

Studiul coloanelor de extracție cu rotor cilindric – „îneccarea”

ION TRANDAFIR^{1*}, RADU Z. TUDOSE²

¹⁾ Universitatea din Craiova, Facultatea de Chimie, Calea București, Nr.107, 200478, Craiova, România

²⁾ Universitatea Tehnică Gh. Asachi Iași, Facultatea de Chimie Industrială, Departamentul Inginerie Chimică, B-dul D. Mangeron, Nr. 71A, 700050, Iași, România

The flooding process was examined in three extraction columns with cylindrical rotor and with different constructive parameters in the water-carbon tetrachloride system. For different operating features, there were established the conditions in which flooding occurred, the velocities for the two phases and the flooding hold-up. The experimental data were processed in order to calculate the characteristic velocity for which a criterial design equation was suggested.

Keywords: hold-up, flooding, slip velocity, characteristic velocity

Coloanele de extracție cu rotor cilindric reprezintă variante constructive speciale, caracterizate prin eficacitate ridicată, valori mici ale capacității de prelucrare, fiind indicate a fi folosite pentru procese de separare în care este necesar un timp de staționare al solventului relativ mic, sau se cere intensitate de agitare redusă în mediul de extracție [1,2,3].

Obținerea unor dispersii caracterizate prin dimensiuni mici ale picăturilor, distribuții uniforme și uor controlabile, o suprafață de transfer de masă interfazică activă, reprezintă caracteristicile de bază ale coloanelor de extracție cu rotor cilindric.

În aceste coloane nivelul de turbulență este scăzut, tensiunile de forfecare generate de miocarea rotorului la turajii relativ joase fiind suficiente pentru divizarea fazei disperse în picături cu dimensiuni adecvate procesului de extracție.

Unul din parametrii esențiali pentru caracterizarea hidrodinamică și controlul funcționării coloanei este reprezentat de concentrația volumică a fazei disperse, respectiv capacitatea de reținere ϵ_d . Valoarea reinerii reprezintă o variabilă ce reacționează sensibil la orice schimbare a condițiilor din dispersie, fiind dependentă de tipul și construcția coloanei, de intensitatea tensiunilor de forfecare, de vitezele de curgere a fazelor și de direcția procesului de transfer de masă. Procesele de formare și „divizare” a picăturilor de fază dispersă sub acțiunea tensiunilor de forfecare, apariția și dezvoltarea vârtejurilor din faza continuă, coalescența, antrenarea de picături, raportul între vitezele de curgere ale celor două faze, interacțiunile directe între picături, perturbațiile externe, reprezintă factori ce determină caracterul complex al curgerii din interiorul coloanei respectiv timpul necesar unei coloane de extracție pentru a atinge starea staționară. În general, la viteze reduse ale fazei disperse capacitatea de reținere are valori mici, care însă cresc cu încărcarea coloanei de extracție și ating o valoare maximă ϵ_{dP} valoare ce corespunde punctului de înecc al coloanei. La punctul de înecc apare fenomenul de antrenare a fazelor într-un singur sens, se ating valorile limită ale vitezelor superficiale pentru cele două faze u_{cf} și u_{dP} ce definesc domeniul de operare al coloanei sub aspectul încărcării specifice [4]. Prezentul studiu cuprinde rezultatele experimentelor efectuate în coloane cu un rotor cilindric pentru caracterizarea condițiilor de apariție a îneccului și corelarea parametrilor specifici.

Partea experimentală

Pentru studiul experimental s-a folosit o instalație clasică de extracție, la nivel de laborator, în care s-au testat coloane de extracție cu rotor cilindric, având statorul din sticlă și rotorul din oel inoxidabil. O descriere completă a instalației, caracteristicile constructive ale coloanelor și domeniul de operare au fost date într-o lucrare anterioară [5]. Vitezele de înecc s-au determinat pentru trei coloane având mărimea fantei stator-rotor δ , de 1, 3 și 5 mm. Experimentele s-au efectuat în absența transferului de masă, folosind sistemul apă-tetraclorură de carbon. S-a utilizat apă demineralizată și tetraclorură de carbon reactiv Merck, p.a. La valoare constantă a debitului de fază continuă și a turajiei, faza dispersă s-a introdus treptat și la valori mici ale debitului, urmărind echilibrarea curgerii și stabilirea unui nivel constant în spațiul de coalescență și separare de la partea inferioară a coloanei, respectiv o interfață stabilă.

În regim normal de funcționare faza dispersă se transformă în picături de dimensiuni diferite dar distribuite uniform pe întreaga suprafață activă a rotorului, deplasându-se pe traiectorii elicoidale. Nu au fost sesizate fenomene vizibile de coalescență, nivelul de solvent rămânând constant în zona de separare, înainte de evacuarea din coloană.

Perturbarea echilibrului hidrodinamic, respectiv atingerea stării de înecc în coloanele cu rotor cilindric, poate fi indusă prin mărirea excesivă a turajiei sau a debitului de fază dispersă.

Folosirea unor coloane cu statorul din sticlă, a făcut posibilă urmărirea din exterior a fenomenelor specifice pentru diverse regimuri de funcționare, filmarea și efectuarea de fotografii la timpi de expunere foarte mici.

La valori reduse ale turajiei faza dispersă este transformată în picături cu diametre relativ mari, uor aplatizate și distribuite neuniform pe suprafața rotorului, (fig. 1, fotografiile „a” și „b”).

Prin mărirea turajiei procesul de divizare a picăturilor se amplifică, astfel că în coloană are loc o uniformizare a dimensiunilor, forma acestora devenind sferică (fotografia „c”).

Dacă se mărește turajia și mai mult se observă că traiectoria în spirală a picăturilor se modifică, se formează picături fine care se grupează sub formă de inele ce se deplasează pe traiectoria unor cercuri concentrice. Treptat aceste inele au o miocare ascendentă, grupându-se spre

* email: nelutrandafir@rdslink.ro

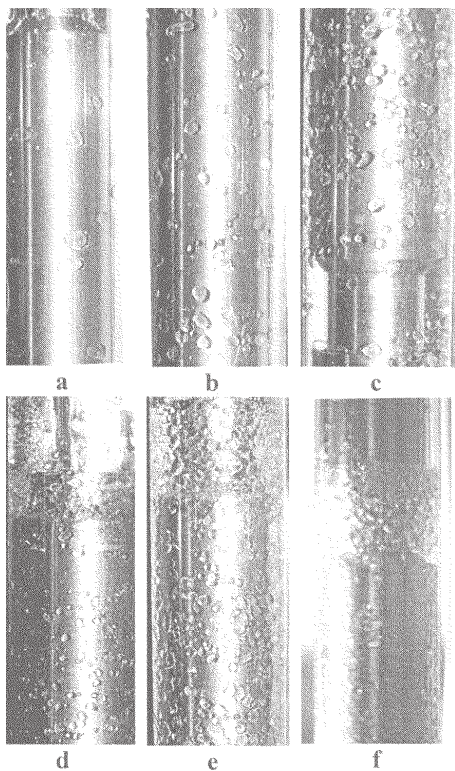


Fig. 1. Vizualizarea fenomenului de înec

partea de intrare în zona activă a rotorului. Picăturile cu dimensiuni foarte mici sunt antrenate de faza continuă și formează o a doua interfață la partea superioară a coloanei. La intrarea în zona activă nu se mai formează vârtejurile care să asigure antrenarea fazei disperse în spațiul activ și transportul picăturilor spre interfața principală. Aspectul coloanei prezentat în figure 1, fotografiile „d”, „e”, „f” caracterizează apariția treptată a fenomenului de înec.

La partea superioară a coloanei, mai precis la intrarea în zona activă, se aglomerează tot mai multe picături, apar fenomene de coalescență și se formează un inel continuu cu grosime variabilă, format din fază dispersă. Deplasarea picăturilor prin coloană capătă un aspect dezordonat, nivelul interfeței de la partea inferioară începe să devină fluctuant, regimul de funcționare reprezentând înecul coloanei. Este posibil, ca în anumite condiții grosimea inelului de solvent să crească rapid, iar faza dispersă să fie antrenată cu faza continuă.

În funcționarea coloanelor cu un rotor cilindric mai poate să apară o altă situație care determină înecul coloanei, ea fiind dată de mărirea excesivă a debitului de fază dispersă. Menținând constant debitul fazei continue și viteza de rotație se mărește treptat debitul de fază dispersă. În prima etapă, când vârtejurile pot prelua întreaga cantitate de fază dispersă, iar energia furnizată de rotor permite divizarea corespunzătoare a picăturilor, fenomenul este sesizabil numai prin mărirea numărului de picături pe suprafața rotorului, forma și dimensiunea acestora modificându-se foarte puțin, în unele situații chiar fenomenul fiind greu sesizabil vizual.

Pe măsură ce crește debitul de fază dispersă, dimensiunile picăturilor se măresc, încep să fie observate frecvente fenomene de coalescență în diverse zone ale rotorului, fără o redispersie ulterioară a acestora. Nivelul stabil al interfeței începe să se modifice fiind necesară o echilibrare continuă a coloanei.

Este momentul în care coloana intră în regimul de înec datorat debitului excesiv de fază dispersă. În spațiul activ al coloanei nu mai poate fi preluată întreaga cantitate de

fază dispersă, care formează o a doua interfață în zona de separare de la partea superioară a coloanei.

Micșorând debitul de fază dispersă coloana reintră treptat în regim normal de funcționare.

Vitezele celor două faze u_{df} , u_{cf} , capacitatea de reținere la înec ε_{df} și turajul corespunzătoare a rotorului reprezintă parametri hidrodinamici determinați experimental pentru a caracteriza fenomenul de înec.

Rezultate și discuții

Folosirea coloanelor cu satorul din sticlă a permis urmărirea din exterior a fenomenelor caracteristice funcționării coloanelor de extracție experimentale.

Valorile parametrilor funcționali, respectiv vitezele superficiale pentru cele două faze și turajul rotorului, corespunzătoare punctului de înec, definesc un domeniu limitativ de funcționare pentru fiecare coloană.

Rezultatele determinărilor experimentale, obținute pe baza stabilirii punctului de înec prin observații vizuale asupra caracterului curgerii fazelor în coloană și măsurarea parametrilor specifici de funcționare, au fost concentrate sub forma curbelor caracteristice de înec, prezentate în figurele 2, 3 și 4.

Analiza curbelor menționate arată că, pentru sistemul și coloanele testate viteza fazei disperse este mult mai mică în raport cu viteza fazei continue și scade prin creșterea turajului.

Cel mai larg domeniu în care pot fi modificate vitezele celor două faze s-a stabilit în coloana cu o mărime a fantei sator-rotor de 3 mm ($\sigma = 3$ mm).

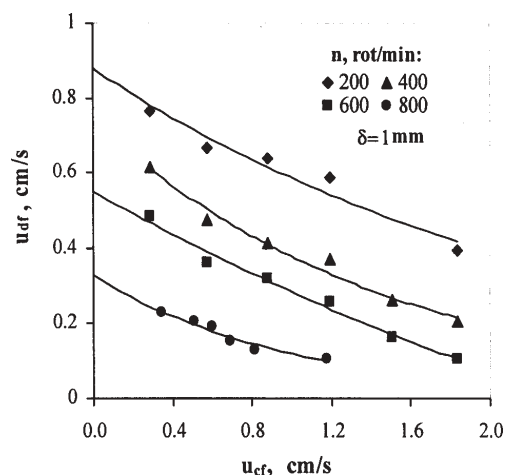


Fig. 2. Curbe caracteristice de înec pentru coloane cu $F_g = 0,95$

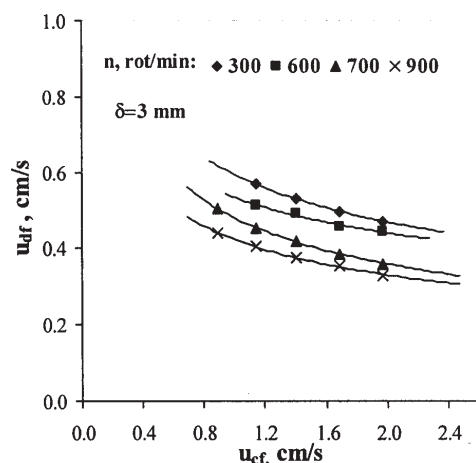


Fig. 3. Curbe caracteristice de înec pentru coloane cu $F_g = 0,84$

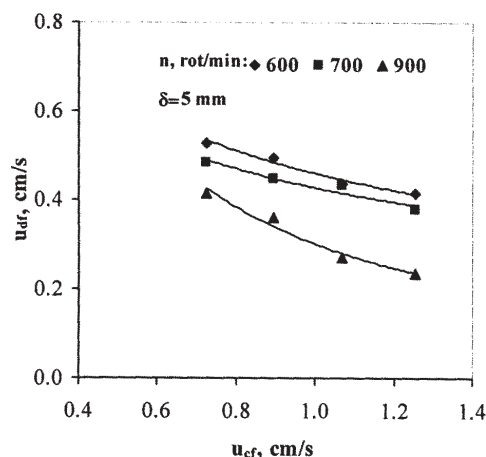


Fig. 4. Curbe caracteristice de înec pentru coloane cu $F_g = 0,74$

Pentru turățiile de lucru folosite, 200-1000 rot/min, creșterea mărimii fantei stator-rotor are ca prim efect scăderea semnificativă a tensiunilor de forfecare induse în cele două faze și modificarea corespunzătoare a structurii curgerii de tip vârtej [6].

La toate acestea trebuie adăugat faptul că vitezele de înecare sunt în funcție de proprietățile fizice ale celor două faze și de parametrii de proiectare ai coloanelor.

În condițiile de înec stabilite s-a măsurat capacitatea de reținere ϵ_{df} în fiecare coloană pentru turății diferite. Valorile experimentale sunt prezentate sub forma corelației grafice generale, capacitatea de reținere funcție de raportul vitezelor superficiale la punctul de înec u_{dr}/u_{cf} (fig. 5).

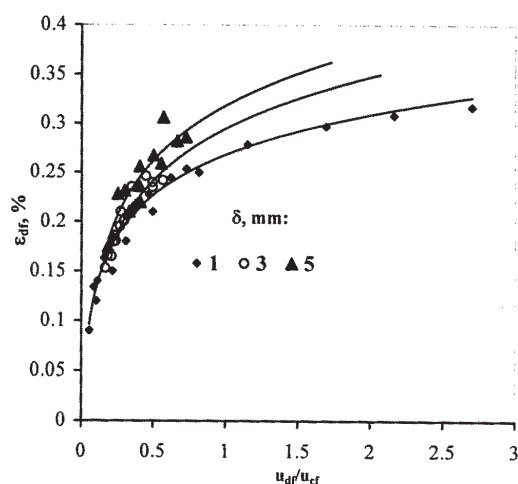


Fig. 5. Starea capacității de reținere la înec în funcție de u_{dr}/u_{cf}

Rezultatele obținute sunt în acord cu observațiile lui Mišek [7], care recomandă o corelare a datelor referitoare la capacitatea de reținere la înec funcție de logaritmul raportului vitezelor superficiale de curgere (raport fazic de curgere), indicând o dispunere liniară a acestora (fig. 6).

Pentru fiecare coloană datele experimentale obținute sunt corelate prin drepte de regresie cu coeficienți de corelație R^2 diferiți, valorile scăzând de la 0,992 în coloana cu un factor geometric $F = 0,95$, la 0,702 în coloana cu factorul geometric $F = 0,74$.

Conform așteptărilor abateri mari față de corelațiile teoretice au apărut în cazul coloanei cu cea mai mare valoare a fantei stator-rotor, $\delta = 5$ mm, când tensiunile de forfecare induse de forțele de tip centrifugal au o influență relativ scăzută asupra formării și deplasării picăturilor, determinate devenind forțele gravitaționale.

O dispunere liniară a datelor a sugerat faptul că este posibil a estima capacitatea de reținere la înec cu una din relațiile teoretice indicate în literatură.

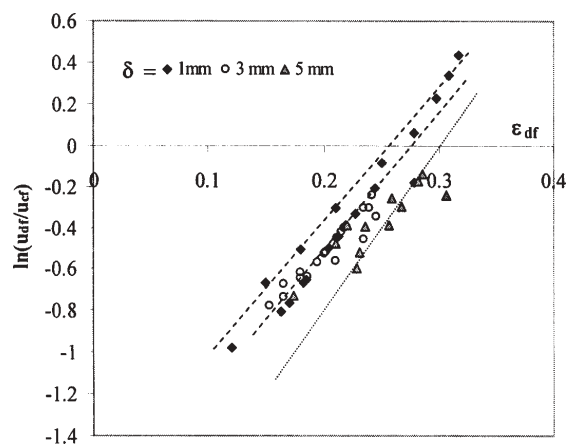


Fig. 6. Corelarea datelor de înec

Pentru a descrie curgerea în contracurent dintr-o coloană de extracție a fost introdus conceptul de viteză relativă, definit ca suma vitezelor superficiale ale fazelor [7]:

$$u_r = \frac{u_d}{\epsilon_d} + \frac{u_c}{1 - \epsilon_d} \quad (1)$$

Viteza relativă sau viteza de alunecare pentru anumite condiții date nu este o constantă, fiind influențată semnificativ de reținere și de diametrul mediu al picăturilor. În cazul dispersiilor lichid-lichid acest efect a fost studiat în situații și condiții multiple, indicându-se ecuații criteriale pentru calculul vitezei relative în fiecare tip de coloană.

Rezultate bune în proiectarea coloanelor de extracție au fost obținute prin folosirea a trei ecuații generale, stabilite pe baza unui suport experimental substanțial [8]:

- ecuația Pratt-Thornton [9,10]

$$u_r = u_0(1 - \epsilon_d) \quad (2)$$

- ecuația Richardson - Zaki [7]

$$u_r = u_0(1 - \epsilon_d)^k \quad (3)$$

- ecuația lui Mišek [11]

$$u_r = u_0(1 - \epsilon_d) \exp(a\epsilon_d) \quad (4)$$

Toate aceste ecuații arată abaterea vitezei relative față de viteza caracteristică u_0 , definită ca fiind viteza relativă la reținere zero. Abaterile valorilor calculate față de cele experimentale sunt uneori semnificative, ele fiind induse în cele mai multe cazuri de metode inadecvate sau erori sistematice în determinarea capacității de reținere.

Este important de subliniat faptul că existența și sensul transferului de masă afectează caracteristicile de coalescență ale picăturilor, diametrul mediu, reținerea și viteza caracteristică, datorită efectelor de tip Marangoni, sau a altor tipuri de instabilități interfaciale. S-a stabilit că transferul de masă de la faza dispersă la faza continuă ($d \rightarrow c$), determină o creștere a fenomenului de coalescență, micșorând reținerea și determinând o creștere a vitezei caracteristice. În literatură este propus un număr mare de corelații pentru calculul vitezei caracteristice, în care se ține sau nu cont de efectul pe care îl are transferul de masă. O analiză completă a acestora este făcută în [12].

Exprimând viteza relativă funcție de viteza caracteristică și de reținere se obțin ecuații pentru calculul vitezelor limitative ale celor două faze, corespunzătoare punctului

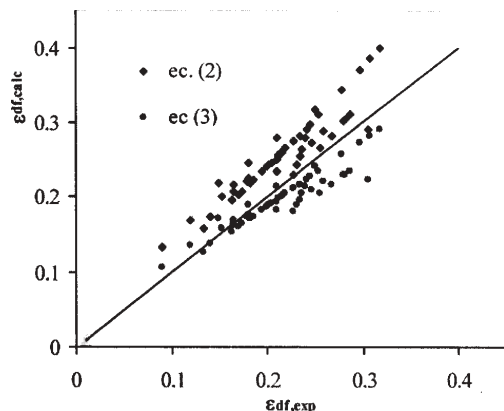


Fig. 7. Compararea datelor experimentale cu cele calculate pentru reținerea la înec, ε_{df}

de înec. Prin eliminarea din relațiile (2) - (4) a lui u_0 se ajunge la relațiile pentru calculul capacității de reținere la înec ε_{df} .

Acestea sunt:

-ecuația Pratt-Thornton:

$$\varepsilon_{df} = \frac{(U^2 + 8U)^{0.5} - 3U}{4(1-U)} \quad (5)$$

-ecuația Richardson-Zaki:

$$U = \frac{(k+1)\varepsilon_{df}^2}{(1-\varepsilon_{df})(1-\varepsilon_{df}(1+k))} \quad (6)$$

-ecuația Mišek:

$$U = \frac{2\varepsilon_{df}^2 [1 - \varepsilon_{df} + a(\varepsilon_{df} + \varepsilon_{df}^2 / 2 - 1/2)]}{(1 - \varepsilon_{df})^2 [1 - 2\varepsilon_{df} + a(\varepsilon_{df} - \varepsilon_{df}^2)]} \quad (7)$$

unde U reprezintă raportul vitezelor celor două faze la punctul de înec:

$$U = u_{df} / u_{cf} \quad (8)$$

Pe baza acestor relații se poate afirma că la înec reținerea nu depinde de dimensiunile picăturii sau de proprietățile fizice ale componentelor din sistem ci numai de raportul încărcărilor specifice ale coloanei cu cele două faze. Relațiile nu sunt restrictive la un tip particular de coloană și pot fi aplicate pentru a estima condițiile de înec în orice tip de coloană, cu condiția să fie posibilă calcularea vitezei caracteristice în condițiile de transfer date, iar diametrul mediu al picăturii și viteza caracteristică să rămână constante pe întreg domeniul de operare.

În literatură sunt indicate pentru exponentul k valorile de: -2; -1; 0; 1; 2; 3, rezultând forme particulare ale ecuației (3), [7].

Utilizând acest tip de ecuații teoretice s-au calculat valorile capacității de reținere la înec pentru condițiile de experimentare folosite în cele trei coloane de extracție cu rotor cilindric testate. Pe baza comparațiilor grafice între valorile calculate și valorile determinate experimental, a rezultat că cea mai bună estimare a capacității de reținere la înec este dată de ecuația (5), Pratt-Thornton și relația (6), Richardson-Zaki, pentru $k=2$ (fig.7).

Combinând relația (1) și relația (3), și punând condiția ca funcția obținută să verifice condiția de înec (derivată

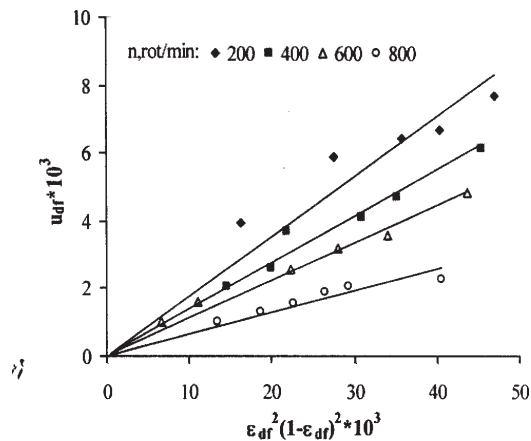


Fig. 8. Prezentarea valorificării relației (9) pentru determinarea vitezei caracteristice ($F_g = 0,95$)

Tabelul 1

VALORILE EXPERIMENTALE PENTRU VITEZA CARACTERISTICĂ

F_g	n rot/min	u_0 m/s	R^2
0,95	200	0,0635	0,785
	400	0,05085	0,949
	600	0,0414	0,974
	800	0,0245	0,811
0,84	300	0,06296	0,673
	600	0,0540	0,898
	700	0,0534	0,916
0,74	900	0,0505	0,902
	600	0,0748	0,629
	700	0,066	0,836
	900	0,0501	0,869

după ε_{df} nulă) se obțin expresii care permit calculul vitezelor celor două faze la punctul de înec. Folosind ecuația (3) pentru valoarea exponentului k egală cu 2 rezultă următoarele:

$$u_{df} = 3u_0\varepsilon_{df}^2 (1 - \varepsilon_{df})^2 \quad (9)$$

$$u_{cf} = u_0 (1 - \varepsilon_{df})^3 [1 - 3\varepsilon_{df}] \quad (10)$$

Valorificarea relației (9) sau relației (10) prin prisma faptului că ε_{df} este măsurat experimental permite determinarea vitezei caracteristice u_0 .

Figura 8 arată principiul valorificării iar tabelul 1 concentrează valorile calculate pentru u_0 .

Este necesar ca datele despre viteză caracteristică să fie corelate printr-o ecuație funcție de proprietățile fizice ale sistemului, de viteza de rotație și de caracteristicile geometrice ale coloanei folosite:

$$u_0 = f(\rho_c, \eta_c, g, n, D_c, D_R) \quad (11)$$

În acest caz, analiza dimensională stabilește ca variabile independente grupurile adimensionale Taylor, Froude și factorul geometric F_g .

Datele experimentale au permis obținerea următoarelor relații pentru calculul vitezei caracteristice:

$$u_0 = 0,002 Fr^{-0.5} Ta^{0.58} F_g^{4.8} \quad (12)$$

Comparația între rezultatele obținute pentru calculul vitezei caracteristice cu relația (12) și relațiile indicate în literatură pentru diverse tipuri de coloane a arătat diferențe uneori semnificative. Este posibil ca aceste abateri să fie determinate de specificul curgerii din coloanele cu un rotor cilindric și numărul mare de variabile de operare. Rezultate

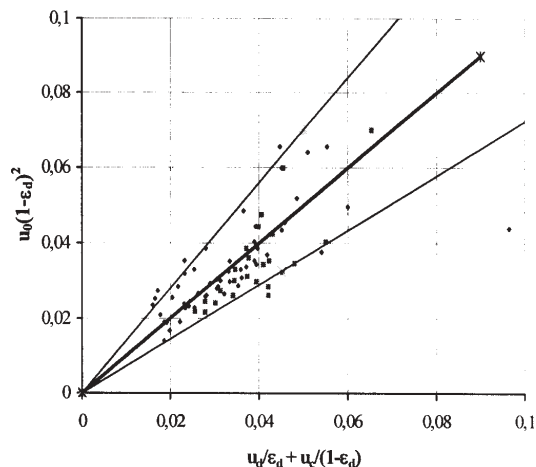


Fig. 9. Comparație între valorile calculate pentru viteza relativă

comparabile au rezultat folosind ecuația propusă de Thornton, [4] care a fost determinată pe baza datelor obținute pe o coloană de același tip, cu geometrie diferită și folosind mai multe sisteme, iar faza dispersă a avut o mișcare ascendentă.

Viteza caracteristică reprezintă o mărime care este calculată pentru a determina viteza relativă u_r , ce caracterizează curgerea în contracurent a fazelor din coloanele de extracție. În plus, viteza relativă poate fi calculată pe baza reținerii ϵ_d și a vitezelor de curgere pentru cele două faze, u_c și u_d , folosind relația (1).

Pe baza relațiilor indicate în literatură [12] s-a calculat viteza relativă utilizând pentru viteza caracteristică valorile obținute prin folosirea ecuației propuse (12). Comparațiile între aceste valori și cele calculate pe baza relației generale (1), prezentate în figura 9, au indicat abateri de $\pm 25\%$ pentru toate coloanele testate. Acest fapt arată că datele obținute sunt în acord cu relațiile de tip general, aplicabile pe orice tip de coloană.

Concluzii

În coloanele cu rotor cilindric mărimea picăturilor pentru un sistem dat și o coloană cu geometrie definită este funcție de turajie.

Achiziția tensiunilor de forfecare pe întreaga zonă activă a rotorului determină ruperea continuă a picăturilor, astfel că în coloanele cu rotor cilindric nu a fost sesizată apariția fenomenului de creștere a dimensiunii picăturilor, corespunzător domeniului de reținere constantă, (premergător atingerii punctului de înec).

Pe baza observațiilor și rezultatelor experimentale se poate spune că înecarea apare imediat ce capacitatea de reținere înregistrează o creștere rapidă caracteristică tranziției de la reținere constantă la înecare.

O separare netă între relațiile care caracterizează înecarea nu este posibilă, alegerea uneia sau alteia pentru calculul capacității de reținere la înec fiind, într-o oarecare măsură, o problemă de obșine.

Notății

n - turajia, rot/min

u_c - viteza fazei continue m/s;

u_d - viteza fazei disperse, m/s;

u_0 - viteza caracteristică, m/s;

u_r - viteza relativă, m/s;

D_r - diametrul rotorului, m;

D_s - diametrul statorului, m;

R_r - raza rotorului, m

U - raport fazic de curgere;

δ - mărimea fantei stator-rotor, m;

ϵ_d - reținerea fazei disperse, %

ϵ_{df} - reținerea fazei disperse la înec;

ρ_c - densitatea fazei continue, kg/m³;

ρ_d - densitatea fazei disperse, kg/m³;

$$Ta = \frac{\rho_c}{\eta_c} n \delta^3 R_r'^2 - \text{numărul Taylor}$$

$$Fr = \frac{D_r n^2}{g} - \text{numărul Froude}$$

$$F_g = D_r / D_s - \text{factorul geometric al coloanelor};$$

Bibliografie

- GIORDANO, R.C., GIORDANO, R.L.C., PRAZERS, D.M.F., COONEY, C.L., Chem. Eng. Sci., **53**, 1998, p. 3635
- GIORDANO, R.L.C., GIORDANO, R.C., PRAZERS, D.M.F., COONEY, C.L., Chem. Eng. Sci., **55**, 2000, p. 3611
- WEBER E.J., DAVIS M.W., Ind. Eng. Chem. 1960, **52**, nr.11, p. 929
- THORNTON, PH.D., PRATT, R.C., Trans. Instn. Chem. Engr, **31**, 1953, p. 289
- TRANDAFIR, I., TUDOSE, R.Z., Rev. Chim. (București), **55**, Nr.8, 2004, p. 580
- BAIER, G., GRAHAM, M.D., Phys. Fluids, **12**, 1998, p. 3045
- MIŠEK, T., „Cap.5 General Hydrodynamic Design Basis for Columns”, Liquid -Liquid Extraction Equipment, Ed. J.C. Godfrey and M. Slater, John Wiley and Sons. Chichester, 1994, p.95
- GODFREY, J.C., SLATER, M.J., Trans. Inst. Chem. Eng., **9** (part A), 1991, p. 130
- LOGSDAIL, D.H., THORNTON, J.D., Trans. Inst. Chem. Eng., **35**, 1957, p. 331
- THORNTON, J.D., Chem. Eng. Sci., **5**, 1956, p. 201
- MIŠEK, T., Collect. Czech. Chem. Commun., 29, 1964, p. 1755
- LADHHA, G.S., DEGALEESAN, T.E., „Cap.4 Dispersion and Coalescence”, Handbook of solvent extraction, Ed. Lo, T.C., Baird, M.H.I., Hanson, C., J.Wiley - Interscience Publication, New-York, 1983, p. 132

Intrat în redacție: 13.02.2007

