VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE FAKULTA CHEMICKO-INŽENÝRSKÁ ÚSTAV CHEMICKÉHO INŽENÝRSTVÍ

VÝVOJ NOVÉHO MODELU TRANSPORTNÍCH VLASTNOSTÍ STRUKTUROVANÝCH VÝPLNÍ

Soubor publikovaných vědeckých prací s doplňujícím komentářem předkládaný jako

HABILITAČNÍ PRÁCE

Na fakultě chemicko-inženýrské VŠCHT v Praze

Ing. František J. Rejl, Ph.D.

2017

Poděkování:

Děkuji daňovým poplatníkům České republiky za prostředky svěřené na výzkum a na výchovu mladých odborníků.

Děkuji VŠCHT za umožnění práce na této špičkové české pedagogické a výzkumné instituci, úžeji pak pracovníkům ÚCHI za vytváření přívětivého prostředí k práci.

Děkuji doc. Ing. *Václavu Linkovi,* CSc. za vybudování a dlouholeté vedení pracoviště, výzkumné skupiny Sdílení hmoty. Děkuji mu také za možnost na tomto pracovišti pracovat a převzít jeho výsledky. Současnému vedoucímu pracoviště, doc. Dr. Ing. *Tomáši Mouchovi,* děkuji za setrvalou podporu.

Děkuji svým mladším kolegům Ing. *Lukáši Valenzovi*, Ph.D. a Ing. *Janu Haidlovi*, Ph.D. za mnohou inspiraci a těžkou práci, kterou převzali na bedra velkou část úkolů výzkumné skupiny a naplňují mě tak důvěrou v budoucí úspěchy.

1 Úvod

Destilace je již více než století královnou všech separačních procesů a nepochybně si své postavení udrží alespoň po tu dobu, po kterou bude základní surovinou lidstva ropa (ropy se zpracuje ročně asi 4 miliardy tun¹). Je to proces technologicky dobře zvládnutý, avšak nesmírně energeticky náročný (odhaduje se, že destilace spotřebuje asi 3 %² celosvětové spotřeby energie). Neustále proto probíhá snaha o vylepšování procesu, neboť i jen dílčí zlepšení mohou přinášet velké úspory.

Důležitým momentem nejen pro destilaci, ale i pro příbuzný proces absorpce, bylo zavedení výplňových kolon, které oproti standardním patrovým kolonám nabídly výhodu nižší kapalné zádrže a s ní související nižší hmotnosti pracující kolony, větší odolnosti proti pěnění, avšak především nižší tlakové ztráty na jednotku účinnosti – samozřejmé výhody u absorpce a klíčový prvek pro realizaci vakuových destilací. Speciálně se pak jednalo o výplně strukturované, původně vyvinuté pro náročné oddělování těžké vody a vyráběné z drátové tkaniny, masivně rozšířené po přechodu na levnější výrobu z tenkých plechů na přelomu 70. a 80. let.

Přestože je proces destilace a absorpce technologicky dobře zvládnutý, návrh nových jednotek je často proveden, nebo je alespoň kontrolován, podle dříve postavených zařízení – snad je to důsledek toho, že fungujících (nikoli nutně optimálních!) jednotek je jednoduše hodně a často lze nalézt zařízení, jehož design lze okopírovat nebo alespoň přizpůsobit. V případě netypických aplikací pak při chemicko-inženýrském návrhu dochází k výraznému pojistnému předimenzování.

Chemicko-inženýrským návrhem plněné kolony v užším smyslu obvykle rozumíme určení potřebného průměru a výšky lože plněného určitým druhem výplně. K určení potřebného průměru lože směřuje *hydraulický výpočet*, k určení výšky výplně pak *výpočet účinnostní*.

Výpočet výšky plněného lože lze provést na základě *stupňového přístupu* s použitím *HETP*, výšky ekvivalentní teoretickému patru. Jedná se o přístup výhodný svou návazností na koncept teoretického stupně, používaný při výpočtu patrových kolon, dále pak ne příliš velkou závislostí *HETP* na zatížení kolony a alespoň zhruba odhadnutelnou hodnotou *HETP*. Koncept *HETP* je však z principu nepoužitelný pro vícesložkové operace, zejména pro neideální směsi. Dále je *HETP* veličinou integrální a neexistuje tak fyzikální princip popisující jak přepočítávat jeho hodnotu mezi různými destilovanými systémy a jaký vliv budou mít geometrické charakteristiky výplně. Pro výpočet *HETP* existují samozřejmě empirické korelace, jejich extrapolace mimo proměřené podmínky je však nejistá.

Druhou metodou je provedení výpočtu výšky plněného lože na základě *rychlostního přístupu*. Tento přístup reflektuje skutečnou fyzikální situaci na výplni – přenos hmoty mezi kapalnou a plynnou fází přes efektivní mezifázovou plochu, pro který jsou hybnou silou rozdíly koncentrací složky mezi fázovým rozhraním a jádrem fáze, přičemž koeficienty úměrnosti jsou koeficienty přestupu hmoty. Rychlostní přístup je fyzikálně správnější než přístup stupňový, avšak vyžaduje znalost všech parametrů, tedy koeficientů přestupu a efektivní mezifázové plochy.

Hodnoty koeficientů přestupu hmoty jsou měřeny za absorpčních podmínek se systémy, v nichž je odpor soustředěn do jedné fáze. Takto jsou získány hodnoty koeficientů přestupu hmoty a jejich závislost na hydrodynamických podmínkách a do určité míry (dané možností měnit fyzikální vlastnosti měřicích systémů) i na vlastnostech fyzikálních. Na základě takovýchto dat jsou konstruovány často dosti složité modely, které umožňují odhad hodnot koeficientů přestupu hmoty a efektivní

¹ To odpovídá objemu krychle o hraně 1,5 km!

² Pro srovnání: veškerá veřejná, obchodní i osobní doprava je zodpovědná za 20 % celkové spotřeby energie

mezifázové plochy za destilačních podmínek, tedy provádět přenos dat mezi absorpcí a destilací. Za destilačních podmínek jsou obvykle měřeny pouze hodnoty *HETP*. Ze známých hodnot koeficientů přestupu hmoty a efektivní mezifázové plochy však lze *HETP* vypočítat, a tak alespoň ověřovat či vyvracet schopnost modelů data přenášet.

Výzkumná skupina "Sdílení hmoty", které se stal autor v roce 2000 členem, se výzkumem plněných výměníků hmoty v té době zabývala již třicet let. Za tu dobu byly zavedeny standardní techniky měření hydraulických, hydrodynamických i transportních veličin sypaných výplní, které byly použity i komerčně. Byl vyvinut software pro návrh potašových vypírek CO₂, semi-empirická metoda návrhu amínových vypírek, dále byl vyvinut jednoduchý model pro přenos dat mezi absorpcí a destilací. Významným úspěchem bylo udělení patentu na hydrofilizaci výplní ve spolupráci s výrobcem výplní Raschig.

V současné době je dlouhodobým záměrem příslušné sekce výzkumné skupiny rozvoj metodik měření fundamentálních veličin týkajících se přenosu hmoty v plněných absorpčních a destilačních kolonách a hledání závislostí těchto veličin na hydrodynamických podmínkách, vlastnostech systémů a konstrukčním řešení kolon a výplní na základě experimentálně ověřeného chemicko-inženýrského popisu (modelu) probíhajících dějů.

Těmito fundamentálními veličinami jsou koeficienty přestupu hmoty k_L , k_G a efektivní mezifázová plocha a. Fundamentálnost přístupu tkví ve snaze o získávání veličin s jejich pravým fyzikálním smyslem, tedy např. s odstraněním poruch vzniklých nesprávnou interpretací hybné síly, se studiem provázanosti koeficientů s hydrodynamikou a transportními vlastnostmi. Tím je do popisu zavedena i další skupina veličin, které tyto poruchy popisují a kvantifikují (Bo_L , Bo_G , případně α_L , α_V a další).

Naplnění výzkumu je umožňováno provozováním dvou klíčových aparatur – absorpční a destilační kolony a jejich vylepšováním tak, aby byly schopny pracovat s více průměry a délky loží, širším spektrem systémů s různými fyzikálně chemickými vlastnostmi a implementovat vylepšované měřicí metodiky. Aby byly zajištěny dodávky nových výplní, styk s realitou průmyslové praxe a finanční zabezpečení výzkumu, je zároveň třeba udržovat aparatury ve stavu uspokojujícím průmyslové nároky na podmínky měření a toto měření provádět.

Střednědobým cílem je pak prezentace vhodného způsobu modelování procesů absorpce a destilace v plněných kolonách (tedy vytipování podstatných jevů), stanovení hodnot parametrů těchto modelů, jejich závislostí na fyzikálních a hydrodynamických veličinách, na tvaru výplní, hledání souvislostí a rozdílů mezi absorpcí a destilací. Tento cíl je v současné době rozpracován tvorbou nového modelového balíku UCT pro předpověď transportních charakteristik strukturovaných výplní.

2 Modelování absorpce a destilace v plněných aparátech, nový transportní model

2.1 Modelování absorpce a destilace v plněných aparátech

Návrh výšky plněného lože s použitím rychlostního přístupu je proveden řešením modelu procesu se zadanými vstupními údaji při hledání výšky lože uspokojující požadavky na výstupy. Klasickým příkladem takového modelu je model plněné kolony používaný v rámci modulu RadFrac simulačního softwareu Aspen Plus. Jedná se o stacionární jednorozměrný (proměnný ve svislé ose kolony) diferenciální model zahrnující materiálové a entalpické bilance, rovnovážné vztahy, sumační vztahy a rychlostní vztahy pro přenos tepla a hmoty. Přenos hmoty je řešen pomocí Maxwell-Stefanových vztahů. Hydrodynamika fází je zde modelována pístovým tokem. Hydraulika plněného lože je řešena separátně, model tedy neřeší přenos hybnosti.

Model musí být doplněn konkrétním termodynamickým modelem pro výpočet mezifázové rovnováhy s jeho parametry a modelem pro výpočet koeficientů přestupu hmoty také s příslušnými parametry. Modely publikované do roku 2005 shrnuje Wang [1].

Onda (1968)

Po prvních korelacích transportních dat [2], [3] byl prvním obecným modelem pro přenos hmoty *Ondův model* [4] sestavený na základě experimentálních dat získaných na sypaných výplních první generace. Model koreluje koeficient přestupu hmoty v kapalné fázi vztahem

$$k_L \left(\frac{\rho_L}{\mu_L g}\right)^{1/3} = 0.0051 \left(\frac{u_L \rho_L}{a\mu_L}\right)^{2/3} \left(\frac{\mu_L}{\rho_L D_L}\right)^{-1/2} (ad_P)^{0.4}$$
(1)

Který lze transformovat do tvaru vyjadřujícího nezávislost Chilton-Colburnova [5] j_{D} -faktoru na Reynoldsově čísle a závislosti na Schmidtově čísle v souhlasu s penetrační teorií

$$\frac{k_L}{u_{Li}} = 0.0051 \cdot Sc_L^{-1/2} (ad_P)^{0.4}$$
⁽²⁾

Koeficient přestupu hmoty v plynné fázi je korelován vztahem

$$\frac{k_G}{aD_G} = 5.23 \left(\frac{u_G \rho_G}{a\mu_G}\right)^{0.7} \left(\frac{\mu_G}{\rho_G D_G}\right)^{1/3} (ad_P)^{-2}$$
(3)

který odpovídá Chilton-Colburnově analogii a lze ho interpretovat i jako závislost

$$j_D \propto R e_G^{-0.3} \tag{4}$$

Dále jsou uvedeny tři modely pro předpověď kompletních hydraulických a transportních charakteristik výplní, které jsou často používány. Existuje řada dalších modelů, některé z nich však umožňují předpověď jen některých vlastností [6], [7], [8], [9], [10], [11], [12] a další.

Model SRP (1996)

Prvním modelem pro strukturované výplně, které jsou v současné době hlavním předmětem výzkumného zájmu skupiny, publikovali *Rocha-Bravo-Fair* v roce 1985 a modifikovali v roce 1996 [13], [14]. Tento model predikuje chování koeficientu přestupu hmoty v kapalné fázi podle penetrační teorie

$$k_L = \sqrt{\frac{D_L C_E u_{Li}}{\pi S}} \tag{5}$$

Charakteristickým rozměrem je velikost prolomení výplně, S. Vztah předpokládá expoziční čas rovný době, za kterou kapalina přeteče přes rozměr prolomení.

$$\tau = \frac{S}{u_{Li}} \tag{6}$$

Faktor $C_{\varepsilon} < 1$ je empirickou konstantou zohledňující podíl kapaliny (1- C_{ε}) nepodléhající rychlému obnovování povrchu.

Pro modelování přestupu hmoty v plynné fázi používá vztah

$$\frac{k_G S}{D_G} = 0.054 \left(\frac{(u_{Gi} + u_{Li})\rho_G S}{\mu_G}\right)^{0.8} \left(\frac{v_G}{D_G}\right)^{1/3}$$
(7)

 $Sh_G = 0.054 \, Re_{G,i}^{0.8} Sc_G^{-1/3} \tag{8}$

Převedeno na Chilton-Colburnův j-faktor

$$\frac{k_G}{u_{G,i}} = 0.054 R e_{G,i}^{-0.2} S c_G^{-2/3}$$
(9)

$$j_M = 0.054 R e^{-0.2} \tag{10}$$

Z těchto vztahů vyplývá, že model vychází při modelování strukturované výplně z představy toku trubkou a je navázán na výsledky výzkumů v kolonách se smáčenou stěnou.

Model byl ověřován (pouze) proti destilačním datům získaným v rámci *SRP* při univerzitě v Austinu (TX, USA) se strukturovanými výplněmi Flexipac, Gempak, Intalox, Maxpak, Sulzer BX za různých tlaků, ale také proti destilačním datům změřeným na výplních Mellapak a Sulzer BX Billetem [15], Spiegelem [16] a Rukovenou [17].

Model BS (1999)

Další z často používaných modelů pro strukturované výplně je model Billeta a Schultese [18] přepracovaný pro strukturované výplně [19]. Charakteristickým znakem modelu je, že jeho parametry $C_{\rm L}$ a $C_{\rm V}$ musí být určeny z experimentálních dat. Hydrodynamický rozměr vychází z představy příčného řezu kolonou, ve kterém výplň vytvoří čtvercovou síť – $d_{\rm h}$ je pak rozměr oka a je to tedy typická vzdálenost ploch výplně od sebe.

$$d_h = \frac{4\varepsilon}{a_G} \tag{11}$$

Modelování přenosu na straně kapaliny vychází z penetrační teorie do turbulentní kapaliny.

$$u_{iL} = \frac{u_L}{h_L} \tag{12}$$

$$k_L = C_L 12^{1/6} u_{iL}^{1/2} \left(\frac{D_L}{d_h}\right)^{1/2}$$
(13)

Podle penetrační teorie by měla být konstanta úměrnosti rovná odmocnině invertovaného Pi, obvykle je však součin $C_{L}12^{1/6}$ podstatně vyšší.

Přenos hmoty v plynné fázi je modelován s pomocí modifikovaného Sherwoodova kritéria

$$Sh_G = \frac{k_G}{D_G} \cdot \left(\frac{a_G}{d_h}\right)^{1/2} \tag{14}$$

$$Sh_G = C_V \cdot Re_G^{3/4} \cdot Sc_G^{1/3}$$
(15)

$$Re_G = \frac{u_G}{a_G v_G} \tag{16}$$

Modelování přenosu na straně plynu vychází z přizpůsobení tvaru závislosti experimentálním datům a Chilton-Colburnově analogii³. Srovnáním

$$\psi(Re) \sim Re_G^{-0.25} \tag{17}$$

Výsledek tedy přibližně odpovídá obtékání desky, případně toku trubkou.

Model byl ověřovaný proti rozsáhlé databázi vytvořené pracovníky univerzity v Bochumi, která obsahuje absorpční i destilační data a zahrnuje celkem 46 systémů. Absorpční systémy pro měření k_La byly sice většinou vodné, s hodnotami Schmidtova čísla 535 – 1186, byla však provedena měření i pro absorpci CO₂ do methanolu s Sc_L=193. Pro měření k_Ga byly použity fyzikální i chemisorpční systémy s hodnotami Schmidtova čísla 0.25 – 2.12, v rámci toho však i nevhodný systém absorpce amoniaku do vody.

DELFT

Delft model sestavený [20] a neustále vylepšovaný Olujic'em [21] vychází pro kapalnou fázi opět z penetrační teorie

$$k_L = \sqrt{\frac{D_L u_{LE}}{0.9\pi d_h}} \tag{18}$$

avšak charakteristický rozměr je brán jako hydraulický rozměr trojúhelníkového kanálu (včetně základny, kde se stýká plyn tekoucí přilehlým kanálem křížem, navíc bere v potaz i průměrnou tloušťku kapalného filmu.

Výpočet koeficientu přestupu hmoty v plynné fázi kombinuje příspěvek výpočtu provedeného pro laminární a turbulentní proudění

$$k_G = \sqrt{k_{G,lam}^2 + k_{G,turb}^2} \tag{19}$$

Pro stanovení obou příspěvků vychází z korelací [22] sestavených pro analogický přestup tepla

$$Sh_{G,lam} = 0.664 \sqrt{Re_{Gvr} \frac{d_{hG}}{l_{G,pe}} Sc_G^{1/3}}$$
 (20)

$$Sh_{G,turb} = \frac{Re_{Gvr}Sc_{G}\frac{\xi_{GL}\varphi}{8}}{1 + 1.27\sqrt{\frac{\xi_{GL}\varphi}{8}}\left(Sc_{G}^{2/3} - 1\right)} \left[1 + \left(\frac{d_{hG}}{l_{G,pe}}\right)^{2/3}\right]$$
(21)

V obou vztazích figuruje podíl hydraulického rozměru a délky kanálu v elementu výplně, snižující míru přenosu hmoty v relativně dlouhých kanálech. Model byl ověřován srovnáním *HETP* predikovaných modelem podle vztahu (*22*) a experimentálních dat získaných při destilaci směsi cyklohexan/n-heptan za vakua i za zvýšeného tlaku na výplních výrobce *Montz*. Tyto výplně měly geometrickou plochu 250 m⁻¹ a 400 m⁻¹, úhel sklonu kanálů k horizontále 45° i 60° a byly vyrobeny z jemně texturovaného, neperforovaného plechu (výplně B1) i z perforovaného tahokovu (výplně BSH).

Všechny modely přenosu hmoty ve strukturovaných výplní vychází z představy toku plynu kanálem protiproudně se stýkající s filmem stékající kapaliny. Při modelování přenosu hmoty v kapalné fázi všechny modely vycházejí z penetrační teorie, liší se však předpokládaným charakteristickým rozměrem určujícím expoziční čas.

³ Je přinejmenším pikantní, že autoři v článku věnovaném modelu [1993] uvádějí, že přenos hmoty v plynné fázi je modelován na základě penetrační teorie a trvají na tomtéž i v osobní diskusi.

Přenos hmoty v plynné fázi modely obvykle popisují bezrozměrnými vztahy mezi Sherwoodovým, Reynoldsovým a Schmidtovým kritériem doplněných různými geometrickými simplexy. Tyto vztahy jsou odvozeny z experimentů na koloně se smáčenou stěnou, z absorpčních experimentů i z analogie s přestupem tepla.

Kromě modelu BS byla modely ověřovány pouze na destilačních systémech porovnáním experimentálních hodnot *HETP* s hodnotami vypočtenými ze vztahu



Obrázek 1: Předpověď hodnot koeficientu přestupu hmoty na straně kapaliny pro Mellapak 250Y a desorpci O_2 z vody při 20 °C.

Legenda k: Obrázek 1, Obrázek 2, Obrázek 3, Obrázek 4, Obrázek 5

Tento způsob ověření však s sebou přináší riziko, neboť zatímco modely se snaží o nezávislé fyzikální modelování poskytující oba koeficienty přestupu hmoty (a efektivní mezifázovou plochu), ověření je provedeno na základě jediné souhrnné veličiny *HETP*, která je navíc ovlivňovaná hydrodynamikou toku fází, případně i dalšími jevy.

Není proto divu, že ačkoli modely předpovídají uspokojivě *HETP* zejména pro systémy a výplně, jejichž data použili autoři k ověření/kalibraci modelu, jejich předpovědi vlastních koeficientů přestupu hmoty a mezifázové plochy se násobně liší.

To ukazuje na nedokonalost fyzikálního popisu přenosu hmoty na výplni současnými modely (nebo alespoň většinou z nich). Tento stav by bylo možné napravit zejména aplikací metodiky umožňující měření koeficientů přestupu hmoty za destilačních podmínek (a nikoli pouze *HETP*). Takováto metodika však nebyla známa a jejímu vypracování se proto naše pracoviště intenzivně věnovalo.



Ξ

C EFF

Obrázek 2: Předpověď hodnot koeficientu přestupu hmoty na straně kapaliny pro Mellapak 250Y a desorpci O_2 z metanolu při 20 °C.

Obrázek 3: Předpověď hodnot efektivní mezifázové plochy pro Mellapak 250Y za podmínek toku metanolu po výplni při 20 °C.



Obrázek 4: Předpověď hodnot koeficientu přestupu hmoty na straně plynu pro Mellapak 250Y za podmínek absorpce SO_2 do roztoku louhu.



Obrázek 5: Předpověď hodnot koeficientu přestupu hmoty na straně plynu pro Mellapak 250Y za podmínek atmosférické destilace systému cyklohexan/n-heptan.

2.2 Vývoj profilové metody

Rozložení odporu proti přenosu hmoty mezi jednotlivé fáze a jeho ovlivnění současným přenosem tepla při destilaci bylo systematicky studováno již Sandallem v sedmdesátých letech. První studie[23], [24], [25], [26] předpokládaly, že odpor proti přenosu hmoty v kapalné fázi je zanedbatelný, závěrečná studie [27] však ukázala, že je sice pravděpodobně malý, nikoli však zanedbatelný. Metoda určení těchto odporů tedy nakonec nebyla vyvinuta.

Jak je však možné pozorovat ze vzorce pro výpočet *HETP* z objemových koeficientů přestupu hmoty (22), vliv objemových koeficientů přestupu hmoty na výsledné *HETP* je vážen hodnotou lokální směrnice rovnováhy *m*. Pokud se tedy směrnice rovnováhy se složením směsi dostatečně mění (relativní těkavost není příliš blízká jedné, případně směs vykazuje neideální chování), bude vliv k_La a k_Ga na separační chování odlišný pro směs bohatou na více těkavou složku a pro směs na tuto složku chudou.

Pro rektifikaci je proto vliv odporu kapalné fáze výraznější pro ochuzovací část než pro obohacovací část. Tento rozdílný vliv ovlivňuje nejen *HETP*, ale i tvar profilu složení podél výplně kolony⁴. Obráceně pak je z tvarů profilu složení podél kolony možno usuzovat na podíl odporů fází. Skutečně, pro danou separační účinnost plněného lože je možné nalézt nekonečné množství profilů složení podél výplně mezi daným složením v hlavě a patě kolony. Tyto profily složení se však všechny nacházejí mezi kritickými profily pro totální odpor proti přenosu hmoty v kapalné, respektive v plynné fázi. Simultánní stanovení objemových koeficientů přestupu hmoty v plněné destilační koloně lze tedy provést hledáním takové dvojice [k_La , k_Ga], se kterou model kolony poskytuje koncentrační profily fází podél výplně kolony nejlépe se shodující s profilem experimentálním, ležícím mezi kritickými profily.



Obrázek 6: Vypočtené kritické profily složení (veškerý odpor proti přenosu hmoty je soustředěn v kapalné respektive parní fázi) a skutečné profily podél výplně destilační kolony.

Pro použití profilové metody je nutné sestavit model destilace na výplni, vypočítávat profily složení podél výplně s různými hodnotami $k_L a$ a $k_G a$ a optimalizovat je tak, aby co nejlépe souhlasily s profily experimentálními. Profily složení podél kolony byly měřeny již dříve [28], nebyly však využívány ke stanovení rozložení odporu mezi fázemi.

Metoda byla rozpracována [29] se směsí ethanol/voda destilovanou za atmosférického tlaku a nekonečného poměru zpětného toku na sypané výplni Pall-25 v rektifikační koloně s průměrem 150 mm. Profil složení podél výplně byl získán odběrem vzorků kapalné fáze přímo z výplně po 300 mm její výšky.

Diferenciální model destilace byl sestaven s předpokladem pístového toku obou fází zařízením a tedy – za nekonečného poměru zpětného toku – se shodnými tvary profilů molárních zlomků podél výplně. Pro zohlednění změn toků fází podél výplně byla zařazena entalpická bilance. Intenzita mezifázového přenosu hmoty byla vypočtena na základě hodnot k_La , k_Ga s uvážením vlivu konvektivního mezifázového toku hmoty. Model předpokládá zanedbatelnou tlakovou ztrátu a zanedbatelné tepelné ztráty podél výplně.

⁴ Za tento obrat, prvotní sestavení modelu a rozpracování metodiky děkuji doc. Václavu Linkovi a Ing. Evě Prokopové.

Jelikož bylo zřejmé, že hodnoty jednotlivých koeficientů přestupu hmoty nemohou zůstávat podél výplně konstantní vlivem proměnné teploty a průtoků fází, byly navrženy toto zohledňující tzv. vnitřní funkce (23) (24)

$$k_L a = b_L u_L^{2/3} D_L^{1/2}$$
⁽²³⁾

$$k_G a = b_G u_G^{0.7} D_G^{2/3} \tag{24}$$

s hodnotami exponentů u rychlostí odvozených z výsledků absorpčních experimentů a s hodnotami exponentů u difuzivit vycházejících z penetrační teorie, resp. z teorie mezní vrstvy. Předmětem optimalizace tedy nebyly přímo objemové koeficienty přestupu hmoty, ale násobné koeficienty b_L , b_G ve vnitřních funkcích. Integrace diferenciálních rovnic modelu byla zde ještě provedena Runge-Kuttovou metodou s počáteční podmínkou danou experimentálně zjištěným složením v hlavě kolony.

Výsledkem bylo zjištění, že vyhodnocené hodnoty objemových koeficientů přestupu hmoty leží v rozmezí hodnot predikovaných modely Billet – Schultes [19], Onda [4], Linek [30] a tedy že metoda minimálně poskytuje uvěřitelné výsledky. Zároveň metoda ukazovala na proměnný odpor kapalné fáze podél fáze, dosahující hodnot až 70 %, zpochybňující často používaný předpoklad zanedbatelného odporu kapalné fáze proti přestupu hmoty při destilaci.

V navazující studii [31] byla profilovou metodou vyhodnocena data získaná při destilaci směsi methanol/ethanol na stejné výplni. Experimentální zařízení bylo doplněno měřením teploty plynné fáze. Jako vnitřní funkce byly použity přímo modely Onda, Billet s násobnými konstantami $b_{\rm L}$, $b_{\rm V}$; $C_{\rm L}$, $C_{\rm V}$ předmětem optimalizace, neboť bylo předpokládáno, že tyto modely budou lépe vystihovat závislost $k_{\rm L}a$, $k_{\rm G}a$ na průtocích fází a jejich složení než jednoduché vnitřní funkce. Bylo zjištěno, že žádný z publikovaných modelů nepredikuje hodnoty objemových koeficientů v souhlase s výsledky profilové metody pro oba systémy ethanol/voda, methanol/ethanol, zejména odpor kapalné fáze byl literárními modely soustavně podhodnocován. Tomu odpovídaly i vyšší experimentálně zjištěné hodnoty *HETP* oproti hodnotám vypočteným z literárních modelů. Dále bylo zjištěno, že odebírané vzorky kapalné fáze jsou přehřáty oproti jejich bodu varu, zatímco parní fáze se na základě několika jednoduchých pokusů zdála být saturována.

V další studii [32] byla profilovou metodou vyhodnocena data získaná při destilaci systémů methanol/ethanol, methanol/n-propanol a ethanol/n-propanol na strukturované výplni Mellapak 250Y. Odběr vzorků z výplně byl umožněn jejím navrtáním vodním paprskem. Odběry vzorků kapalné fáze podél výplně byly doplněny odběry vzorků páry⁵. Zde bylo provedeno porovnání získaných dat s literárními modely pro strukturované výplně. Jako vnitřní funkce byly použity právě tyto modely přenásobené parametrem, který byl předmětem optimalizace. Byly zjištěny závislosti vyhodnocovaných násobných parametrů parametrů na příkonu do vařáku (tedy na průtoku fází), signalizující nesprávnou závislost na průtoku fází v použitých vnitřních funkcích. Ačkoli modely použité jako vnitřní funkce predikují poněkud rozdílné závislosti na průtocích fází, složení a samozřejmě i rozdílné absolutní hodnoty k_La a k_Ga , optimalizací hodnot násobných parametrů profilovou metodou došlo k jejich vyrovnání – toto byl důležitý test robustnosti metody.

Metoda poskytla zcela rozumné výsledné hodnoty $k_{L}a$ a $k_{G}a$, které byly nejlépe ve shodě s predikcemi modelu Billet-Schultes 1999 a naopak ukazovaly na podhodnocení kapalného odporu a nadhodnocení plynného odporu modelem DELFT⁶. Bylo však zjištěno, že ačkoli kolona pracovala za

⁵ Odběr páry byl proveden jejím nasátím jehlou z odběrového místa z výplně do stříkačky, kde vzorek kondenzoval díky chlazení stříkačky z vnějšku odparem acetonu. Překvapivě se ukázalo, že správné provedení odběru páry je technicky jednodušší než správný odběr kapaliny.

⁶ Model DELFT byl Olujic'em mimo jiné na základě těchto dat upraven; v jeho současné podobě [21] je shoda mnohem lepší.

nekonečného poměru zpětného toku, molární zlomek těkavější složky v páře byl ve stejném řezu kolony vždy vyšší než molární zlomek v kapalině. To ukazovalo na odchylky v hydrodynamice fází od pístového toku.

2.3 Začlenění podélného promíchávání fází modelem axiální disperze

Z důvodu těchto odchylek bylo změřeno podélné promíchávání na používaných výplních se systémem voda/vzduch metodou vzruchu a odezvy a vyhodnoceno axiálně-disperzním modelem. Pro tento systém bylo zjištěno, že hodnoty *Bo_L* jsou vyšší (axiální míchání je nižší, tok se blíží k pístovému) pro strukturované výplně než pro výplně sypané a stejně tak jsou vyšší pro vyšší průtoky kapaliny. Dále bylo zjištěno, že oproti ostatním jevům má axiální míchání v plynné fázi na proces zanedbatelný vliv.

Získané hodnoty Bodensteinových kritérií Bo_L , Bo_G byly přepočteny na destilační podmínky a použity v upraveném modelu destilace, který uvažuje axiální disperzi v obou fázích. Integrace diferenciálních rovnic byla nově provedena řešením soustavy rovnic vzniklých sestavením rovnic v jednotlivých bodech sítě a vyjádřením derivací v těchto bodech pomocí numerických náhrad.

Proložení destilačních dat modelem poskytlo výrazné zlepšení proložení dat oproti předpokladu pístového toku. Porovnáním "vzdáleností" kapalného a parního profilu experimentálního s profily vypočtenými s hodnotami Bodensteinových čísel přenesených ze systému voda-vzduch však bylo jasné, že přenosové vztahy nejsou dokonalé (rozestup experimentálních profilů byl u strukturovaných výplní větší).

Z pokusů se systémem voda-vzduch bylo známo [33], že pro námi používané výplně a za běžných podmínek v plněných výměnících má axiální míchání v plynné fázi zanedbatelný vliv oproti axiálnímu míchání ve fázi kapalné. Jelikož míra axiálního promíchávání fází při destilaci se projevuje právě mírou rozestupu profilů a žádný další uvažovaný jev se takto neprojevuje, přistoupili jsme k vyhodnocování Bo_L z destilačních dat profilovou metodou. Bylo zjištěno [34], že za destilačních podmínek jsou rozdíly mezi vyhodnocenými Bo_L pro strukturované a sypané výplně nižší než se systémem voda-vzduch a jsou málo závislé na průtoku kapaliny (Obrázek 7).

Se získanými daty bylo možné provést citlivostní analýzu, kterou můžeme chápat i jako určení podílu jednotlivých jevů na "celkovém odporu proti separaci". Jak je vidět z výsledků uvedených v Tabulce **Tabulka 1** a Tabulka 2, dominantní složkou odporu proti separaci je pro strukturované i pro sypané výplně odpor proti přestupu hmoty v plynné fázi, R_G . Pro strukturované výplně však není odpor proti přestupu hmoty v kapalné fázi, R_L , zanedbatelný a činí 20 – 28 %, vyšší je při nízkém zatížení kolony⁷. Srovnatelný odpor proti separaci je zapříčiněn podélným promícháváním kapalné fáze. Pro sypané výplně byla nalezena nejvyšší hodnota R_L pouhých 14 %. Podélné promíchávání kapalné fáze pro ně však činí za všech okolností nejméně čtvrtinu celkového odporu proti separaci.

	10 kW	20 kW	30 kW	40 kW		10 kW	20 kW	30 kW	40 kW
RL	26.4 %	28.1 %	22.6 %	19.7 %	RL	13.8 %	10.2 %	14.0 %	8.7 %
R _G	41.5 %	48.4 %	53.2 %	57.4 %	R _G	58.6 %	57.1 %	52.0 %	65.2 %
R _{DISP}	32.1 %	23.4 %	24.2 %	23.0 %	R _{DISP}	27.6 %	32.7 %	34.0 %	26.1 %
Tabulka 1. Dřícněvek odporu proti přeposu hmoty			Tabulka 2: Dřísněvek odporu proti přeposu hmoty						

Tabulka 1: Příspěvek odporu proti přenosu hmoty
kapalné fáze, plynné a podélného promíchávání
v kapalné fázi k celkovému odporu proti separaci pro
strukturovanou výplň Mellapak 250Y a atmosférickou
destilaci systému metanol/ethanol.Tabulka 2: Příspěvek odporu proti přenosu hmoty
kapalné fáze, plynné a podélného promíchávání
v kapalné fázi k celkovému odporu proti separaci pro
sypanou výplň Intalox-25 a atmosférickou destilaci
systému metanol/ethanol.

⁷ Rozdělení odporu proti přestupu hmoty mezi jednotlivé fáze se významně liší podél kolony s měnícím se složením směsi. Zde uvedené hodnoty platí pro ekvimolární složení destilované směsi.



Obrázek 7: Axiální míchání v kapalné fázi vyhodnocené přenosem ze systému voda-vzduch a profilovou metodou přímo z destilačních dat

Opodstatněnost zavedení axiální disperze do modelu destilace byla dokumentována v práci [35] prezentující absorpční i destilační charakteristiky hybridní vysokokapacitní výplně RSP 250Y. Výpočet *HETP* z k_La a k_Ga změřených za absorpčních podmínek (přepočtených na destilační podmínky modelem BS) s předpokladem pístového toku poskytoval jen poloviční hodnoty proti hodnotám *HETP* získaným experimentálně. K podstatně lepší shodě však došlo po zavedení axiální disperze v kapalné fázi.

Lze konstatovat, že podélné promíchávání kapalné fáze je jevem, který hraje v procesech plněné destilace a fyzikální absorpce významnou roli a při modelování a návrhu těchto zařízení je jeho současné opomínání lehkovážné a neodůvodněné. Podélné promíchávání kapalné fáze se totiž obvykle projevuje – a je s ním při aplikaci pístového modelu toku také tak zacházeno – jako zdánlivý odpor kapalné fáze proti přenosu hmoty, na rozdíl od něj je však jeho vliv závislý na celkovém stupni separace a i jeho závislost na fyzikálních vlastnostech systému a průtoku fází je jiná. Dochází tak k nežádoucí kombinaci zcela rozdílných jevů.

2.4 Testy analogie procesu absorpce a destilace pomocí experimentů s kolonou se smáčenou stěnou

 $k_L a$ a $k_G a$ vyhodnocená profilovou metodou s axiální disperzí v obou fázích přepočtenou ze systému voda/vzduch poskytovala závislost na průtocích (25),(26)

$k_L a = C_1 u^{1,04}$	(25)
$k_G a = C_1 u^{0,573}$	(26)

Pro kapalnou fázi vychází exponent této závislosti podstatně vyšší, než předpokládají literární modely a než je získáno z absorpčních dat, pro plynnou fázi naopak podstatně nižší, tento rozdíl mezi procesem absorpce a destilace se nedařilo uspokojivě vysvětlit.

Poněkud zarážející závislosti objemových koeficientů přestupu hmoty na rychlosti fází získané profilovou metodou vedly k pokusu o objasnění v zařízení, kde efektivní mezifázová plocha a_{EFF} je známá, v koloně se smáčenou stěnou. V takovém zařízení je možné vyhodnocovat přímo závislost koeficientů přestupu hmoty na průtoku fází k_L , k_G a nikoli jejich násobků s efektivní mezifázovou plochou k_La , k_Ga . Předpokládalo se, že pokusy v takovýchto zařízeních potvrdí nebo vyvrátí přenositelnost transportních dat z absorpčních podmínek na destilační, za současného testu profilové metody.

Byla proto sestrojena technologie umožňující provozování identické absorpční a destilační kolony se smáčenou stěnou o vnitřním průměru 25 mm umožňující odběr vzorků podél její délky a pro destilační experimenty proto vyhodnocení získaných dat profilovou metodou. Experimenty za podmínek absorpce byly prováděny s kapalinami použitými dále při destilačních experimentech (methanolem, ethanolem, n-propanolem) a s třemi plyny lišícími se výrazně hustotou (heliem, dusíkem a fluoridem sírovým) a tedy se systémy lišícími se výrazně hodnotou Schmidtova čísla. Výsledky [36] získané při absorpčních experimentech v kapalné fázi ukázaly vcelku očekávanou závislost

$$Sh_L = 0.33 Re_L^{-0.12} Sc_L^{0.47}$$
⁽²⁷⁾

kde exponent u Schmidtova čísla souhlasí s předpovědí plynoucí z penetrační teorie. Vyhodnocení bylo komplikováno nespolehlivými literárními hodnotami kapalných difuzivit. V plynné fázi pak byla vyhodnocena závislost

$$Sh_G = 0.012 Re_{LG}^{0.90} Sc_L^{0.61}$$
⁽²⁸⁾

exponentem u Reynoldsova čísla dobře odpovídající obvyklým závislostem pro tok trubkou. Získaný exponent u Schmidtova čísla je podstatně vyšší než hodnota 1/3 plynoucí z Chilton-Colburnovy analogie. Zdá se však, že tato hodnota v oboru použitých Schmidtových čísel 0,45-2,75 skutečně platí, zatímco hodnota 1/3 lépe vystihuje situaci v případě rozsahů Schmidtových čísel až do hodnot typických pro kapaliny (~100-1000).

Destilační experimenty poskytly poněkud nižší hodnoty Sh_L a Sh_G , než které byly předpovězeny korelacemi (27), (28), potvrdila se však forma závislosti na Schmidtově čísle a u kapalné fáze i na Reynoldsově čísle (29), (30). Závislost na Reynoldsově čísle v plynné fázi (30) byla nalezena poněkud vyšší než při absorpčních experimentech.

$$Sh_L = 0.25 Re_L^{-0.12} Sc_L^{0.47}$$
⁽²⁹⁾

(30)

$$Sh_G = 0,0023 Re_{LG}^{1,07} Sc_G^{0,61}$$

Rozdíl absolutních hodnot Sh_L , Sh_G nalezený za stejných Re a Sc mezi procesy absorpce a destilace v koloně se smáčenou stěnou byl nalezen -24 % (Sh_L) a -10 % - 0 % (Sh_G). Proto byla dodatečně studována míra a vliv axiálního míchání a mezifázového sdílení tepla⁸ na oba procesy v kolonách se smáčenou stěnou, ani jeden z těchto jevů však rozdíly nevysvětloval. V rámci přesnosti vstupních dat (zejména difuzivit) však byla míra shody chápána spíše jako potvrzení přenositelnosti dat. Jako možné

⁸ Byl vytvořen model předpokládající tvorbu rovnovážné mlhy v parní fázi, pokud se tato vlivem sdílení tepla podchladí, a bublin rovnovážné páry, pokud se tato přehřeje. Pro odhad koeficientů přestupu tepla byla použita analogie mezi sdílením tepla a hmoty. Ačkoli použití modelu skutečně předpovídalo existenci těchto jevů a za nízkých průtoků páry byla mlha v parní skutečně pozorována, jejich vliv na proces byl nalezen nevýznamný.

vysvětlení rozdílů exponentů závislostí Sh_G na Re_G byla navržena nevhodnost popisu této závislosti čistě mocninnou funkcí⁹.

Celkově výzkumný program s kolonami se smáčenou stěnou [36], [37] spíše potvrdil analogické chování absorpčního a destilačního procesu, alespoň při odhlédnutí od otázky efektivní mezifázové plochy. Rovněž profilová metoda poskytla výsledky, které lze při předpokladu off-setované závislosti považovat za věrohodné. Proto bylo započato s experimenty popisujícími přenosové chování strukturovaných výplní také za podmínek blízkých destilačním, umožňujících vývoj nového transportního modelu.

2.5 Absorpční experimenty v širším rozpětí Schmidtova čísla

Při experimentech se smáčenou stěnou vyvinutá technika měření transportních charakteristik za absorpčních podmínek s nevodnými a nevzdušnými systémy byla dále použita při měření těchto charakteristik na strukturovaných výplních Mellapak 250Y, 350Y, 500Y v koloně o průměru 150 mm [38]. Měření byla provedena s methanolem, ethanolem, n-propanolem a vodou. Smysl těchto měření spočíval v ověření závislosti k_la na viskozitě a povrchovém napětí s organickými látkami, kde ke změně těchto vlastností nedochází jen přidáním modulující látky do vody, jak bývá obvykle měření prováděno [39]. Za předpokladu efektivní mezifázové plochy rovnající se chemisorpční ploše, byla získána korelace

$$Sh_{L} = 0.207 Re_{L}^{0.798} Fr_{L}^{-0.563} We_{L}^{0.511} Sc_{L}^{0.528}$$
(31)

Dále bylo provedeno [40], podobně jako v koloně se smočenou stěnou, měření $k_{G}a$ na výplních Mellapak s plyny o různé hustotě a výsledky byly shrnuty korelací

$$Sh_{G} = 2,7 + 0,038 Re_{LG}^{0,88} Sc_{G}^{\beta}$$

$$\beta = 0,33 + 0,9 \exp\{-0,6 Sc_{G}\}$$
(32)

Tento tvar korelace pro Reynoldsovo číslo blížící se k nule limituje ke konstantní hodnotě Sherwoodova čísla a tedy k filmové teorii přenosu hmoty. Pro vyšší hodnoty Reynoldsova čísla pak exponent Schmidtova čísla limituje pro jeho vyšší hodnoty k hodnotě 1/3 (ve shodě s Chilton-Colburnovou analogií) pro hodnoty *Sc* odpovídající běžným absorpcím a destilacím pak hodnoty ½ - 1.

2.6 Vývoj modelu UCT

Jelikož žádný ze současných modelů sdílení hmoty nevystihuje transportní charakteristiky strukturovaných výplní dobře, bylo přikročeno k tvorbě nového transportního modelu, pracovně nazvaného *model UCT*. Filosofie konstrukce nového modelu byla navržena takto – nový model strukturovaných výplní:

 je ověřován a kalibrován na absorpčních i destilačních datech, aby bylo zaručeno podchycení obecného jevu mezifázového přenosu hmoty mezi kapalinou a plynem na výplni – na model jsou tímto kladeny vyšší nároky, jeho výsledky by však měly být použitelné pro více podmínek a snadněji extrapolovatelné (tento přístup odpovídá modelu BS vyvinutému na Ruhr University).

⁹ Pro plynnou fázi ve výplni je typický přechodový charakter proudění za hodnot Sherwoodova čísla typicky pouze v (několika) desítkách. Protože závislost $Sh_G=Sh_G(Re_G)$ nemůže limitovat pro nulový průtok plynu k nule, zdá se rozumné nahradit předpokládanou závislost $Sh_G=aRe_G^{b}Sc_G^{c}$ závislostí s off-setem $Sh_G=a_0+aRe_G^{b}Sc_G^{c}$.

- destilační data jsou vyhodnocena profilovou metodu jako k_La a k_Ga (a Bo_L), aby nedošlo ke ztrátám informací převedením na HETP. Tento přístup je unikátní a umožňuje model mnohem lépe kalibrovat daty získanými za destilačních podmínek.
- zohledňuje neideální hydrodynamiku kapalné fáze modelem axiální disperze. Tím model separuje hydrodynamické a přenosové jevy, které jsou při použití modelu pístového toku kombinovány. Závislost parametrů jednotlivých dějů na procesních podmínkách by tak měly být lépe, aby nedocházelo k ovlivnění vyhodnocovaných přenosových parametrů odchylkami hydrodynamiky od pístového toku.
- **Specifické konstanty definuje jen pro typovou řadu výplní,** a ne pro její jednotlivé velikosti v první fázi jen pro výplně, na kterých bylo dosud provedeno měření
- Ignoruje modelování rychlosti přenosu tepla, neboť se ukazuje, že separační účinnost výplní není rychlostí přenosu tepla limitována



• Ignoruje návod k použití pro vícesložkové směsi

Obrázek 8: Srovnání hodnot k_La na výplni Mellapak 250Y při desorpci O_2 z metanolu za atmosférického tlaku. Experimentální data, předpovědi literárními modely a modelem UCT.



Obrázek 9: Srovnání hodnot k_Ga na výplni Mellapak 250Y při absorpci $SO_2 z SF_6$ do louhu za atmosférického tlaku. Experimentální data, předpovědi literárními modely a modelem UCT.

Po stanovení výše uvedených zásad vývoj modelu UCT vyšel z regresních vztahů (31),(32) získaných s nevodnými a nevzdušnými systémy v širokém rozsahu Schmidtových i Reynoldsových čísel za absorpčních podmínek. Výsledky těchto regresních vztahů přirozeně souhlasí s experimentálními daty, ze kterých byly tyto vztahy odvozeny. Předpovědi získané ostatními modely nejsou příliš dobré (Obrázek 8), (Obrázek 9).





Obrázek 10: Srovnání hodnot k_La na výplni Mellapak 250Y při destilaci systému metanol/etanol za atmosférického tlaku vyhodnocených profilovou metodou (EXP), literárními modely a modelem UCT.

Obrázek 11: Srovnání hodnot k_Ga na výplni Mellapak 250Y při destilaci systému metanol/etanol za atmosférického tlaku vyhodnocených profilovou metodou (EXP), literárními modely a modelem UCT.

Dále byly předpovědi poskytnuté vztahy (31),(32) srovnány s daty získanými profilovou metodou za destilačních podmínek. Ačkoli je zde shoda horší, poskytují tyto vztahy nejlepší shodu s experimentálními daty. V první fázi jsou tak za základ modelu UCT vzaty právě zmíněné regresní vztahy spolu s regresními vztahy pro efektivní mezifázovou plochu získané z chemisorpčních experimentů. Model tak sleduje první dvě z vytyčených zásad.

V navazující fázi bude vytvořena regrese *Bo*_L dat vyhovující podmínkám absorpce i destilace, destilační data získaná dosud na koloně s průměrem 150 mm budou ověřena na koloně s průměrem 300 mm a bude zjištěna schopnost modelu přenášet data mezi výplněmi různých velikostí pouze na základě změn charakteristického rozměru. Na základě dat získaných termografickým sledováním fázového rozhraní při destilaci budou upřesněny vztahy pro modelování efektivní mezifázové plochy platné pro oba procesy.

3 Měření hydraulických a transportních charakteristik výplní za absorpčních podmínek, jejich rozvíjení a standardizace

Vlastnosti výplní potřebné pro návrh kolon dělíme na hydraulické, určující vztah mezi průtoky fází na jedné straně a tlakovou ztrátou a zádrží na straně druhé. Hydrodynamickými vlastnostmi můžeme rozumět takové, které ovlivňují charakter toku po výplni, speciálně pak odchylky od toku pístového. Transportními rozumíme vlastnosti ovlivňujícími mezifázový přenos tepla a zejména hmoty.

Transportní vlastnosti výplní ovlivňují mezifázový tok hmoty a tepla a jsou jimi koeficienty přestupu hmoty a tepla v obou fázích k_L , k_G , α_L , α_G a efektivní mezifázová plocha a_{EFF} . Experimentálně dostupnými jsou obvykle součiny koeficientu přestupu hmoty a efektivní mezifázové plochy, které se nazývají objemovými koeficienty přestupu hmoty k_La , k_Ga .

Transportní vlastnosti výplní se měří za absorpčních podmínek s vhodně zvolenými systémy, které mají odpor proti přenosu hmoty soustředěn ideálně pouze do jedné fáze a umožňují tak měření objemového koeficientu přestupu hmoty právě v této fázi.

Objemový koeficient přestupu hmoty v kapalné fázi, $k_L a$, je obvykle měřen absorpcí nebo desorpcí plynu do kapaliny, v němž je jeho rozpustnost relativně nízká, typicky se jedná o kyslík nebo oxid uhličitý a vodu. Pro měření s většími výškami loží, kde by docházelo k přílišnému vysycení / nasycení kapaliny lze použít i systém, ve kterém přecházející plyn pomalu reaguje v kapalné fázi, aniž by byla touto reakcí ovlivněna rychlost mezifázového přenosu hmoty.

Pro měření objemového koeficientu přestupu hmoty v plynné fázi, $k_{\rm G}a$, by teoreticky bylo možné použít fyzikální absorpci plynu do kapaliny, v níž je velmi dobře rozpustný. Protože však žádný takový prakticky použitelný systém nebyl nalezen, je $k_{\rm G}a$ měřen systémy, ve kterých přecházející plyn podléhá okamžité reakci na fázovém rozhraní. Alternativně lze použít i systém, v němž se do proudu inertního plynu kapalina odpařuje.

Efektivní mezifázová plocha je měřena systémy, v nichž probíhá známou rychlostí reakce přecházejícího plynu v kompletně v rámci kapalného filmu. Standardně je používána chemisorpce oxidu uhličitého do roztoku hydroxidu sodného, přestože byly studovány a používány i jiné systémy [41], [42]. Alternativně se používá i vyhodnocení záběrů z tomografie [43],[44],[45], gamma scaningu [46] a CFD.

k _L a	desorpce kyslíku z vody, absorpce CO ₂ do vody, desorpce toluenu		
	z vody, absorpce CO ₂ do MDEA (aq.)		
k _G a	chemisorpce SO ₂ / NaOH (aq.), chemisorpce NH ₃ / H ₂ SO ₄ (aq.),		
	chemisorpce Cl ₂ / NaOH (aq.),		
a _{eff}	chemisorpce CO_2 / NaOH aq., chemisorpce O_2 / Na ₂ SO ₃ (aq.) (katal.)		
Tabulka 3: Častěji používané systémy pro měření transportních charakteristik výplní			

Pracoviště navrhovatele se měřením transportních charakteristik výplní zabývá dlouhodobě. K měření objemového koeficientu přestupu hmoty v kapalné fázi, k_La, je používána desorpce kyslíku z vody do proudu dusíku. K měření objemového koeficientu přestupu hmoty v plynné fázi, k_Ga, je používána chemisorpce oxidu siřičitého do vodného roztoku hydroxidu sodného. K měření efektivní mezifázové plochy je používána chemisorpce oxidu uhličitého do vodného roztoku hydroxidu sodného. Za navrhovatelova působení na pracovišti byly metodiky rozvinuty takto:

při měření $k_{L}a$ byla změněna analytika kyslíku v kapalných vzorcích na analýzu pomocí optických kyslíkových sond, které v ustáleném režimu poskytují stejně dobré výsledky jako dříve používané sondy polarografické, jsou však podstatně jednodušší. Byla vyvinuta technika použití této metodiky v systémech tvořených místo vodou alkoholy. Byly vysvětleny rozdíly hodnot $k_{L}a$ změřených na různě vysokých ložích výplně Mellapak nedokonalou funkcí stěračů kapaliny vyrobených z kovové tkaniny a problém byl odstraněn instalací dodatečných stěračů vyrobených z plného plechu. Ustálila se metodika odběru vzorků mimo lože s potlačením vlivu koncových jevů měřením na více výškách výplně. Byly identifikovány problémy s kolísáním výsledků jako důsledek měnící se kvality používané destilované vody a bylo zavedeno používání vody vodovodní.

Při měření $k_{G}a$ byla úspěšně zavedena technika měření s vyššími loži výplně a analytikou *ppb* koncentrací SO₂. Byla vyvinuta technika měření s použitím nevzdušného nosného plynu (chemisorpce SO₂ z He, N₂ a SF₆). Ustálila se metodika odběru vzorků s potlačením vlivu koncových jevů měřením na více výškách výplně¹⁰.

Při měření efektivní mezifázové plochy a_{EFF} byla odzkoušena technika měření s přidanými povrchově aktivními látkami a vyvinuta oprava získaných hodnot na odpor plynné fáze¹¹. Byla odhalena závislost výsledků na používané koncentraci CO₂, pravděpodobně daná různou aktivitou různě vyčerpaných filmů – definitivně problém není vyřešen, je však podchycen používáním stále stejné metodiky nastavení vstupní koncentrace CO₂. Tento problém byl pozorován i při měření k_Ga .

Zkušenosti pracoviště s metodikami měření transportních charakteristik výplní shrnuje práce [47]. Práce kriticky hodnotila metodiky navrhované jako standardní prací [48]. Především byla zpochybněna metoda měření $k_{L}a$ absorpcí čpavku do vody, jelikož tento systém soustřeďuje až 50 % odporu proti přenosu hmoty do práce plynné a je nutné ho odečítat. Dále byly vysvětleny rozdíly v hodnotách efektivní mezifázové plochy naměřených různými autory tím, že pro vyhodnocení reakčně-transportních vlastností kapalné fáze kombinují nekonzistentní fyzikální veličiny a výsledky pak neodpovídají experimentálně zjištěným v aparaturách se známou mezifázovou plochou.

V práci [49] jsou prezentovány transportní vlastnosti kovových sedel RMSR 25, 40 a 50 firmy Rauschert pomocí standardních metodik zavedených na našem pracovišti. Je provedeno porovnání jejích vlastností se sedly Intalox firmy Norton, ze kterých byly odvozeny, a s Pallovými kroužky stejných nominálních velikostí. Na základě získaných absorpčních dat je rovněž Linkovým modelem [30] proveden výpočet *HETP* pro systémy etanol/voda, metanol/etanol a izooktan/toluen. Výpočet HETP Linkovým modelem poskytuje hodnoty, které se ve většině případů liší od experimentálních o méně než 15%.

V práci [50] jsou prezentovány transportní (k_La , a_{EFF}) a strukturovaných výplní Mellapak různých velikostí, přičemž je zkoumán vliv metodiky odběru kapalné i plynné fáze v koloně plněné strukturovanou výplní – vzorky fází jsou odebírány z prostoru pod a nad výplní, nebo tyčovými odběrovými místy zasunutými přímo do výplně navrtané elektrojiskřením. Snahou bylo omezit vliv koncových efektů. Dále byla testována použitelnost alternativního systému pro měření efektivní mezifázové plochy - absorpce kyslíku do vodného roztoku siřičitanu s přídavkem kobaltnaté soli jako katalyzátoru. Byl zjištěn poměrně malý vliv způsobu odběru vzorků na výsledné hodnoty a_{EFF} i k_La , ukázalo se však, že strukturované výplně mění výrazně vlastnosti v závislosti na obsahu nečistot v použité vodě. Na základě těchto prací tak byly formulovány některé požadavky na novou technologii absorpce.

¹⁰ U systémů s odběrem vzorků z plynu nejsou obvykle koncové jevy dramatické.

¹¹ Vliv odporu plynné fáze je však malý.

V práci [51] jsou prezentovány výsledky měření hydrodynamických parametrů (*Bo*_L, *Bo*_G) na strukturovaných i sypaných výplních. Byly vyvinuty techniky měření těchto parametrů metodou vzruchu a odezvy skokovou změnou nastřikovaného množství stopovací látky. V případě kapalné fáze se jednalo o nástřik roztoku chloridu sodného do kapalné fáze vstupující do kolony a sledování její koncentrace na výstupu měřením vodivosti roztoku, v případě plynné fáze bylo stopovací látkou helium a jeho koncentrace na výstupu byla sledována katarometricky. Ukázalo se, že nástřik kapalné stopáže je nutné provádět přímo do jednotlivých pramínků kapaliny vytékající z distributoru kapaliny, zatímco z injektážních trysek helia je nutné po ukončení dávkování zbývající helium odsát, jinak dochází k rozmytí skokové změny koncentrace stopáže na vstupu. Výsledky ukázaly značné podélné promíchávání kapalné fáze zejména v sypaných výplních, naopak hydrodynamika plynné fáze se za podmínek simulujících běžné destilace vždy blížila k pístovému toku.

Práce [52] prezentuje koeficienty přestupu hmoty výplní Mellapak v plynné fázi¹² a způsob jejich regrese a modelování, ukázalo se totiž, že jejich závislost na průtoku nesleduje běžně používanou závislost odvozenou z pokusů se smáčenou stěnou.

V současné době je pracoviště schopné změřit všechny běžné hydraulické, hydrodynamické a transportní charakteristiky výplní za absorpčních podmínek s vodnými systémy v kolonách o průměru 150 mm nebo 300 mm, v koloně o průměru 150 mm také s nevodnými a nevzdušnými systémy [53],[40]. Na rozvoji metod pracoviště stále intenzivně pracuje. Za důležitou dosud chybějící měřicí metodu považuje navrhovatel metodiku stanovení efektivní mezifázové plochy při destilaci. Vývoj této metody pomocí termografického sledování aktivity fázového rozhraní (Obrázek 12) je předmětem navrhovatelovy přihlášky grantu u GAČR.



Obrázek 12: Termografie je charakteristická tím, že snímá teplotu povrchu těles, v případě kapalin jen velmi tenké vrstvy při fázovém rozhraní. Aktivita fázového rozhraní pro přenos hmoty je s jeho teplotou úzce spjata. Termografie zároveň umožňuje měření teploty větší plochy najednou a může tak sloužit k porovnání aktivity f.r. a jejího časového vývoje na povrchu výplně. Na levém obrázku je vidět nerovnoměrná teplota hladiny směsi alkoholu s vodou při odpařování do vzduchu, na pravém obrázku je vidět odstínění pozadí filmem kapaliny o tloušťce pouhých 0.2 µm a na prostředním obrázku je strukturovaná výplň, na níž probíhá exotermní chemisorpce CO₂.

¹² Jelikož zjištěné hodnoty objemových koeficientů přestupu hmoty v plynné fázi $k_G a$ byly vyšší, než predikce uznávaných modelů a také vyšší než vyplývalo z přepočtu odpařovacích experimentů, byla technika měření podrobena testům založeným na použití různých výšek plněného lože za použití analyzátoru SO₂ schopného měřit koncentrace v řádu ppb. Výsledky byly konzistentní a bylo konstatováno, že literární modely hodnoty $k_G a$ podhodnocují.

4 Výstavba poloprovozních aparatur

V této části jsou popsány poloprovozní technologie sloužící pro měření hydraulických a transportních charakteristik výplní vybudované na pracovišti navrhovatele pod jeho vedením nebo s jeho výrazným přispěním.

4.1 Absorpce

V letech 2012 – 2013 vybudována technologie A150 / A300 (Obrázek 13), (Obrázek 14), jejímž jádrem je výměnná sada kolon o vnitřním průměru 150 mm a 290 mm. Slouží k měření k měření hydraulických, hydrodynamických a transportních charakteristik výplní (zejména strukturovaných) za absorpčních podmínek a za atmosférického tlaku.

Oproti dřívější technologii je technologie vybavena masivní předřazenou souproudou kolonou, která plní funkci temperace vstupního vzduchu, jeho sycení vodní párou a v neposlední řadě úlohu čistící, neboť vzduch vstupující do technologie se jiným způsobem nedařilo dostatečně přečistit a docházelo ke kontaminaci procesní kapaliny. Průtok procesní kapaliny i plynu je řízen regulačními smyčkami ovládajícími frekvenční měnič čerpadla a ventilátoru, čímž je obsluha stanice výrazně zjednodušena. Technologie je dále vybavena dvěma nerezovými nádržemi s objemem po 500 l, které slouží jako zásoba cirkulující kapaliny, je zde prováděno i sycení kapaliny plyny, její temperace a promíchávání. Měření průtoku plynu clonami bylo zařazeno až za kolony, čímž se odstranila nutnost přepočtu průtoků na měnící se vlhkost a teplotu vzduchu, byla zařazena další měřicí větev pro nízké průtoky plynu. Byly vyrobeny nové trubkové distributory kapalné fáze a také distributory plynu. Stanice je vybavena velínem centralizujícím ovládací prvky.



Obrázek 13: Schéma technologie absorpce

Dále byla technologie vybavena možností uzavřené cirkulace plynu sloužící k použití jiných plynů než vzduchu – technologie se napustí plynem (např. heliem) a tento plyn je cirkulován zařízením pomocí vysokoobrátkového axiálního ventilátoru. Části technologie ve styku s procesní kapalinou, stejně jako

kolony průměru 150 mm jsou nově vyrobeny z PVC, tím je rozšířena škála používaných procesních kapalin o alkoholy a vodné roztoky ethanolaminů.



Obrázek 14: Technologie Absorpce A150 / A300. V popředí je vidět nerezové zásobní nádrže. Vlastní kolona je posazena na promíchávací buben (namodralý válec vpravo nahoře).

Smyslem výstavby technologie byla kromě celkové modernizace a zjednodušení obsluhy zejména snaha o možnost měření transportních charakteristik s nevodnými a nevzdušnými systémy, jak je popsáno v pracích určených k publikaci [38],[40].

4.2 Rektifikace

V letech 2014 – 2017 byla vybudována technologie R150 / R300^{13 14}, jejímž jádrem jsou kolony o vnitřním průměru 150 mm a 300 mm vyrobené z nerezové oceli (Obrázek 15, 16, 17). Technologie bude sloužit pro účely pedagogické i vědecké.

Oproti dřívější technologii stanice umožňuje provozování kolony s vnitřním průměrem 300 mm, čímž se řadí mezi zařízení poskytující již hodnověrná data přenositelná na kolony průmyslové velikosti. Nově je stanice schopna pracovat za sníženého i zvýšeného tlaku, destilovat a analyzovat vícesložkové systémy a dále tak rozšiřuje experimentální podmínky. Stanice umožňuje provozování technologie v režimu nástřiku suroviny a výroby produktů a umožňuje tak demonstraci technologie rektifikace. Kolona umožňuje odběr vzorků a měření teploty fází podél její výplně soustavami nátrubků a může tak poskytovat data zpracovatelná "profilovou metodou". Počítá se s vybavením kolony odběrovými místy umožňujícími odběr páry a kapaliny z několika bodů po jejím průřezu a

¹³ Technologie byla dodána firmou Chemoprojekt a.s. v rámci projektu KvaLab, děkujeme za podporu.

¹⁴ Za pomoc při krušných obchodně – technických jednáních s dodavatelem děkuji zejména Ing. Lukáši Valenzovi, Ph.D., doc. Václavu Linkovi CSc., Ing. Michaele Blatové a děkanátu FCHI.



Obrázek 15: Schéma technologie rektifikace

jejich analýzou ještě v rámci odběrových míst FTNIR spektrofotometrií. Vzhledem ke spektru provozních podmínek, osazení měřicí technikou a možnosti odběru vzorků se jedná o jednu z nejdokonaleji vybavených testovacích rektifikačních stanic na světě. Z vědeckého hlediska se jedná o stanici, která má validovat poznatky dříve získané s kolonou o průměru 150 mm a rozšířit spektrum podmínek.

- REKTIFIKAČNÍ KOLONA DN150 C1
- REKTIEIKAČNÍ KOLONA DN300 C2
- ZÁSOBNÍ NÁDRŽ NÁSTŘIK H1
- H2 DĚLIČ REFLUXU
- VAŘÁK E1
- KONDENZÁTOR E2
- PŘEDEHŘEV NÁSTŘIKU E3
- CHLADIČ DESTILÁTU, VODOVODNÍ VODA E4
- CHLADIČ ZBYTKU, VODOVODNÍ VODA E5
- PŘEDEHŘEV REFLUXU E6
- WMRAZOVÁK ORG PAR F7
- ČERPADI O NÁSTŘIKU P1
- P2A,B ČERPADLO REFLUXU
- P3 VÝVĚVA
- ČERPADLO ZBYTKU P4
- ČERPADLO MÍCHÁNÍ SUROVINY V H1 P4
- REGULAČNÍ VENTIL PRŮPLACHU POTRUBÍ TLAKOVÉ V1 DIFERENCE -
- REGULAČNÍ VENTIL PRŮPLACHU POTRUBÍ TLAKOVÉ V2 DIFFRENCE +
- V3 UZAVÍRACÍ VENTIL NÁSTŘIKU
- V4 UZAVÍRACÍ VENTIL STÁČECÍ LINKY A VYPOUŠTECÍ VENTIL VAŘÁKU
- UZAVÍRACÍ VENTIL ODTAHU ZBYTKU V5
- VYPOUŠTĚCÍ VENTIL VÝTLAČNÉ VĚTVE P2 V6
- VYPOUŠTĚCÍ VENTIL SACÍ VĚTVE P2 V7
- ŠKRTÍCÍ VENTIL OBTOKU P2 V8
- UZAVÍRACÍ VENTIL VĚTVE MÍCHÁNÍ H1 V9
- V10 VYPOUŠTÉCÍ VENTIL H1
- V11 UZAVÍRACÍ VENTIL ODTAHU DESTILÁTU
- V12 UZAVÍRACÍ VENTIL VÝVÉVY P3
- V13 OVZDUŠŇOVACÍ VENTIL APARATURY
- V14 VYPOUŠTĚCÍ VENTIL VÝTLAČNÉ VĚTVE P1
- V15 REGULAČNÍ VENTIL PŘÍPUSTI VAKUA
- V16 ŠKRTÍCÍ VENTIL PŘÍPUSTI TLAKOVÉHO DUSÍKU
- V17 REGULAČNÍ VENTIL CHIADICÍ VODY DO KONDENZÁTORU E2
- V18 ŠKRTÍCÍ VENTIL CHLADICÍ VODY CHLADIČE ZBYTKU
- V19 ŠKRTÍCÍ VENTIL CHLADICÍ VODY CHLADIČE DESTILÁTU
- V20 UZAVÍRACÍ VENTIL NÁSTŘIKU
- V21 ZPĚTNÝ VENTIL TLAKOVÉHO DUSÍKU DO TLAKOVÁNÍ A INERTIZACE KOLONY
- V22 ZPĚTNÝ VENTIL TLAKOVÉHO DUSÍKU PRO PRŮPLACH VĚTVÍ TI AKOVÉ DIFERENCE
- V23 REDUKČNÍ VENTIL TLAKOVÉHO DUSÍKU DO TLAKOVÁNÍ A INERTIZACE KOLONY
- V24 POJISTNÝ VENTIL KOLONY
- V25 TROJCESTNÝ VENTIL DESTILÁTU DO H1 / EXTERNÍ ODBĚR
- V26 OBTOK ŠKRTÍCÍHO VENTILU PŘÍPUSTI TLAKOVÉHO DUSÍKU
- V27.V28 PŘEPÍNACÍ VENTILY VOLBY PRŮTOKOMĚRU F202
- PŘEPÍNACÍ VENTILY VOLBY ČERPADLA P2A, P2B V29,V30
- T101 TEPLOTA CHLADÍCÍ VODY NA VSTUPU DO KONDENZÁTORU E2
- T102 TEPLOTA CHLADÍCÍ VODY NA VÝSTUPU Z KONDENZÁTORU E2
- T103 TEPLOTA V HLAVĚ KOLONY
- T104 TEPLOTA NAD LOŽEM (KAPALINA, PÁRA)
- T104-T112 TEPLOTA V LOŽI (KAPALINA, PÁRA)
- T113 TEPLOTA POD LOŽEM (KAPALINA, PÁRA)
- T113 TEPLOTA POD LOŽEM (KAPALINA, PÁRA)
- T114 TEPLOTA VE VAŘÁKU

Obrázek 16: Popisky ke schématu technologie rektifikace

T117 TEPLOTA NÁSTŘIKU PŘED NASTŘÍKNUTÍM T118 TEPLOTA CHLADICÍ VODY PO PRŮCHODU CHLADIČEM ZBYTKU T119 TEPLOTA CHLADICÍ VODY PO PRŮCHODU CHLADIČEM DESTILÁTU T120 TEPLOTA V LOŽI (POUZE C1) F201 PRŮTOK CHLADICÍ VODY DO KONDENZÁTORU E2 F202 PRŮTOK REFLUXU F203 PRŮTOK DESTILÁTU F204 PRŮTOK NÁSTŘIKU E205 PRŮTOK ZBYTKU F206 PRŮTOK PROPLACHOVACÍHO DUSÍKU VÉTVÍ TLAK. ZTRÁTY -F207 PRŮTOK PROPLACHOVACÍHO DUSÍKU VÉTVÍ TLAK. ZTRÁTY + F208 PRŮTOK CHLADICÍ VODY CHLADIČEM DESTILÁTU F209 PRŮTOK CHLADICÍ VODY CHLADIČEM ZBYTKU W301 PŘÍKON DO VAŘÁKU L401 HLADINA V DĚLIČI REFLUXU L402 HLADINA VE VAŘÁKU L403 HLADINA V ZÁSOBNÍ NÁDRŽI ODBĚR KAPALNÉHO VZORKU NAD VÝPLNÍ, Z LOŽE X104 - X113 A POD VÝPLNÍ ODBĚR PARNÍHO VZORKU NAD VÝPLNÍ, Z LOŽE A Y104 - Y113 POD VÝPLNÍ X115 ODBĚR VZORKU Z VAŘÁKU X120 ODBĚR KAPALNÉHO VZORKU Z LOŽE (POUZE C1) Y120 ODBĚR PARNÍHO VZORKU Z LOŽE (POUZE C1) R1 REGULAČNÍ SMYČKA OVLÁDÁNÍ VÝKONU VAŘÁKU R2A R. S. VÝKONU ČERPADLA REFLUXU TOTÁLNÍ REFLUX R2B R.S. VÝKONU ČERPADLA REFLUXU KONEČNÝ REFLUX R3 REGULAČNÍ SMYČKA PŘEDEHŘEVU NÁSTŘIKU R4A REGULAČNÍ PROPLACHOVACÍHO DUSÍKU R4B REGULAČNÍ PROPLACHOVACÍHO DUSÍKU REGULAČNÍ SMYČKA ODTAHU ZBYTKU R5

T115 TEPLOTA DESTILÁTU PO OCHLAZENÍ

T116 TEPLOTA ZBYTKU PO OCHLAZENÍ

- REGULAČNÍ SMYČKA PRŮTOKU NÁSTŘIKU R6
- R7 REGULAČNÍ SMYČKA PŘEDEHŘEVU REFLUXU
- R8 REGULAČNÍ SMYČKA TLAKU V KOLONĚ
- REGULAČNÍ SMYČKA PRŮTOKU CHLADICÍ VODY DO KONDENZ. R9

Název: PFD Rektifikační kolona v AS 77			
Zařazení: Příloha zadávací dokumentace II			
Verze/datum: 12.12.2014			
Kreslil: Rejl	Kontroloval: Linek, Valenz		



Obrázek 17: Technologie rektifikace R150/R300. Přízemí – v popředí nádrž suroviny, v pozadí vařák. Vlastní kolona probíhá z přízemí až do patra prostředkem obrázku.



Obrázek 18: Rektifikace – odběrová místa. V popředí odběrové místo páry, v pozadí odběrové místo kapaliny.

5 Využití dat, metodik a zařízení v návrhu průmyslových procesů a zařízení

5.1 Absorpce a chemisorpce pro odstraňování polutantů s využitím naměřených dat

Zkušeností pracoviště s provozováním chemisorpcí, rozsáhlá databanka transportních charakteristik výplní a znalosti metod návrhu těchto procesů umožnily pracovišti vypracovat studie a řešení několika projektů týkajících se sanace škodlivých odplynů.



Obrázek 19: Instalace výplně do absorbérů

Obrázek 20: Díl titanové výplně M2X k instalaci

V projektu *"Asanace chlóru"* [P1] byl proveden kontrolní výpočet navržených koncových plněných absorbérů chlóru pracujících na principu absorpce chlóru do roztoku hydroxidu sodného za současné produkce suroviny pro výrobu čisticího prostředku na bázi chlornanu sodného. Předmětem výpočtu bylo především ověření výšky a průměru plněného lože pro zajištění snížení obsahu chlóru v odplynu za všech okolností pod hranici 3 mg/Nm³. Bylo zjištěno, že navržené řešení překračuje požadavky zadání a byla navržena i úspornější varianta řešení druhé kolony. Zařízení bylo postaveno a pracuje ve Spolchemii, Ústí nad Labem (Obrázek 19, Obrázek 20).

V navazujícím projektu *"Dechlorace solanky"* [P2] se jednalo o výpočet vakuového desorbéru, ve kterém se z vyčerpané solanky z elektrolýzy odstraňuje rozpuštěný chlór, tak aby mohla být nasycena rozpuštěním soli. K výpočtu byly opět použity transportní charakteristiky použité výplně změřené na pracovišti navrhovatele. Výpočet byl komplikován značně proměnným průtokem plynné fáze desorbérem. Zařízení je v provozu ve Spolchemii, Ústí nad Labem (Obrázek 21, Obrázek 22).

V obdobném projektu "Sultrade 2016" [P3] šlo opět o výpočet zařízení pro zabránění úniku chlóru při eventuální havárii v podniku zabývajícím se sanační činností. Úkol byl řešen alternativně pomocí plněného absorbéru a pomocí ejektorové kolony. Na základě hydraulických a transportních dat změřených na pracovišti byla navržena velikost plněného lože absorbéru a parametry ejektorové kolony.

V projektu *"TEVA Debromace 2013*" [P4] šlo o ověření výpočtu plněného absorbéru pro záchyt bromovodíku do roztoku hydroxidu sodného. Kromě hydraulického a účinnostního výpočtu byly prováděny entalpické bilance směřující k výpočtu teploty cirkulujícího roztoku za různých stavů vstupujícího plynu a v návaznosti na to byl model mezifázového transportu bromovodíku doplněn o současný protisměrný odpar vodní páry.





Obrázek 21: Umístění vakuového desorbéru v areálu Spolchemie Ústí nad Labem

Obrázek 22: Vlastní vakuový desorbér

5.2 Testování výplní pro GTC Technology

V letech 2011-2013 probíhala komerční spolupráce s firmou GTC Technology, USA při vývoji nové vysokokapacitní výplně pro destilační kolony. Základem této spolupráce bylo měření hydraulických a transportních charakteristik dodaných vzorků výplně v destilační koloně o průměru 150 mm (Obrázek 23, Obrázek 24) za atmosférického tlaku se systémem cyklohexan/n-heptan (případně čistý n-heptan pro hydraulická měření).

V první fázi [P6] byla srovnávána data tří prototypů vysokokapacitních výplní označených jako PAK 250 IB 2, PAK E-214, PAK 250 GC-3. Žádný ze vzorků však nevyhověl požadavkům. Na základě výsledků byl vybrán nejlépe se chovající prototyp a byl dále upravován. Zároveň byla vyprecizována technika měření (výsledky se systémem cyklohexan/n-heptan jsou silně závislé na koncentračním rozmezí, ve kterém se měření provádí).

Testování dalšího prototypu [P7] PAK 250 GC-5 lišícího se způsobem perforace plechů ukázalo rovnoměrnější výkony výplně ve smyslu závislosti *HETP* na zatížení, avšak ke zlepšení hydraulických ani účinnostních výsledků nedošlo.

Teprve testování dalšího prototypu PAK 250 GH-8 přineslo uspokojivé výsledky [P8] jak z hlediska hydrauliky, tak z hlediska účinnosti. Výsledkem spolupráce bylo uvedení výplně *GT OPTIM Pak* do sortimentu GTC Technology.



Obrázek 23: Destilační kolona o průměru 150 mm

Obrázek 24: Distributory kolony o průměru 150 mm

5.3 Extrakce tritia

Další skupina prací [P9-P12] prováděných na objednávku UJV Řež souvisela s výzkumem směřujícím k budoucí fúzní elektrárně, jmenovitě s okruhem extrakce tritia z utektické slitiny Pb-Li. Ozářením neutrony vzniká v této slitině z lithia tritium, sloužící ve fúzním procesu jako palivo. Rozpuštěné tritium je ze slitiny získáváno různými způsoby, v práci "Engineering sizing [54]" byl publikován model procesu provozovaného jako desorpce tritia do helia v plněné desorpční koloně, jeho parametry byly získány analýzou výsledků získaných na poloprovozním zařízení "Melodie". Model zahrnoval kromě transportních vztahů i vztahy popisující neideální tok kapalné fáze (roztaveného eutektika).

Další práce [P9, P10] se věnovaly zlepšení smáčivosti kovových výplní eutektikem, tak aby byla při tomto procesu zvýšena efektivní mezifázová plocha a mohlo dojít ke zmenšení zřízení¹⁵. Byly zopakovány experimenty s povlakováním uhlíkové ocele mědí¹⁶, založené na oxidaci povrchu ocele za zvýšené teploty, redukcí oxidované vrstvy vodíkem a okamžité navzlínání roztavené mědi (Obrázek 25). Metodika byla upravena tak, aby docházelo k povlakování ocele olovem. Dále bylo pracováno na vývoji této metodiky pro legované oceli, jejichž použití se předpokládá pro výrobu výplní sloužících v jednotce extrakce tritia.

Nakonec byl modelován únik tritia z válcové sondy [P11] zhotovené z různých materiálů, sloužící jako zkušební jednotka pro vyhodnocení koroze materiálu vlivem aktivovaného eutektika a permeability tritia stěnami sondy. Byl zhotoven dynamický model difuze tritia stěnami a přenosu tritia mezi

¹⁵ Nepříjemnou vlastností radioaktivního tritia je jeho dobrá permeabilita konstrukčními materiály. Pro

zamezení jeho úniku stěnami je nutné minimalizovat velikost zařízení.

¹⁶ Největší část těchto prací provedl kolega Ing. Michal Kordač, Ph.D.

kapalnou a plynnou fází v sondě a simulován časový vývoj koncentrace tritia v jednotlivých částech sondy (Obrázek 26).





Obrázek 25: Ocelový šroub povlečený mědí



5.4 Semiempirické metody návrhu (přenos dat z laboratorních aparatur nebo testů na reálných zařízeních).

Pracoviště navrhovatele provedlo i několik návrhů zařízení na základě semi-empirického přístupu s využitím jednoúčelových aparatur, vhodně simulujících chování složitých systémů nebo geometrií, jejichž popis by byl příliš složitý nebo nepřesný.

V práci [55] je popisován návrh technologie získání fenolů z roztoku fenolátů tlakovou absorpcí oxidu uhličitého. Návrh je proveden na základě řešení integrace diferenciálního modelu protiproudých absorberů, přičemž mezifázová rychlost přenosu na výplni je získána experimentálně na základě dat získaných při absorpci oxidu uhličitého do reálného procesního roztoku směsného fenolátu provedené v míchaném vsádkovém reaktoru.

Zpráva [P13] popisuje soubor prací směřujících ke zlepšení funkce neutralizačních reaktorů ve výrobě NPK, DASA. V rámci řešení byly sestrojeny dvě aparatury - jedna pro sledování viskozity, pH břečky a kondenzátu odpařené vody v závislosti na stupni čpavkování, druhá pro sledování rychlosti absorpce čpavku v břečce (Obrázek 28). Byl nalezen stupeň načpavkování při kterém je třeba provádět odpar vody a metodu stanovení dosažení finálního stupně načpavkování. Dále pak dostatečná hloubka umístění injektáže amoniaku.

Zpráva [P14] se zabývá návrhem plněné kolony pro odstranění bromidů z potravinářského chloridu vápenatého metodu jejich oxidací chlornanem vápenatým na brom a jeho desorpcí do vzduchu. Návrh byl proveden s použitím pokusné plněné kolony (Obrázek 27), ve které byla debromace prováděna. Navíc bylo třeba vyprecizovat spektrofotometrickou analýzu velmi nízkých koncentrací bromidů v prostředí chloridů. Zařízení postavené podle našeho návrhu je v provozu ve firmě Macco Organiques v Brtuntále (Obrázek 30).

Ve zprávě [P15] je dokumentován proces simulace chování jednotky sanace organických par z odplynů odtahovaných z výroby a to vymrazováním a dvojicí absorbérů. Model byl testován sledováním koncentrace organických par na výstupu z technologie při nastřikování organiky do různých částí technologie a za různých průtoků plynu a vody absorbéry. Byly nalezeny parametry

modelu a vydána doporučení pro provozování technologie tak, aby ve vzduchu na výstupu byla udržena maximální dovolená koncentrace organických látek.



Obrázek 27: Pokusná debromační kolonka

Obrázek 28: Pokusné čpavkovací zařízení

5.5 Vývoj technologií separací a "troubleshooting" zařízení

Výzkumná práce skupiny logicky směřuje i k návrhu separačních technologií a k úpravám na technologiích stávajících.

V práci [P16] byla vypracována metodika dělení odpadního rozpouštědla odpadajícího z výroby Nortropinu s použitím zařízení, které je v provozu k dispozici. Odpadní rozpouštědlo je v podstatě azeotropická směs etanolu a toluenu a není tedy možné ji dělit atmosférickou destilací. Byla proto



Obrázek 29: Prostor kapalného distributoru kolony pro zpracování g-fáze.

Obrázek 30: Reálná debromační kolona postavená na základě našeho návrhu.

navržena metoda dvakrát opakované extrakce vodou poskytující jako rafinát vyhovující toluen a destilaci extraktu poskytující zesílený líh.

V práci [P17] byly studovány možnosti regenerace konstituentů odpadního rozpouštědla odpadajícího při výrobě Losartanu, rozpouštědlo obsahuje především methyl-ethylketon a metanol. Jako perspektivní byly navrženy metody azeotropické destilace směsi s přídavkem n-hexanu, nebo destilace odpadního rozpouštědla za zvýšeného tlaku.

V práci [P18] byl prováděn troubleshooting destilační kolony sloužící k oddělení metanolu z glycerinové fáze odpadající z výroby *MEŘO*. Kolona dokázala pracovat pouze při příliš nízkém zatížení a neumožňovala tak předpokládanou rychlost zpracování suroviny. Proměřením tlaku v různých částech technologie se ukázalo, že kondenzátor a jeho přípojný potrubní systém klade vstupujícím parám značný hydraulický odpor a reflux otevřený do atmosféry nezvládá překonat vybudovaný tlak v koloně, čímž dochází k zahlcení kondenzátoru. Byla navržena úprava spočívající v prodloužení sestupné části distributoru kapaliny (Obrázek 29) vytvářející dostatečný sloupec kapaliny¹⁷.

Zpráva [P19] dokumentuje vývoj technologie pro zpracování rozpouštědla odpadajícího z farmaceutických výrob (základní složkou je toluen) na rozpouštědlo použitelné pro ředění barev. Vzhledem k obsahu nežádoucího diethyletheru i netěkavých látek není separace triviální a vyžaduje odtah produktu v parní fázi z prostoru nad vařákem. Kromě vlastní kolony byla navržena i logika regulace a několik módů činnosti (Obrázek 32).



Obrázek 31: Reálná kolona pro odstranění SO₂ postavená dle našeho návrhu, Graphite Týn n. Vlt.

Obrázek 32: Vnější část technologie pro regeneraci rozpouštědla během výstavby.

¹⁷ Prodloužení sestupné části vyžadovalo odstranění asi 1 m výplně. Kolona však byla z hlediska výšky plněného lože bohatě předimenzovaná.

6 Závěr

Výzkumná skupina Sdílení hmoty na Ústavu chemického inženýrství se věnuje výzkumu aparátů, v nichž probíhá přenos hmoty mezi kapalnou a plynnou fází, již přes čtyřicet let. V rámci tohoto zaměření probíhá intenzivně výzkum věžových výměníků hmoty, zejména plněných absorpčních a destilačních kolon. Na tomto poli bylo skupinou dosaženo nemalých úspěchů – např. byl patentován postup hydrofilizace plastových výplní ve spolupráci s firmou *Raschig* a technologie tlakové karbonatace fenolátů pro firmu *DEZA*.

Za navrhovatelova působení ve skupině byla vyvinuta originální metodika pro stanovení k_La a k_Ga v plněných destilačních kolonách *profilovou metodou* a pro firmu *GTC Technology* byla provedena měření směřující k vývoji nové strukturované výplně *GT OPTIM Pak*. Skupina vyvíjí neustálou spolupráci s českým i zahraničním průmyslem, mimo jiné na základě neustále doplňované databanky transportních vlastností výplní.

Navrhovatel pokračuje v aplikaci pokročilých modelů plněných aparátů ("rate-based" modely s neideální hydrodynamikou fází) a zejména ve vývoji metodik experimentálního získání jejich parametrů. Kromě *profilové metody* se jedná o úpravu stávajících metodik pro měření transportních charakteristik výplní pro použití s nevodnými a nevzdušnými systémy, precizace měření podélného promíchávání fází metodou vzruchu a odezvy a vývoj termografické metody stanovení aktivní mezifázové plochy při destilaci.

Tento výzkum je umožněn provozováním dvou klíčových aparatur poloprovozní velikosti, na jejichž návrhu se navrhovatel zásadně podílel – absorpční technologie A150 / A300 a rektifikační technologie R 150 / R300.

Završením tohoto výzkumu má být sestavení a publikace nového modelu (model UCT) transportních dat pro strukturované výplně, který má být – vycházejíc z pokročilých experimentálních dat – kvalitativně lepším nástrojem pro "rate-based" modelování plněných absorpčních kolon.

7 Použité symboly

Latinské symboly

а	hustota mezifázové plochy	[m ² m ⁻³]
a _G	hustota geometrického povrchu výplně	[m ² m ⁻³]
<i>a_{EFF}</i>	efektivní hustota geometrického povrchu výplně	[m ² m ⁻³]
$b_{L,V}$	empirické konstanty používané profilovou metodou	
С	molární koncentrace	[mol m⁻³]
C_E	empirická konstantra modelu SRP (RBF)	[-]
C _{L,V}	empirické konstanty modelu BS	
d	charakteristický rozměr	[m]
D	difúzní koeficient	$[m^2 s^{-1}]$
$d_{ ho}$	nominální velikost výplně	[m]
Ε	axiálně disperzní koeficient	[m ² s ⁻¹]
g	konstanta gravitačního zrychlení	[m s⁻²]
Н	výška výplně	[m]
HETP	výška ekvivalentní teoretickému patru	[m]
h_{L}	zádrž	[-]
j	Chilton-Colburnův <i>j</i> -faktor	[-]
k_L	koeficient přestupu hmoty na straně kapaliny	[m s⁻¹]
k _G , k _v	koeficient přestupu hmoty na straně plynu, páry	[m s⁻¹]
k₋a	objemový koeficient přestupu hmoty na straně kapaliny	[s⁻¹]
k _G a, k _v a	objemový koeficient přestupu hmoty na straně plynu, páry	[s⁻¹]
т	směrnice rovnováhy	[1]
n	molární tok	[mol s ⁻¹]
р	tlak	[Pa]
R	relativní odpor proti separaci	[-]
S	vnitřní průřez kolony	[m ²]
S	rozměr prolomení výplně	[m]
u	mimovrstvová rychlost	[m s⁻¹]

Řecké symboly

α	koeficient přestupu tepla	$[W m^{-2} K^{-1}]$
в	empirický parametr modelu UCT	[-]
ε	mezerovitost	[1]
μ	dynamická viskozita	[Pa s]
ν	kinematická viskozita	[m ² s ⁻¹]
ρ	hustota	[kg m⁻³]
σ	povrchové napětí	[N m⁻¹]
τ	(expoziční) čas	[s]
ψ	obecná funkce	

Dolní indexy

- E efektivní
- G plynná fáze
- h hydraulický
- *H* pro teplo (*j*-faktor)
- *i* vrstvová (rychlost)

lam L M pe turb V	laminární kapalná fáze pro hmotu (<i>j</i> -faktor) element výplně turbulentní parní fáze	
Bezrozm	ěrná kritéria	
Во	Bodensteinovo kritérium	$Bo = \frac{ud}{E}$
Fr	Froudovo kritérium	$Fr = \frac{u^2 a}{g}$
Pr	Prandtlovo kriterium	$Pr = \frac{c_p \eta}{\lambda}$
Re	Reynoldsovo kritérium	$Re = \frac{\rho u d}{\eta}$
Sc	Schmidtovo kritérium	$Sc = \frac{\eta}{\rho D}$
Sh	Sherwoodovo kritérium	$Sh = \frac{kd}{D}$

Sh	Sherwoodovo kritérium	$Sh = \frac{\kappa a}{D}$
We	Weberovo kritérium	$We = \frac{\rho u^2}{a\sigma}$

8 Použitá literatura

- [1] G.Q. Wang, X.G. Yuan, K.T. Tu, Review of mass-transfer correlation for packed columns, Ind. Eng. Chem. Res. 44 (2005) 8715–8729.
- [2] T.K. Sherwood, F.A.L. Holloway, Performance of packed towers, experimental studies of absorption and desorption, Trans. Am. Inst. Chem. Eng. 36 (1940) 21–37.
- [3] D.W. van Krevelen, P.J. Hoftijzer, Gas absorption. I. Liquid-film resistance to gas absorption in scrubbers, Recl. Des Trav. Chim. Des Pays-Bas La Belgique. 66 (1947) 49–66.
- [4] K. ONDA, H. TAKEUCHI, Y. OKUMOTO, Mass Transfer Coefficients Between Gas and Liquid Phases in Packed Columns, J. Chem. Eng. Japan. 1 (1968) 56–62. doi:10.1252/jcej.1.56.
- [5] T.H. Chilton, A.P. Colburn, Mass Transfer (Absorption) Coefficients Prediction from Data on Heat Transfer and Fluid Friction, Ind. Eng. Chem. 26 (1934) 1183–1187. doi:10.1021/ie50299a012.
- [6] E. Brunazzi, A. Paglianti, Liquid-Film Mass-Transfer Coefficient in a Column Equipped with Structured Packings, Ind. Eng. Chem. Res. 36 (1997) 3792–3799. doi:10.1021/ie970045h.
- [7] B. Hanley, C.-C. Chen, New Mass-Transfer Correlations for Packed Towers, AIChE J. 58 (2012) 132–152.
- [8] M. Henriques de Brito, U. Von Stockar, A. Menendez Bartenger, P. Bomio, M. Laso, Effective masstransfer area in a pilot plant column equipped with structured packings and with ceramic rings, Ind. Eng. Chem. Res. 33 (1994) 647–656. doi:10.1021/ie00027a023.
- [9] C. Wang, D. Song, F.A. Seibert, G.T. Rochelle, Dimensionless Models for Predicting the Effective Area, Liquid-Film, and Gas-Film Mass-Transfer Coefficients of Packing, Ind. Eng. Chem. Res. 55 (2016) 5373– 5384. doi:10.1021/acs.iecr.5b04635.
- [10] P.A. Nawrocki, Z.P. Xu, K.T. Chuang, Mass transfer in structured corrugated packing, Can. J. Chem. Eng. 69 (1991) 1336–43.
- [11] B. Hanley, B. Dunbobbin, D. Bennett, A Unified Model for Countercurrent Vapor/Liquid Packed Columns. 2. Equations for the Mass-Transfer coefficients, Mass-Transfer Area, the HETP, and the Dynamic Liquid Holdup., Ind. Eng. Chem. Res. 33 (1994) 1222–1230.
- [12] S. Shetty, R.L. Cerro, Fundamental liquid flow correlations for the computation of design parameters for ordered packings, Ind. Eng. Chem. Res. 36 (1997) 771–783. doi:10.1021/ie960627j.
- [13] J.A. Rocha, J.L. Bravo, J.R. Fair, Distillation-Columns Containing Structured Packings a Comprehensive Model for Their Performance .1. Hydraulic Models, Ind. Eng. Chem. Res. 32 (1993) 641–651. doi:10.1021/ie9910773.
- [14] J.A. Rocha, J.L. Bravo, J.R. Fair, Distillation-Columns Containing Structured Packings a Comprehensive Model for Their Performance .1. Hydraulic Models, Ind. Eng. Chem. Res. 35 (1996) 1660–1667.
- [15] R. Billet, Optimization and comparison of mass-transfer columns, in: Proc. Int. Symp. Distill., 1969: pp. 42–63.
- [16] L. Spiegel, W. Meier, Correlations of the performance characteristics of the various Mellapak types, in: Inst. Chem. Eng. Symp. Ser., 1988.
- [17] F. Rukovena, R.F. Strigle, Paper presented at Houston AIChE meeting, in: 1991.
- [18] R. Billet, M. Schultes, Predicting mass transfer in packed columns, Chem. Eng. Technol. 16 (1993) 1–9. doi:10.1002/ceat.270160102.
- [19] R. Billet, M. Schultes, Prediction of mass transfer columns with dumpled and arranged packings Updated Summary of the Calculation Method of Billet and Schultes, Chem. Eng. Res. Des. 77 (1999) 498–504. doi:http://dx.doi.org/10.1205/026387699526520.
- [20] Ž.. Olujić, M.. Behrens, L.. Colli, A.. Paglianti, Predicting the Efficiency of Corrugated Sheet Structured Packings with Large Specific Surface Area, Chem. Biochem. Eng. Q. 18 (2004) 89–96. doi:10.15255/CABEQ.2014.19344.
- [21] Ž. Olujić, T. Rietfort, H. Jansen, B. Kaibel, E. Zich, G. Frey, G. Ruffert, T. Zielke, Experimental

Characterization and Modeling of High Performance Structured Packings, Ind. Eng. Chem. Res. 51 (2012) 4414-4423.

- [22] VDI Heat Atlas, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2010.
- [23] A. Honorat, O.C. Sandall, Simultaneous heat and mass transfer in a packed binary distillation column, Chem. Eng. Sci. 33 (1978) 635–640. doi:10.1016/0009-2509(78)80039-6.
- [24] M.M. Dribika, O.C. Sandall, Simultaneous heat and mass transfer for multicomponent distillation in a wetted-wall column, Chem. Eng. Sci. 34 (1979) 733–739. doi:10.1016/0009-2509(79)85121-0.
- [25] F. Kayihan, O.C. Sandall, D.A. Mellichamp, Simultaneous heat and mass transfer in binary distillation. I. Theory, Chem. Eng. Sci. 30 (1975) 1333–1339.
- [26] F. Kayihan, O.C. Sandall, D.A. Mellichamp, Simultaneous heat and mass transfer in binary distillation-II. Experimental, Chem. Eng. Sci. 32 (1977) 747–754. doi:10.1016/0009-2509(77)80124-3.
- [27] K.J. Arwikar, C. Sandall, LIQUID PHASE MASS TRANSFER RESISTANCE IN A SMALL SCALE PACKED DISTILLATION COLUMN Chem. Eng. Sci. 35 (1980) 2337–2343.
- [28] L. Steiner, H.P. Barendreght, Concentration Profiles in a Packed Distillation Column, Chem. Eng. Sci. 33 (1977) 255–262.
- [29] V. Linek, T. Moucha, E. Prokopová, J.F. Rejl, Simultaneous Determination of Vapour- and Liquid-Side Volumetric Mass Transfer Coefficients in Distillation Column, Chem. Eng. Res. Des. 83 (2005) 979–986. doi:10.1205/cherd.03311.
- [30] V. Linek, J. Sinkule, K. Brekke, A Critical Evaluation of the Use of Absorption Mass Transfer Data for the Design of Packed Distillation Columns, Trans IChemE. 73 (1995).
- [31] J.F. Rejl, V. Linek, T. Moucha, E. Prokopová, L. Valenz, F. Hovorka, Vapour- and liquid-side volumetric mass transfer coefficients measured in distillation column. Comparison with data calculated from absorption correlations, Chem. Eng. Sci. 61 (2006) 6096–6108. doi:10.1016/j.ces.2006.06.003.
- [32] F.J. Rejl, L. Valenz, V. Linek, "Profile Method" for the Measurement of kLa and kVa in Distillation Columns. Validation of Rate-Based Distillation Models Using Concentration Profiles Measured along the Column, Ind. Eng. Chem. Res. 49 (2010) 4383–4398. doi:10.1021/ie901690m.
- [33] L. Valenz, F.J. Rejl, V. Linek, Effect of gas- and liquid-phase axial mixing on the rate of mass transfer in a pilot-scale distillation column packed with Mellapak 250Y, Ind. Eng. Chem. Res. 50 (2011). doi:10.1021/ie101656m.
- [34] F.J. Rejl, L. Valenz, J. Haidl, Eval. Mix. Mass Transf. Coefficients Distill. Column, Proceedings of 2016 AIChE Spring meeting.
- [35] F.J. Rejl, L. Valenz, J. Haidl, M. Kordač, T. Moucha, Hydraulic and mass-transfer characteristics of Raschig Super-Pak 250Y, Chem. Eng. Res. Des. 9 (2015) 20–27. doi:10.1016/j.cherd.2015.04.014.
- [36] J. Haidl, F.J. Rejl, L. Valenz, M. Kordač, T. Moucha, L. Labík, M. Schultes, Absorption in wetted-wall column with phase properties close to distillation conditions, Chem. Eng. Sci. 144 (2016) 126–134. doi:10.1016/j.ces.2015.12.027.
- [37] F.J. Rejl, J. Haidl, L. Valenz, T. Moucha, M. Schultes, Analogy of absorption and distillation processes. Wetted-wall column study, Chem. Eng. Sci. 153 (2016). doi:10.1016/j.ces.2016.07.021.
- [38] F.J. Rejl, J. Haidl, L. Valenz, A. Marchi, T. Moucha, R. Petříček, E. Brunazzi, Liquid-phase mass-transfer coefficients of Mellapak structured packings under desorption of oxygen from primary alcohols. Chem. Eng. Res. Des. Accepted for publication.
- [39] R.E. Tsai, P. Schultheiss, A. Kettner, J.C. Lewis, A.F. Seibert, R.B. Eldridge, G.T. Rochelle, Influence of surface tension on effective packing area, Ind. Eng. Chem. Res. 47 (2008) 1253–1260. doi:10.1021/ie070780I.
- [40] J. Haidl, F.J. Rejl, L. Valenz, T. Moucha, R. Pet, General mass-transfer model for gas phase in structured packings, Chem. Eng. Res. Des. 126 (2017) 45–53.
- [41] B.N. Sahay, M.M. Sharma, Effective interfacial area and liquid and gas side mass transfer coefficients in

a packed column, Chem. Eng. Sci. 28 (1973) 41-47. doi:10.1016/0009-2509(73)85084-5.

- [42] V. Linek, V. Vacek, Chemical-Engineering Use of Catalyzed Sulfite Oxidation-Kinetics for the Determination of Mass-Transfer Characteristics of Gas-Liquid Contactors, Chem. Eng. Sci. 36 (1981) 1747–1768. doi:Doi 10.1016/0009-2509(81)80124-8.
- [43] S. Schug, W. Arlt, Imaging of Fluid Dynamics in a Structured Packing Using X-ray Computed Tomography, (2016) 1561–1569. doi:10.1002/ceat.201600278.
- [44] A. Viva, S. Aferka, D. Toye, P. Marchot, M. Crine, E. Brunazzi, Chemical Engineering Research and Design Determination of liquid hold-up and flow distribution inside modular catalytic structured packings, Chem. Eng. Res. Des. 89 (2011) 1414–1426. doi:10.1016/j.cherd.2011.02.009.
- [45] C.W. Green, J. Farone, J.K. Briley, R.B. Eldridge, R.A. Ketcham, B. Nightingale, Novel Application of X-ray Computed Tomography: Determination of Gas/Liquid Contact Area and Liquid Holdup in Structured Packing, (2007) 5734–5753.
- [46] L. Pless, J.D. Bowmann, Scanning columns with gamma rays, Chem. Eng. 99 (1992) 127–128.
- [47] J.F. Rejl, V. Linek, T. Moucha, L. Valenz, Methods standardization in the measurement of mass-transfer characteristics in packed absorption columns, Chem. Eng. Res. Des. 87 (2009) 695–704. doi:10.1016/j.cherd.2008.09.009.
- [48] A. Hoffmann, J.F. Maćkowiak, A. Górak, M. Haas, J.-M. Löning, T. Runowski, K. Hallenberger, Standardization of Mass Transfer Measurements, Chem. Eng. Res. Des. 85 (2007) 40–49. doi:10.1205/cherd06134.
- [49] V. Linek, T. Moucha, F.J. Rejl, HYDRAULIC AND MASS TRANSFER CHARACTERISTICS OF PACKINGS FOR ABSORPTION AND DISTILLATION COLUMNS. RAUSCHERT-METALL-SATTEL-RINGS. Trans IChemE 79 Parta A (2001) 725-732.
- [50] L. Valenz, F.J. Rejl, J. Šíma, V. Linek, Absorption mass-transfer characteristics of mellapak packings series, Ind. Eng. Chem. Res. 50 (2011) 12134–12142. doi:10.1021/ie200577k.
- [51] L. Valenz, F.J. Rejl, V. Linek, Gas and liquid axial mixing in the column packed with Mellapak 250Y, Pall rings 25, and intalox saddles 25 under flow conditions prevailing in distillation columns, Ind. Eng. Chem. Res. 49 (2010). doi:10.1021/ie101092e.
- [52] F.J. Rejl, L. Valenz, J. Haidl, M. Kordač, T. Moucha, On the modeling of gas-phase mass-transfer in metal sheet structured packings, Chem. Eng. Res. Des. 93 (2015). doi:10.1016/j.cherd.2014.06.004.
- [53] F.J. Rejl, J. Haidl, L. Valenz, A. Marchi, T. Moucha, R. Petříček, E. Brunazzi, Liquid-phase mass-transfer coefficients of Mellapak structured packings under desorption of oxygen from primary alcohols. Chem. Eng. Res. Des. Accepted for publication.
- [54] V. Linek, T. Moucha; F. Rejl; M. Kordač; L. Valenz, The Engineering sizing of packed desorption column of hydrogen isotopes from Pb-17Li eutectic alloy. Rate based model using experimental mass transfer coefficients from Melodie loop. Fusion Engineering and Design 89 (2014) 2504–2515
- [55] V. Linek, J. Sinkule, T. Moucha, F. J. Rejl, Laboratory differential simulation design method of pressure absorbers for carbonization of phenolate solution by carbon dioxide in coal-tar processing. Chemical Engineering and Processing (2009), 48(1), 569-575.

9 Citované výzkumné zprávy navrhovatele

[P1] V. Linek, F. Rejl: Posouzení návrhu intenzifikace jednotky "Asanace chlóru" instalované ve Spolchemii Ústí nad Labem, Inteco s.r.o, 2006

[P2] V.Linek, F. Rejl, T.Moucha, M. Kordač: Návrh efektivnější dechlorace solanky KCl instalované ve Spolchemii Ústí nad Labem, Spolchemie a.s., 2007

[P3] F.J.Rejl, J. Haidl, L. Valenz, T. Moucha: Chemicko-inženýrský výpočet plněného absorbéru a ejektoru pro asanaci chlóru, Sultrade, 2016

[P4] Rejl, F.J., Moucha T., Valenz, L., Haidl, J.: Výpočet parametrů absorpční kolony pro čištění odplynů. TEVA, 2013.

[P5] F.J. Rejl, J. Haidl, L. Valenz, T. Moucha: Chemicko-inženýrský výpočet plněného absorbéru a ejektoru pro asanaci chlóru, Sultrade, 2016

[P6] Rejl, F.J.; Linek, V.; Haidl, J.; Valenz, L.: Distillation Hydraulic and Separation Efficiency Data for GTC's Structured Packings PAK 250 IB-2, PAK E-214, PAK 250GC-3. GTC, 2012. (technická zpráva)

[P7] Rejl, F.J., Linek V., Haidl, J., Valenz, L.: Distillation Hydraulic and Separation Efficiency Data for GTC's Structured Packings PAK 250 GE-5. GTC, 2013.

[P8] Rejl, F.J., Valenz, L., Haidl, J., Linek, V: Distillation Hydraulic and Separation Efficiency Data for GTC's Structured Packings PAK 250 GH-8. GTC, 2013.

[P9] M. Kordač, T. Moucha, F. J. Rejl, L. Valenz, F. Hovorka, V. Linek: Metody zlepšení smáčivosti povrchu výplní desorpčních kolon tritia olovem a eutektikem Pb-17Li. Zařízení pro měření schopnosti tekutých kovů rozprostírat se po povrchu kovů. (Výzkumná zpráva)

[P10] M. Kordač, T. Moucha, F. J. Rejl, V. Linek: Návrh materiálů a podmínek pro zlepšení sočivosti výplně desoprční kolony tritia z taveniny Pb-17 Li na základě experimentů s Pb v atmosféře He + 3% H₂.

[P11] M. Kordač, T. Moucha, F. J. Rejl, L. Valenz, V. Linek: Model úniku tritia z eutektika Pb-17Li hladinou a ocelovým obalem ozařovací sondy. (Výzkumná zpráva)

[P12] M. Kordač, T. Moucha, F.J. Rejl, L. Valenz, V. Linek: Závěrečná zpráva o výsledcích dosažených v letech 2013 až 2014 v rámci smlouvy o spolupráci centra výzkumu Řež a VŠCHT Praha. (Výzkumná zpráva)

[P13] M. Kordač, F. Rejl, F. Hovorka, T. Moucha, V. Linek: Návrh a dimenzování neutralizačního uzlu výrobny NP(K) a DASA 25-10S V Lovochemii. I. Návrh a výroba aparatury umožňující simulovat rychlost absorpce amoniaku do břeček v různých místech navrhovaného neutralizačního uzlu, Lovochemie a.s., 2009

[P14] J. Haidl, M. Kordač, F. Rejl, F. Hovorka, T. Moucha, V. Linek: Návrh a ověření výkonnosti kolony pro odstraňování bromu z roztoků CaCl₂, Macco Organiques, 2011.

[P15] F. Rejl: Zpráva z měření provedeného na provoze "Asanace" a související modelování, Zentiva k.s., 2011

[P16] F. Rejl: Studie proveditelnosti regenerace rozpouštědel z výroby Nortropinu, Interpharma Praha, 2005

[P17] F. Rejl, V. Linek: Studie proveditelnosti úplné regenerace methyl-ethyl-ketonu a metanolu z rozpouštědla odpadajícícho z provozu Losartan, Zentiva a.s., 2007

[P18] V. Linek, F. Rejl, T. Moucha, M. Kordač: Návrh řízení regenerace metanolu vsádkovou rektifikací na koloně instalované v areálu Agropodniku Jihlava, Steel-Tech CZ s.r.o, 2007

[P19] Rejl, F.J.; Valenz, L.; Haidl, J.: Vypracování studie použití stávajícího destilačního zařízení pro zpracování nové suroviny, Panera, 2012.

10 Připojené publikace navrhovatele

- [29] V. Linek, T. Moucha, E. Prokopová, J.F. Rejl, Simultaneous Determination of Vapour- and Liquid-Side Volumetric Mass Transfer Coefficients in Distillation Column, Chem. Eng. Res. Des. 83 (2005) 979–986. doi:10.1205/cherd.03311.
- [31] J.F. Rejl, V. Linek, T. Moucha, E. Prokopová, L. Valenz, F. Hovorka, Vapour- and liquid-side volumetric mass transfer coefficients measured in distillation column. Comparison with data calculated from absorption correlations, Chem. Eng. Sci. 61 (2006) 6096–6108. doi:10.1016/j.ces.2006.06.003.
- [33] L. Valenz, F.J. Rejl, V. Linek, Effect of gas- and liquid-phase axial mixing on the rate of mass transfer in a pilot-scale distillation column packed with Mellapak 250Y, Ind. Eng. Chem. Res. 50 (2011). doi:10.1021/ie101656m.
- [35] F.J. Rejl, L. Valenz, J. Haidl, M. Kordač, T. Moucha, Hydraulic and mass-transfer characteristics of Raschig Super-Pak 250Y, Chem. Eng. Res. Des. 9 (2015) 20–27. doi:10.1016/j.cherd.2015.04.014.
- [36] J. Haidl, F.J. Rejl, L. Valenz, M. Kordač, T. Moucha, L. Labík, M. Schultes, Absorption in wetted-wall column with phase properties close to distillation conditions, Chem. Eng. Sci. 144 (2016) 126–134. doi:10.1016/j.ces.2015.12.027.
- [37] F.J. Rejl, J. Haidl, L. Valenz, T. Moucha, M. Schultes, Analogy of absorption and distillation processes. Wetted-wall column study, Chem. Eng. Sci. 153 (2016). doi:10.1016/j.ces.2016.07.021.
- [49] V. Linek, T. Moucha, F.J. Rejl, HYDRAULIC AND MASS TRANSFER CHARACTERISTICS OF PACKINGS FOR ABSORPTION, 79 (2001) 0–7.
- [50] L. Valenz, F.J. Rejl, J. Šíma, V. Linek, Absorption mass-transfer characteristics of mellapak packings series, Ind. Eng. Chem. Res. 50 (2011) 12134–12142. doi:10.1021/ie200577k.
- [51] L. Valenz, F.J. Rejl, V. Linek, Gas and liquid axial mixing in the column packed with Mellapak 250Y, Pall rings 25, and intalox saddles 25 under flow conditions prevailing in distillation columns, Ind. Eng. Chem. Res. 49 (2010). doi:10.1021/ie101092e.
- [52] F.J. Rejl, L. Valenz, J. Haidl, M. Kordač, T. Moucha, On the modeling of gas-phase mass-transfer in metal sheet structured packings, Chem. Eng. Res. Des. 93 (2015). doi:10.1016/j.cherd.2014.06.004.
- [47] J.F. Rejl, V. Linek, T. Moucha, L. Valenz, Methods standardization in the measurement of mass-transfer characteristics in packed absorption columns, Chem. Eng. Res. Des. 87 (2009) 695–704. doi:10.1016/j.cherd.2008.09.009.
- [32] F.J. Rejl, L. Valenz, V. Linek, "Profile Method" for the Measurement of kLa and kVa in Distillation Columns. Validation of Rate-Based Distillation Models Using Concentration Profiles Measured along the Column, Ind. Eng. Chem. Res. 49 (2010) 4383–4398. doi:10.1021/ie901690m.
- [54] Václav Linek; Tomáš Moucha; František Rejl; Michal Kordač; Lukáš Valenz: "The Engineering sizing of packed desorption column of hydrogen isotopes from Pb-17Li eutectic alloy. Rate based model using experimental mass transfer coefficients from Melodie loop". Fusion Engineering and Design 89 (2014) 2504–2515
- [55] Linek, V.; Sinkule, J.; Moucha, T.; Rejl, J. F.: Laboratory differential simulation design method of pressure absorbers for carbonization of phenolate solution by carbon dioxide in coal-tar processing. Chemical Engineering and Processing (2009), 48(1), 569-575.
- [53] F.J. Rejl, J. Haidl, L. Valenz, A. Marchi, T. Moucha, R. Petříček, E. Brunazzi, Liquid-phase mass-transfer coefficients of Mellapak structured packings under desorption of oxygen from primary alcohols 1 Introduction, Chem. Eng. Res. Des. to be publ (2017).
- [40] J. Haidl, F.J. Rejl, L. Valenz, T. Moucha, R. Pet, General mass-transfer model for gas phase in structured packings, To Be Publ. (2017) 1–24.