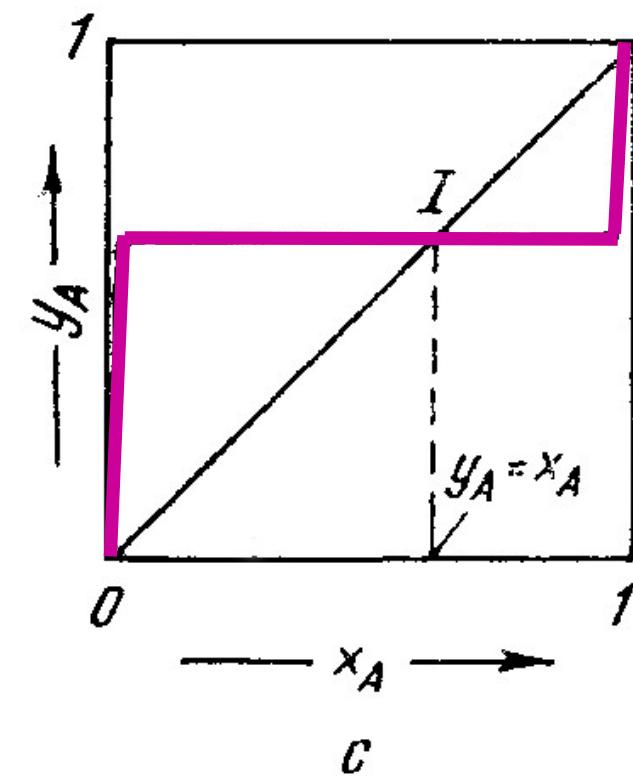
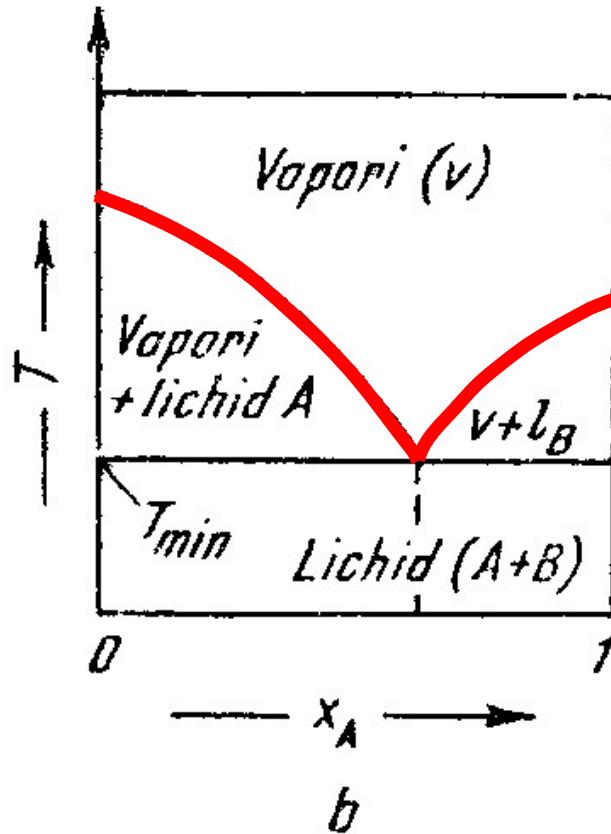
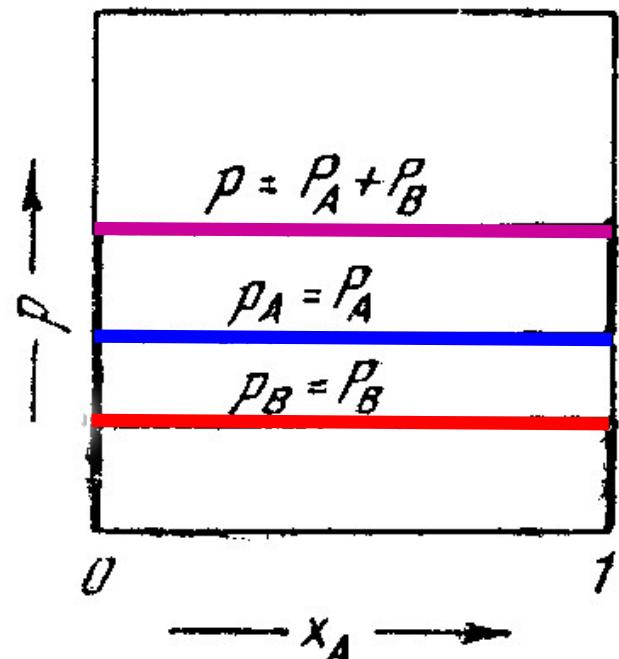


# SISTEME NEMISCIBILE

- o Pe toata durata fierberii, temperatura si componititia vaporilor raman constante, pana cand, din cauza vaporizarii, unul din componenti dispare din faza lichida;
- o In acest moment temp. creste brusc pana la TF a substantei pure ramase in faza lichida.



# SISTEME NEMISCIBILE



Izoterma (a), izobara (b) și curba de echilibru (c) la sistemele binare nemiscibile.



# **SISTEME PARTIAL MISCIBILE**

- o Sunt acele amestecuri bicomponente care pe un anumit domeniu al concentratiilor formeaza solutii omogene, iar in rest amestecuri eterogene;
- o Pe intervalele de solubilitate se comporta ca si lichidele total miscibile (ideale sau reale);
- o Pe intervalul de insolubilitate se comporta ca un amestec total nemiscibil.



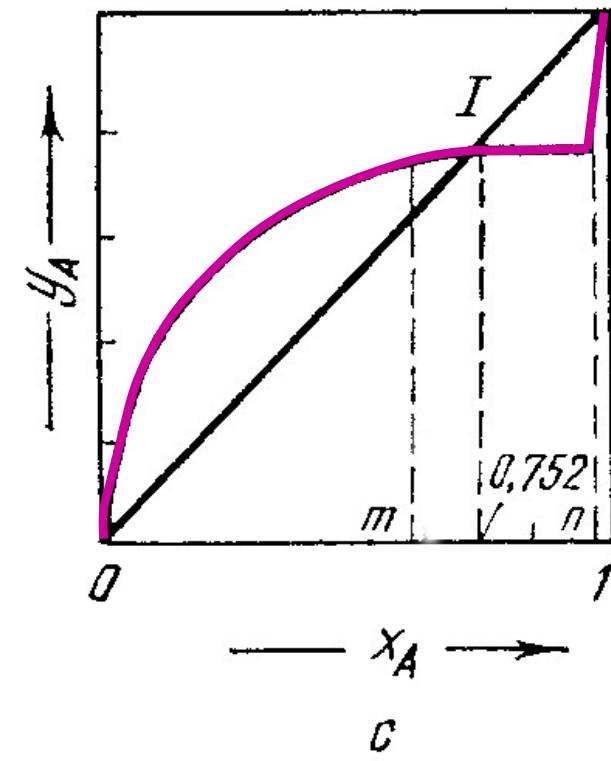
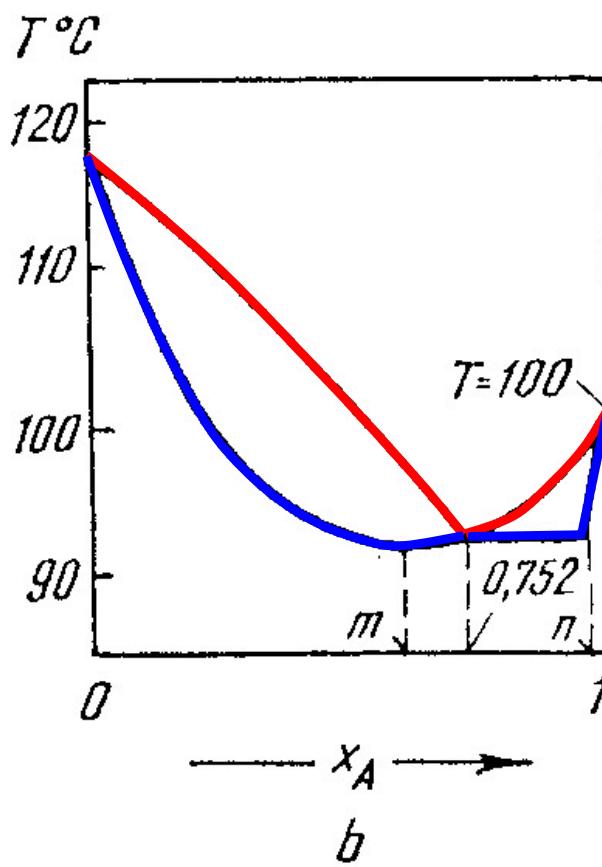
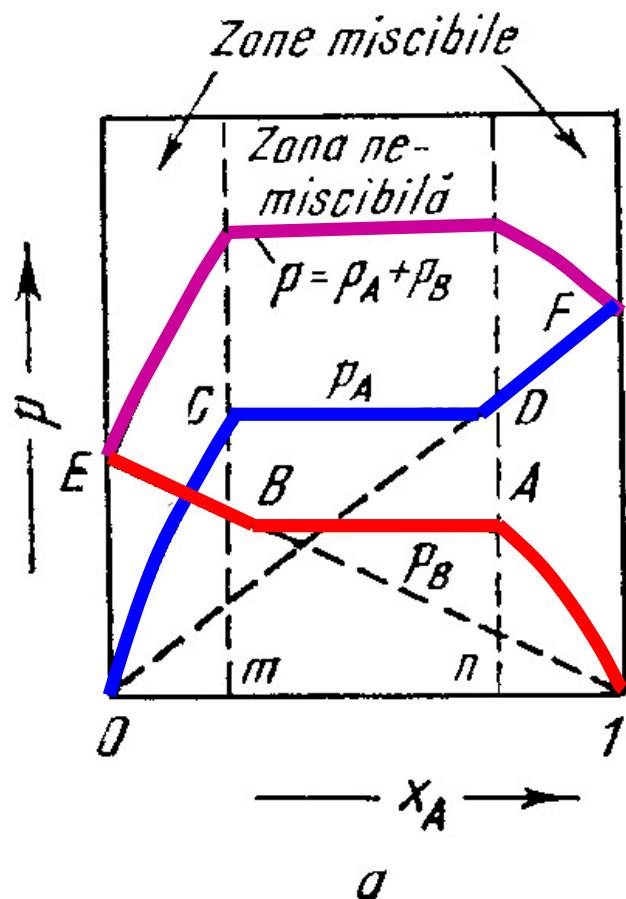
# SISTEME PARTIAL MISCIBILE

o Exemple:

- Butanol - apa;
- Eter etilic - apa;
- Fenol - apa;
- Acetat de butil - apa;
- Furfurol - apa.



# SISTEME PARTIAL MISCIBILE



Diagrame pentru sisteme parțial miscibile:

a — izoterma; b — izobara și c — curba de echilibru, pentru sistemul alcool butilic-apă



# Metode de separare prin distilare

- o Functie de gradul de separare a componentilor amestecului initial, de debitele de operare, de destinatia fractiilor separate:
  - Distilare simpla (diferentiala);
  - Distilare extractiva;
  - Antrenare cu vapori;
  - Distilare moleculara;
  - Rectificare.



# DISTILAREA SIMPLA

- o Da rezultate bune numai la separarea amestecurilor formate din lichide cu puncte de fierbere departate, care nu formeaza azeotropi.
- o Operatia consta in fierberea amestecului de separat, indepartarea vaporilor - pe masura ce acestia se formeaza - din spatiul de fierbere, urmata de condensarea lor intr-un condensator exterior.
- o **CONDENSATUL = DISTILAT** (fractiunea usoara)
- o **LICHIDUL DIN BLAZ = REZIDUU** (fractiunea grea)

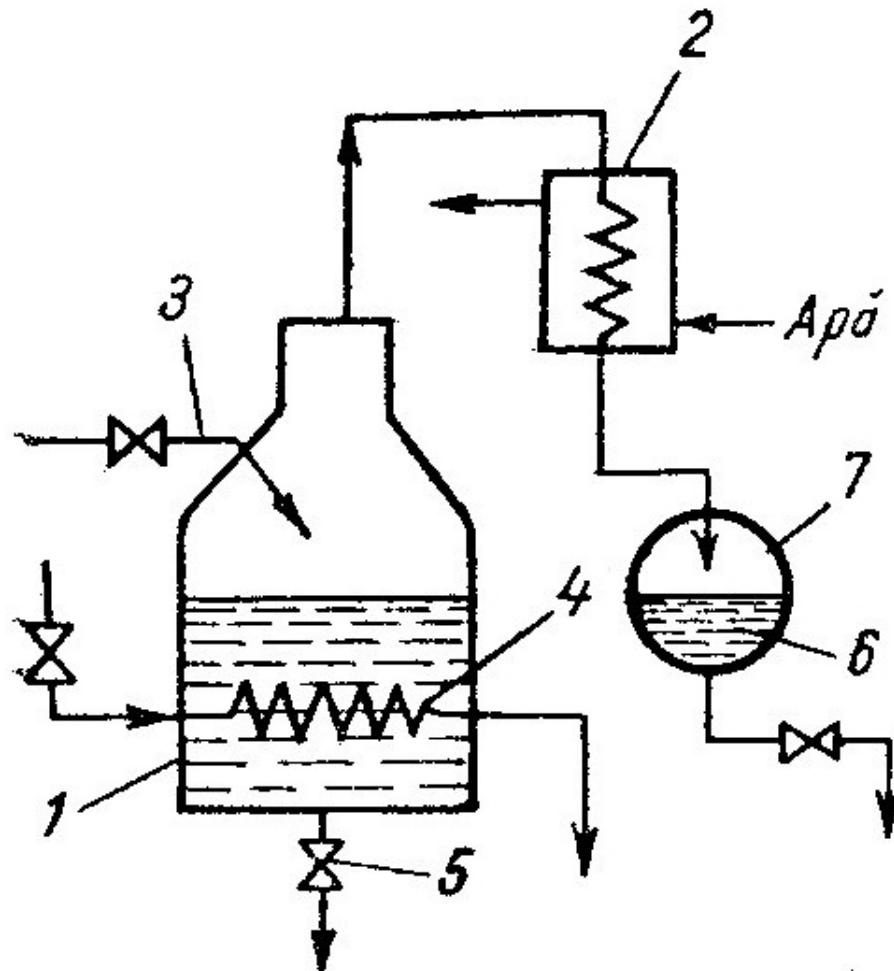


# DISTILAREA SIMPLA

- o Daca in timpul distilarii se colecteaza mai multe fractiuni de distilat, operatia poarta denumirea de **DISTILARE FRACTIONATA**
  - Primele fractiuni, bogate in component usor volatil = **frunți de distilare**;
  - Ultimele fractiuni, sarace in component usor volatil = **cozi de distilare**;



# DISTILAREA SIMPLA – fara deflegmator



1. Blaza de distilare;
2. Condensator;
3. Alimentare amestec;
4. Sistem de incalzire  
(manta, serpentina,  
fascicul tubular);
5. Evacuare reziduu;
6. Evacuare distilat;
7. Colector distilat;
8. Reflux;
9. Deflegmator  
(condensator de  
reflux);

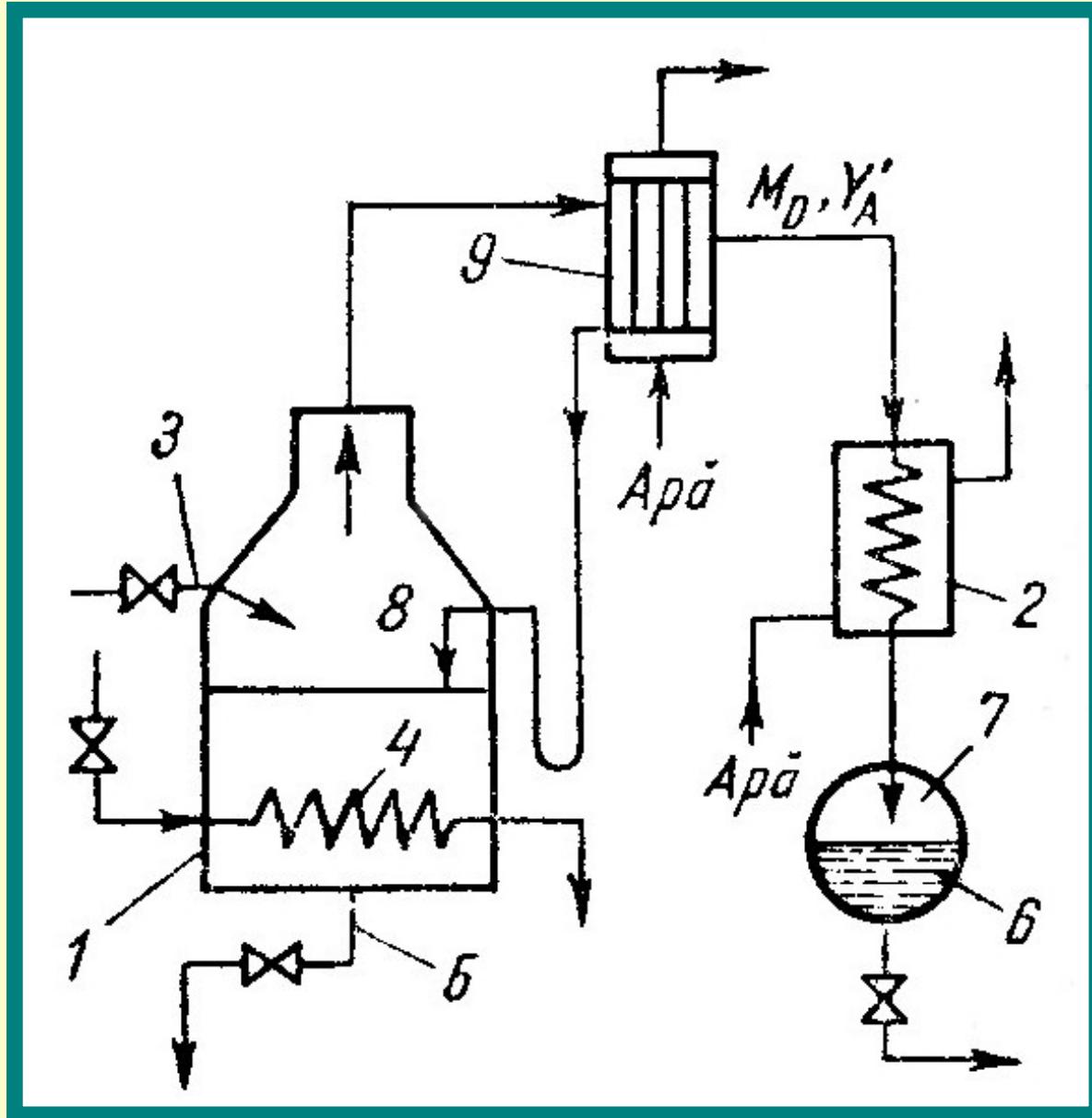


# **DISTILAREA SIMPLA**

- o Gradul de separare se imbunatateste daca o parte din DISTILAT se reintroduce in blaza de distilare sub forma de REFLUX.
- o Cu cat cantitatea refluxata este mai mare, cu atat distilatul este mai bogat in component usor volatil.
- o Refluxul se introduce prin intermediul unui DEFLEGMATOR (condensator de reflux);
  - EXTERIOR BLAZEI;
  - DEASUPRA BLAZEI (INTERIOR).



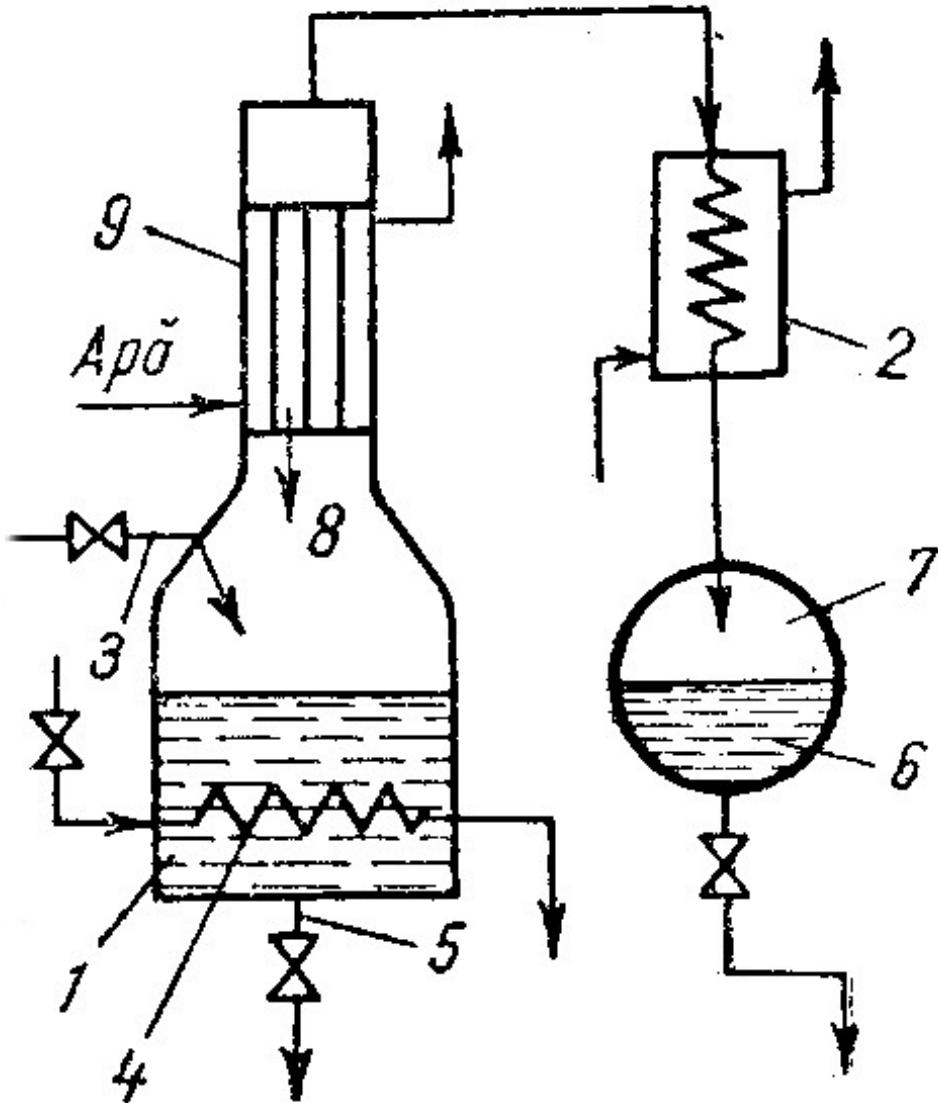
# DISTILAREA SIMPLA – cu deflegmator exterior



1. Blaza de distilare;
2. Condensator;
3. Alimentare amestec;
4. Sistem de incalzire (manta, serpentina, fascicul tubular);
5. Evacuare reziduu;
6. Evacuare distilat;
7. Colector distilat;
8. Reflux;
9. Deflegmator (condensator de reflux);



# DISTILAREA SIMPLA – cu deflegmator interior



1. Blaza de distilare;
2. Condensator;
3. Alimentare amestec;
4. Sistem de incalzire  
(manta, serpentina,  
fascicul tubular);
5. Evacuare reziduu;
6. Evacuare distilat;
7. Colector distilat;
8. Reflux;
9. Deflegmator  
(condensator de  
reflux);



# DISTILAREA SIMPLA

- o Vaporii formati sunt in echilibru cu lichidul din care provin numai atata timp cat ei se gasesc in fierbator;
- o In ansamblu, vaporii formati nu se afla in echilibru cu lichidul ramas in blaz;
- o Datorita acestui fapt ecuatia de bilant de materiale se intocmeste pentru un interval de timp  $dt$ , cand se transforma in vapori  $dL$  moli de lichid cu concentratia " $x$ " in echilibru cu vaporii de concentratie " $y$ ".



# DISTILAREA SIMPLA

- o "L" cantitatea de lichid in fierbere aflata in fierbator intr-un moment oarecare;
- o Lichidul are componetia " $x$ " in component volatil, iar vaporii in echilibru cu lichidul au componetia " $y$ ";
- o Dupa ce se evapora cantitatea de lichid  $dL$ , concentratia lichidului devine ( $x - dx$ ) iar a vaporilor ( $y - dy$ );
- o Bilantul componentului volatil:

$$dx = (L - dL) \cdot (x - dx) + dL \cdot (y - dy)$$



# DISTILAREA SIMPLA

- o Prin dezvoltare si neglijarea diferențialelor de ordin 2, după separarea variabilelor rezulta:

$$\frac{dL}{L} = \frac{dx}{y - x}$$

- o Ecuatia descrie relatiile dintre concentrațiile celor 2 fractiuni la momentul "t" al operarii:

$$\int_{L_0}^{L_F} \frac{dL}{L} = \int_{x_0}^{x_F} \frac{dx}{y - x} \Leftrightarrow \ln \frac{L_0}{L_F} = \int_{x_0}^{x_F} \frac{dx}{y - x}$$



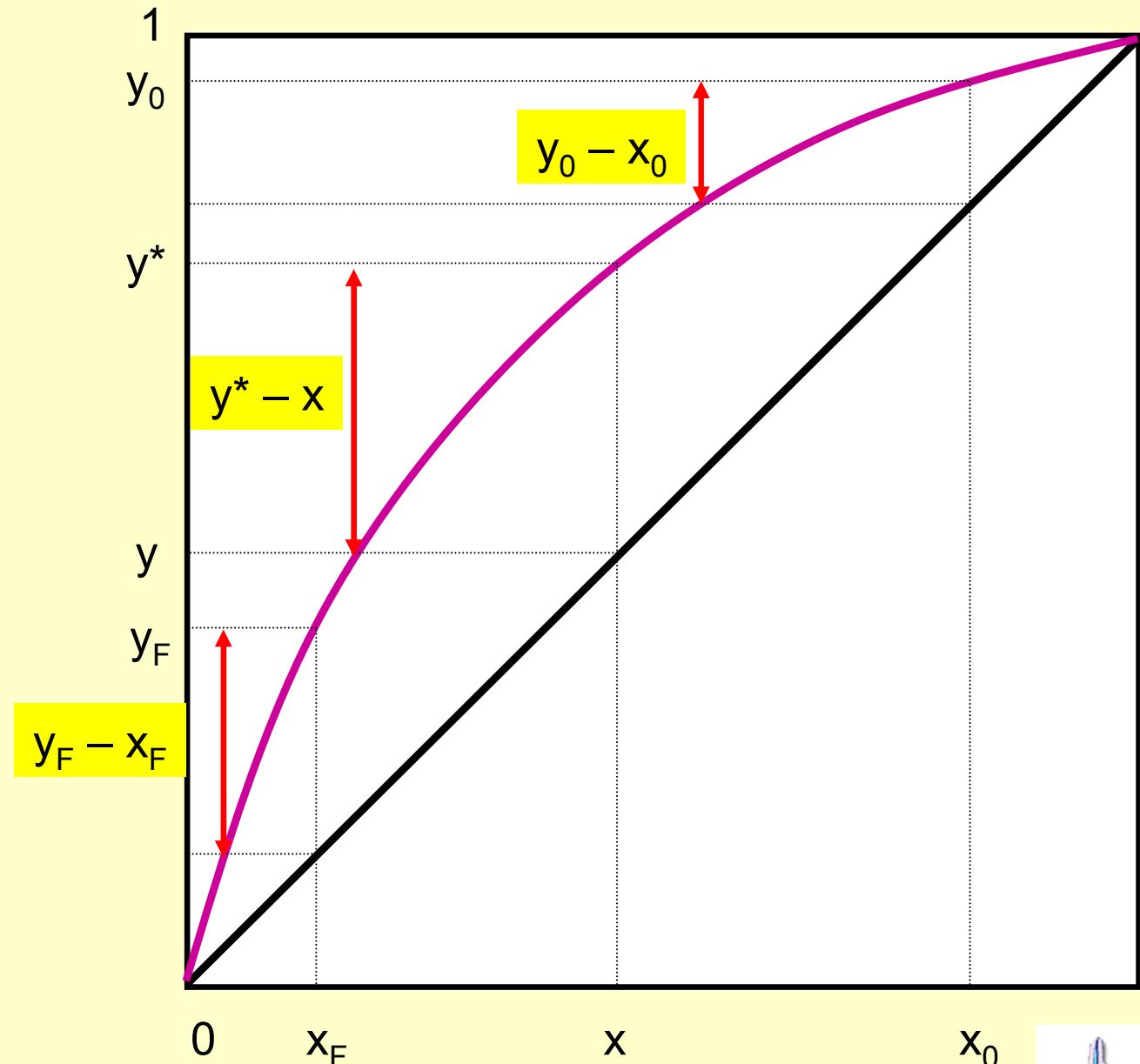
# DISTILAREA SIMPLA

- o Rezolvarea ultimei ecuatii permite fie:
  - Determinarea componetiei unei fractiuni cunoscand componetia celeilalte fractiuni si cantitatea de distilat (reziduu);
  - Determinarea cantitatii finale de reziduu, cand se cunosc concentratiile fractiilor care se obtin;
- o Integrala se poate rezolva **grafic**, **analitic** sau **numeric**, functie de modul in care se exprima relatia de echilibru  **$y = f(x)$** .



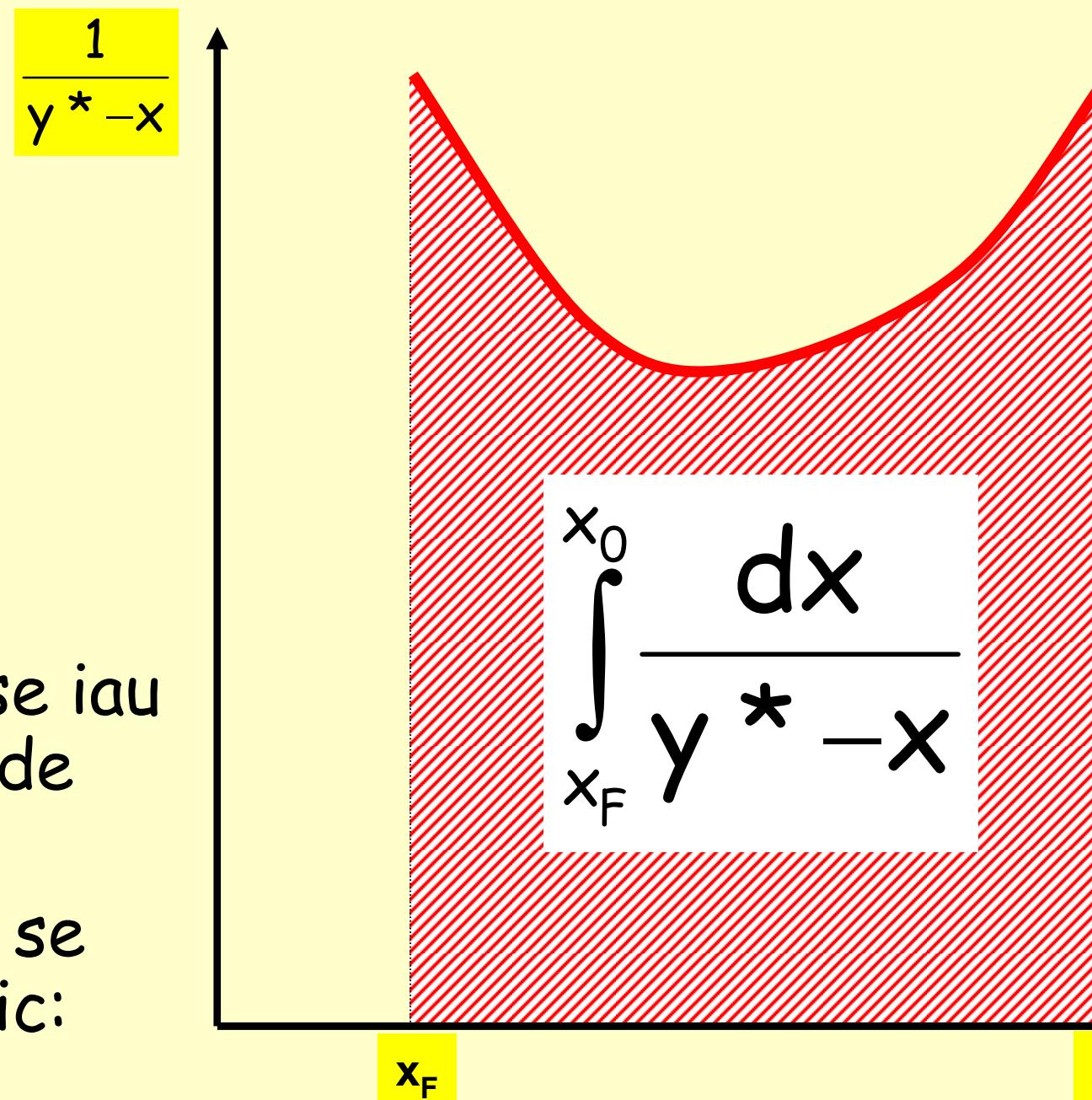
# DISTILAREA SIMPLA

Daca  
 $y = f(x)$   
se cunoaste  
sub forma  
curbei de  
echilibru:



# DISTILAREA SIMPLA

Perechile de valori "y-x" se iau de pe curba de echilibru, iar integrala se rezolva grafic:



# **DISTILAREA SIMPLA CONTINUA**

- o Daca vaporii rezultati prin fierberea amestecului nu sunt evacuati pe masura ce se formeaza, ci sunt mentinuti in contact cu lichidul din care au provenit, sistemul L - V se gaseste tot timpul in echilibru.
- o Operatia se realizeaza in regim continuu, stationar, numindu-se
  - **Distilare in echilibru;**
  - **Distilare integrala;**
  - **Distilare flash.**



# DISTILAREA SIMPLA CONTINUA

- o Daca distilarea simpla se realizeaza continuu, iar sistemul L - V se gaseste in conditii de echilibru se poate scrie:
- o Bilantul total de materiale:

$$F = D + W$$

- o Bilantul componentului volatil:

$$x_F \cdot F = y_D \cdot D + x_W \cdot W$$

- o De unde se obtine:

$$\frac{D}{F} = \frac{x_F - x_W}{y_D - x_W}$$

F – debitul de alimentare;  
D – debitul de distilat;  
W – debitul de reziduu.



# DISTILAREA SIMPLA CONTINUA

- o Daca se considera debitul de alimentare:

$$F = 1 \text{ mol},$$

$$D = \frac{x_F - x_w}{y_D - x_w}$$

- o Ecuatia care contine necunoscutele  $x_w$  si  $y_D$  se rezolva punand conditia de echilibru intre x si y;
- o Aceasta conditie este data, de ex., in diagrama de echilibru;
- o Solutia se obtine prin incercari successive.



# ANTRENAREA CU VAPORI

- o Amestecurile practic nemiscibile se separa prin antrenare:
  - Cu vapori de apa;
  - Cu un gaz care nu reacționează cu componentii amestecului;
- o Utilizarea aburului are avantajul:
  - Creșterii vitezei de distilare;
  - Scaderii temperaturii de fierbere a amestecului.
- o Dacă gazul (aburul) barbotează printr-o coloană de lichid suficient de înaltă, contactul G - L fiind intim, amestecul G - V care parasește lichidul va fi în echilibru cu acesta și gazul (aburul) va fi saturat în compozitori volatili.



# ANTRENAREA CU VAPORI

- o In industria alimentara antrenarea cu vapori se practica pentru:
  - Marirea vitezei si reducerea temperaturii de distilare;
  - Evitarea unor fenomene de descompunere:
    - Recuperarea dizolvantului din miscela;
    - Dezodorizarea uleiului in faza de rafinare;
  - Antrenarea anumitor componenti volatili care prin aceasta metoda distila la temperaturi inferioare temperaturii aburului.



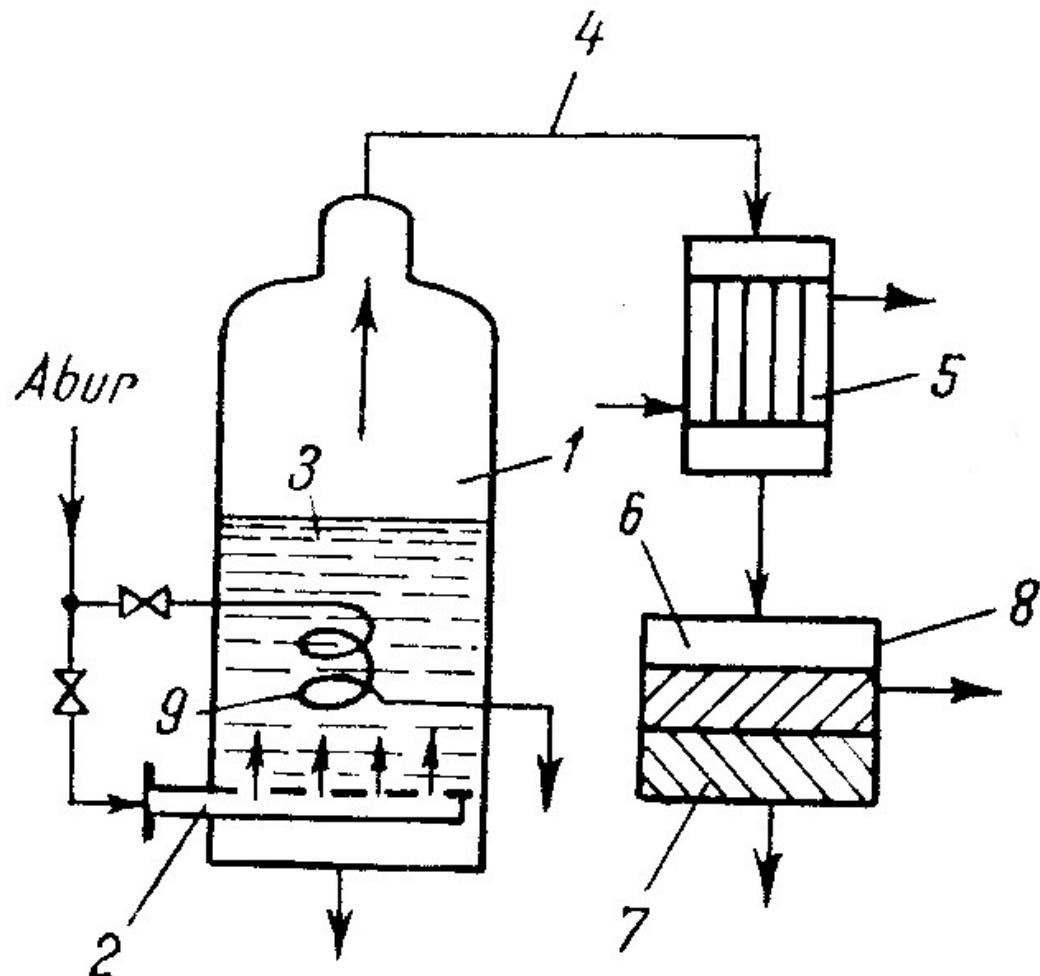
# ANTRENAREA CU VAPORI

## o APLICATII:

- Separarea micilor cantitati de substante volatile din cantitati mari de produs in ansamblu nevolatil;
- Separarea constituentilor nemiscibili cu punct de fierbere ridicat;
- Cand produsul este instabil la temperaturi ridicate sau se asociaza cu alti componenti;
- Cand se poate utiliza incalzirea cu contact direct pentru evitarea anumitor pericole de denaturare.



# ANTRENAREA CU VAPORI

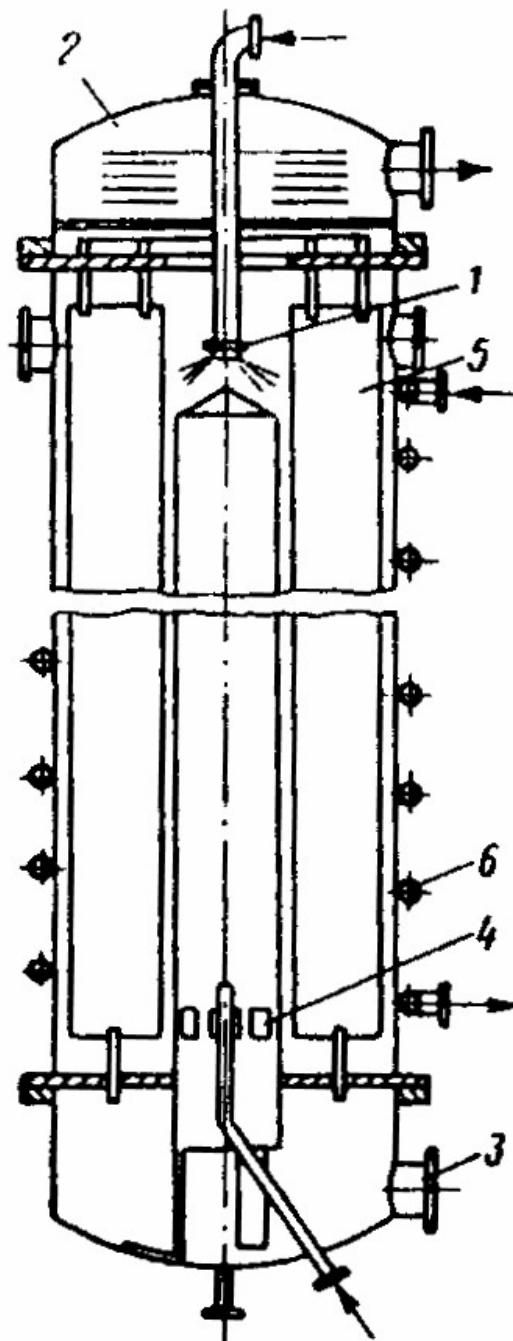


Schema de principiu a unei instalații de antrenare cu vapori și încălzirea lichidului cu serpentină

1. Distilator;
2. Barbotor;
3. Amestec supus distilarii;
4. Conductă;
5. Condensator;
6. Faza lichida usoara;
7. Faza lichida grea;
8. Decantor.



# ANTRENAREA CU VAPORI



**Aparat continuu  
pentru antrenare cu vapori  
a benzinei din miscelă:**

**1 – sistem de pulverizare;  
2 – prinziator de picături;  
3 – ochi de observație; 4 – fan-  
te pentru distribuirea aburu-  
lui; 5 – plăci verticale pentru  
formarea peliculei; 6 – ser-  
pentină pentru încălzire exte-  
rioară**



# DISTILAREA MOLECULARA

- o Se utilizeaza pt. separarea subst. care nu suporta temp. ridicate si au o masa moleculara mare ( $\sim 10^3$ );
- o Se realizeaza la vid ( $10^{-2} \div 10^{-4}$  mm Hg), cand drumul liber mediu al moleculelor depaseste distanta dintre suprafata calda de vaporizare si cea rece de condensare.
- o D.p.d.v. al structurii operatiilor, este o distilare simpla care se desfasoara la vid inaintat.



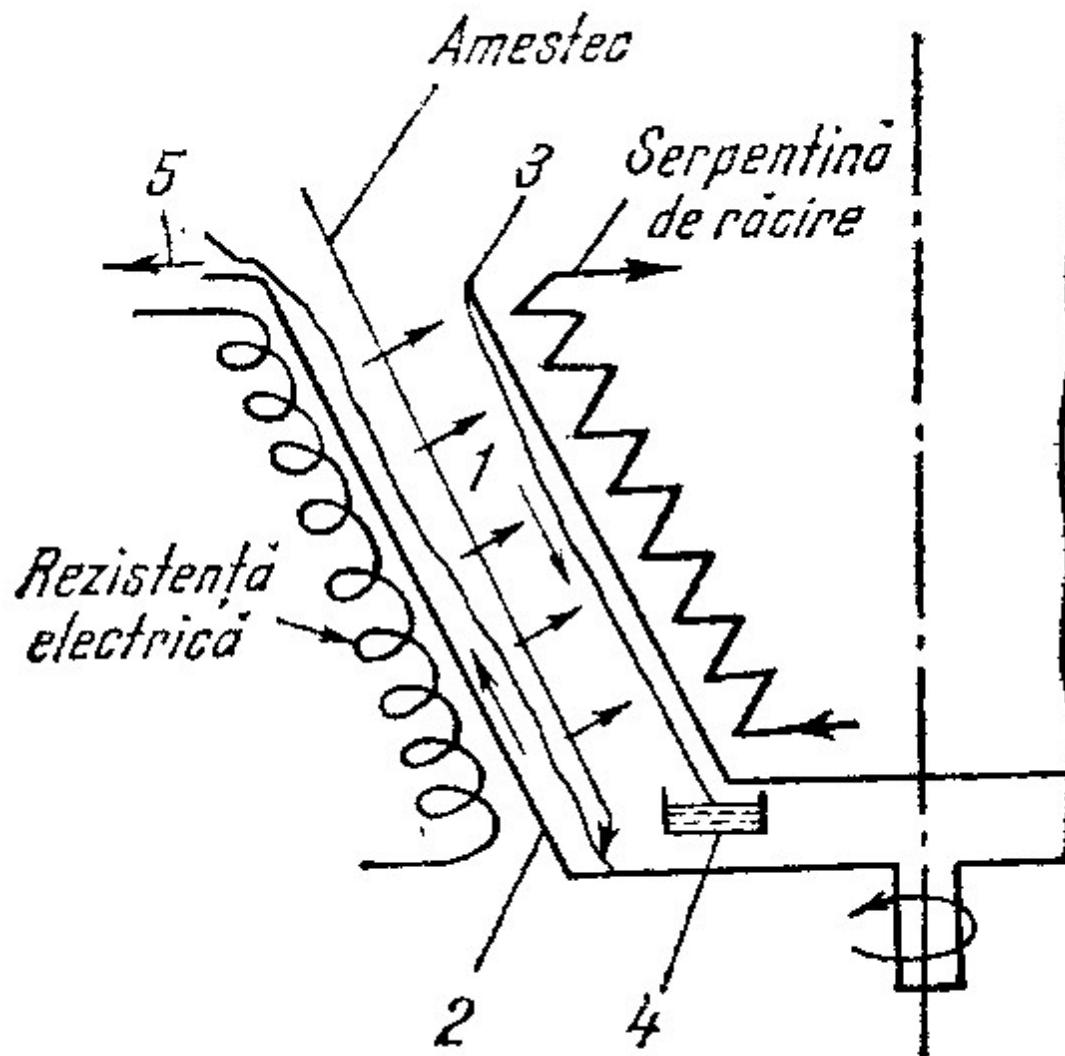
# DISTILAREA MOLECULARA

- o Este necesara intensificarea celor 4 procese elementare componente:
  1. Difuziunea componentilor prin lichid;
  2. Vaporizarea la suprafata lichidului;
  3. Transportul vaporilor catre suprafata de condensare;
  4. Condensarea vaporilor pe suprafata condensatorului;
- o Prin:
  - (1) Micsorarea stratului de lichid (pana la 1/100 mm);
  - (1) Marirea temperaturii lichidului;
  - (1) Reinnoirea suprafetei de vaporizare prin turbulente intensa;
  - (2) Marirea suprafetei de vaporizare;
  - (3) Evitarea ciocnirilor intermoleculare (reducerea presiunii);
  - (3) Dispunerea paralele a celor doua suprafete;
  - (4) Racirea intensa a suprafetei de condensare ( $\Delta T = \text{min. } 70 \text{ K}$ )

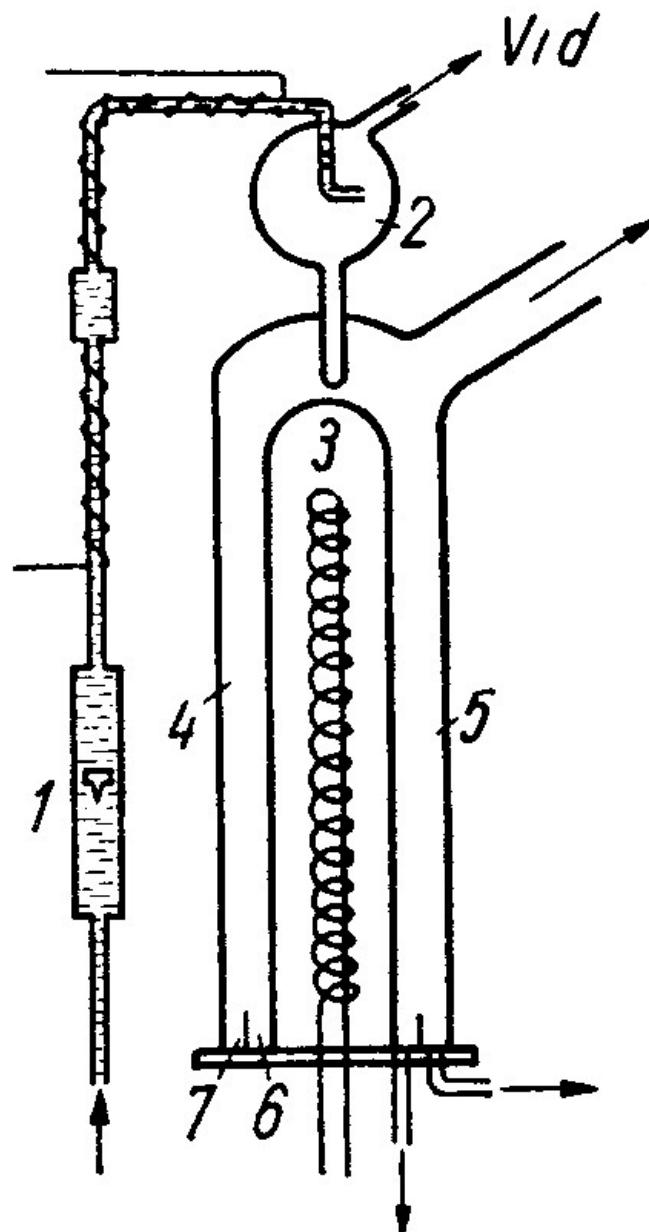


# DISTILAREA MOLECULARA

1. Spatiu vidat;
2. Suprafata calda;
3. Suprafata rece;
4. Distilat;
5. Reziduu.



# DISTILAREA MOLECULARA



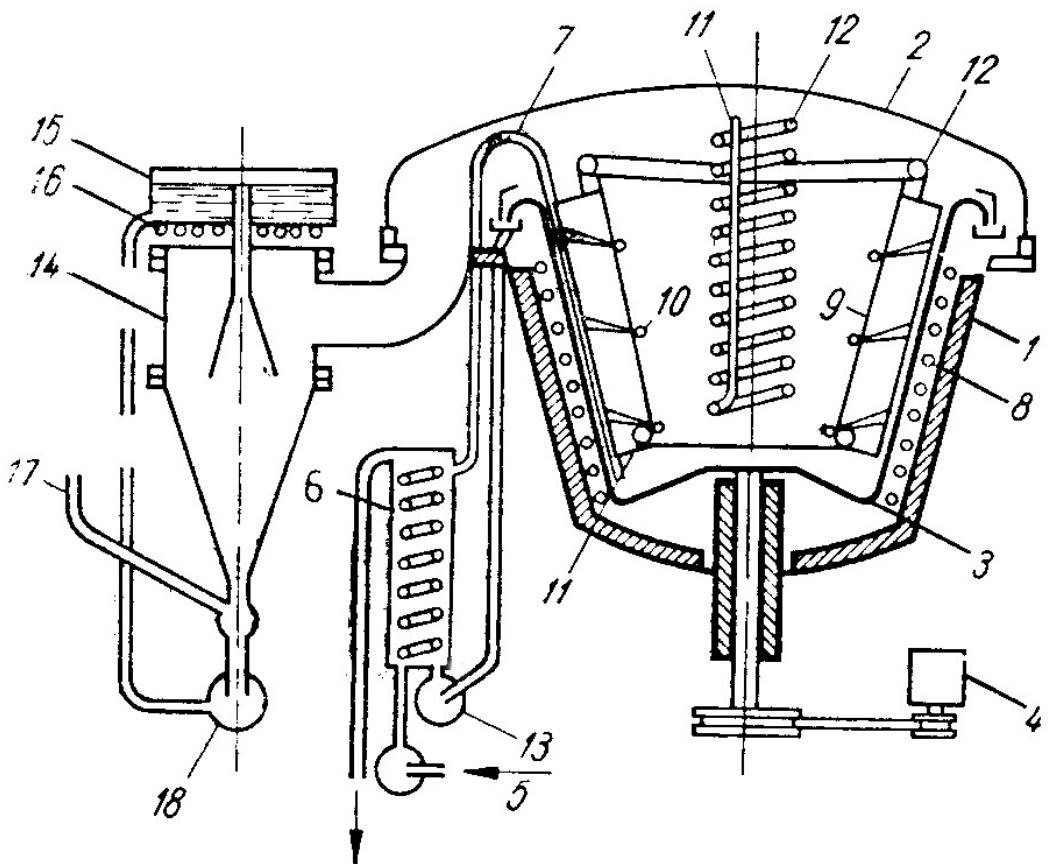
Aparat de distilare moleculară cu film descendant:

1 — fluometru; 2 — spațiu de degazare; 3 — încălzire electrică; 4 — suprafață de vaporizare; 5 — suprafață de condensare; 6 — rigolă pentru colectarea reziduu-lui; 7 — rigolă pentru colectarea distilatului.

$$\begin{aligned}\varnothing &= 0,5 \text{ m} \\ L &= 10 \text{ m} \\ Q &= 60 \text{ L/h}\end{aligned}$$



# DISTILAREA MOLECULARA



Aparat industrial de distilare moleculară cu film centrifugat (*Hickman*):

- 1 — mantaua aparatului cu izolație termică interioară; 2 — capac; 3 — rotor tronconic;  
4 — electromotor; 5 — alimentarea cu lichid de distilat; 6 — schimbător de căldură;  
7 — conductă pentru aducerea lichidului de alimentare la baza rotorului; 8 — spirală de  
încălzire prin radiație; 9 — condensator cu palete (detaliul din dreapta figurii); 10 — con-  
ducte pentru colectarea distilatului; 11 — intrarea apei de răcire; 12 — ieșirea apei de  
răcire; 13 — pompă pentru evacuarea reziduului; 14 — pompă de vid (de condensare);  
15 — evaporator; 16 — încălzitor; 17 — legătura la pompa de vid preliminar; 18 — pompă  
de circulație.

# DISTILAREA MOLECULARA

## Date caracteristice pentru distilatorul molecular cu rotor tronconic

Diametrul superior al rotorului	1,55	m
Diametrul inferior al rotorului	1,10	m
Aria laterală a rotorului	5	$m^2$
Aria suprafeței de vaporizare	4	$m^2$
Debitul lichidului de distilat	750	kg/h
Durata distilării	1,2	s
Grosimea filmului de lichid		
– la partea inferioară a rotorului	0,08	mm
– la partea superioară a rotorului	0,04	mm



# DISTILAREA MOLECULARA

## o APLICATII:

- Separarea vitaminei A din untura de peste (conc. initială 0,08-0,1%, randament 70%);
- Separarea vitaminei F din uleiurile vegetale (bumbac, soia);
- Separarea alcoolilor superiori cu catena lunga;
- Distilarea gudroanelor;
- Fractionarea bitumului;
- Prelucrarea subst. organice termolabile cu TF ridicata;
- Separarea chininei din scoarta plantei.



# RECTIFICAREA

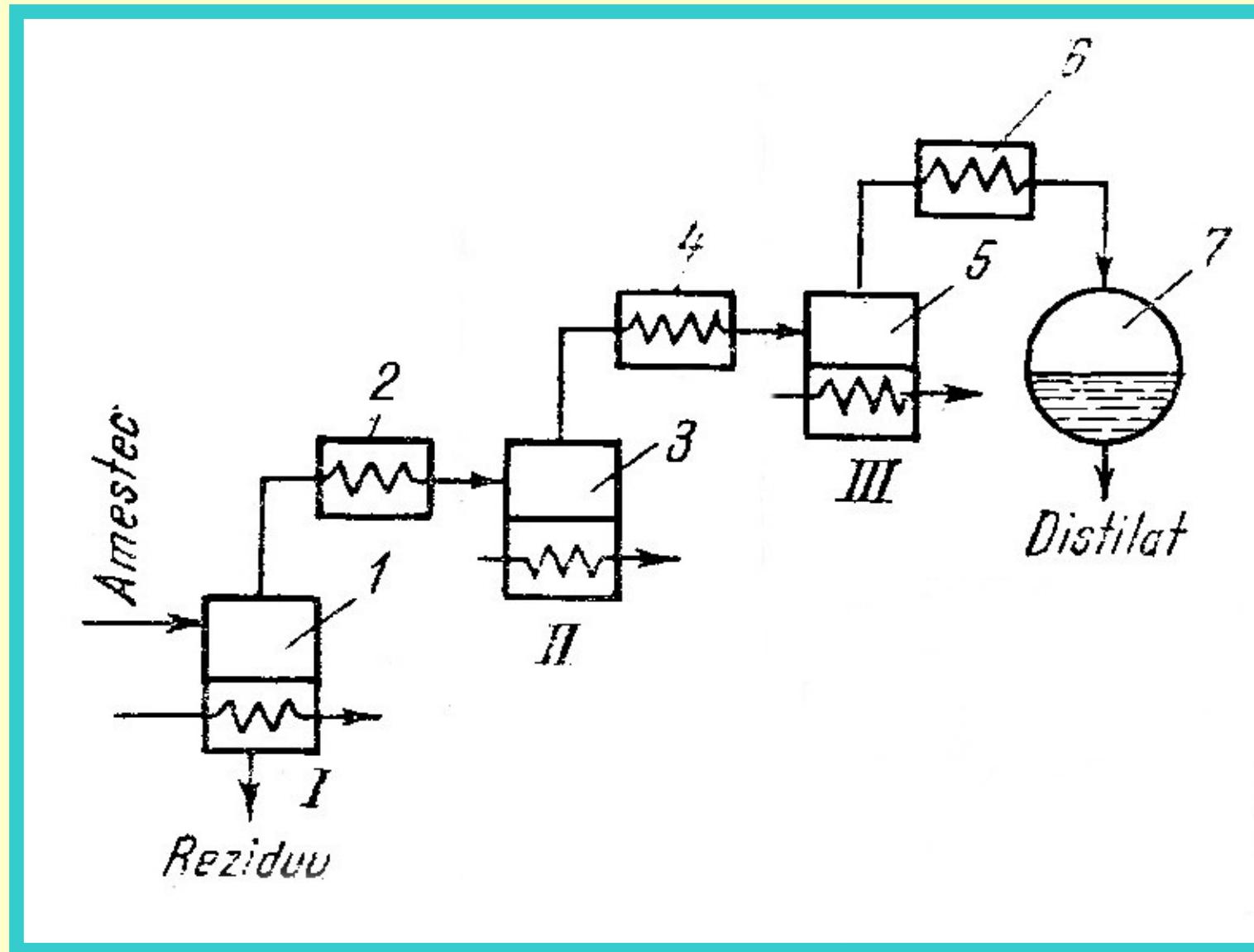
- o Rectificarea = distilare simpla repetata
- o Se utilizeaza pentru separarea majoritatii amestecurilor total miscibile cu comportare ideală
- o Amestecurile azeotrope - pana la punctul de azeotropie - se supun si ele rectificarii
- o Scopul rectificarii:
  - Obtinerea unor produse cat mai pure;
  - Obtinerea unor produse cat mai concentrate;
- o Separarea este cu atat mai completa cu cat numarul distilarilor si condensarilor este mai mare.



# RECTIFICAREA

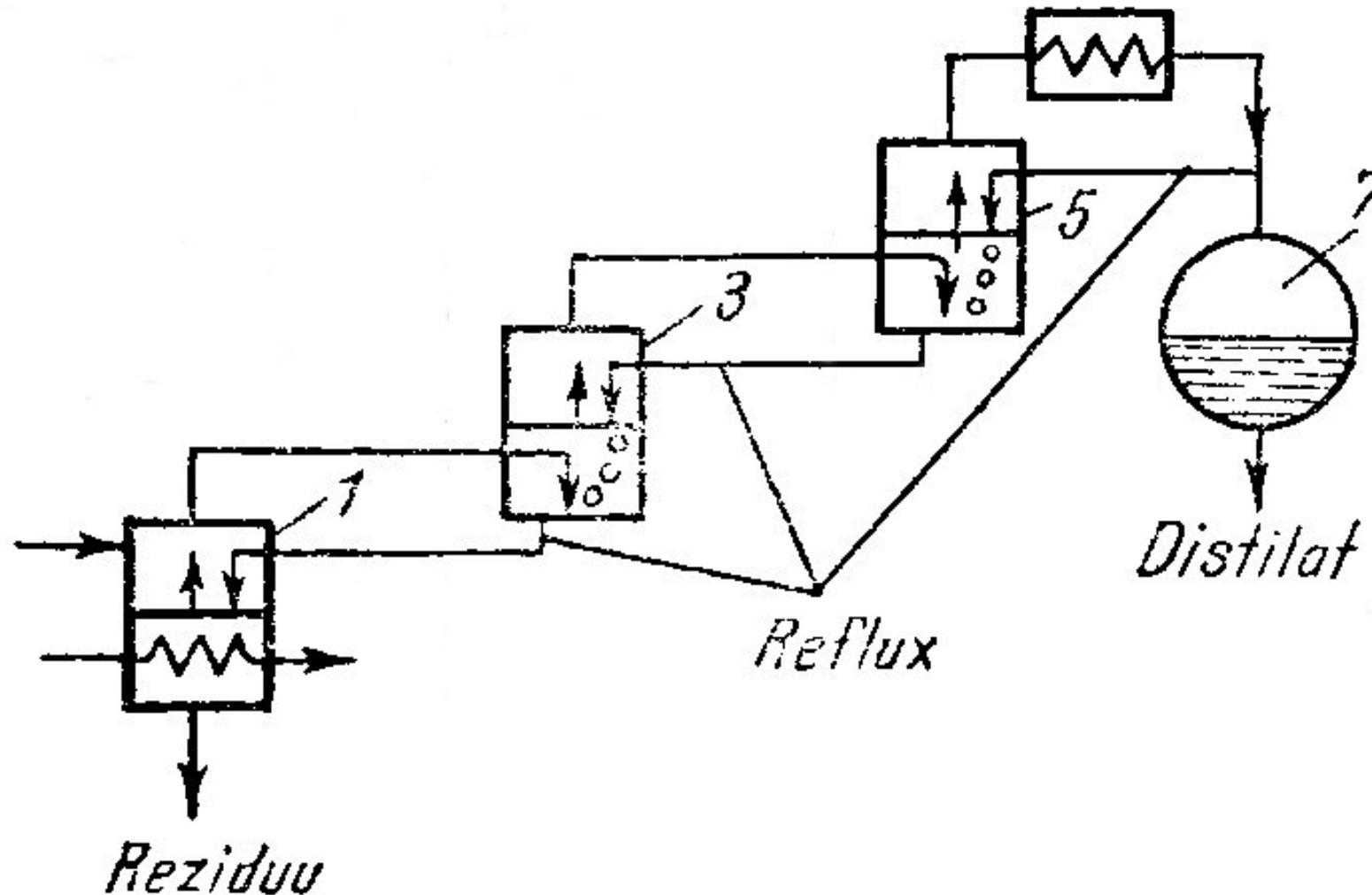
o Principii de rectificare:

- Distilari simple cuplate in serie



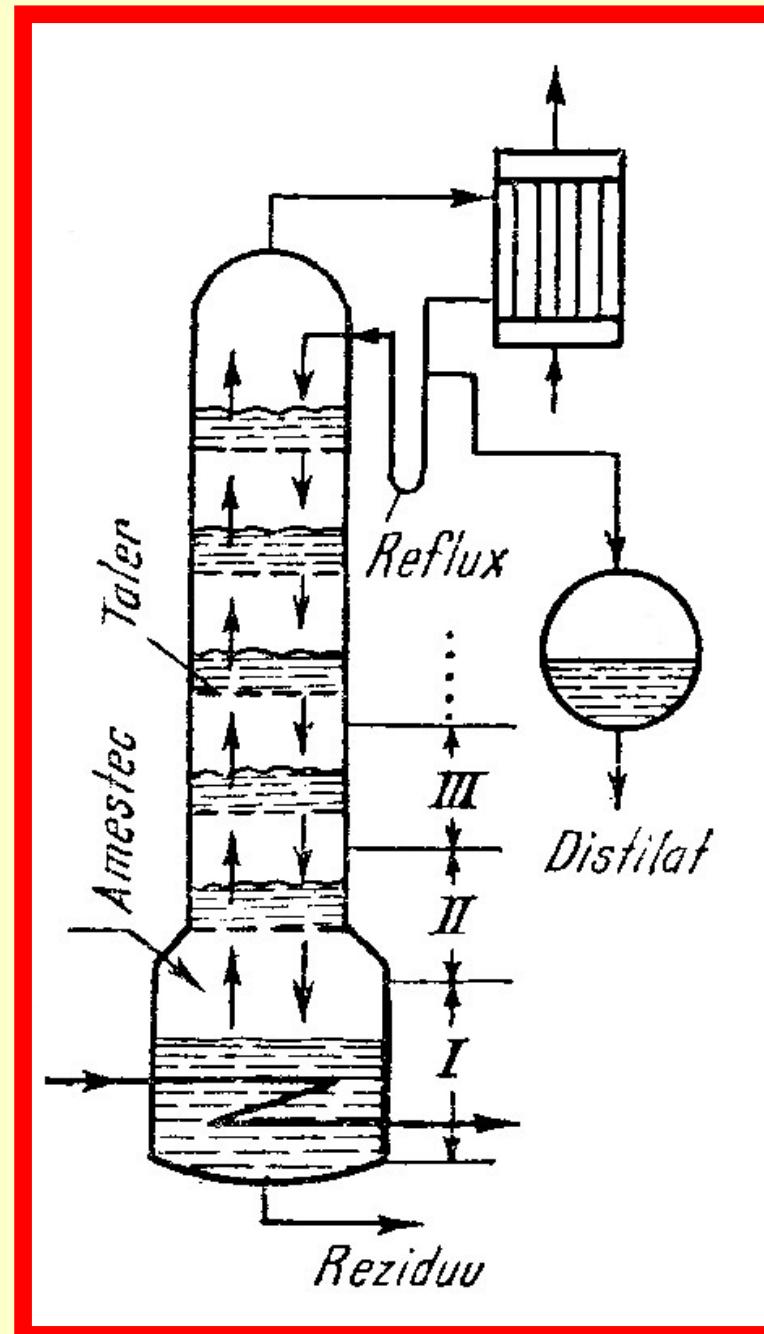
# RECTIFICAREA

- o Principii de rectificare:
  - Distilari simple cu barbotare directă a vaporilor



# RECTIFICAREA

- o Principii de rectificare:
  - Coloana de rectificare cu talere
  - Functionare in regim continuu, stationar

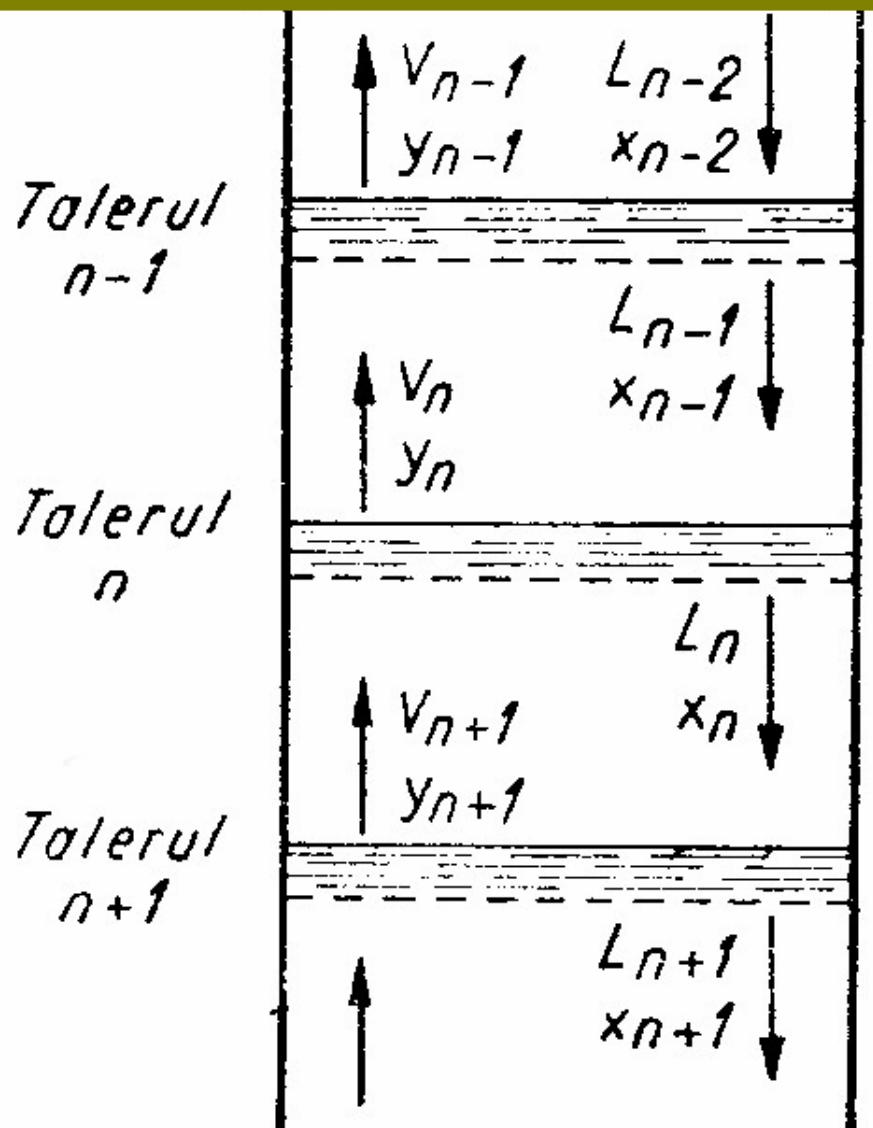


## **PRINCIPIUL RECTIFICARII AMESTECURILOR BINARE IN COLOANE CU TALERE**

- o In lungul coloanei de rectificare,  $T$  variaza intre TF reziduu ( $\sim$ TF comp. greu volatil) si TF distilat ( $\sim$ TF comp. usor volatil);
- o Compozitia fazelor variaza de la un taler la altul al coloanei;
- o Conc. comp. usor volatil in vapori creste de la baza catre varful coloanei;
- o Conc. comp. usor volatil in lichid scade de la varful catre baza coloanei;
- o Modificarea comp. vaporilor si lichidului pe fiecare taler determina si modificarea temperaturilor.



# PRINCIPIUL RECTIFICARII AMESTECURILOR BINARE IN COLOANE CU TALERE

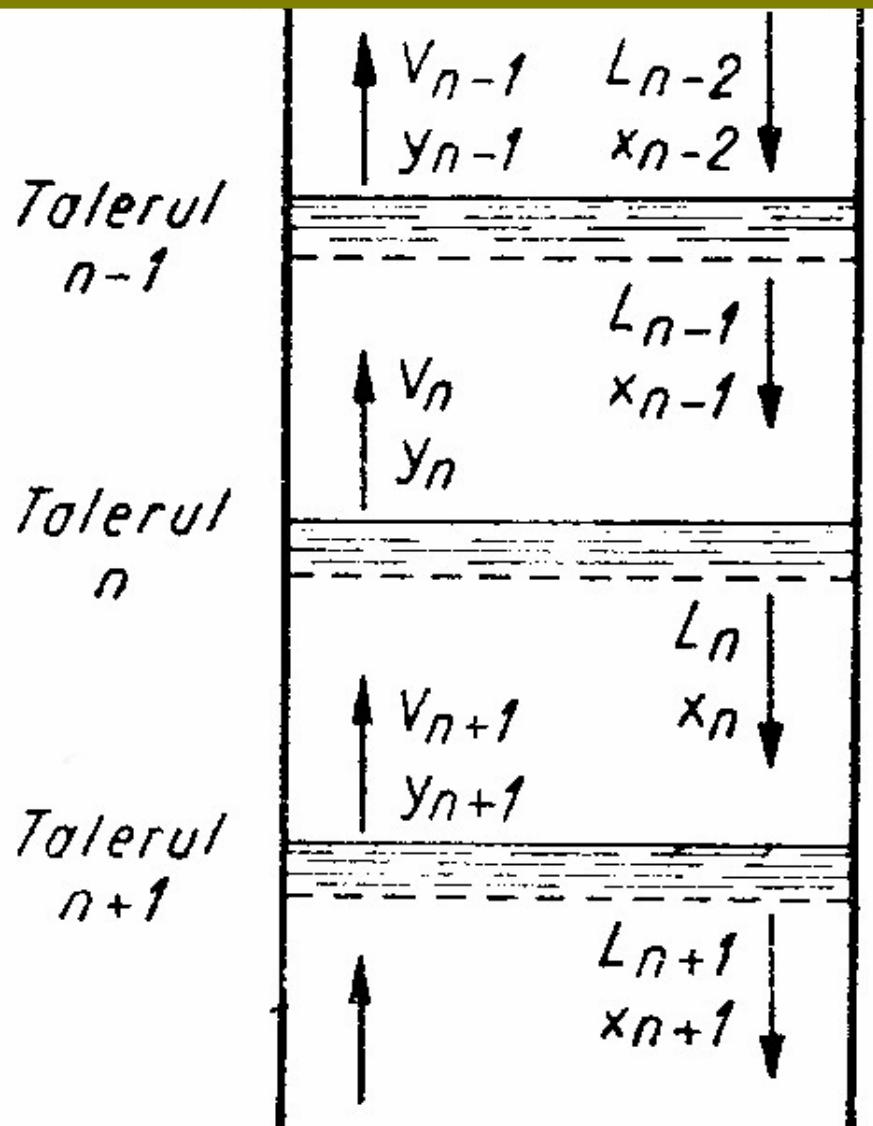


**Pe talerul "n":**

- Curge lichidul de pe talerul " $n-1$ "
- Barboteaza vaporii de pe talerul " $n+1$ "
- Vaporii de pe " $n+1$ " condenseaza parțial, având  $T$  mai mare decât lichidul de pe " $n$ "
- Fracțiunea condensată conține preponderent comp. greu volatil



# PRINCIPIUL RECTIFICARII AMESTECURILOR BINARE IN COLOANE CU TALERE

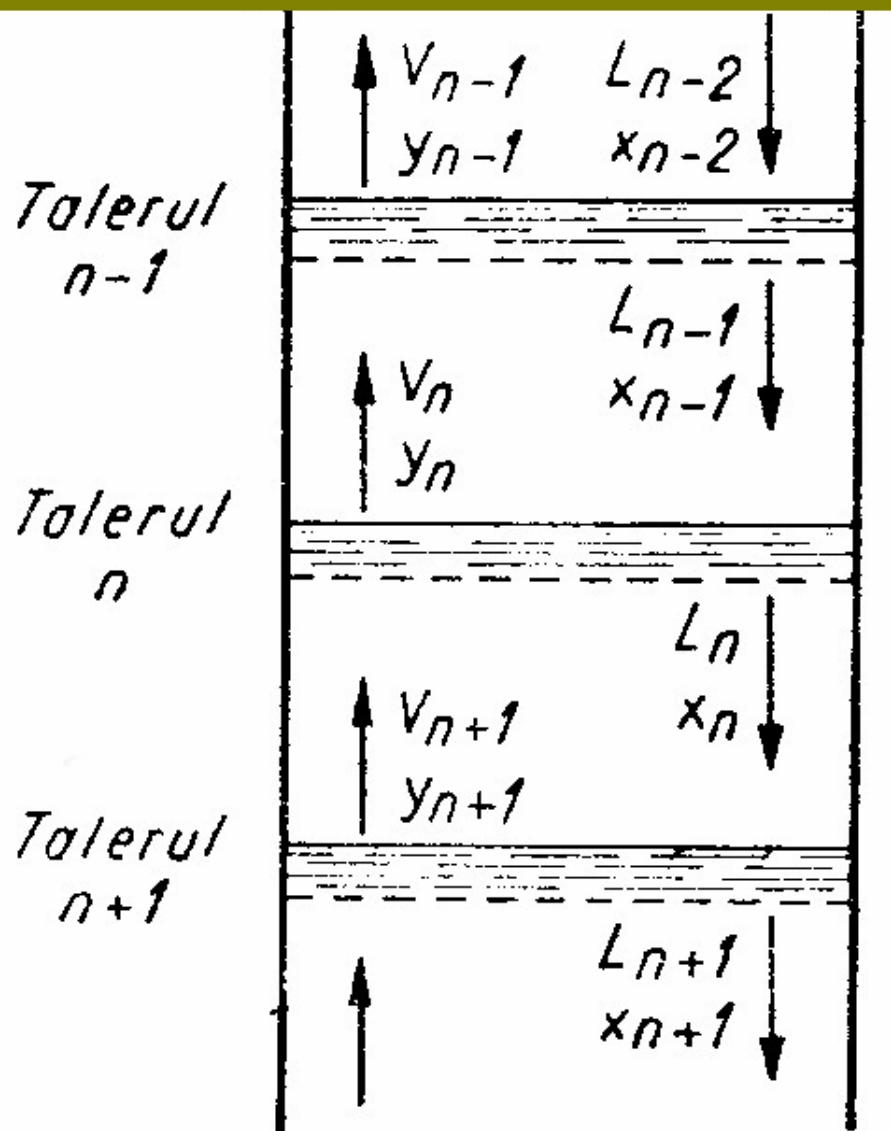


**Pe talerul "n":**

- Prin condensare se elibereaza caldura latenta pe seama careia se vaporizeaza o parte din lichidul care vine de pe "n-1" si care are o  $T$  mai mica
- Fractiunea lichida vaporizata va contine in principal comp. usor volatil



# PRINCIPIUL RECTIFICARII AMESTECURILOR BINARE IN COLOANE CU TALERE



Prin trecerea de pe un taler pe altul, vaporii se imbogatesc in comp. usor volatil, iar lichidul in comp. greu volatil, prin 2 efecte:

- Condensarea unei parti din comp. greu volatil din vaporii care vin de pe talerul inferior;
- Vaporizarea unei parti din comp. usor volatil din lichidul care vine de pe talerul superior.

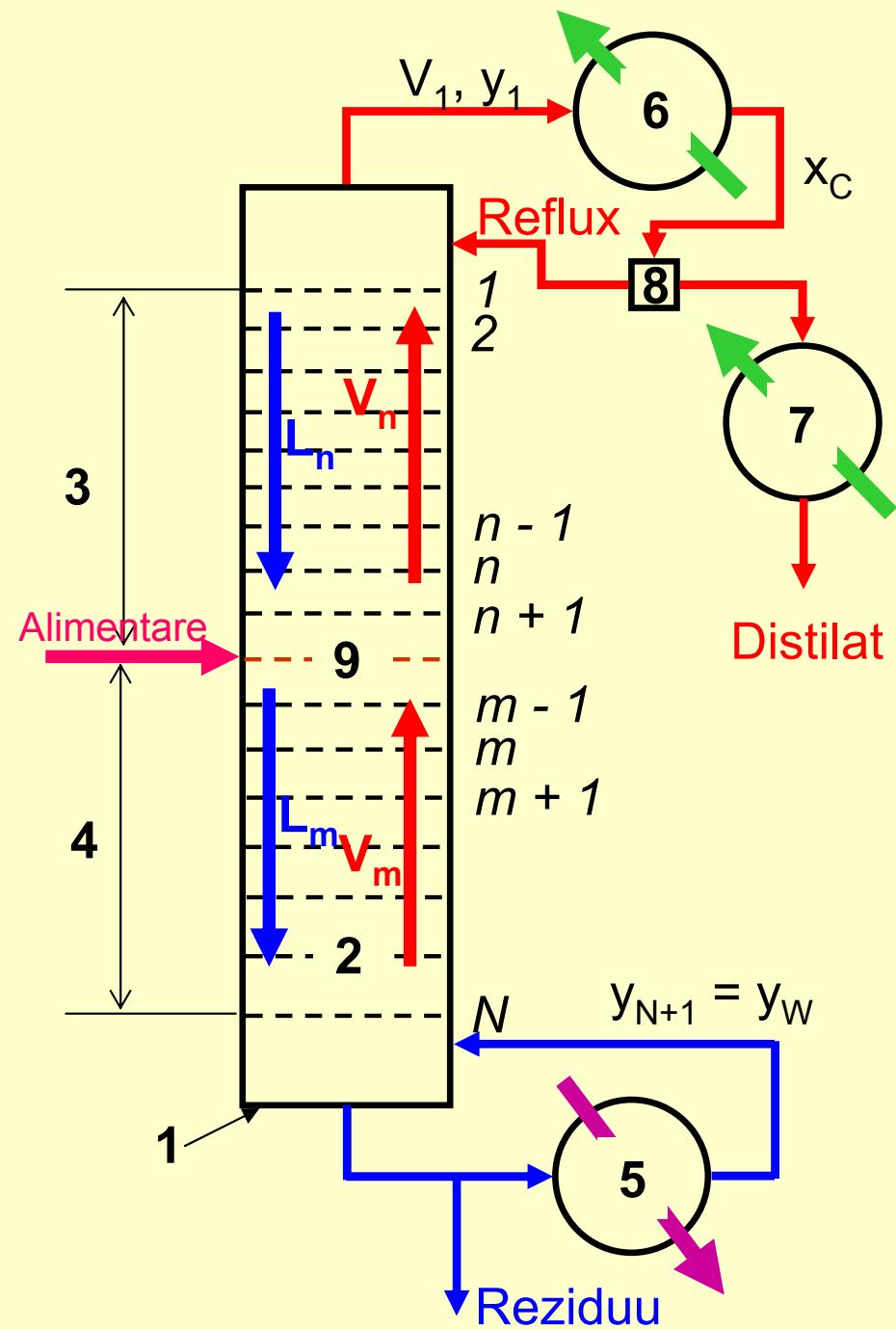


## **PRINCIPIUL RECTIFICARII AMESTECURILOR BINARE IN COLOANE CU TALERE**

- o Mecanismul se repeta pe fiecare taler,  
ducand in final la separarea amestecului initial in 2 fractiuni:
  - La varf: **DISTILAT** = bogat in comp. usor volatil;
  - La baza: **REZIDUU** = bogat in comp. greu volatil;
- o Gradul de separare a amestecului depinde de numarul treptelor de contact (numarul talerelor)



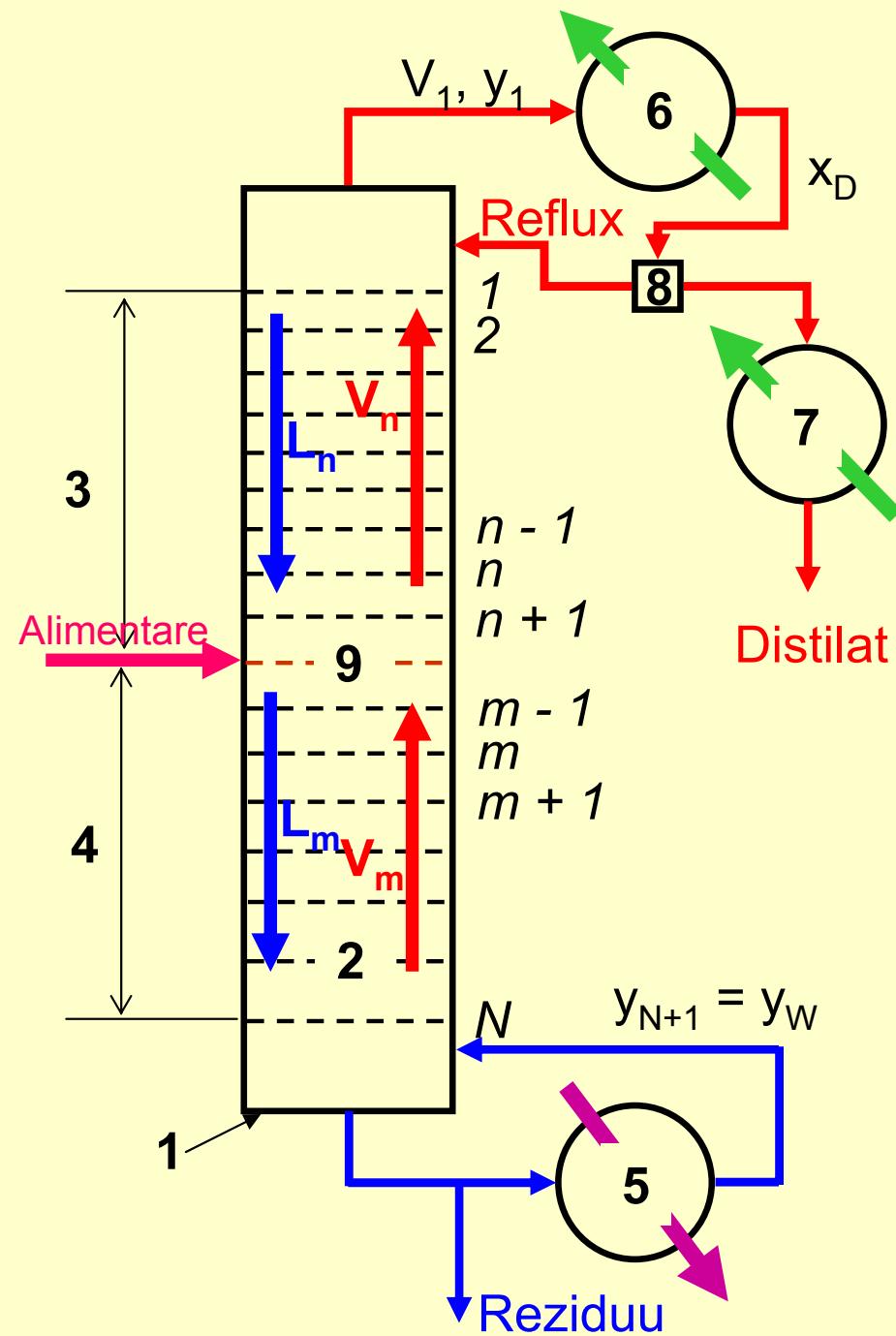
# BILANT DE MATERIALE LA RECTIFICARE



1. Coloana
2. Talere
3. Zona de concentrare
4. Zona de epuizare
5. Refierbator
6. Condensator
7. Racitor de distilat
8. Distribuitor de reflux
9. Taler de alimentare



# BILANT DE MATERIALE LA RECTIFICARE



- o Alimentare:  $F, x_F$
- o Reziduu:  $W, x_W$
- o Distilat:  $D, x_D$
- o Reflux:  $L, x_D$



## BILANT DE MATERIALE LA RECTIFICARE

- o Procesul decurge CONTINUU in regim STATIONAR
- o Debitele ( $F$ ,  $W$ ,  $D$ ,  $L$ ), temperaturile ( $T_F$ ,  $T_D$ ,  $T_W$ ) si compozitiile ( $x_F$ ,  $x_D$ ,  $x_W$ ) raman CONSTANTE in timp
- o Pentru a asigura un flux de lichid in zona de concentrare, o parte din lichidul obtinut prin condensarea vaporilor de distilat este introdusa pe primul taler de la partea superioara. Aceasta este REFLUXUL, de aceeasi componetie cu distilatul



# BILANT DE MATERIALE LA RECTIFICARE

- o Bilantul global de materiale (pe intreaga coloana):

$$F = D + W$$

- o Bilantul componentului usor volatil pe intreaga coloana:

$$F \cdot x_F = D \cdot x_D + W \cdot x_W$$

- o Bilantul global pe condensator:

$$V = L + D \Leftrightarrow V = D \cdot (R + 1)$$

- o Cifra de reflux:

$$R = \frac{L}{D}$$



# LINII DE OPERARE

- o Relatia intre conc. fluxurilor de vapori si de lichid pe cele 2 zone (concentrare, epuizare) ale coloanei de rectificare se obtine dintr-un bilant al componentului usor volatil.
- o In regim stationar, pentru primul taler (1) de la varful coloanei se poate scrie:

$$V \cdot y + L \cdot x_D = L \cdot x + V \cdot y_1$$

- o Deoarece:

$$y_1 = y_D = x_D$$



# LINII DE OPERARE

$$V \cdot y + L \cdot x_D = L \cdot x + V \cdot x_D \Leftrightarrow$$

$$V \cdot y = L \cdot (x - x_D) + V \cdot x_D \Leftrightarrow$$

$$y = \frac{L}{V} \cdot (x - x_D) + x_D$$

- Tinand cont de definitia cifrei de reflux,  $R = L/D$   
 $\rightarrow L = DR$  si  $V = D(R + 1)$ :

$$y = \frac{D \cdot R}{D \cdot (R + 1)} \cdot (x - x_D) + x_D$$

- Sau:



# LINII DE OPERARE

$$y = \frac{R}{R+1} \cdot x - \frac{R}{R+1} \cdot x_D + \frac{R+1}{R+1} \cdot x_D \Leftrightarrow y = \frac{R}{R+1} \cdot x + \left( \frac{R+1-R}{R+1} \right) \cdot x_D \Leftrightarrow$$

$$y = \frac{R}{R+1} \cdot x + \frac{x_D}{R+1}$$

o Ecuatia liniei de operare in zona de concentrare:

$$y = \frac{R}{R+1} \cdot x + \frac{x_D}{R+1} \Leftrightarrow y = a \cdot x + b$$

- Panta dreptei:

$$\frac{R}{R+1}$$

- Ordonata la origine:

$$\frac{x_D}{R+1}$$



# LINII DE OPERARE

o Pentru stabilirea ecuației liniei de operare în zona de epuizare, se întocmeste bilanțul componentului usor volatil în aceasta zonă:

Lichidul = Reflux + Debit de alimentare

$$(L + F) \cdot x = V \cdot y + W \cdot x_w$$

$$y = \frac{L + F}{V} \cdot x - \frac{W}{V} \cdot x_w$$

$$L = R \cdot D$$

$$V = D \cdot (R + 1)$$

$$W = F - D \quad - \text{din ecuația bilanțului global}$$



# LINII DE OPERARE

- Notand  $F/D = F'$  se obtine in final ecuatia liniei de operare in zona de epuizare:

$$y = \frac{R + F'}{R + 1} \cdot x - \frac{F' - 1}{R + 1} \cdot x_w$$

- In care:

- Panta dreptei:

$$\frac{R + F'}{R + 1}$$

- Ordonata la origine:

$$-\frac{F' - 1}{R + 1} \cdot x_w$$

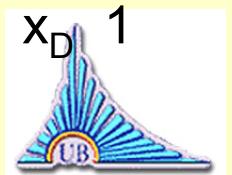
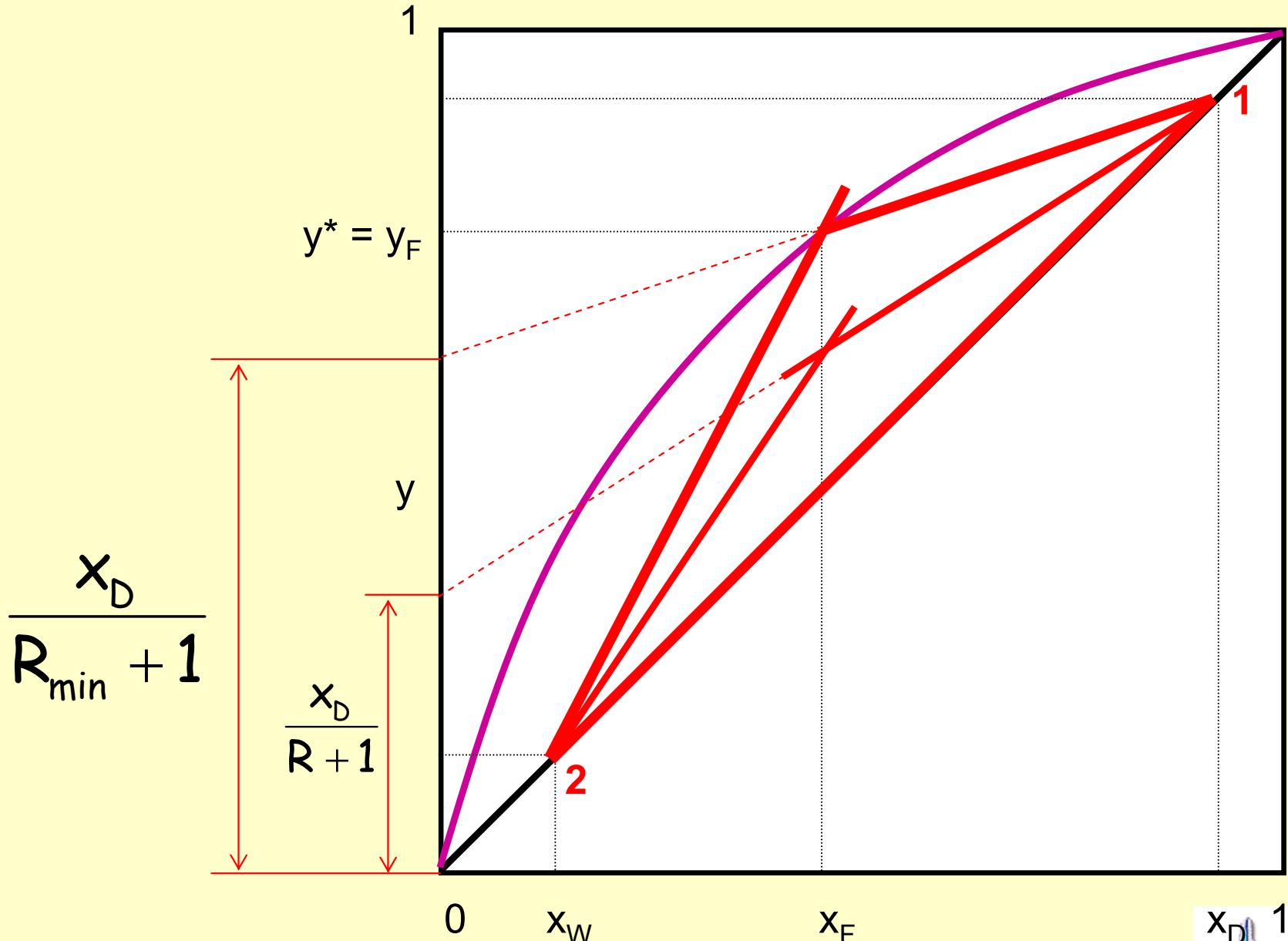


# TRASAREA LINIILOR DE OPERARE

- o Pozitia dreptelor (liniilor) de operare depinde de valoarea **CIFREI DE REFLUX**, respectiv de valoarea raportului **L/D**
- o Pentru trasarea liniilor de operare trebuie cunoscute:
  - Compozitiile:  $x_w$ ,  $x_F$ ,  $x_D$ ;
  - Linia de echilibru.
- o Liniile de operare servesc la calculul numarului treptelor teoretice de contact (talerelor teoretice).



# TRASAREA LINIILOR DE OPERARE



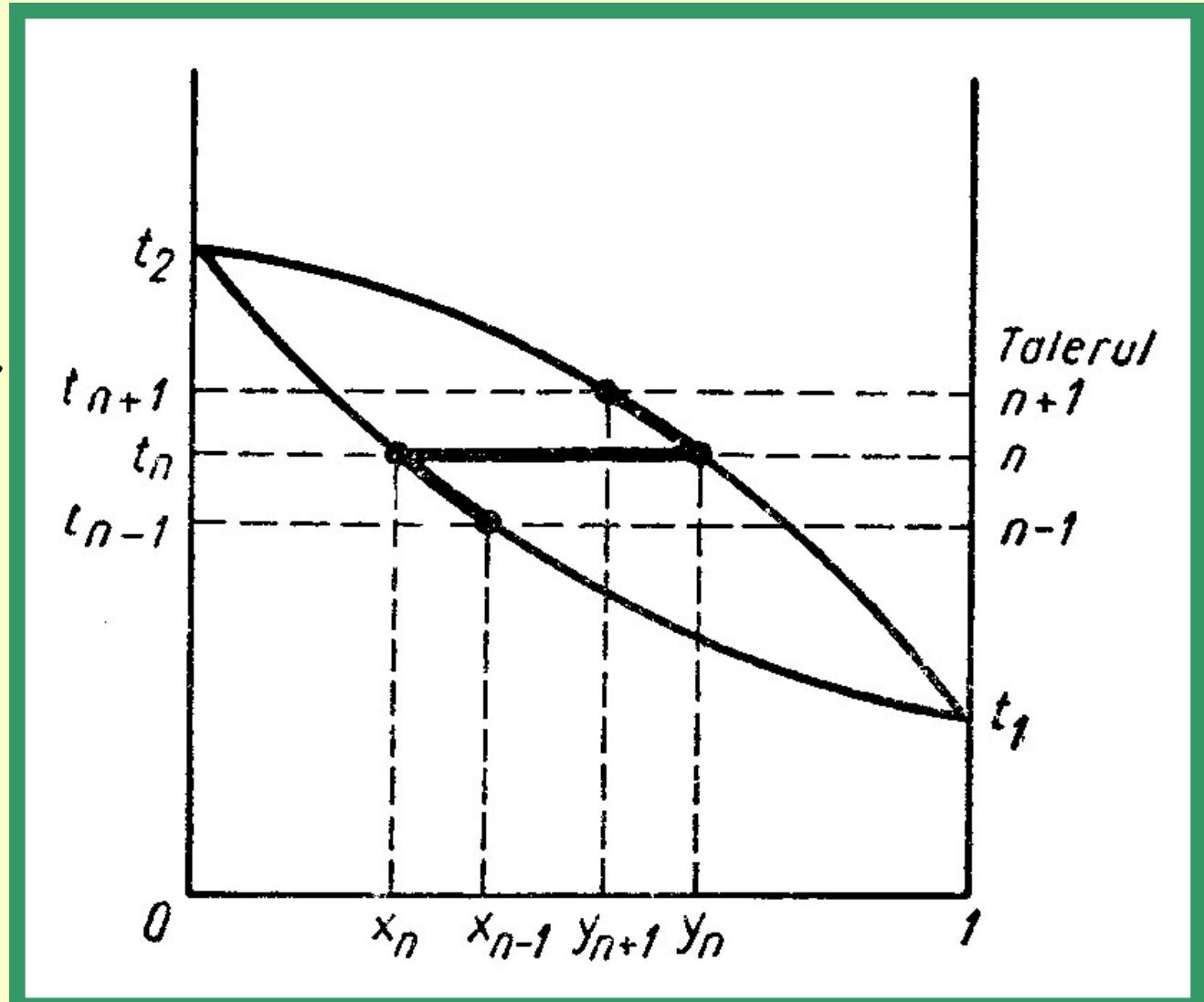
# TRASAREA LINIILOR DE OPERARE

- o Linia de operare a **zonei de concentrare**
  - intersecteaza diagonala intr-un punct de abscisa  $x_D$ ;
  - al doilea punct este dat de ordonata la origine  $x_D/(R + 1)$ ;
- o Linia de operare a **zonei de epuizare**
  - intersecteaza diagonala intr-un punct de abscisa  $x_W$ ;
  - al doilea punct este de abscisa  $x_F$ .
- o Deoarece **talerul de alimentare** apartine ambelor zone, punctul de abscisa  $x_F$  se va gasi la intersectia celor doua drepte de operare. Aceasta este cel de-al doilea punct prin care se traseaza linia de operare a zonei de epuizare.



# TALERUL TEORETIC

- Este o unitate ideală de contact;
- Din contactul între refluxul care cade de pe talerul superior ( $n + 1$ ) și vaporii care se ridică de pe talerul inferior ( $n - 1$ ), **talerul teoretic** ( $n$ ) produce vaporii și lichid în echilibru termodinamic



# DETERMINAREA NUMARULUI DE TALERE TEORETICE

- o Functie de numarul talerelor teoretice se stabileste numarul real de talere, pe baza caruia se calculeaza **INALTIMEA** coloanelor de rectificare;
- o Metode de determinare a nr. de talere teoretice:
  - Metode riguroase (bazate pe 3 tipuri de relatii: de echilibru, de bilant de materiale, de bilant termic);
  - Metode simplificate (bazate pe 2 tipuri de relatii: de echilibru, de bilant de materiale).



# **DETERMINAREA NUMARULUI DE TALERE TEORETICE**

o Metode riguroase:

- Metoda analitica SOREL;
- Metoda grafica PONCHON-SAVARIT;

o Metode simplificate:

- Metoda analitica din taler in taler (metoda simplificata SOREL);
- Metoda grafica McCABE-THIELE.



# DETERMINAREA NUMARULUI DE TALERE TEORETICE

- o Metodele simplificate fac abstractie de efectele termice de pe talere, avand la baza ipotezele simplificatoare:
  - Caldurile latente molare de vaporizare ale componentilor din amestec sunt egale sau apropiate;
  - Caldura de amestecare este neglijabila;
  - Pierderile de caldura in exterior sunt neglijabile;
  - Temp. amestecului de alimentare este egala cu TF de pe talerul de alimentare;
  - Vaporii rezultati la varful coloanei sunt condensati total, fara subracire, astfel incat refluxul are temp. egala cu temp. vaporilor care parasesc coloana.
- o Ca urmare a acestor ipoteze, fluxul de lichid si cel de vapori raman constante in lungul coloanei.



# **DETERMINAREA NUMARULUI DE TALERE TEORETICE PRIN METODA GRAFICA SIMPLIFICATA McCABE - THIELE**

1. Se traseaza, la scara, curba de echilibru a amestecului binar care trebuie separat;
2. Se fixeaza pe abscisa punctele  $x_w$ ,  $x_F$  si  $x_D$ ;
3. Se traseaza linia de operare a zonei de concentrare, stiind ca aceasta intersecteaza diagonala in punctul D de abscisa  $x = x_D$  si are ordonata la origine  $y_0 = x_D/(R + 1)$ ;



# **DETERMINAREA NUMARULUI DE TALERE TEORETICE PRIN METODA GRAFICA SIMPLIFICATA McCABE - THIELE**

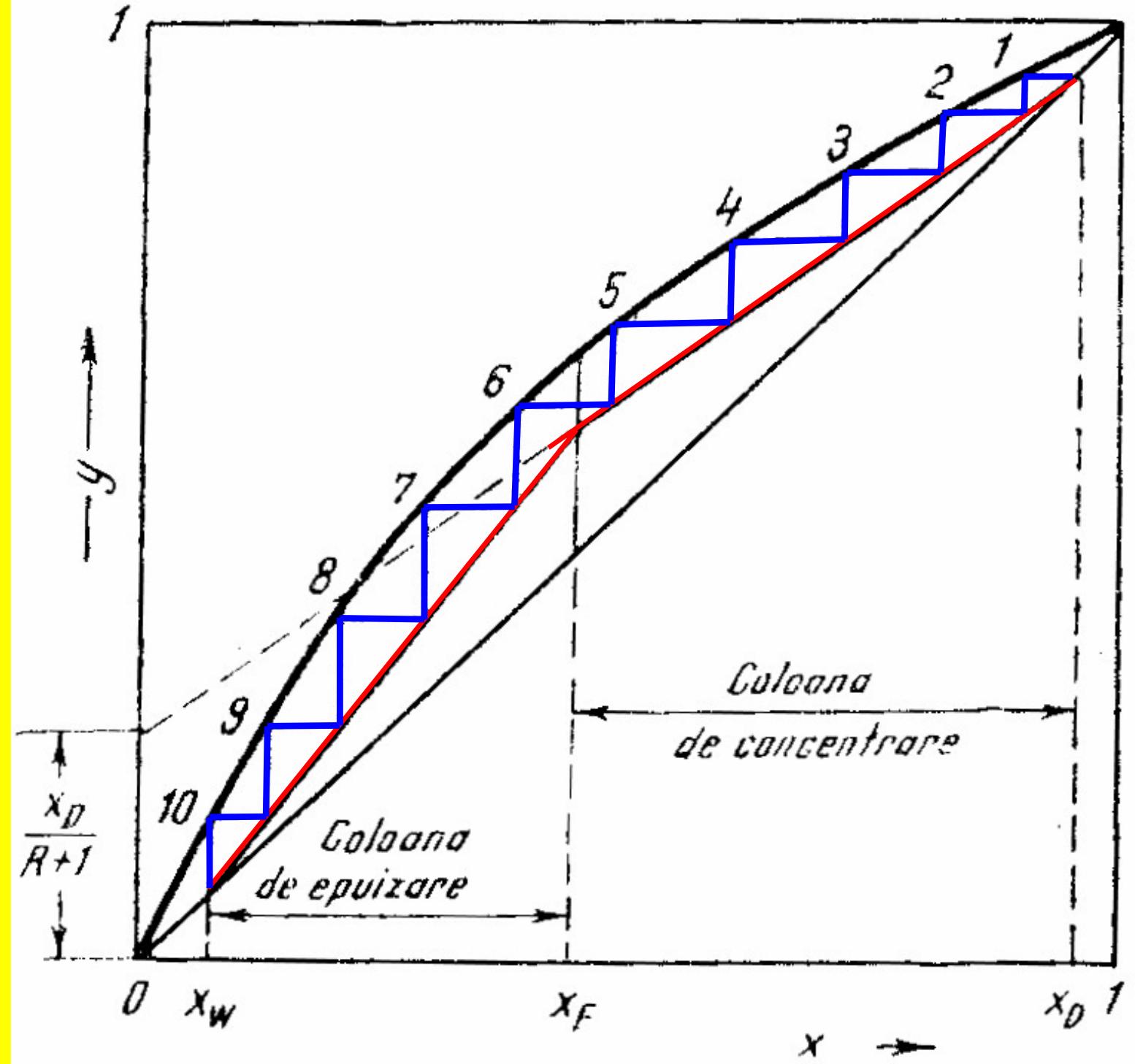
4. Se traseaza linia de operare a zonei de epuizare stiind ca aceasta intersecteaza diagonala in punctul W de abscisa  $x = x_W$  si ca cele doua drepte se intersecteaza intr-un punct de abscisa  $x = x_F$ ;
5. Pornind din D se duce o paralela la axa x care intersecteaza curba de echilibru in punctul (1), a carui abscisa,  $x_1$ , da componitia pe primul taler.



# **DETERMINAREA NUMARULUI DE TALERE TEORETICE PRIN METODA GRAFICA SIMPLIFICATA McCABE - THIELE**

6. Din (1) se coboara o verticala pana la linia de operare, fixand punctul de coordonate  $(x_1, y_2)$  care da componenția fazelor intre talerul (1) si talerul (2).
7. Se continua constructia in trepte pana la depasirea punctului de abscisa  $x = x_w$ .
8. Numarul punctelor de intersectie dintre liniile orizontale si curba de echilibru = numarul talerelor teoretice ale coloanei pt. realizarea separarii impuse.





# REFLUX MINIM, MAXIM SI OPTIM

- o Cifra de reflux, **R** - parametru important al operatiei de rectificare;
- o Pentru o separare impusa ( $x_D$ ,  $x_W$ ) dintr-un amestec dat ( $F$ ,  $x_F$ ), valoarea R influenteaza dimensiunile instalatiei (diametrul si inaltimea coloanei, suprafata de transfer de caldura a fierbatorului si condensatorului) si in final costurile de investitii si de exploatare.



# REFLUX MINIM, MAXIM SI OPTIM

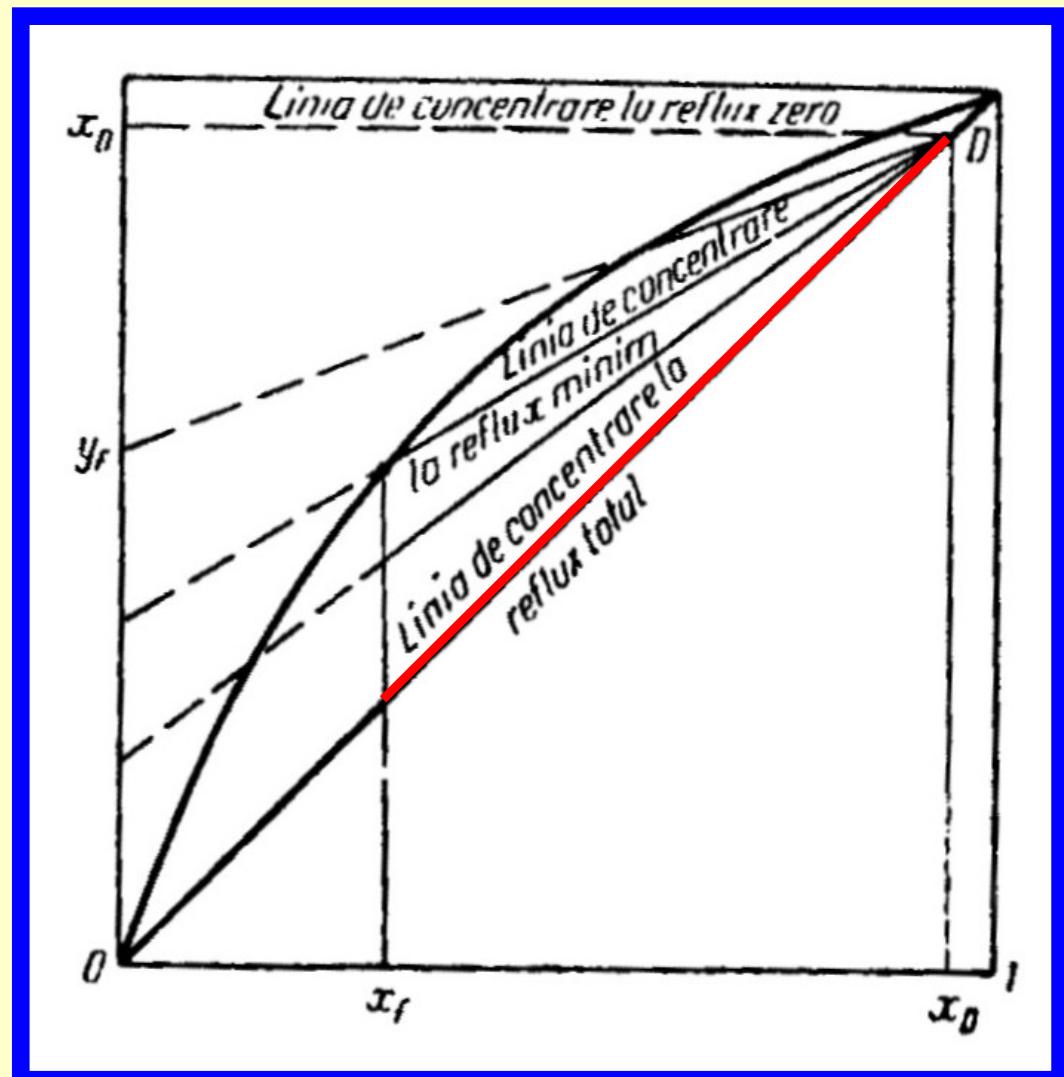
- Pt. fiecare cifra de reflux, pozitia liniei de concentrare se schimba;
- Panta data de  $R/(R + 1)$  creste odata cu cresterea lui  $R$ .

## REFLUX MAXIM

- La  $D = 0$ ,  $R = \infty$  (maxim):

$$\frac{x_D}{R+1} = 0 \text{ si } \frac{R}{R+1} = 1$$

- Liniile de operare se confunda cu diagonala patratului.
- Situatia apare cand distilatul condensat este refluxat integral in coloana.



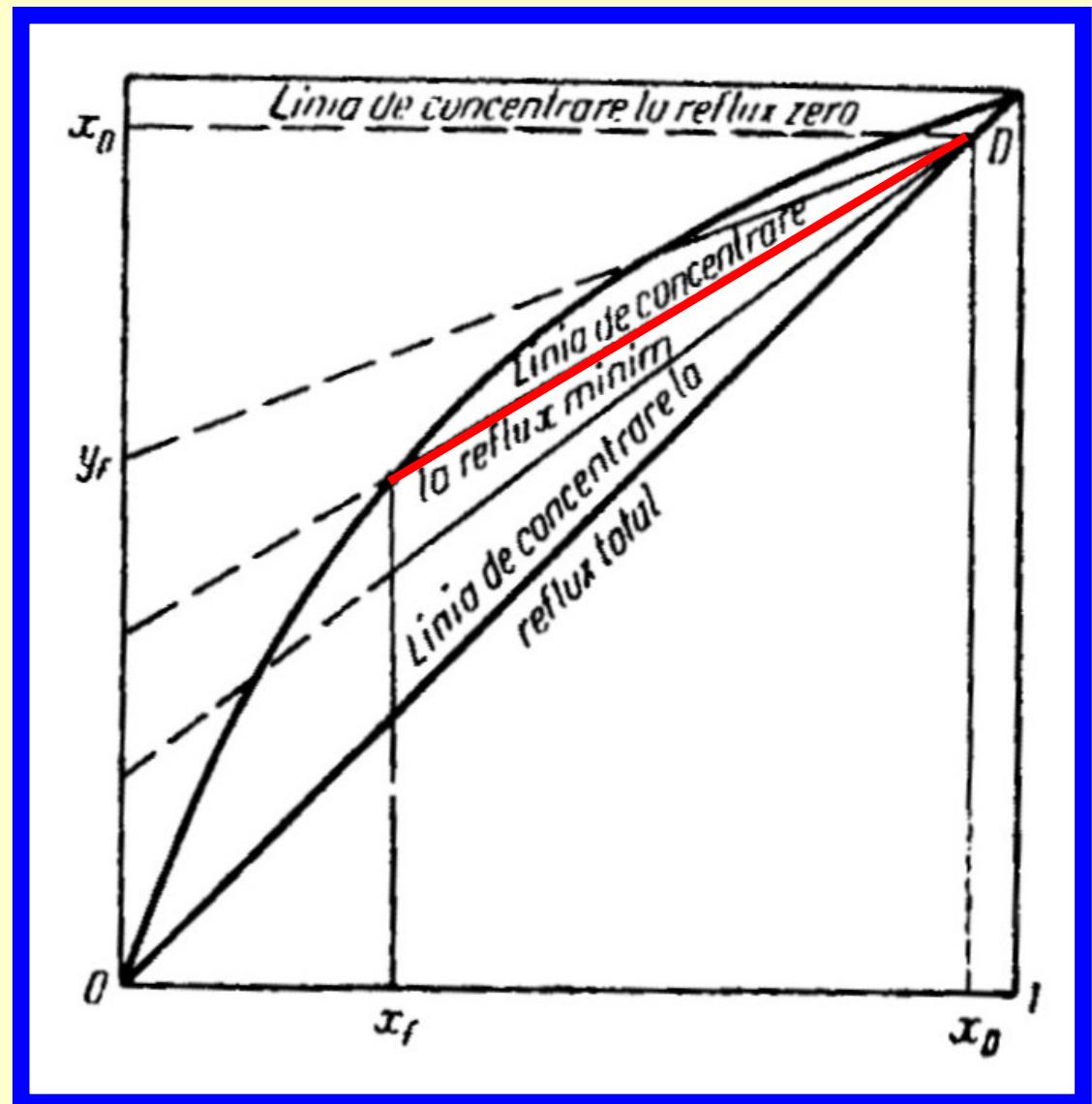
# REFLUX MINIM, MAXIM SI OPTIM

## REFLUX MINIM

- o Corespunde cazului cand cele doua linii de operare se intersecteaza intr-un punct situat pe curba de echilibru:

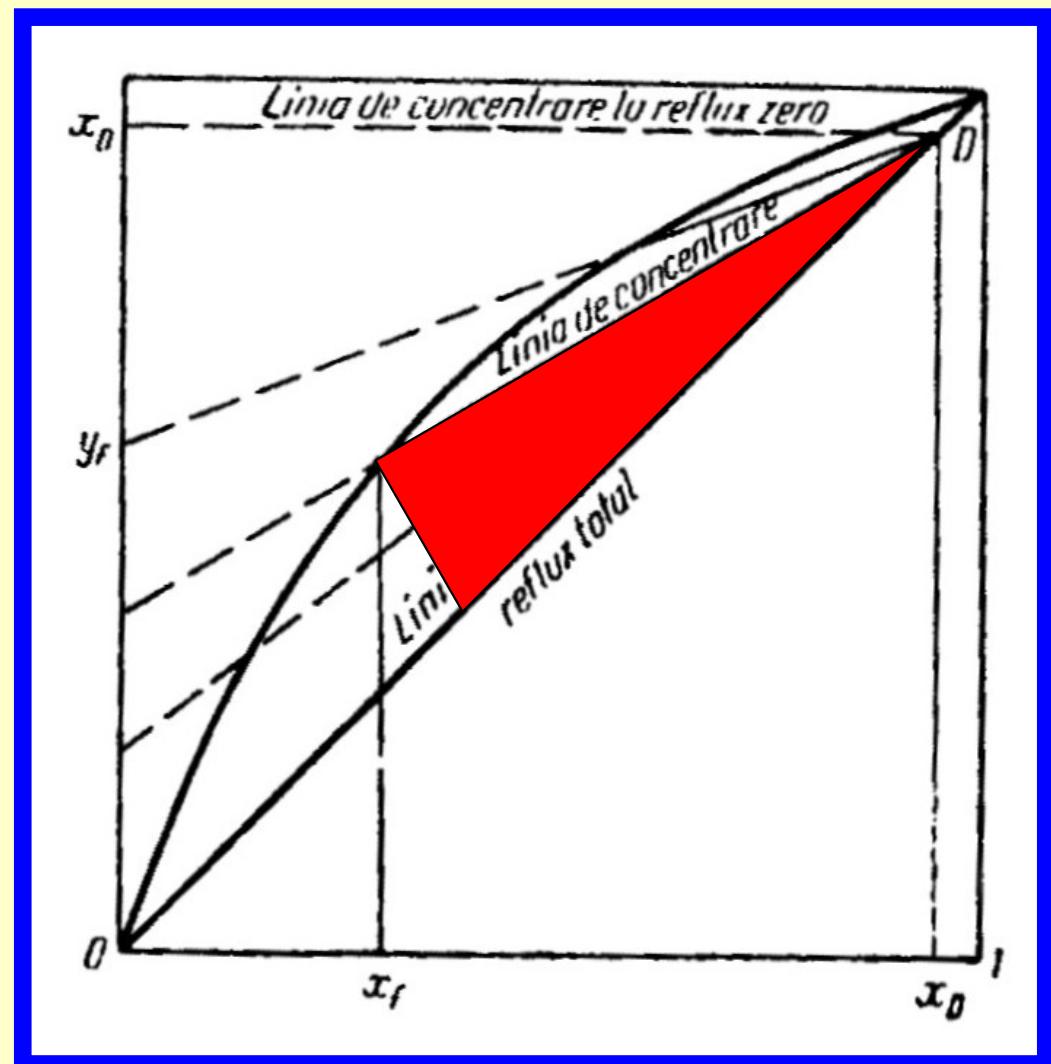
$$\frac{R_{\min}}{R_{\min} + 1} = \frac{x_D - y_F}{x_D - x_F} \Rightarrow$$

$$R_{\min} = \frac{x_D - x_F}{y_F - x_F}$$

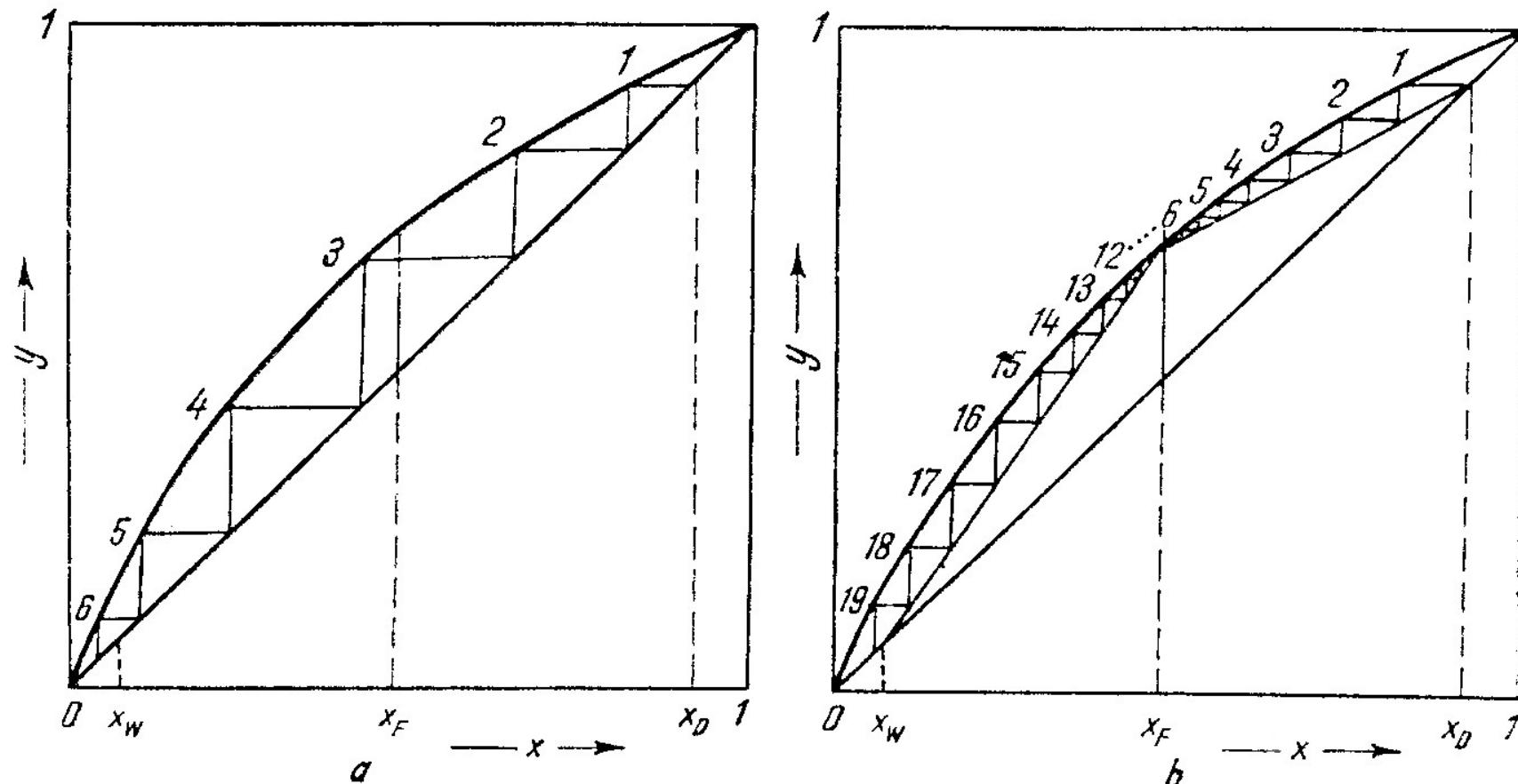


# REFLUX MINIM, MAXIM SI OPTIM

- In practica,  
 $R_{\min} < R < R_{\max}$ ;
- Uzual:  
 $R = (1,2 \dots 3,5) \cdot R_{\min}$
- **R maxim = H minim**  
(nr. minim de talere);
- **R minim = H maxim**  
(nr.  $\infty$  de talere),  
consum minim de  
caldura;



# REFLUX MINIM, MAXIM SI OPTIM



Numărul teoretic al treptelor de contact în:

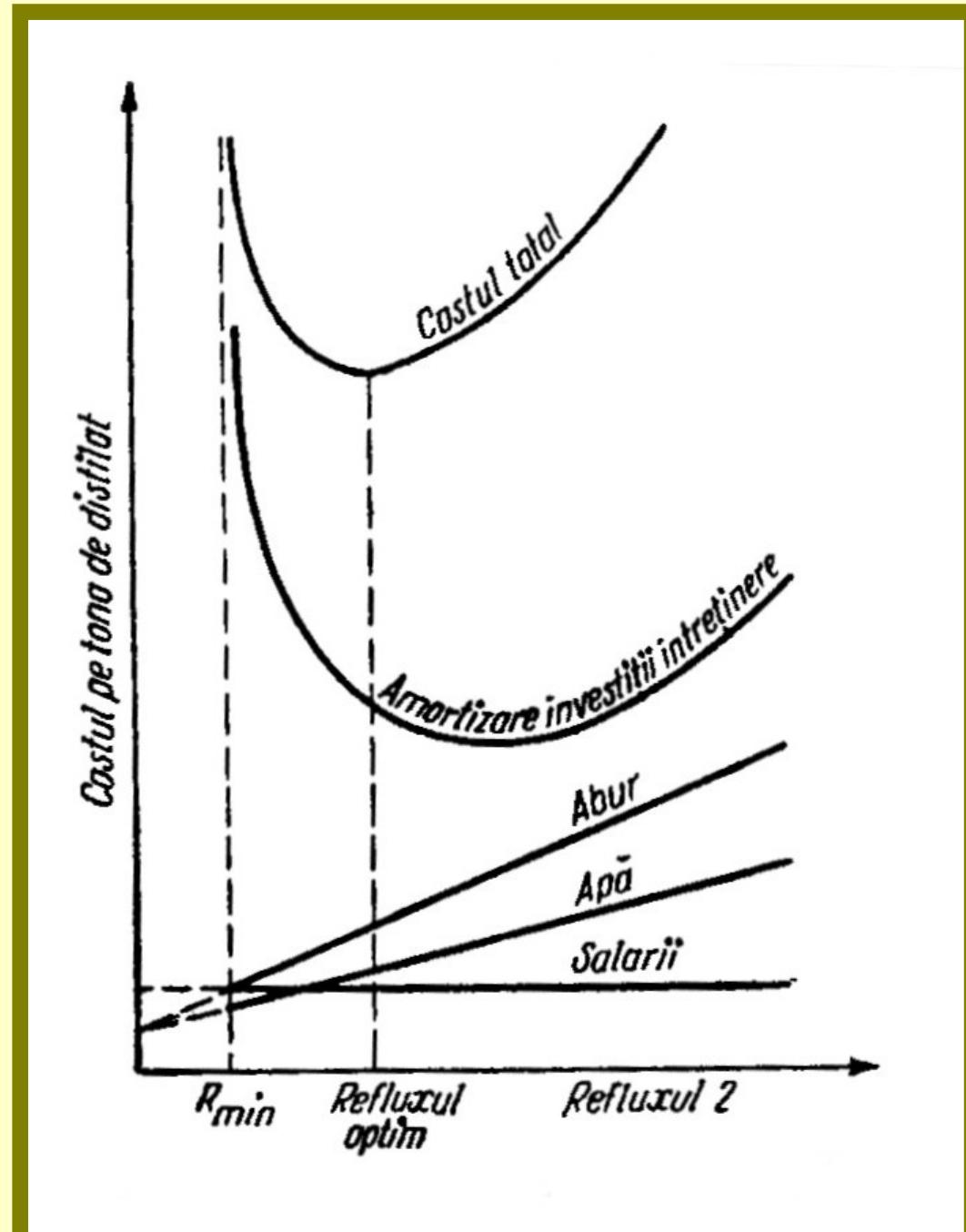
a — raport de reflux maxim ( $R = R_{max}$ ); b — raport de reflux minim ( $R = R_{min}$ )



# REFLUX MINIM, MAXIM SI OPTIM

o Reflux optim:

$$\sum \left( \frac{\text{cheltuieli}}{\text{investitii}} \right) + \sum \left( \frac{\text{cheltuieli}}{\text{exploatare}} \right) = \text{MINIM}$$



# BILANTUL TERMIC AL COLOANELOR DE RECTIFICARE

o Scopul intocmirii:

- Calculul consumului de caldura la fierbatorul coloanei →
- Debitul de agent termic →
- Suprafata necesara de transfer de caldura.

o In regim stationar:

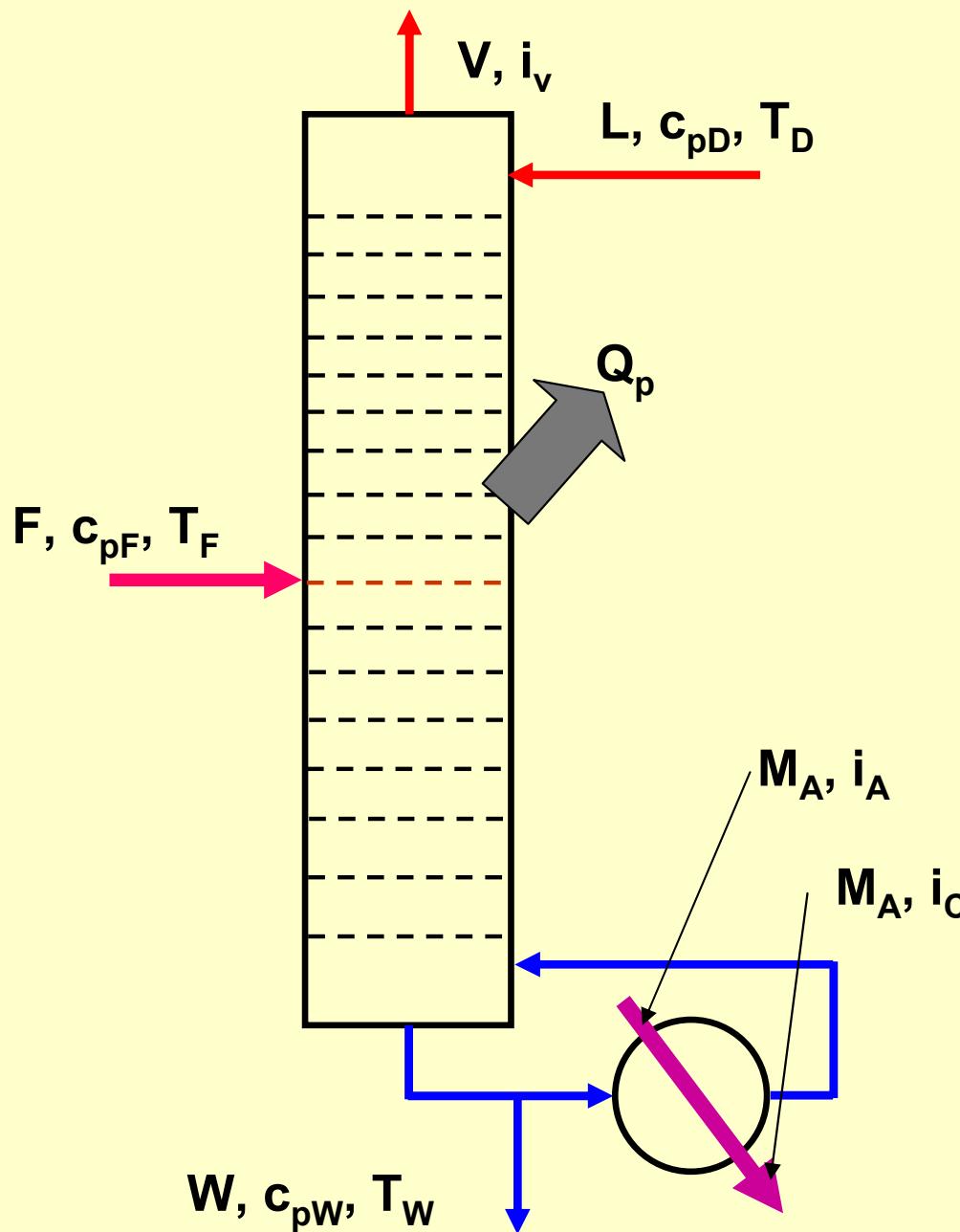
$$\sum(\text{calduri intrate}) = \sum(\text{calduri iesite})$$

o Debite masice [kg/s]:

$\bar{F}, \bar{W}, \bar{L}, \bar{D}, \bar{V}, M_A$



# BILANTUL TERMIC AL COLOANELOR DE RECTIFICARE



Fluxul total de caldura furnizat prin intermediul fierbatorului:

$$Q = M_A \cdot (i_A - i_C) = M_A \cdot r_A$$

Tinand cont ca:

$$\bar{L} = \bar{D} \cdot R$$

$$\bar{V} = \bar{D} \cdot (R + 1)$$

$$\dot{i}_V = r_V + c_{pV} \cdot T_V$$

$$\bar{F} = \bar{D} + \bar{W}$$



# BILANTUL TERMIC AL COLOANELOR DE RECTIFICARE

o Din ecuatia generala de bilant termic:

$$\begin{aligned} M_A \cdot i_A + \bar{F} \cdot c_{pF} \cdot T_F + \bar{L} \cdot c_{pD} \cdot T_D = \\ = M_A \cdot i_C + \bar{V} \cdot i_V + \bar{W} \cdot c_{pW} \cdot T_W + Q_p \end{aligned}$$

o Se obtine fluxul termic introdus in fierbator:

$$\begin{aligned} Q = M_A \cdot r_A = \bar{D} \cdot (R + 1) \cdot r_V + \\ + \bar{W} \cdot (c_{pW} \cdot T_W - c_{pF} \cdot T_F) - \\ - \bar{D} \cdot (c_{pF} \cdot T_F - c_{pD} \cdot T_D) - Q_p \end{aligned}$$



# DIMENSIONAREA COLOANELOR DE RECTIFICARE

- **DIAMETRUL**: este functie de debitul si viteza vaporilor care circula pe inaltimea coloanei.
- Debitul vaporilor este constant pe inaltimea coloanei:

$$V = \frac{\bar{D} \cdot (R + 1) \cdot V_0}{M_0} \cdot \frac{273 + T}{273} \cdot \frac{760}{P} \left[ \frac{m^3}{s} \right]$$

$\bar{D}$  – Debitul de distilat [kg/s]

$V_0$  – Vol. molar [ $m^3/kmol$ ]

$\bar{D} \cdot (R + 1)$  – Masa vaporilor [kg/s]

$M_0$  – Masa molara medie a vaporilor [kg/kmol]

R – Cifra de reflux

T – temperatura in coloana [ $^{\circ}C$ ]

P – presiunea in coloana [mm col. Hg]



# DIMENSIONAREA COLOANELOR DE RECTIFICARE

- o Diametrul coloanei rezulta din ecuatia debitului:

$$V = v_v \cdot \frac{\pi D_c^2}{4}$$

- o Viteza vaporilor  $v_v = 0,3 \dots 0,6$  m/s la presiune atmosferica;
- o Daca  $v_v$  este **mica** - barbotarea nu este uniforma pe sectiunea coloanei;
- o Daca  $v_v$  este **mare**:
  - se antreneaza lichid de pe un taler pe altul
  - se ineaca coloana (daca este prevazuta cu umplutura)



# DIMENSIONAREA COLOANELOR DE RECTIFICARE

- Pentru coloanele **cu contact diferențial**, viteza se calculeaza in functie de viteza de inec (viteza de inversie a fazelor):

$$v_v = (0,7 \dots 0,8) \cdot v_i$$

$$\ln \frac{v_i^2 \cdot a \cdot \rho_c \cdot \mu_D^{0,16}}{g \cdot V_L^3 \cdot (\rho_D - \rho_c)} = K - 1,75 \cdot \left( \frac{M_D}{M_C} \right)^{0,25} \cdot \left( \frac{\rho_c}{\rho_D - \rho_c} \right)^{0,125}$$

a - suprafata specifica a umpluturii [ $m^2/m^3$ ];

g - acceleratia gravitationala [ $m/s^2$ ];

$V_L$  - volumul liber al umpluturii [ $m^3/m^3$ ];

M - debitul [ $kg/s$ ];

$\mu$  - viscozitatea [ $cP$ ];

$\rho$  - densitatea [ $kg/m^3$ ];

K - constanta avand val. 0,125 pt. coloanele de rectificare.

C – indice pt. faza continua;  
D – indice pt faza discontinua.



# DIMENSIONAREA COLOANELOR DE RECTIFICARE

## o INALTIMEA COLOANEI

- Coloane cu contact in trepte:

$$H = n_{TR} \cdot h$$

$$n_{TR} = \frac{n_{TT}}{\eta_T}$$

$n_{TR}$  – nr. talerelor reale;

$n_{TT}$  – nr. talerelor teoretice;

$h$  – distanta dintre talere;

$\eta_T$  – randamentul global al coloanei

$\eta_T = 0,2 \div 0,8$  functie de proprietatile fizice ale fazelor si de conditiile hidrodinamice;

$h = 0,1 \div 0,6$  m functie de parametrii hidrodinamici si de proprietatile sistemului de separat.

- Coloane cu contact differential:

$$H = (NUT) \times (IUT)$$

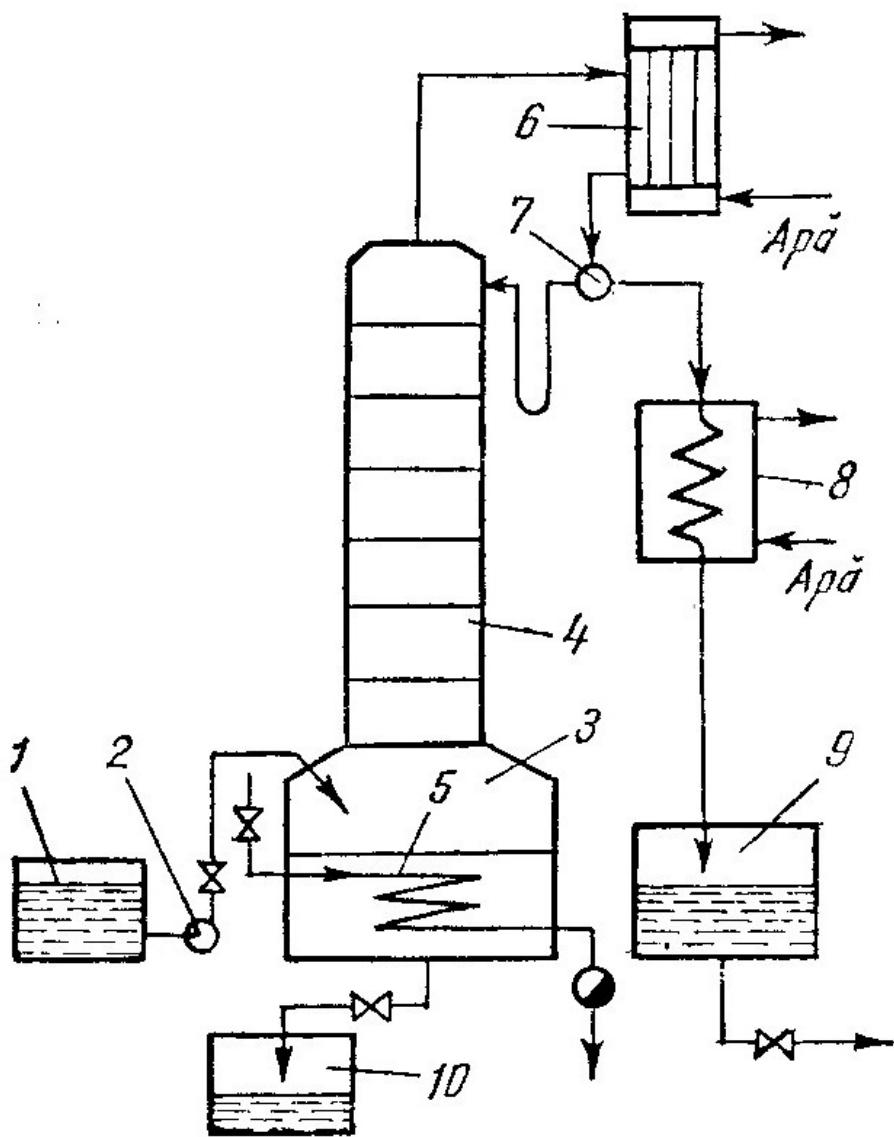
$n_{TT}$  – se determina prin metoda McCabe-Thiele;

IETT – se determina experimental.

$$H = n_{TT} \times (IETT)$$



# INSTALATII DE RECTIFICARE

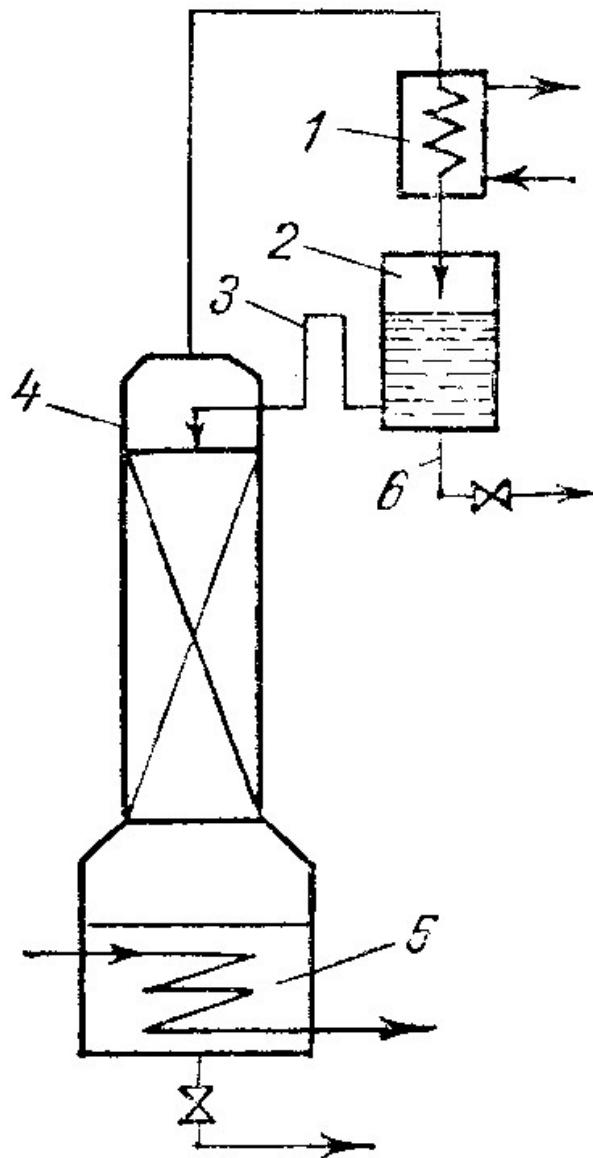


Rectificare discontinua cu condensare totala a vaporilor si reflux partial:

- 1 - rezervor amestec;
- 2 - pompa;
- 3 - blaz;
- 4 - coloana de rectificare;
- 5 - sistem de incalzire;
- 6 - condensator;
- 7 - distribuitor de reflux;
- 8 - racitor;
- 9 - rezervor de distilat;
- 10 - rezervor de reziduu.



# INSTALATII DE RECTIFICARE

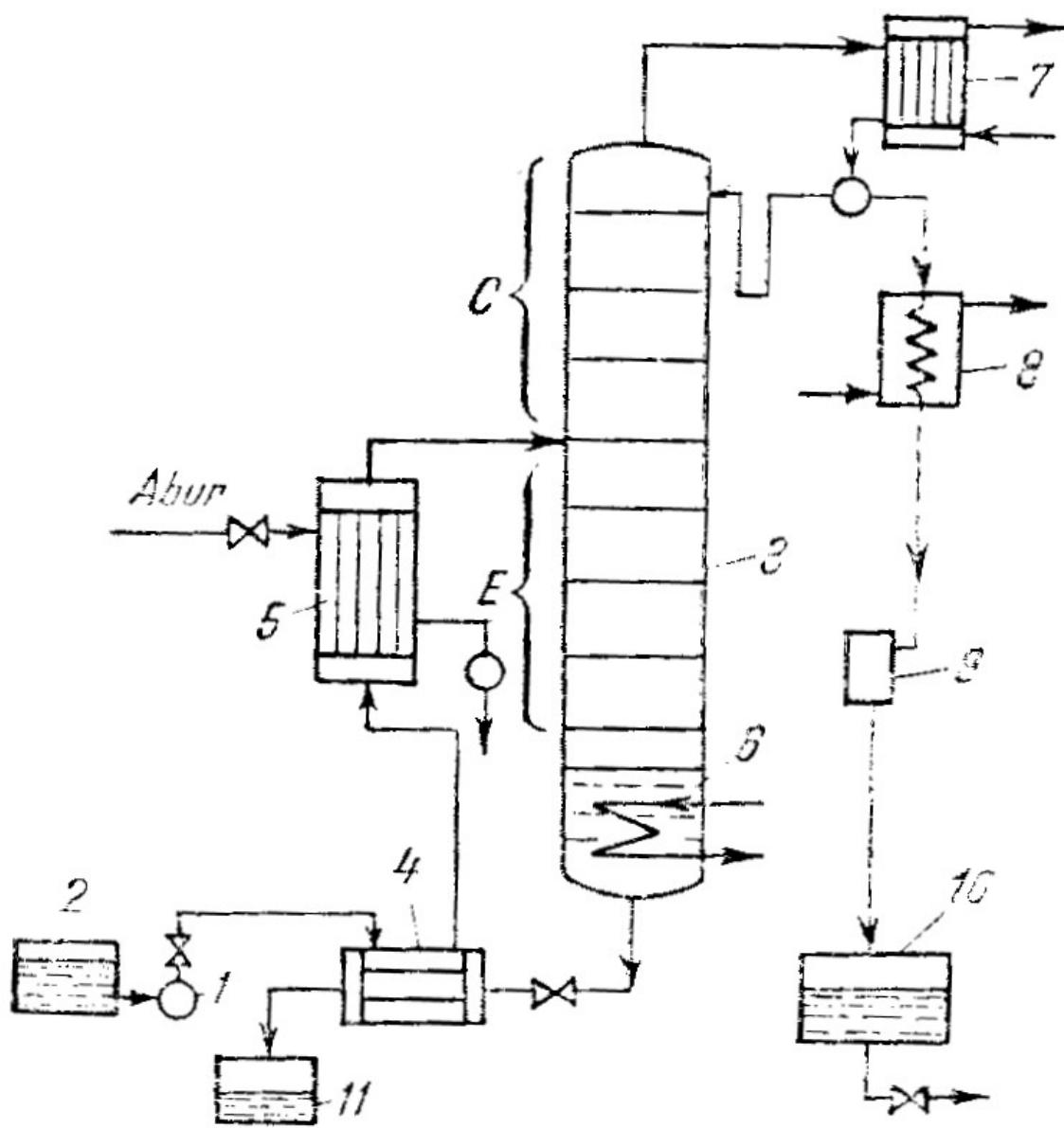


**Rectificare discontinua cu reflux total:**

- 1 - condensator;
- 2 - vas colector distilat;
- 3 - preaplin;
- 4 - coloana de rectificare;
- 5 - sistem de incalzire;
- 6 - racord evacuare distilat.



# INSTALATII DE RECTIFICARE

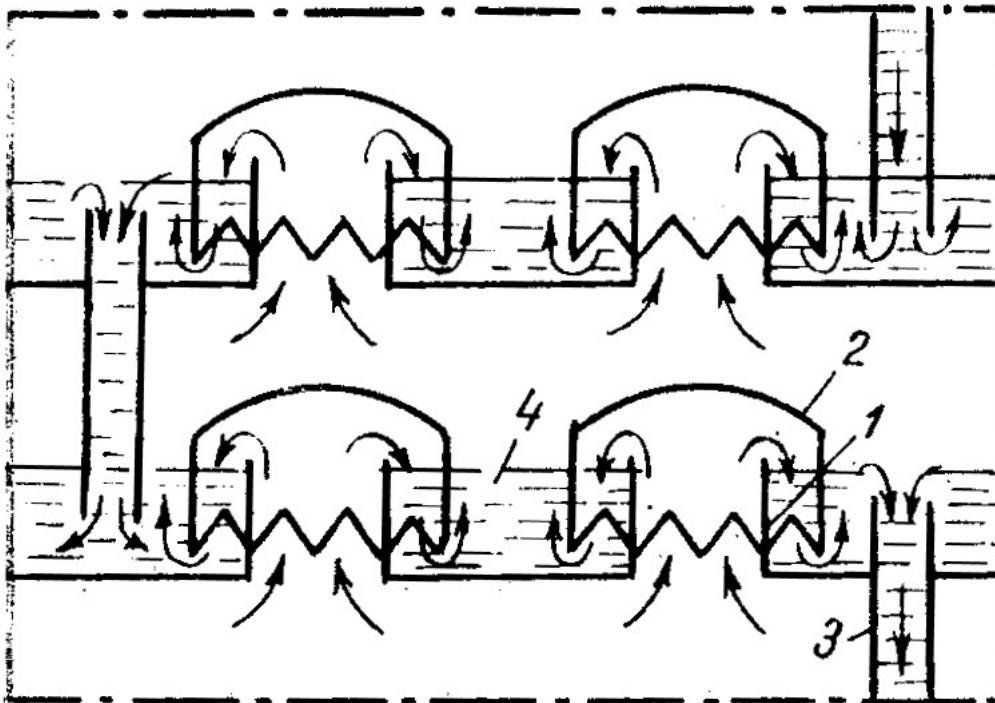


## RECTIFICARE CONTINUA:

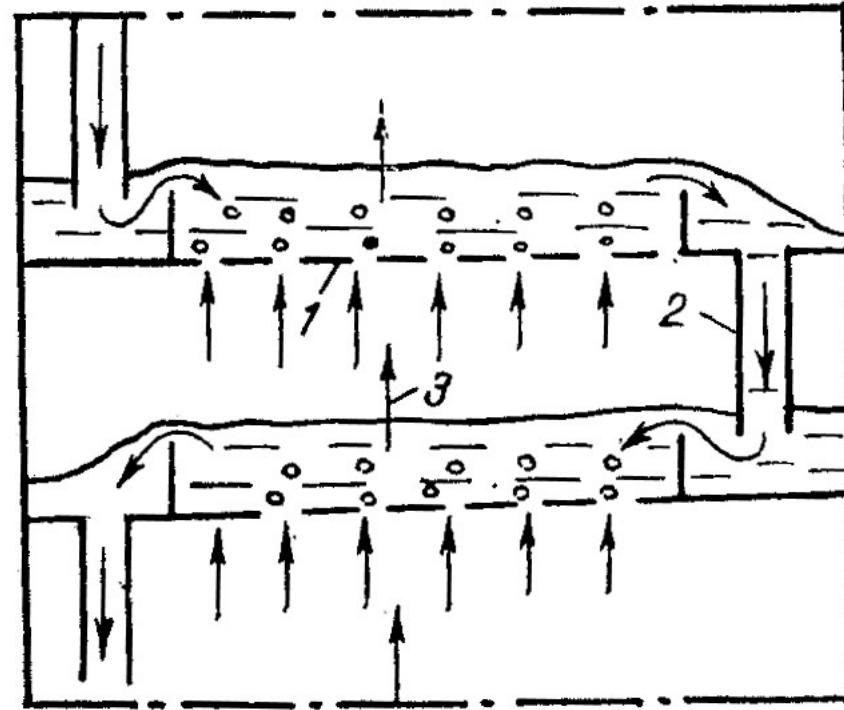
- 1 - pompa;
- 2 - rezervor alimentare;
- 3 - coloana rectificare;
- 4 - recuperator caldura;
- 5 - preincalzitor;
- 6 - blaz;
- 7 - condensator suprafata;
- 8 - racitor;
- 9 - vas de control;
- 10 - rezervor distilat;
- 11 - rezervor reziduu;
- C - zona de concentrare;
- E - zona de epuizare.



# COLOANE DE RECTIFICARE



a



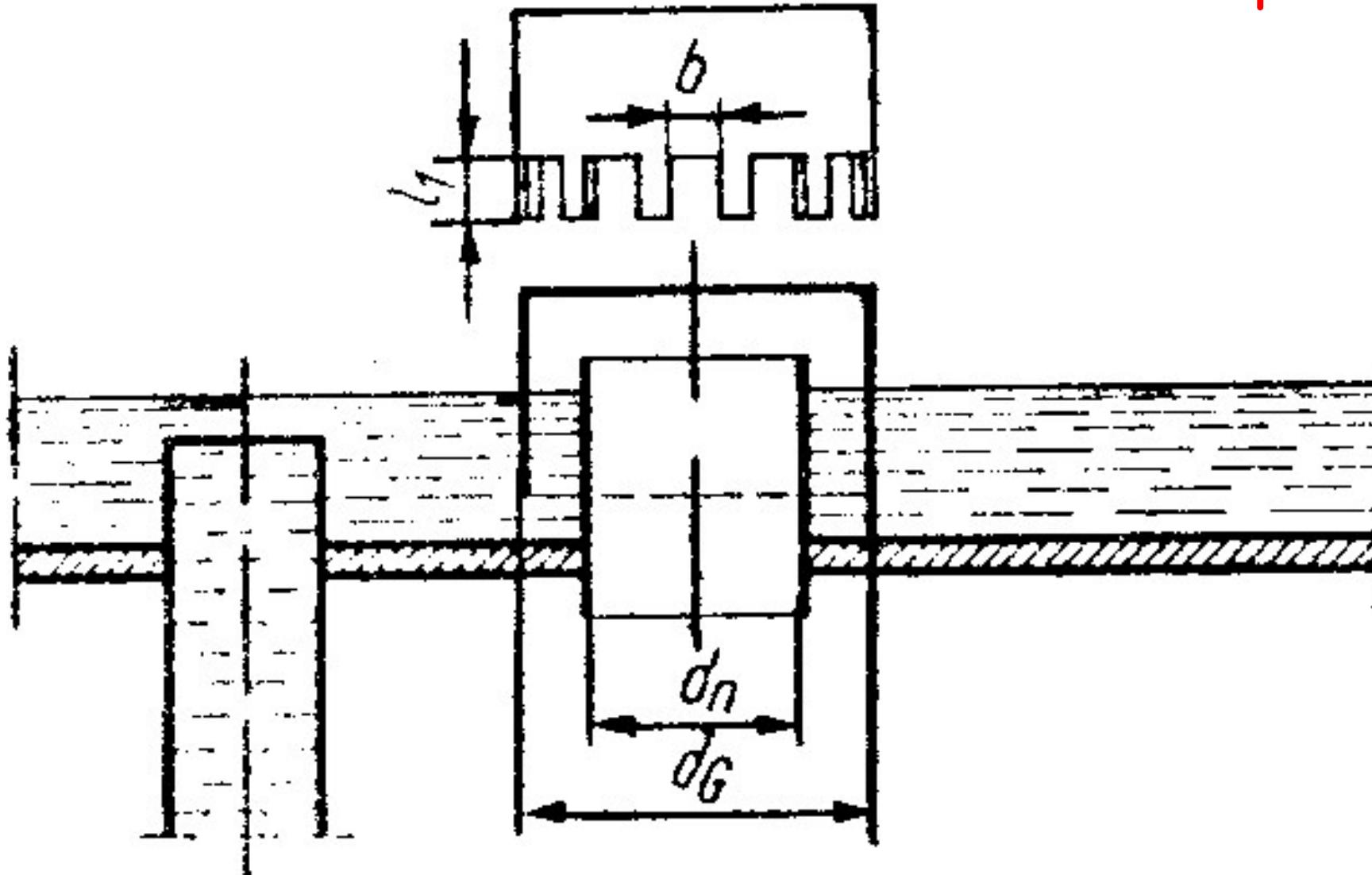
b

Elemente din coloana de rectificare cu talere:  
a — talere cu clopote; b — talere sită.



# COLOANE DE RECTIFICARE

Dimensiuni clopote



# COLOANE DE RECTIFICARE

## Date constructive pentru talerele coloanelor industriale

Distanța dintre talere:

- coloane adăpostite
- coloane neadăpostite

Raportul dintre aria secțiunilor țevilor de vapori și secțiunea liberă a coloanei

Diametrul clopotelor circulare

Lungimea clopotelor dreptunghiulare (tunel)

Lățimea clopotelor dreptunghiulare (tunel)

Înălțimea crestăturilor clopotelor

Lățimea crestăturii clopotelor

Distanța dintre două clopote vecine

Distanța dintre ultimul rind de clopote și prag

Distanța dintre clopotele periferice și perete

Viteza vaporilor în deschiderile clopotelor

Înălțimea pragului

Viteza lichidului în țevile deversoarelor

Rezistența hidraulică a unui taler cu clopote

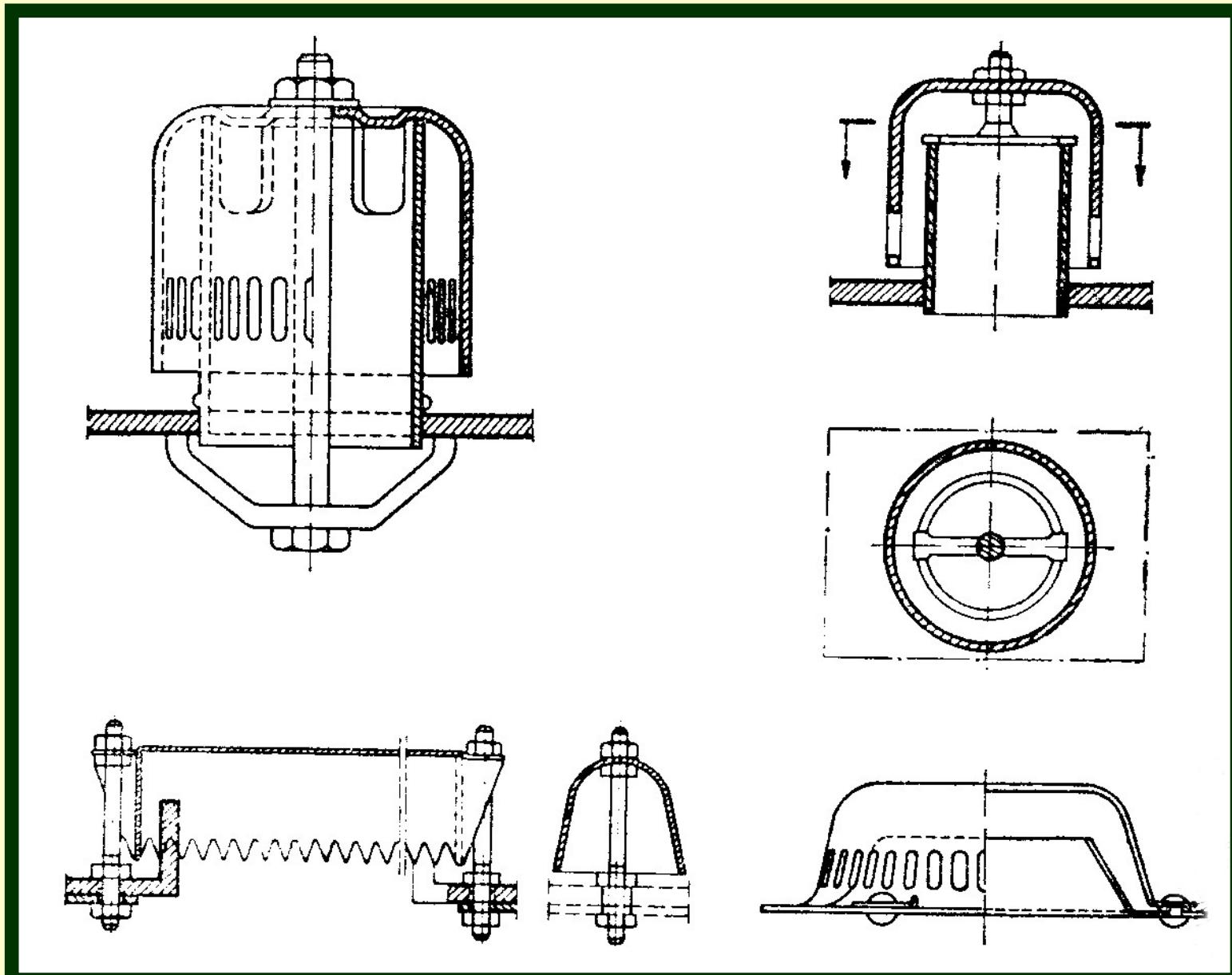
- în coloanele lucrând la presiune atmosferică
- în coloanele lucrând în vid

Viteza vaporilor în secțiunea liberă a coloanei în coloanele funcționând la presiune atmosferică

Afundarea statică

	150—250 pînă la 750	mm
	10—15	%
	75—150	mm
	peste 300	mm
	75—100	mm
	20—50	mm
	4—10	mm
	25—40	mm
	aprox. 75	mm
	35—40	mm
	2—6	m/s
	aprox. 60	mm
	0,1—0,2	m/s
	25—50	mm apă
	10—25	mm apă
	0,3—0,6	m/s
$h_s$	12—25	mm

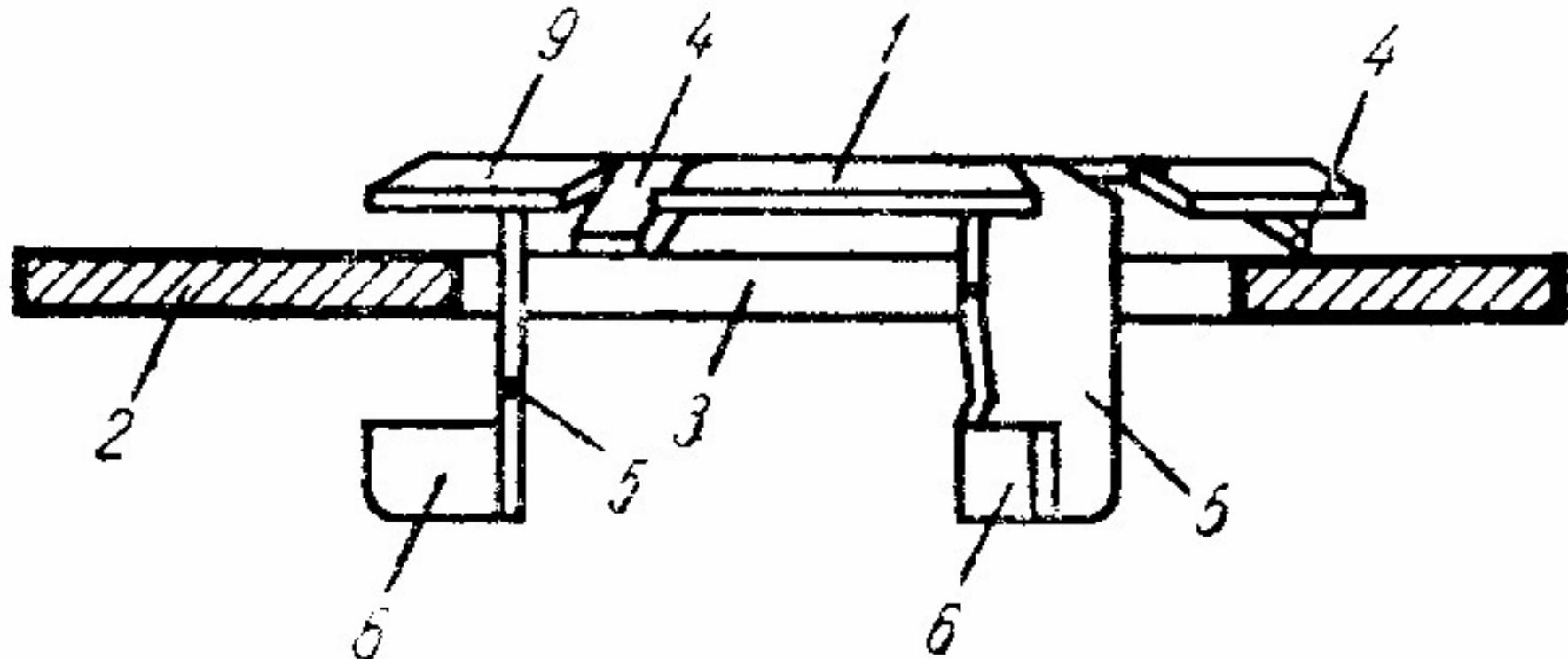
# COLOANE DE RECTIFICARE



TIPURI DE CLOPOTE



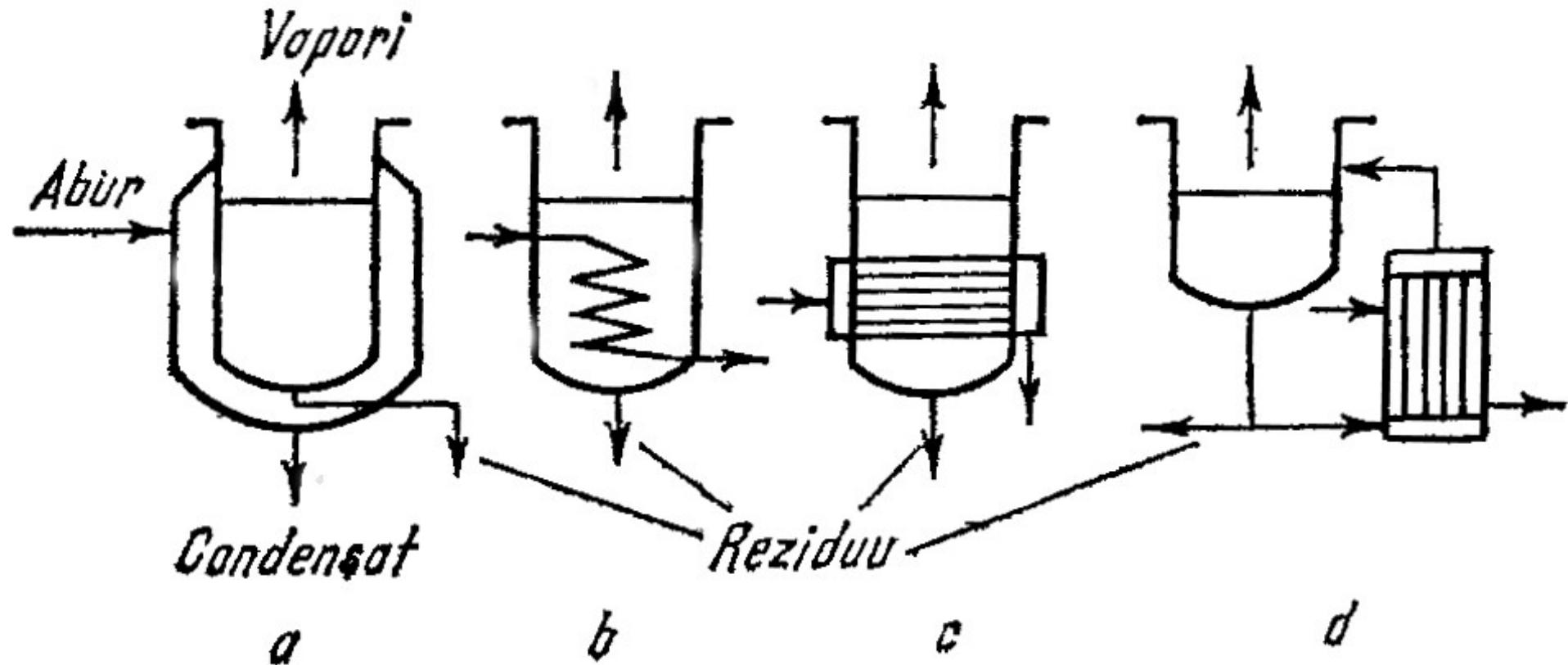
# COLOANE DE RECTIFICARE



1 — valvă; 2 — placă talerului; 3 — intrare vaporilor; 4 — suporti care fixează poziția inferioară; 5 — picioare de ghidaj; 6 — opritoare care limitează poziția superioară.



# COLOANE DE RECTIFICARE

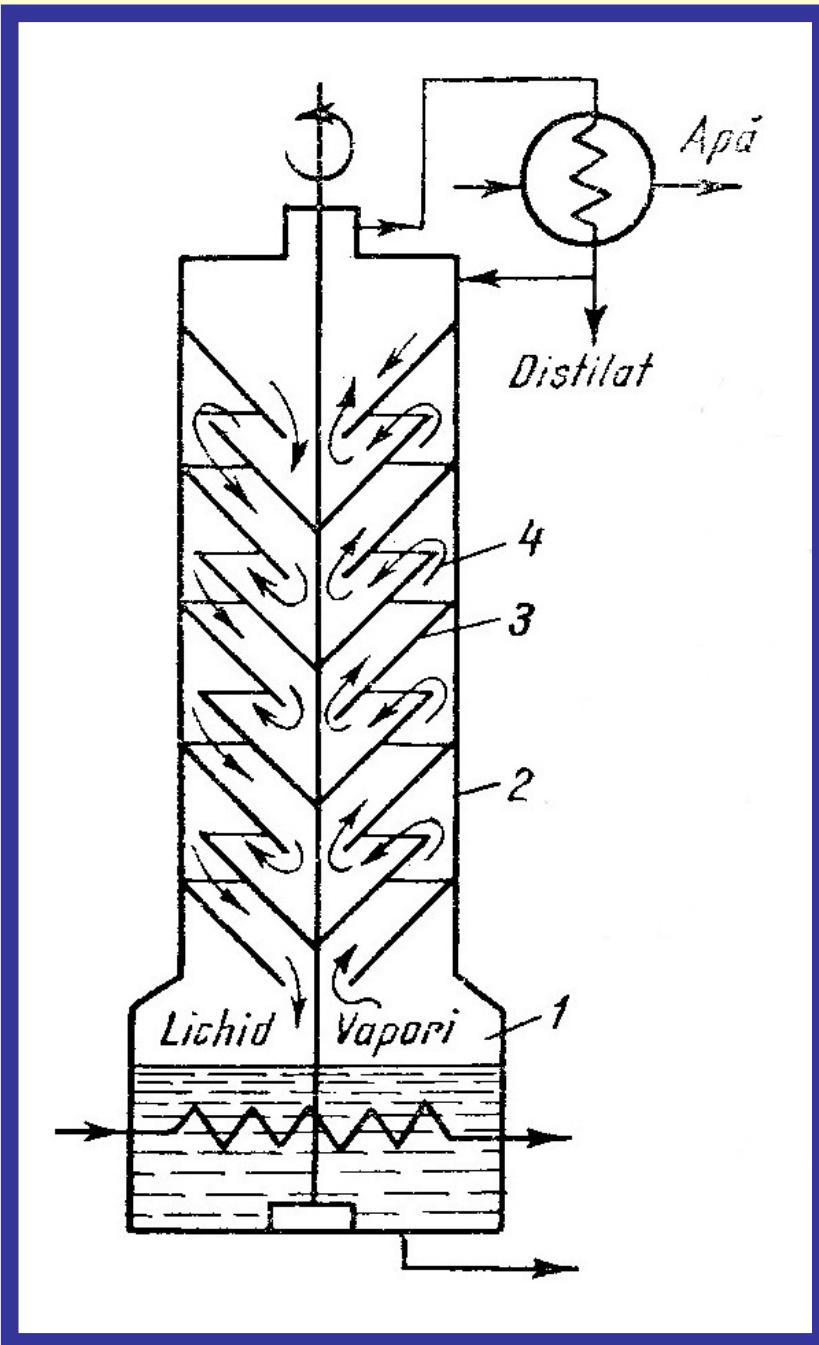


## BLAZE DE RECTIFICARE:

a - cu manta; b - cu serpentina; c - cu schimbator de caldura tubular orizontal; d - cu sistem de incalzire exterior



# COLOANE DE RECTIFICARE



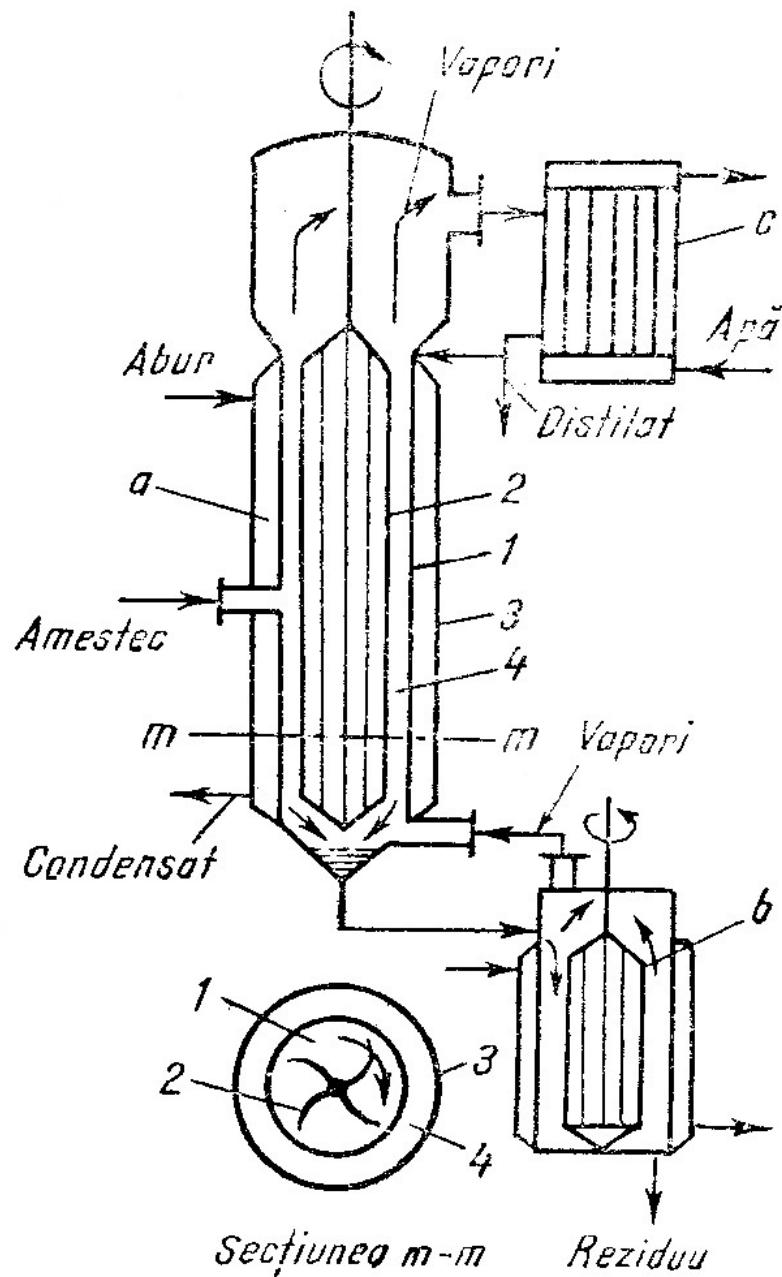
## Coloana de rectificare cu talere rotative:

- 1 - blaza;
  - 2 - portiune cilindrica;
  - 3 - talere tronconice fixate de peretele fix;
  - 4 - talere tronconice fixate de axul rotativ;
- o Lichidul curge in film subtire pe talerul fix de la periferie spre ax (gravitational), trece pe talerul rotativ pe care curge (centrifugal) de la ax catre periferie.
  - o Vaporii parcurg acelasi drum in sens invers.
  - o Avand eficacitate mare, se utilizeaza pentru separari dificile (separarea apei din apa grea).



# COLOANE DE RECTIFICARE

## COLOANE PELICULARE:



- a - coloana de rectificare;
- b - fierbator;
- c - condensator;
- 1 - cilindru vertical;
- 2 - agitator interior;
- 3 - manta de incalzire exterioara;
- o Se folosesc cu precadere pentru separarea amestecurilor termolabile cu punct de fierbere ridicat si viscozitate mare.
- o Uneori este necesara cuplarea a 2 astfel de aparate, unul cu rol de fierbator si altul cu rol de coloana de rectificare.



# **COLOANE DE RECTIFICARE**

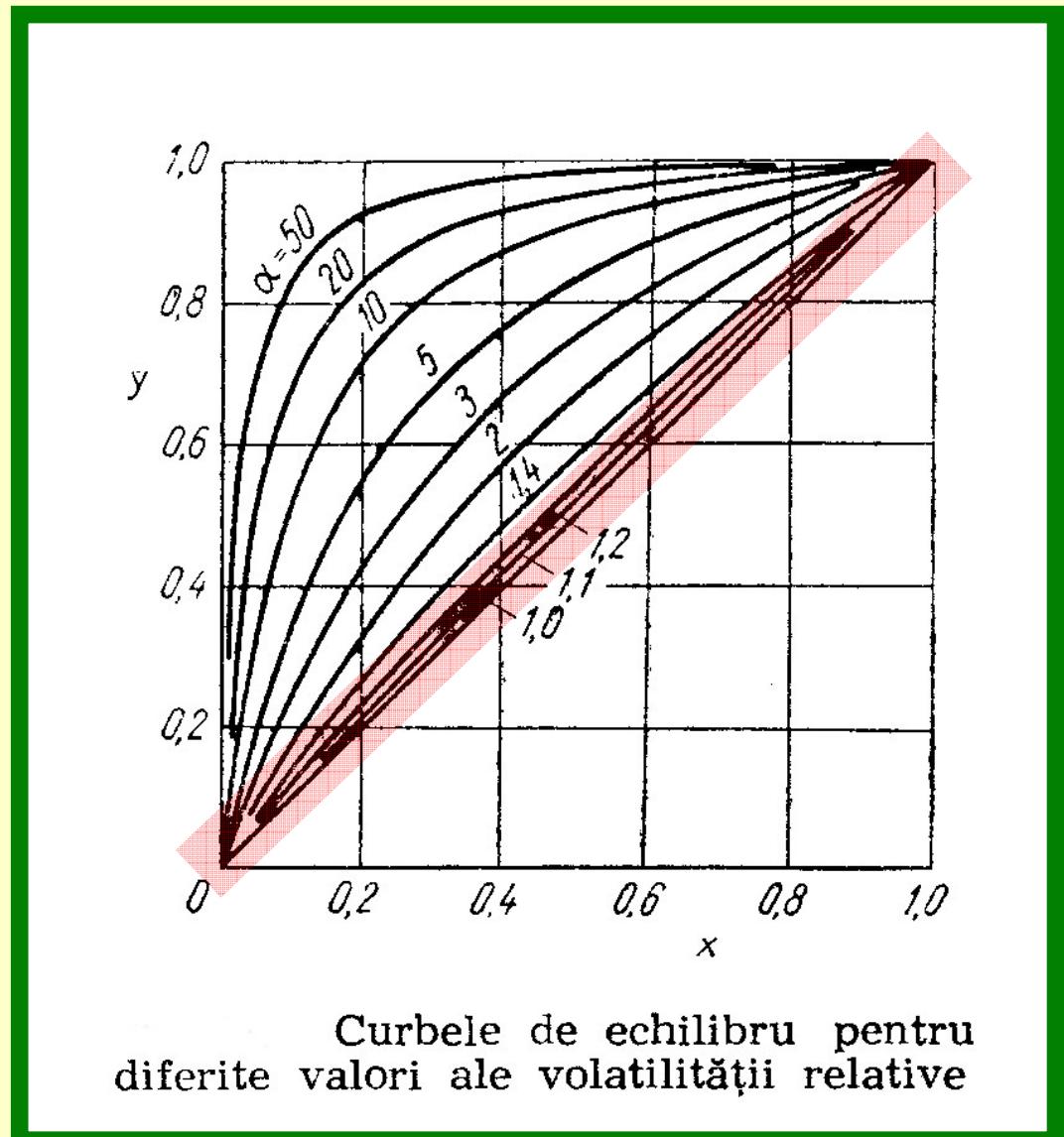
## **COLOANELE CU UMPLUTURA:**

- Contactul fazelor se realizeaza numai la suprafata filmului de lichid care uida umplutura;
- Transferul de masa este mai redus decat in cazul barbotarii;
- Ofera o concentrare mai mare a suprafetei de contact in unitatea de volum (functie de tipul umpluturii);
- Au rezistenta hidraulica mica, sunt mai simple si mai ieftine decat cele cu talere.



# DISTILAREA AZEOTROPA SI EXTRACTIVA

- Există amestecuri greu de separat prin distilare simplă sau rectificare
- Amestecuri binare cu volatilități apropiate (volatilitatea relativă =  $1,0 \div 1,1$ )
- Curba de echilibru este f. apropiată de diagonala  $\rightarrow$  potentialul transferului este mic  $\rightarrow$  necesitatea utilizării unui număr mare de talere  $\rightarrow$  investitii ridicate  $\rightarrow$  cost ridicat al separarii.



# **DISTILAREA AZEOTROPA SI EXTRACTIVA**

- o Amestecurile azeotrope sunt imposibil de separat prin distilare simpla sau rectificare.
- o In procesele de distilare azeotropa (DA) sau extractiva (DE) se adauga amestecului de separat un al treilea component:
  - Antrenant (DA)
  - Dizolvant (DE)care are rolul de a deplasa echilibrul L - V intr-o directie favorabila separarii.



# **DISTILAREA AZEOTROPA SI EXTRACTIVA**

- o La DA, antrenantul adaugat formeaza un azeotrop (pozitiv sau negativ) cu unul sau cu ambii componenti ai amestecului initial;
- o La DE, dizolvantul adaugat nu formeaza azeotrop, ci maresteste de cateva ori volatilitatea relativă.

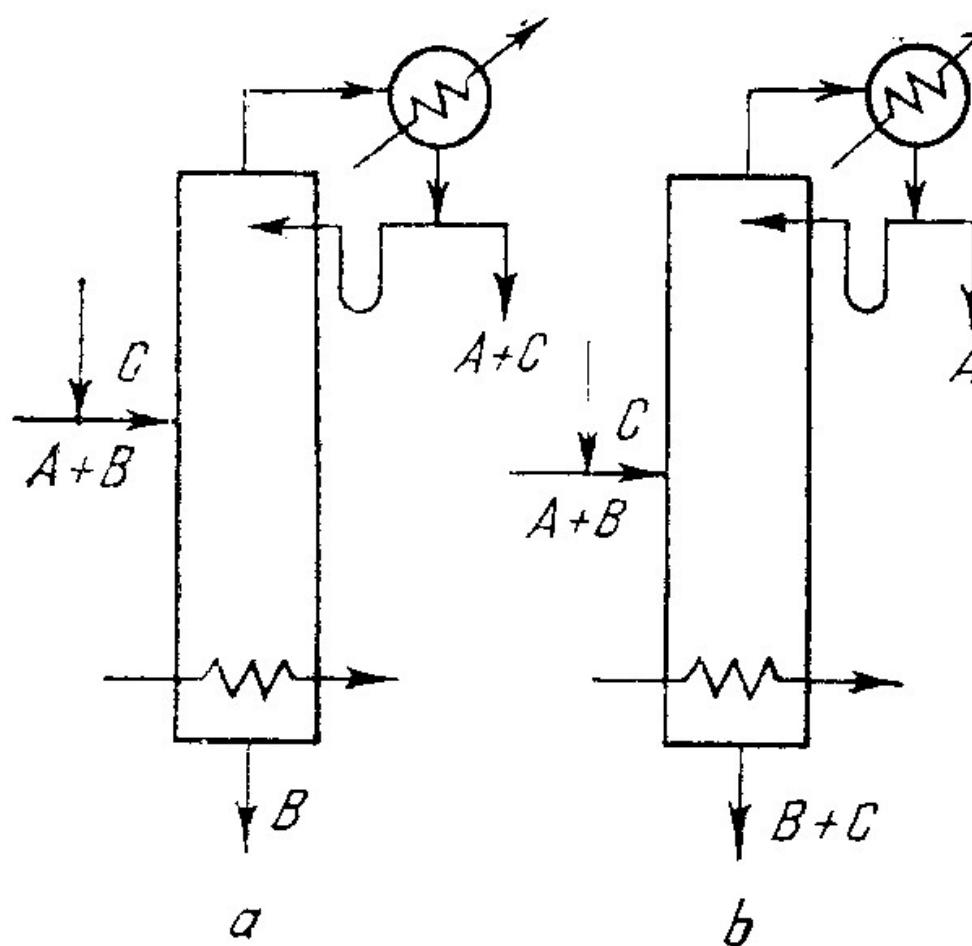


# DISTILAREA AZEOTROPA SI EXTRACTIVA

- o DE este mult mai utilizata decat DA deoarece:
  - nr. substanelor care indeplinesc conditia de dizolvant este mai mare;
  - se obtin separari bune cu un nr. redus de talere;
  - recuperarea dizolvantilor se poate face, de cele mai multe ori, prin distilare simpla.
- o Alegerea dizolvantului se face experimental;
- o Dizolvantul trebuie sa aiba TF cu cel putin 50 K mai ridicat decat componentul greu volatil din amestecul de separat.



# DISTILAREA AZEOTROPA

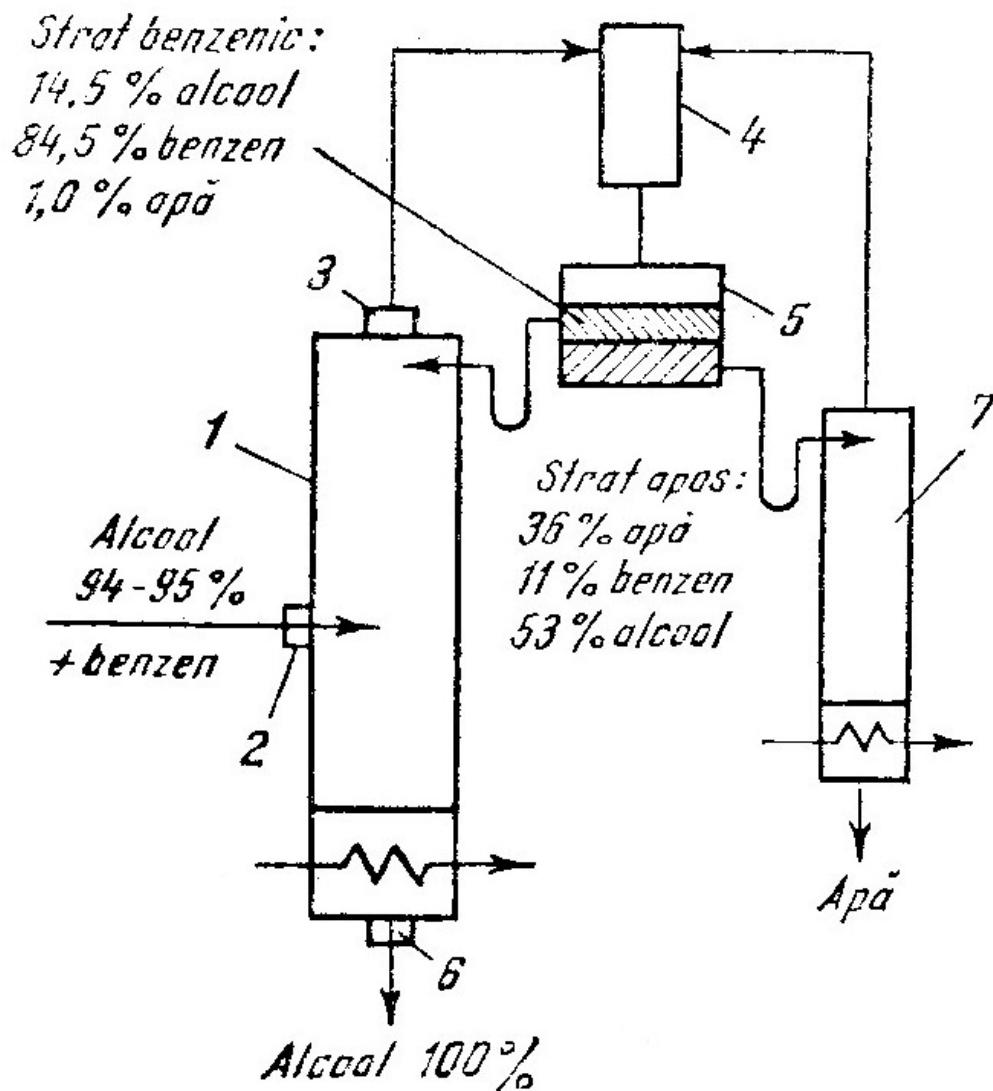


Schițe de principiu ale distilării azeotrope:

a — antrenantul formează un azeotrop pozitiv; b — antrenantul formează un azeotrop negativ.



# DISTILAREA AZEOTROPA

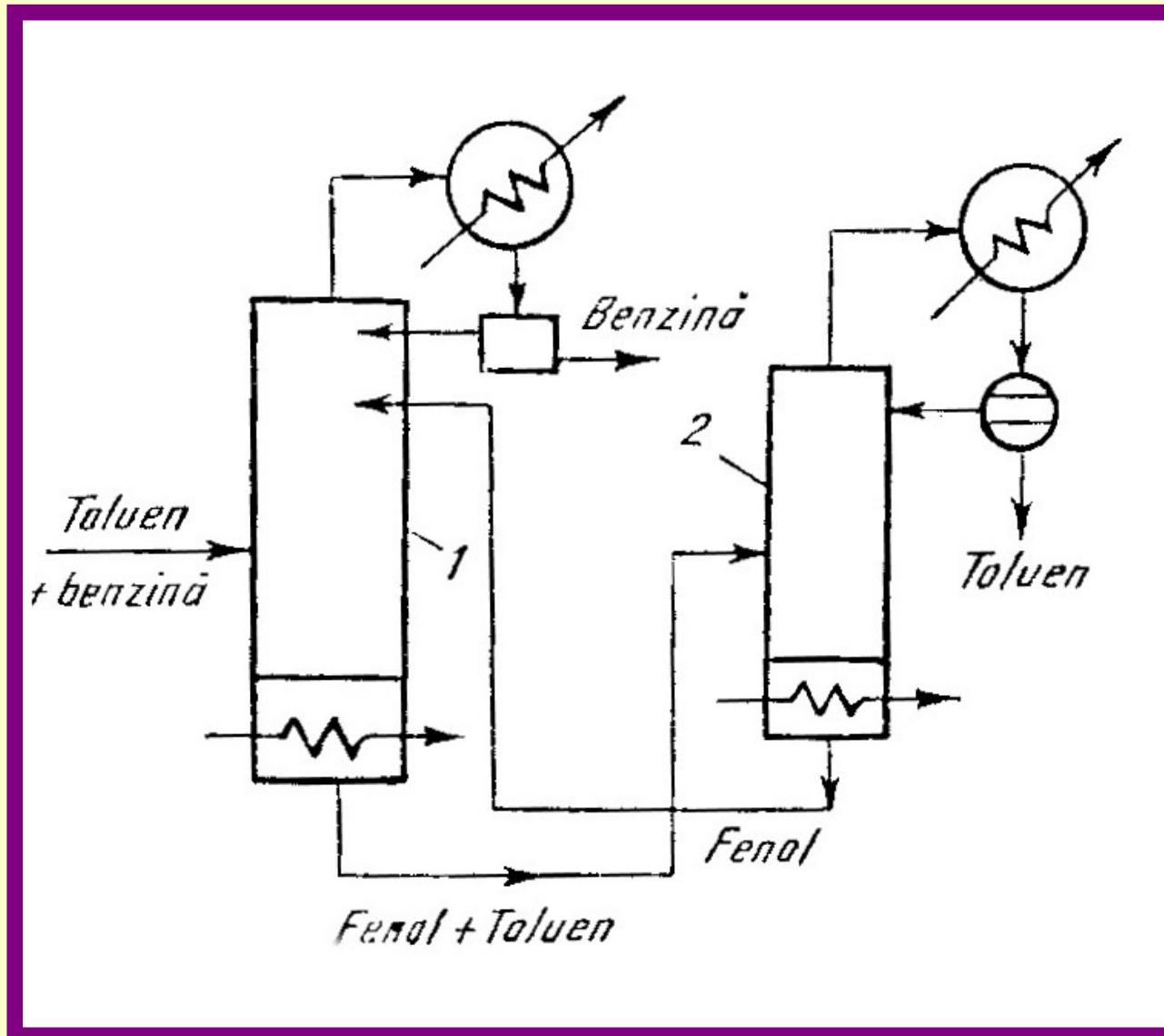


Obtinerea etanolului anhidru prin DA cu benzen:

- 1 - coloana de distilare;
- 2 - racord alimentare;
- 3 - racord evacuare vaporii;
- 4 - condensator;
- 5 - decantor;
- 6 - racord evacuare reziduu;
- 7 - coloana distilare strat apos.



# DISTILAREA EXTRACTIVA



**Obtinerea  
toluenului din  
benzina utilizand  
fenolul ca  
dizolvant:**

- 1 - coloana eliminare fractiuni nearomatice din benzina;
- 2 - Coloana de separare toluen - fenol;

