



# DOLGULU BİR KOLONUN PERFORMANS ANALİZİ : ORİFİZMETRE KALİBRASYONU

Aynur ŞENOL

İstanbul Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, 34850-Avcılar/İstanbul

Geliş Tarihi : 20.09.2002

## ÖZET

Bu çalışmada, dolgu çapı 6.25 mm, ıslanabilen dolgu dış yüzey alanı  $2.3 \text{ cm}^2$ , spesifik yüzey alanı  $a_p = 1037.3 \text{ m}^2/\text{m}^3$  ve boşluk kesri  $\varepsilon = 0.545 \text{ m}^2/\text{m}^3$  geometrik özelliklere sahip halkalı dolgu maddesinin işletme parametreleri 9 cm iç çapındaki cam bir destilasyon kolonunda araştırılmıştır. Trikloroetilen/*n*-heptan sistemini kullanarak, muhtelif kolon basınç düşüşü (buhar hızı) değerlerine karşılık dolgu maddesinin ayırma etkinliği (HETP ve gaz fazı transfer birimi yüksekliği,  $H_{OG}$ ) sonsuz reflüks çalışma koşulları altında test edilmiştir. Bravo-Fair'in etkin fazlar arası yüzey alanı ( $a_e$ ) yaklaşımı ile Onda'nın ıslak yüzey alanı ( $a_w$ ) ve kütle transfer katsayısı modelleri aracılığı ile, değişik buhar yükü değerlerine karşılık dolgunun ayırma etkinliği teorik olarak analiz edilmiştir. Buhar yükleme faktörü olarak Eckert'in boğulma hızı modeline göre hesaplanan %boğulma oranı (%*FL*) niceliği kullanılmıştır. Ayrıca, kolon kuru basınç düşüşü denemelerinde yer alan "orifizmetre" hava debisi ölçü aletinin kalibrasyonuna yönelik olarak, alettaki kapiler (orifiz) çapı (*d*) ve manometrik cıva seviyesi farkına ( $\Delta h_o$ ) dayalı bir hava hızı korelasyonu türetilmiştir.

**Anahtar Kelimeler :** Dolgulu kolon, Ayırma etkinliği, Etkin yüzey alanı, Orifizmetre

## THE PERFORMANCE ANALYSIS OF A PACKED COLUMN : CALIBRATION OF AN ORIFICE

### ABSTRACT

Investigations to develop data for this study were made using a pilot scale glass column of 9 cm inside diameter randomly filled to a depth of 1.90 cm with a Raschig type ring at a slightly modified geometry. The geometrical characteristics of packing are: the total area of a single particle  $a_d = 2.3 \text{ cm}^2$ ; specific area  $a_p = 1037.3 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ ; voidage  $\varepsilon = 0.545 \text{ m}^3/\text{m}^3$ . The efficiency tests were run using trichloroethylene/*n*-heptane system under total reflux conditions. Using the modified versions of the Eckert flooding model and the Bravo effective area ( $a_e$ ) approach, as well as the Onda wetted area ( $a_w$ ) and individual mass transfer coefficient models, it has been attempted to estimate the packing efficiency theoretically. This article also deals with the design strategies attributed to a randomly packed column. Emphasis is mainly placed on the way to formulate an algorithm of designing a pilot scale column through the models being attributed to the film theory. Using the column dry pressure drop properties based on the air flowing it has been achieved a generalized flow rate approach for calibrating of an orifice through which the air passes.

**Key Words :** Packed column, Efficiency, Effective interfacial area, Orifice

## 1. GİRİŞ

### 1. 1. Fraksiyonlama Cihazları

Destilasyon, homojen sıvı karışımında bulunan komponentlerin uçuculukları arasındaki farklılıklardan yararlanarak gereken ayırımı elde etme temeline dayanır.

Fraksiyonlama cihazları iki temel amacı karşılamak üzere dizayn edilirler. Bunlar, fazlar arasındaki kütle transfer alanı ve temas süresinin maksimum değerlerinde olacak tarzda buhar ve sıvıyı temas getirmek ve aşırı kolon basınç düşmesi olmadan kararlı operasyon koşulları altında optimum karışım miktarlarını işleme sokmaktır. Kademeli denge kolonları olarak tasarılan platolu kolonlarda, herbir plato elemanı ideal bir denge konsantrasyon basamağını temsil etmektedir. Dolgu yatağı boyunca sıvı ile buhar arasında sürekli bir temas olanağı sağlayan dolgulu kolonlar ise diferansiyel kolonlar olarak tasarlanmaktadır. Bu iki kolon tipi arasında, birçok araştırmacı tarafından ayırma etkinliği, kapasite, maliyet vs. gibi kriterlere dayalı karşılaştırmalar yapılmıştır (Fair, 1965; King, 1980; Kister, 1992; Gualito et al., 1997). İkili sıvı sistemlerinin farklı oluşundan dolayı somut bir sonuç çıkarılmamasına karşın, platolu kolonların dolgulu kolonlara kıyasla yaklaşık % 15 oranında kapasite üstünlüğü sağladıkları ve geniş fleksibilite (buhar yükü çalışma aralığı) özelliğine sahip oldukları görülmüştür. Vakum uygulamalarında ise dolgulu kolonların tartışılmaz üstünlükleri olduğu ortaya çıkmıştır. Kapasite ve ayırma etkinliği (HETP, tabaka yüksekliği) uyarınca Intalox eyeri, diğer dolgulara kıyasla yaklaşık % 10 - % 40 oranında etkinlik ve kapasitede üstünlük sağlamaktadır. Platolu kolonlarda HETP'nin geniş bir buhar yükü çalışma intervalinde büyük bir değişikliğe uğramamasına rağmen, % 85 - % 90 boğulma oranı bölgesi için dolgulu kolonlardakine kıyasla yaklaşık 2 kat büyük olduğu görülmüştür. Bütün karşılaştırmalarda, buhar yükleme faktörü ( $F_g = u_g \rho_g^{0.5}$ ) bağımsız değişken olarak kullanılmıştır.

Kademeli ayırma işlemi için kullanılan destilasyon cihazları gaz ve sıvı fazları arasında en düşük maliyet ve enerji sarfiyatı ile en mükemmel transfer hızını sağlamak amacıyla tasarlanmaktadır. Faz-denge ilişkilerine değişik difüzyon mekanizmaları ile kontrol edilen kütle transfer hızlarına dayanarak, sıvı karışımlarını ayırmak için çeşitli gaz-sıvı temas cihazları geliştirilmiştir. Başta dolgulu ve platolu kolonlar olmak üzere, püskürtmeli, karıştırılmalı ve

ıslak-duvar kolon tipleri bu amaçla kullanılmaktadır (King, 1980; Treybal, 1980; Kister, 1992).

Kister (1992), temas sisteminin seçiminde kriter teşkil edecek kantitatif parametreleri 7 gruba ayırmıştır :

1. Buhar yükü parametresi (normal işletmede ve boğulma şartlarında)
2. Kolon basınç düşüşü,
3. Ayırma etkinliği (HETP),
4. Sıvı yükü parametresi,
5. Maliyet,
6. Sistem, fleksibilitesi (Fleksibilitesi yüksek olan sistemlerde HETP geniş bir buhar yükü aralığında değişmemektedir.),
7. Uygulanan tasarım yönteminin emniyet payı.

Bazı hallerde korozyon faktörü, ikili sistemin ısıya karşı duyarlılığı, ısı transfer gereçleri gibi etkenleri de amaca yönelik karşılaşılan münferit şartlara bağlı olarak değerlendirmek gerekir. Bu kriterler uyarınca Wagner et al. (1997) tarafından yapılan karşılaştırmada, yüksek etkinliğe sahip dolgu iç ve dış yüzey bölgelerinde akış imkanları sağlayan yeni tip içten akışlı modern dolgu maddelerinin diğer dolgulara kıyasla üstün olduğu ortaya çıkmıştır. Kapasite ve etkinlik dışında temas sisteminin seçimini belirleyecek başka bir unsur da hiç kuşkusuz tesis masrafları olacaktır. Fiyat büyük ölçüde malzemenin seçimine bağlıdır. Dolgu maddesi seçimine ilişkin farklı  $F_p = a_p/\varepsilon^3$  değerine sahip dolgu malzemeleri için Eckert'in (1970) teklif ettiği Ekonomi faktörü,  $E_c$ , kriter olarak kullanılabilir.

## 2. DOLGULU KOLONUN FİZİKSEL TASARIMI

### 2. 1. Kolon Tasarım Kriterleri

Dolgulu destilasyon kolonlarında muhtelif tip ve boyutta dolgu maddeleri kullanılmakla beraber verim ve ayırma etkinliği açısından normal bir işletmede geniş buhar-sıvı temas alanı, küçük bir sıvı tutunması ve geniş buhar hızı çalışma intervali sağlayabilen dolgu tiplerinin genellikle tercih edildiği bilinmektedir. Günümüzün mevcut gelişme düzeyinde, dolgulu bir kolonun optimum çalışma sahasını algoritmalarca tanımlamak mümkün değildir (Bolles and Fair, 1982; Kister, 1992; Wagner et al., 1997). Bu konuda, Bolles and Fair (1982) tasarım uygulamalarına yönelik optimum buhar yükünü boğulma hızının % 70 - % 80'i şeklinde teklif etmektedir.

Dolgu kuleler genellikle silindirik yapılar içerisinde bir ızgara üzerine yerleştirilen dolgu malzemesi ile uygun gaz-sıvı temas ortamını sağlamada kullanılan ayırma araçlarıdır. Bu tip kolonlarda basınç düşüşü küçük olduğundan, kaynama noktası yüksek, ısıya duyarlı yüksek molekülü maddelerin saflaştırılması bakımından diğerlerine tercih edilmektedir. Uygulama alanları olarak korozif ile viskoz maddelerin ve çok sayıda denge durumları gerektiren yakın kaynama noktalı kompozisyonların işlenmesinde ekonomik açıdan avantaj sağlar. Köpük yapma eğilimi gösteren sistemlerde de dolgu kolonların kullanımı raflı kolonlara nazaran daha avantajlıdır. Sıvı tutunması daha azdır ve vakum uygulamalarında dolgu maddesi, yüksek buhar hızlarında önemli olan küçük basınç düşüşü sağladığı için platolarla tercih edilir. Sınai boyuttaki (çapı 1.2 m.den büyük) kolonlarda dolguların yaygın olmaması kanallaşma problemleri yüzündendir. Pratik ve ekonomik bakımdan çapı 60 cm den daha küçük olan kolonlar dolgu maddeli olarak seçilmelidir. Zira küçük çaplı platolu kolonların yapımı zordur. Özetle, küçük basınç düşmesi ve düşük hold-up'ın önemli olduğu hallerde dolgu maddesi platoya oranla avantaj sağlar (King, 1980; Treybal, 1980; Bolles and Fair, 1982; Kister, 1992; Wagner et al., 1997).

Bu bağlamda, gelişigüzel doldurulmuş veya kafes şeklinde istiflenmiş dolgu kolonların mühendislik tasarımı etkinlik ve kapasite üzerinde etkili olan etkenlerin anlaşılmasını gerektirir. Dolgu ayırma etkinliği ve kolon kapasitesi ise dolgunun büyüklüğü, geometrisi ve düzenlenmesinin, sıvı ve buhar akış hızlarının ve iki akışkanın fiziksel özellikleri ile dağılımının bir fonksiyonudur. Buna paralel olarak, kolon basınç düşmesi ve kütle transfer dirençleri gibi başka unsurları da hesaba katmak gerekir.

Tipik bir dolgu kolon tasarımında kolon çapı ( $d_k$ ) ve dolgu yüksekliği ( $Z$ ) fiziksel kule tasarımı olarak bulunur. Bolles and Fair (1982), kolon tasarım aşamalarını kronolojik olarak şu şekilde sınıflandırmaktadır :

1. Dolgu maddesi seçimi,
2. Kapasite ( $d_k$ ) tayini,
3. HETP tayini,
4. Kolon basınç düşüşünün belirlenmesidir.

## 2. 2. Dolgu Maddesi Özellikleri

Dolgu kolonlarda fraksiyonlandırma etkisi, teorik bir plato niteliğindeki eşdeğer dolgu maddesi yüksekliği şeklinde ifade edilir ve bu dolgu yüksekliği için "ekivalent yükseklik" veya HETP terimi kullanılır. HETP'nin düşük olması istenir.

Genellikle HETP dolgu çapı ile bir miktar artar; bu etki kanallaşmaya veya fazlar arasındaki düzensizliği ifade eder. Ayrıca, bir metre dolgu maddesi yüksekliğine isabet eden teorik plaka sayısı kolon boyunca değişik olabildiği gibi, kademeli olarak saflaştırılan sistemin fiziksel özelliklerine ve buhar hızına da tabidir. Dolgu maddesinin geometrisi HETP tayininde en büyük etkidir ve çapı belli bir kolonda aynı zamanda maksimum buhar yükünü de belirler. İyi bir dolgu maddesi, üniform olarak kolona doldurulabilen ve aşırı sıvı tutabilen ve basınç düşüşü olmadan etkin buhar-sıvı teması ve yüksek buhar debilerini sağlamak üzere yüzey alanı ile serbest (boşluk) hacminin uyumlu olduğu dolgu maddesidir (Eckert, 1970; King, 1980; Treybal, 1980; Bolles and Fair, 1982; Kister, 1992; Wagner et al., 1997).

Farklı dolgu geometrilerinden veya aynı cinsten dolguların fraksiyonel boşluk (boyutsal) değişimlerinden ileri gelen etkilerin değerlendirilmesi kapsamına giren konular, bu çalışmanın ilgi alanının dışında kalmaktadır. Ayrıca, deney düzeneği, dolgu geometrisi, sistem özellikleri ve kütle transfer mekanizmasının spesifik olması nedeni ile bu tip etkilerin karşılaşılan özel durumlara bağlı olarak değerlendirilmesi en doğru ve etkili yol olarak görülmüştür. Nitekim, çok sayıda dolgu geometrileri, sistemleri ve temel tasarım büyüklüklerini içeren geniş kapsamlı deneysel veri topluluğuna sahip genel amaçlı bir algoritmaya literatürde hiç rastlanmamaktadır. Bunun başlıca nedeni ise, çok sayıda değişkenin bağımsız olarak analizini rasyonel bir algoritma içerisinde birleştirmenin matematiksel açıdan çok zor oluşudur. Bu bağlamda, çalışmadaki performans değerlendirmelerinin kapsamı tek bir dolgu maddesi boyutu ile sınırlandırılmıştır.

## 2. 3. Fazlar Arası Etkin Kütle Transfer Alanı

İki önemli tasarım parametresi olarak kullanılan fazlar arası etkin yüzey alanı ( $a_e$ ) ve HETP kavramları bu çalışmanın temelini oluşturmaktadır.  $a_e$  niceliği, birim kolon hacmi başına fazlar arası yüzey alanı olarak tanımlanır ve boyutu ( $m^{-1}$ ) dir.

Kütle transfer hızları fazlar arasındaki temas alanı ile orantılı olarak değiştiğinden optimum ara faz yüzeyinin belirlenmesi önemlidir. Bu parametre proses tipinden tipine değişken olmakla birlikte, belli bir sistemde sabit akış şartları için temas süresi bakımından değer değişikliğine uğramaz ve artan temas alanı doğal olarak kütle transfer hızını da yükseltir. Dolayısı ile, %100 etkinliği temsil eden ideal dengeye ulaşmanın daha geniş bir olanağını sağlar. Bu konuda yapılan incelemeler dolgu spesifik yüzeyi ( $a_p$ ), ıslak yüzey alanı ( $a_w$ ) ve fazlar arası

etkin yüzey alanı ( $a_e$ )'nin birbirinden farklı karakteristik büyüklükler olduğunu göstermiştir (Onda et al., 1968; Bravo and Fair, 1982; Senol, 2001).

Kütle transferinde iki faz arasındaki temas yüzeyinin tümüyle aktif olması beklenemez. Sıvı film akışında ömürleri kısa olmasına rağmen daima analit ile doyurulmuş sıvı kümelerinin bulunduğu bir gerçektir. Islatılmış dolgu yüzeyinin yanısıra, sıvı film akışında meydana gelen karışma ve ani sıvı dalgalanmaları veya sıçramaları, sıvı fazda çözünen gaz kabarcıkları, serbest düşen sıvı damlacıkları, gaz fazı tarafından sürüklenen sıvı partikülleri gibi akış şartlarındaki düzensizliklerin yarattığı ek bir kütle iletimi alanını da hesaba katmak gerekir (Bravo and Fair, 1982; Senol, 2001). Bu karmaşık fiziksel görünümü yüzünden  $a_e$  parametresinin deneysel ölçümü çoğu kez başarısız olmaktadır. Netice itibarıyla, literatürde yayınlanan çok sayıda kütle transferi verileri,  $a_e$ 'nin analitik sonucu veya deneysel ölçümü ile ilgili karşılaşılan zorluklar yüzünden,  $k$  ve  $a_e$  niceliklerinin toplam etkisini veren volumetrik kütle transfer katsayısı ( $k \cdot a$ )'ya göre düzenlenmiştir. Bu konuda araştırmacıların görüş ayrılıkları tasarım uygulamaları için önemli bir handikap teşkil etmektedir.

Bu çalışmada, iki film teorisine dayalı kütle transfer modelleri aracılığı ile bireysel kütle transfer katsayıları,  $a_e$  ve HETP'nin hesaplanması amaçlanmaktadır. Genellikle dolgulu sistemlere yönelik  $a_e$  güdümlü kütle transferi dirençlerini modelleyen başlıca iki yaklaşım uygulanmaktadır. Birincisi,  $k$  ve  $a_e$  parametrelerinin beraberce hesaplanmasına dayanan volumetrik kütle transfer katsayısı ( $k \cdot a$ ) üzerine kurulmuştur. Ancak, benzer uyarlamalar kütle transfer mekanizmasının karmaşık fiziksel görünümü hakkında açıklayıcı bilgi vermemektedir. Nitekim hem  $k$ , hem de  $a_e$  üzerinde tesir eden faktörlerin karşılıklı etkime (interferans) yüzünden etkileri görünmeyebilir. Uygulanan diğer bir yöntem ise,  $k$  ve  $a_e$  niceliklerinin birbirinden bağımsız olarak analizine dayanır. Önemli tasarım hatalarına yol açan başka bir uygulama ise, ( $a_p$ )'ye dayalı film dirençlerinin hesaplanmasıdır. Çalışmada,  $k$  ve  $a_e$ 'nin ayrı ayrı yorumlanabilmesi için bunların etkileri bağımsız olarak analiz edilmiştir. Bu yöntem uyarınca gelişigüzel düzenine ilişkin yaklaşımlar incelenmiştir.

## 2. 4. Kütle Transferi Temel Tasarım Eşitlikleri

İki film teorisinde hem sıvı, hem de gaz tarafı film dirençlerinin baskın olduğu yolundaki varsayımdan hareketle, gaz fazı toplam transfer birimi yüksekliği ( $H_{OG} = H_G + \lambda H_L$ ) ve HETP için aşağıdaki temel

tasarım denklemi geliştirilmiştir (Bolles and Fair, 1982).

$$HETP = \frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} H_{OG} = \frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} (H_G + \lambda H_L) \quad (1)$$

Burada:  $\lambda = m/(L_m/G_m)$  denge-işletme hatları eğimler oranı,  $m$  denge eğrisi eğimi,  $L_m$  ve  $G_m$  (kmol/s) sıvı ve gaz fazları molar akış hızları olup total reflüks koşullarında  $L_m/G_m = 1$  dir;  $H_L = L/(k_L a_e \rho_L)$  ve  $H_G = G/(k_G a_e P M_G)$  sıvı ve gaz tarafı bireysel transfer birimi yükseklikleri (m),  $P$  işletme basıncı (Pa),  $M_G$  gaz fazı mol ağırlığı,  $\rho_L$  sıvı yoğunluğu (kg/m<sup>3</sup>);  $L$  ve  $G$  sıvı ve gaz fazları kütleli akış debileri (kg/m<sup>2</sup>·s);  $k_L$  ve  $k_G$  sıvı ve gaz tarafı bireysel kütle transfer katsayılarıdır (kmol/m<sup>2</sup>·s·atm).  $H_{OG}$  teriminde, bir dolgulu kontrol elemanındaki film dirençlerinin kütle iletimine karşı toplam etkileri söz konusudur. Seçilen yöntemin optimal çözüme varabilmesi için de  $H_L$ ,  $H_G$  ve  $\lambda$  tasarım büyüklükleri ile ilişkili boyutsuz sayılar cinsinden ifade edilen  $k_G$ ,  $k_L$  ve  $a_e$  niceliklerinin algoritmalarca emniyetli bir şekilde hesaplanmasına bağlıdır (Bolles and Fair, 1982; Bravo and Fair, 1982; Wagner et al., 1997).

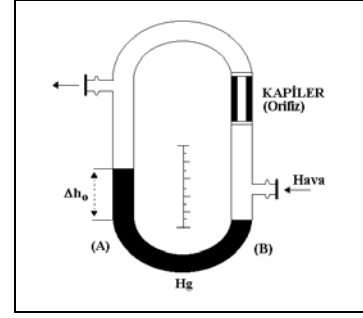
## 3. MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada, geometrik yapı açısından Raschig halkasına benzeyen halkalı bir dolgu maddesinin işletme özellikleri 9 cm iç çapındaki cam bir destilasyon kolonunda araştırılmıştır. Porselenden imal edilen bu dolgu elemanı, içi boş silindirik bir gövde ve biri dış bükey, diğeri de iç bükey olarak küresel segmentler görünümünde iki gövde tabanından meydana gelmiştir. Dolgu çapı  $d_p = 6.25$  mm, ıslanabilen dış yüzey alanı  $a_d = 2.3$  cm<sup>2</sup>, spesifik yüzey alanı  $a_p = 1037.3$  m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> ve boşluk kesri  $\varepsilon = 0.545$  özellikleri taşıyan dolgu maddesinin performans karakteristikleri iki denel sistem modeli çerçevesinde araştırılmıştır:

1. Trikloretlen/*n*-heptan sistemi (ayırma etkinliği)
2. Hava ile kuru basınç düşüşü denemeleri (orifizmetre kalibrasyonu).

Destilasyon kolonu düzeneği ise, içinde 2 kW.lık ısıtıcı bayonet bulunan bir buharlaştırıcı kazan, taşıyıcı ızgara üzerine 190 cm derinliğe kadar dolgu maddesi ile gelişigüzel doldurulmuş dolgulu kolon kısmı, sıvı akışının kontrolünü sağlayan reflüks ayarlama tertibatı ve serpantinli geri soğutucu elemanlarından oluşmaktadır. Ayırma etkinliği denemelerine ilişkin normal atmosferik baskı ve total reflüks çalışma koşulları altında kolon yaklaşık

4.5 saat dengede (sabit basınç gradienti,  $P_g$ 'de) çalıştırıldıktan sonra analiz örnekleri alınmıştır. Sistem yatışkın hale geldiğinde  $k$  ve HETP'nin tayini için kolunun dip ve tepe bölümleri ile dolgu taşıyıcısından 110 cm yükseklikte bulunan dolgu kontrol elemanından sıvı faz örnekleri alınmış ve bu bölgelerdeki kompozisyonların kaynama sıcaklıkları ölçülmüştür (Tablo 1). Sıvı faz kütleli akış hızını belirlemek için de, refluks ayarlama tertibatını belli bir süre açık tutarak, destilat kolon dışındaki bir ölçü kabına aktarılmıştır. Kolon, çevreye olan ısı kaybını önlemek için cam elyaflı mantolarla yalıtılmıştır. Besleme kompozisyonundaki ( $x_i$ ) değişiminin yarattığı etkileri ihmal edilerek molce 0.25 - 0.40 kolay uçucu komponent içeren değişik başlangıç sıvı karışımları kullanılmıştır. Yalın olarak başlangıç kompozisyonu  $x_i = 0.33$  ile alınan ayırma etkinliği sonuçları ise başka bir çalışmada değerlendirilmiştir. (Senol, 2001). Kuru basınç düşüğü ve orifizmetre kalibrasyonuna ilişkin deney düzeneğinde ise, buharlaştırıcıya bağlanan 1.84 kW (2.5 HP) kapasiteli bir kompresör yardımıyla taşıyıcı ızgaranın hemen altından kolona değişik hızlarda hava beslenmiştir. Hava debisi, yan kolunda bir kapilerin (orifizin) bulunduğu U-tipi cıvalı manometrik ölçü aleti (orifizmetre) ile ölçülmüştür (Şekil 1).



Şekil 1. Orifizmetre ölçü aleti

## 4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

### 4. 1. Ayırma Etkinliği Analizi

Dolgu maddeli endüstriyel bir kolon tasarımında, HETP ve boğulma oranı (% $Fl$ ) iki temel tasarım parametresidir. Bunlardan HETP kolon yüksekliğini; % boğulma oranı ise (%  $Fl = 100G/G_f$ , belirli bir sıvı akış hızına karşılık kolondaki gerçek buhar hızı ( $G$ ) değerinin maksimum boğulma hızına ( $G_f$ 'ye) oranı) kolon çapını tayin edecek kriterlerdir.

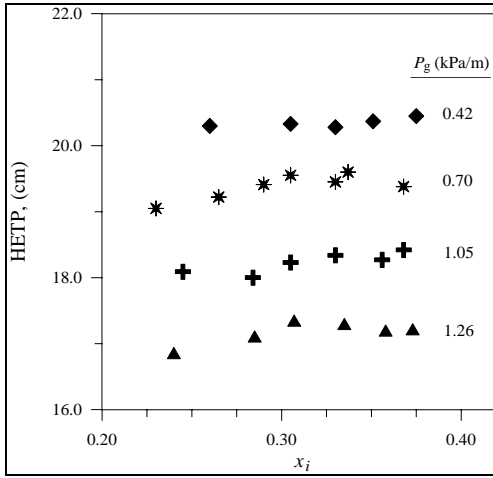
Tablo 1. Trikloretilen/*n*-heptan Sistemine İlişkin Değişik Sıvı Besleme ( $x_i$ ) Kompozisyonları ve Kolon Basınç Düşmesi Değerlerine Karşılık Deneysel Ayırma Etkinliği Sonuçları<sup>a</sup>.

$\Delta P^b$ kPa	Besleme <sup>c</sup> $x_i$ mol kesri	Kolon bölgesi	Sıvı faz, $x$ mol kesri	Sıcaklık, $T$ K	Uçuculuk $\alpha$ (ortalama)	$N_p^d$	$N_{OG}^e$
0.133	0.375	Dip Tepe	0.260 0.872	366.8 361.1	1.4041	8.23	9.09
0.333	0.312	Dip Tepe	0.207 0.858	367.8 361.2	1.4031	8.78	9.51
0.533	0.345	Dip Tepe	0.216 0.874	376.6 361.1	1.4034	9.02	9.83
0.800	0.300	Dip Tepe	0.185 0.862	368.2 361.2	1.4027	9.30	10.01
1.333	0.290	Dip Tepe	0.138 0.835	369.6 361.5	1.4012	9.74	10.26
1.667	0.290	Dip Tepe	0.132 0.845	369.7 361.4	1.4012	10.11	10.64
2.000	0.284	Dip Tepe	0.128 0.860	369.7 361.2	1.4014	10.57	11.13
2.400	0.370	Dip Tepe	0.180 0.915	368.3 360.8	1.4030	10.99	11.92
3.200	0.335	Dip Tepe	0.152 0.905	369.0 360.9	1.4023	11.25	12.06
4.000	0.350	Dip Tepe	0.158 0.887	368.9 361.0	1.4023	10.54	11.29
5.333	0.315	Dip Tepe	0.124 0.846	369.7 361.4	1.4012	10.35	10.86

<sup>a</sup> Total reflüks çalışma koşulları; <sup>b</sup> Kolon basınç düşmesi; <sup>c</sup> Başlangıç (besleme) sıvı karışımındaki kolay uçucu komponentinin mol kesri; <sup>d</sup> Fenske

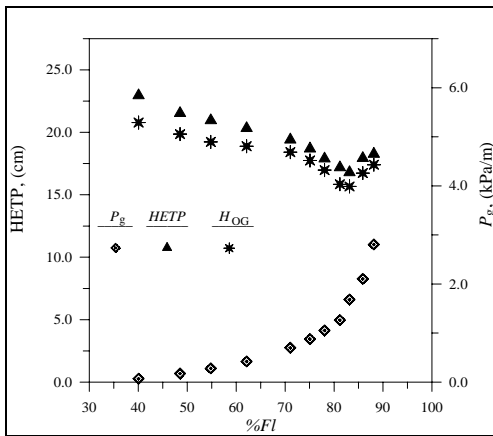
denkleminde göre teorik plaka sayısı (Kister, 1992); <sup>e</sup> Chilton-Colburn denkleminde göre gaz fazı toplam transfer birimi sayısı (Kister, 1992).

Bu grup denemelerde, molce 0.25 - 0.40 kolay uçucu komponent içeren trikloretilen/*n*-heptan ikili test karışımları aracılı ile sıfırdan boğulma noktası limitine kadar uzanan değişik kolon basınç düşüşü değerlerine karşılık HETP ve  $H_{OG}$  nicelikleri tayin edilmiştir (Tablo 1). Ayrıca, belirli basınç düşüşü değerinde farklı kompozisyondaki besleme karışımları ile yapılan ön testlerde HETP'nin beslemedeki kompozisyon değişikliğine bağımlı olmadığını ortaya çıkmıştır. Şekil 2'den de görüleceği gibi, çok düşük veya çok yüksek  $x_i$  değerlerindeki farklılıklar haricinde, belirli buhar akış hızı için kolon ayırma etkinliği nispeten sabit kalmaktadır.



Şekil 2. Başlangıç (besleme) kompozisyonunun ( $x_i$ ) ayırma etkinliğine etkisi. Parametreler kolon basınç gradienti ( $P_g$ ) dir.

Şekil 3'teki deneysel HETP ( $Z/N_p$ ) ve  $H_{OG}$  ( $Z/N_{OG}$ ) sonuçları, sırasıyla, Fenske ve Chilton-Colburn denklemlerine göre bulunmuştur (Kister, 1992; Treybal, 1980). Bu grafikte bağımsız değişken olarak kullanılan boğulma oranı (%*Fl*) parametresi



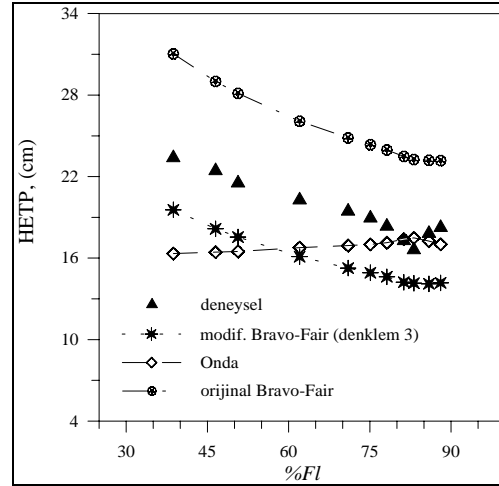
Şekil 3. Deneysel sistemde ayırma etkinliği (HETP;  $H_{OG}$ ) – kolon basınç gradienti ( $P_g$ ) - %*Fl* ilişkileri

ise Eckert'in (1970) boğulma hızı ( $G_f$ ) modeli ile hesaplanmıştır.  $G_f$ 'yi algoritmalarca hesaplayabilmek için de Eckert'in boğulma hızı eğrisine aşağıdaki denklem yakıştırılmıştır.

$$y \cdot \exp[0.128195(\ln x)^2] = 0.021398(x^{-1.081812}) \quad (2)$$

Burada,  $y = G_f^2 \cdot A = G_f^2 \cdot (F_p \psi (\mu_L / \mu_W)^2) / (g \rho_L \rho_G)$  ve  $x = L / G_f (\rho_G / \rho_L)^{0.5}$  Eckert boğulma hızı grafiğindeki  $y$  ve  $x$  eksenleri;  $G_f$  gaz boğulma hızı;  $F_p = a_p / \varepsilon^3$  dolgu faktörü;  $g$  yerçekimi ivmesi;  $L$  sıvı akış hızı;  $\psi = \rho_W / \rho_L$  yoğunluk terimidir.

Bu alanda yapılan çalışmalardan HETP ile % *Fl*'nin birbiri ile ilişkili olduğunu göstermiştir. Böyle bir ilişki deneysel veriler yardımı ile grafiksel olarak çizildiğinde, Şekil 2 ve 4'ten de görüldüğü gibi, minimumdan geçen bir eğri karakteri gözlenmektedir. Bu minimum önemli bir tasarım kriteri olup, bu noktaya isabet eden HETP ve % *Fl* değerleri optimum çalışma şartlarını belirler (Şekil 4).



Şekil 4. Kütle transfer modellerinin güvenilirlik analizi. HETP teorik sonuçlarının karşılaştırılması

Genellikle optimum çalışma sahası sistemin yükleme (minimum) noktası civarına isabet ettiğinden, en küçük sistem dalgalanması prosesi boğulma bölgesine (veya bu noktanın çok altına) düşürebilir ve HETP tayininde büyük hatalara sebebiyet vererek, başarısız tasarıma neden olur. Bu tip eğriye teorik film modelleri yakıştırmaya çalışılmış ise de bu yaklaşımlar genellikle eğrinin % 20 - % 80 *Fl* bölgesi için başarılı sonuçlar vermektedir. Bu bölgenin üzerine çıkıldığında tasarım aracı olarak modeller yetersiz kalmaktadır (Şekil 4).

Genellikle tasarım hataları,  $a_c$ 'nin analitik çözümünün çoğu kez başarısız olmasından ileri

gelir. Bu bağlamda Bravo and Fair'in (1982) teklif ettiği  $a_e$  modeli destilasyon sistemleri için geliştirilmiş orijinal bir yaklaşımdır. Bu çalışmada, Onda'nın bireysel kütle transfer katsayıları,  $k_L$  ve  $k_G$  hesapları ile Onda et al. (1968) ıslak yüzey alanı ( $a_w$ ) ve Bravo and Fair'in (1982) etkin yüzey alanı ( $a_e$ ) yaklaşımları sentez edilerek, denklem (1)'deki HETP temeline dayalı tasarım algoritması uygulanmıştır. Denge-işletme hatları eğimler oranının ( $\lambda = mG_m/L_m$ ) korelasyonu için Furnas yöntemi uyarınca (Yoshida and Koyanagi, 1962) ortalama bir denge eğrisi eğimi,  $m = N_{OL}L_m/(N_{OG}G_m)$ , hesaplanmıştır. Sıvı ve gaz fazlarına ilişkin toplam transfer birimleri sayıları,  $N_{OL} = \int dx/(x - x^*)$  and  $N_{OG} = \int dy/(y^* - y)$ , Simpson yöntemine göre bulunmuştur. Burada,  $x$  ve  $y$ , sırasıyla, sıvı ve gaz fazlarına ilişkin işletme koşullarındaki kolay uçucu komponentinin mol kesirleri;  $y^*$  ve  $x^*$  ise,  $x$  ve  $y$ 'nin denge değerleridir. Teorik hesaplamalara yönelik olarak  $L_m/G_m = 1$  ve denge eğrisi eğimi için  $m = 0.88$  değerleri alınmıştır. Tasarım süreci uyarınca kütle transfer algoritmasında orijinal Bravo-Fair modeli (yüzey gerilim terimi  $\sigma^{0.5}$ ) ve düzeltilmiş  $\sigma$  terimi ( $\sigma^{0.88}$ ) olarak modifiye model (denklem 3) kullanılmıştır. Bu değişikliğin teorik dayanağı ise,  $a_e$  değerinin zorunlu olarak Onda'nın öngördüğü ( $a_w$ )'den büyük olması koşuludur.

$$\frac{a_e}{a_p} = 0.498 \frac{\sigma^{0.88}}{Z^{0.4}} (Ca_L Re_G)^{0.392} \quad (3)$$

Burada,  $Ca_L = \mu_L L / (\rho_L \sigma g_c)$  sıvı kapiler sayısı;  $Re_G = 6G / (a_p \mu_G)$  gaz Reynolds sayısı;  $Z$  dolgu yüksekliği;  $g_c$  dönüştürme faktörüdür.

Onda et al. (1968)  $k_L$ ,  $k_G$  ve  $a_w$  yaklaşımları:

$$k_L \left( \frac{\rho_L}{g \mu_L} \right)^{1/3} = 0.0051 \left( \frac{L}{a_w \mu_L} \right)^{2/3} (Sc_L)^{-0.5} (a_p d_p)^{0.4} \quad (4)$$

$$k_G \left( \frac{RT}{a_p D_G} \right)^{1/3} = C \left( \frac{G}{a_p \mu_G} \right)^{0.7} (Sc_G)^{1/3} (a_p d_p)^{-2} \quad (5)$$

$$\frac{a_w}{a_p} = 1 - \exp \left[ -1.45 Re_L^{0.1} Fr_L^{-0.05} We_L^{0.2} \left( \frac{\sigma}{\sigma_c} \right)^{-0.75} \right] \quad (6)$$

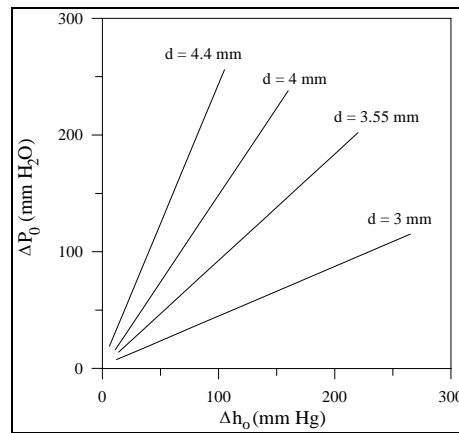
Burada,  $d_p > 0.5$  in için  $C = 5.23$ ,  $d_p \leq 0.5$  in için  $C = 2.00$ ;  $Sc = \mu / (\rho D)$  Schmidt sayısı;  $Re_L = L / (a_p \mu_L)$  Reynolds sayısı;  $Fr_L = a_p L^2 / (g \rho_L^2)$  Froode sayısı;  $We_L = L^2 / (a_p \sigma \rho_L)$  Weber sayısı;  $\sigma_c$  muhtelif dolgu malzemeleri için sıvı faz kritik yüzey gerilimi (N/m): 61 N/m (seramik dolgular), 75 N/m (metal

dolgular), 33 N/m (polietilen dolgular), 73 N/m (cam dolgular).

Şekil 4'ten de görüldüğü gibi, yükleme noktasının (%80  $Fl$ 'nin) üzerine çıktığında teorik modeller güvenilir sonuçlar vermemektedir. Bu bölgede, kütle transfer olayını tanımlayan Bravo-Fair modeli sürekli azalan bir eğri karakteri sergilemektedir. Onda yaklaşımı ise, absorpsiyon sistemlerine dönük bir HETP değişim trendini sergilemektedir. Sonuç olarak, teorik modellerin  $d$  (HETP)/ $d$  (%  $Fl$ ) türev (eğim) değişiminde büküm noktası vermediğinden optimum çalışma sahasını analitik olarak algoritmalarca belirlemek mümkün değildir. Bu nedenle, Bolles ve Fair optimum %  $Fl$  değerini % 70 - % 80 olarak öngörmektedir.

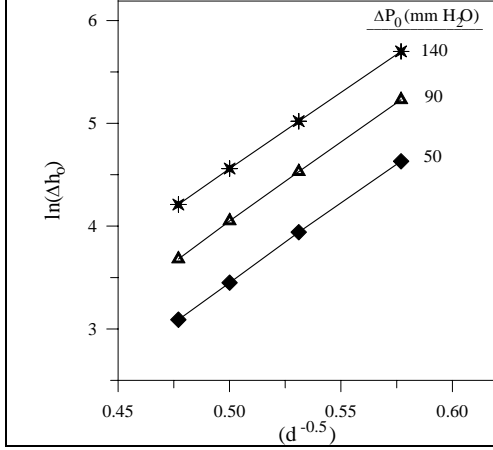
## 4. 2. Kolon Kuru Basınç Düşüşü ve Orifizmetre Kalibrasyonu

Şekil 1'deki kuru basınç düşüşü denemelerinde yer alan orifizmetrenin kalibrasyonu işleminde, veri tabanını temsilen küçük kapasiteli gazometre ile yapılan düşük hava hızları ölçümleri ve yüksek hava debilerine karşılık deneysel kolon kuru basınç gradienti ( $\Delta P_0$ ) – orifizmetre cıva seviyesi farkı ( $\Delta h_0$ ) ile  $\Delta h_0$  – kapiler çapı ( $d$ ) ölçümleri yer almıştır (Şekil 5 ve 6). Orifizmetre ölçü aleti orifiz prensibine göre, yani farklı kesitlerdeki basınç farkının tespiti ilkesine göre çalışmaktadır (Şekil 1). Aletin sağ kolu (B) üzerinde kapiler bölüm vardır. Bu koldaki Hg düzeyi hava giriş basıncını, (A) kolundaki Hg düzeyi de kapiler bölümü basıncını belirler. Bilindiği üzere hava debisi, orifiz ölçü aletindeki kapiler çapı ( $d$ ), kesitler oranı ve cıva düzeylerinin farkına ( $\Delta h_0$ ) tabidir. Kapilerin takıldığı cam borunun iç çapı 4.9 mm dir; ölçü aletinde kullanılan dört ayrı kapiler aynı uzunlukta olup, iç çapları sırasıyla 3.0, 3.55, 4.0 ve 4.4 mm'dir.



Şekil 5. Kolon kuru basınç düşüşü ( $\Delta P_0$ ) – orifizmetre manometrik seviye farkı ( $\Delta h_0$ ) ilişkisi ( $d$ , kapiler çapıdır)

Şekil 5 ve 6'daki dört kapilerle elde edilen kolon kuru basınç düşmesi ( $\Delta P_0/\text{mm H}_2\text{O}$ ) ve manometrik cıva seviyesi farkı ( $\Delta h_0/\text{mm Hg}$ ) verilerinin regresyon analizi sonucu,  $d$  ve  $\Delta h_0$ 'ye bağımlı aşağıdaki hava debisi korelasyonu türetilmiştir.



Şekil 6. Orifizmetre manometrik seviye farkı ( $\Delta h_0$ ) – kapiler çapı ( $d$ ) ilişkisi (Parametreler,  $\Delta P_0$ , kolon kuru basınç düşmesidir).

$$V_{\text{hava}} (\text{m}^3/\text{h}) = 0.178 \left( \frac{\Delta h_0}{\exp(15.46(d)^{-0.5} - 9.08)} \right)^{0.606} \quad (7)$$

$d$  – kapiler çapı (mm);  $\Delta h_0$  – orifizmetrede manometrik seviye farkıdır (mm Hg).

## 5. SONUÇLAR

Bu çalışmada, şekil olarak Raschig halkasına benzeyen seramik dolgu maddesine ilişkin ayırma etkinliği sonuçları ortalama 16 – 20 cm tabaka yüksekliği (HETP) mertebesinde seyredip genel bakımdan performans genliği teorik beklentinin üstünde sergilenmektedir. Ayrıca, geniş bir hava debisi akış aralığını kapsayan orifizmetre ölçü aletinin kalibrasyonuna ilişkin genel amaçlı bir yaklaşım önerilmektedir. İncelenen teorik kütle transfer modelleri sürekli azalan veya sürekli artan bir eğri karakteri sergilediğinden (Şekil 4), optimum çalışma sahasını algoritmalarca tanımlayabilecek yeni bir formülasyona ihtiyaç vardır. Bu alanda Senol (2001) tarafından önerilen  $a_e$  yaklaşımı, küçük veya orta ölçekli pilot kolonları için olumlu sonuç vermektedir. Dolgunun ayırma etkinliği hakkında somut bir sonuca varabilmek için kolay uçucu komponentinin yüzey geriliminin zor uçucu komponentininkine oranı ( $\sigma_{ku}/\sigma_{zu}$ ) açısından negatif ( $\sigma_{ku} > \sigma_{zu}$ ), pozitif ( $\sigma_{ku} < \sigma_{zu}$ ) ve nötral ( $\sigma_{ku} = \sigma_{zu}$ )

sistemlerinin anlaşılması ihtiyacı doğar. Bu konuları bir çalışmada değerlendirilecektir.

## 6. NOTASYON

$A$	=	Parametre
$a_e$	=	Etkin fazlar arası yüzey alanı ( $\text{m}^2/\text{m}^3$ )
$a_p$	=	Spesifik yüzey alanı (kuru dolgu maddesi) ( $\text{m}^2/\text{m}^3$ )
$a_w$	=	Islak yüzey alanı ( $\text{m}^2/\text{m}^3$ )
$C$	=	Katsayı
$Ca_L$	=	Sıvı faz kapiler sayısı, $\mu_L L / (\rho_L \sigma g_c)$
$D$	=	Difüzyon katsayısı ( $\text{m}^2/\text{s}$ )
$d$	=	Kapiler çapı (mm)
$d_e$	=	Eşdeğer çap (m)
$d_k$	=	Kolon iç çapı (m)
$d_p$	=	Dolgu maddesi çapı (m)
$F, f$	=	Fonksiyon simgeleri
$F_g$	=	Buhar yükleme faktörü, $u_g \cdot \rho_g^{0.5}$
$F_{LG}$	=	Sıvı-buhar akış parametresi, $(L/G)(\rho_G/\rho_L)^{0.5}$
$F_p$	=	Dolgu faktörü, $a_p/\varepsilon^3$ ( $\text{m}^{-1}$ )
$Fi_L$	=	Sıvı faz film sayısı, $Fr_L/Re_L = a_p^2 \mu_L L / (g \rho_L^2)$
% $FL$	=	% boğulma oranı, $(G/G_i)100$ (%)
$Fr_L$	=	Sıvı faz Froude sayısı, $a_p L^2 / (g \rho_L^2)$
$G$	=	Kütleli (superfisyel) gaz akış hızı ( $\text{kg}/\text{m}^2 \cdot \text{s}$ )
$G_r$	=	Boğulma hızı ( $\text{kg}/\text{m}^2 \cdot \text{s}$ )
$g$	=	Yerçekimi ivmesi ( $\text{m}/\text{s}^2$ )
$g_c$	=	Kuvvet/kütle dönüştürme faktörü (boyutsuz)
$H_G$	=	Gaz ve sıvı fazları bireysel transfer birimi yükseklikleri (m)
$H_L$	=	Gaz fazı toplam transfer birimleri yüksekliği (m)
$H_{OG}$	=	Tabaka yüksekliği (m)
$HETP$	=	Tabaka yüksekliği (m)
$P$	=	Manometrik seviye farkı (mm Hg)
$\Delta h_0$	=	Manometrik seviye farkı (mm Hg)
$k_G$	=	Gaz fazı bireysel kütle transfer katsayısı ( $\text{kmol}/\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa}$ )
$k_L$	=	Sıvı faz bireysel kütle transfer katsayısı ( $\text{m}/\text{s}$ )
$L$	=	Kütleli sıvı akış debisi ( $\text{kg}/\text{m}^2 \cdot \text{s}$ )
$M$	=	Molekül ağırlığı ( $\text{kg}/\text{kmol}$ )
$m$	=	Buhar-sıvı denge eğrisi eğimi
$N_{OG}$	=	Gaz fazı toplam transfer birimi sayısı
$N_{OL}$	=	Sıvı faz toplam transfer birimi sayısı
$N_p$	=	Teorik plato sayısı
$P$	=	Çalışma basıncı (Pa)
$P_g$	=	Basınç gradienti ( $\text{Pa}/\text{m}$ )
$\Delta P$	=	Islak (Yaş) kolon basınç düşüşü (Pa)
$\Delta P_0$	=	Kuru kolon basınç düşüşü (Pa)
$R$	=	Gaz sabiti
$Re_G$	=	Gaz fazı modifiye Reynolds sayısı, $6G/(a_p \mu_G)$
$Re_L$	=	Sıvı faz Reynolds sayısı, $L/(a_p \mu_L)$
$Sc$	=	Schmidt sayısı, $\mu/(\rho D)$
$T$	=	Sıcaklık (K)
$u_g$	=	Buhar akış hızı ( $\text{m}/\text{s}$ )
$V_{\text{hava}}$	=	Hava akış hızı ( $\text{m}^3/\text{h}$ )
$We_L$	=	Sıvı faz Weber sayısı, $L^2/(a_p \sigma \rho_L)$



- $x; x^*$  = Sıvı fazda kolay uçucu komponentinin işletme ve denge kompozisyonları (mol kesri)  
 $y; y^*$  = Buhar fazında kolay uçucu komponentinin işletme ve denge kompozisyonları (mol kesri)  
 $Z$  = Dolgu yatağı yüksekliği (m)

## 7. YUNAN ALFABESİ

- $\alpha$  = Relatif uçuculuk  
 $\varepsilon$  = Fraksiyonel boşluk hacmi ( $m^3/m^3$ )  
 $\lambda$  = Denge-işletme hatları eğimler oranı,  $mG_m/L_m$   
 $\mu$  = Dinamik viskozite (Pa·s)  
 $\rho$  = Yoğunluk ( $kg/m^3$ )  
 $\sigma$  = Sıvı faz yüzey gerilimi (N/m)  
 $\sigma_c$  = Dolgu maddesinin kritik yüzey gerilimi (N/m)  
 $\Psi$  = Yoğunluk terimi ( $\rho_w/\rho_L$ )

## 8. İNDİSLER

- f = boğulma (flooding)  
G (OG) = gaz (toplam gaz)  
L (OL) = sıvı (toplam sıvı)  
m = molar  
s = yüzeysel (superfisyal)  
W = su

## 9. KAYNAKLAR

Bolles, W. L. and Fair, J. R. 1982. Improved Mass-transfer Model Enhances Packed-column Design., Chem. Eng. 89, 109-116.

Bravo, J. L. and Fair, J. R. 1982. Generalized Correlation for Mass Transfer in Packed Distillation

Columns, Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev. 21, 162-170.

Eckert, J. S. 1970. Trays and Packings: Selecting the Proper Distillation Column Packing, Chem. Eng. Prog. 66, 39-44.

Fair, J. R. 1965. Selecting Fractionating-Column Internals, Chem. Eng. July, 5.

Gualito, J. J., Cerino, F.J., Cardenas, J. C. and Rocha, J. A. 1997. Design Method for Distillation Columns Filled with Metallic, Ceramic, or Plastic Structured Packings, Ind. Eng. Chem. Res. 36, 1747-1757.

King, C. J. 1980. Separation Processes, 2nd ed., McGraw-Hill, New York.

Kister, H. Z. 1992. Distillation Design, McGraw-Hill, New York.

Onda, K., Takeuchi, H. and Okumoto, Y. 1968. Gas Absorption with Chemical Reaction in Packed Columns, J. Chem. Eng. Jpn. 1, 56-62.

Senol, A. 2001. Mass Transfer Efficiency of Randomly-packed Column: Modeling Considerations, Chem. Eng. Process. 40, 41-48.

Treybal, R. E. 1980. Mass Transfer Operations, McGraw-Hill, New York.

Wagner, I., Stichlmair, J. and Fair, J. R. 1997. Mass-transfer in Beds of Modern, High-efficiency Random Packings, Ind. Eng. Chem. Res. 36, 227-237.

Yoshida, F. and Koyanagi, T. 1962. Mass Transfer and Effective Interfacial Areas in Packed Columns, AIChE J. 8, 309-316.