

# Pirolízis olaj szakaszos, vákuum rektifikáló berendezésének beüzemelése és vizsgálata

## Operation and investigation of batch vacuum rectification column for pyrolysis oil

*PINCZÉS Zsuzsanna<sup>1</sup>, Msc hallgató*  
*TESKI Tamás Ferenc<sup>2</sup>, Msc hallgató*  
*POÓS Tibor<sup>3</sup>, PhD, egyetemi docens*

<sup>1,2,3</sup>Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar,  
Épületgépészeti és Gépészeti Eljárástechnika Tanszék  
H-1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3., D épület 110. Tel.: +3614632529, <http://www.epget.bme.hu>  
<sup>1</sup>zsuzsanna.pinczes@gmail.com, <sup>2</sup>teski.tamas@gmail.com, <sup>3</sup>poos.tibor@gpk.bme.hu

### Abstract

*A batch vacuum rectifier was operated to process further the pyrolysis oil generated as a by-product in the industry. An industrial problem inspired our research topic: a small amount of pyrolysis oil is produced each year, which is not enough for a continuous plant's cost-effective operation. Hence, there is no unified protocol for further separation of pyrolysis oil, and we have been looking for a possible solution.*

**Keywords:** Pyrolysis oil, batch operation, vacuum rectification

### Absztrakt

*Az iparban melléktermékként keletkezett pirolízis olaj további feldolgozásához egy szakaszos üzemű vákuum rektifikáló berendezést üzemeltünk be. Kutatásunk témáját egy ipari probléma ihlette: évente olyan kis mennyiségű pirolízis olaj keletkezik, ami nem elegendő a folyamatos üzem gazdaságos működtetéséhez. Ennek okán a pirolízis olaj további szétválasztására nincsen egységesen elterjedt protokoll, munkánk során erre kerestünk egy lehetséges megoldást.*

**Kulcsszavak:** pirolízis olaj, szakaszos üzem, vákuum rektifikálás

## 1. BEVEZETÉS

A legegyszerűbb és leggyakrabban használt szakaszos desztillációs konstrukció a rektifikáló kolonna [1]. Ezen desztillációs eljárás során gőznyomás különbségük alapján két vagy több komponens szétválasztása történik. A homogén folyadékelegyből képzett gőzt lekondenzáltatjuk, majd a desztillátum egy részét visszavezetjük a kolonnába. Ennek hatására az anyagátadási folyamatok kedvezőbbé válnak, így hatékonyabb szétválasztás érhető el, mint egyszerű szakaszos desztilláció esetén. A rektifikálást, mint szétválasztó eljárást alkalmazzák például a gyógyszeriparban, az élelmiszeriparban, a vegyiparban és a kőolajfeldolgozásban [2].

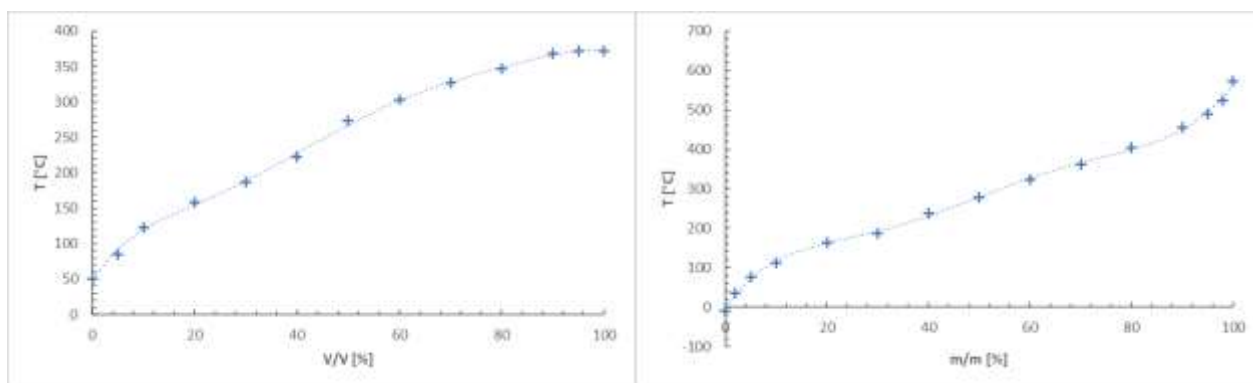
A kőolajfeldolgozás egyik művelete a pirolízis, amelynek során szerves hulladékot hevítenek oxigénmentes vagy oxigénszegény környezetben, 160°C-tól akár 900°C-ig terjedő hőmérsékletskálán [3]. Megfelelően kialakított reaktorban, szabályozott körülmények között zajlik a hőbontás, ezalatt pirolízisgáz, folyékony halmazállapotú termékek (olaj, kátrány, szerves savakat tartalmazó bomlási víz) és szilárd termékek keletkeznek (pirolíziskokszt). Leggyakrabban energiahordozóként alkalmazzák a termékeket (fűtőgáz, tüzelőolaj, pirokokszt), bizonyos esetekben vegyipari alapanyagként (metanol gyártás), talajjavító szerként, továbbá építőipari alapanyagként is hasznosítják [4]. Továbbá számos kutatás foglalkozik a pirolízis olaj motorhajtóanyagként való felhasználásával [5]–[7].

A vákuum rektifikálás segítségével a pirolízis olajból további értékes anyagok nyerhetőek ki, mint például gázolaj és benzin. Kutatásunk során egy erre alkalmas berendezést fejlesztettünk, amivel a pirolízis olajat további frakciókra bontottuk.

## 2. VIZSGÁLT ANYAG ÉS MÉRÉSI MÓDSZER

### 2.1. Pirolízis olaj

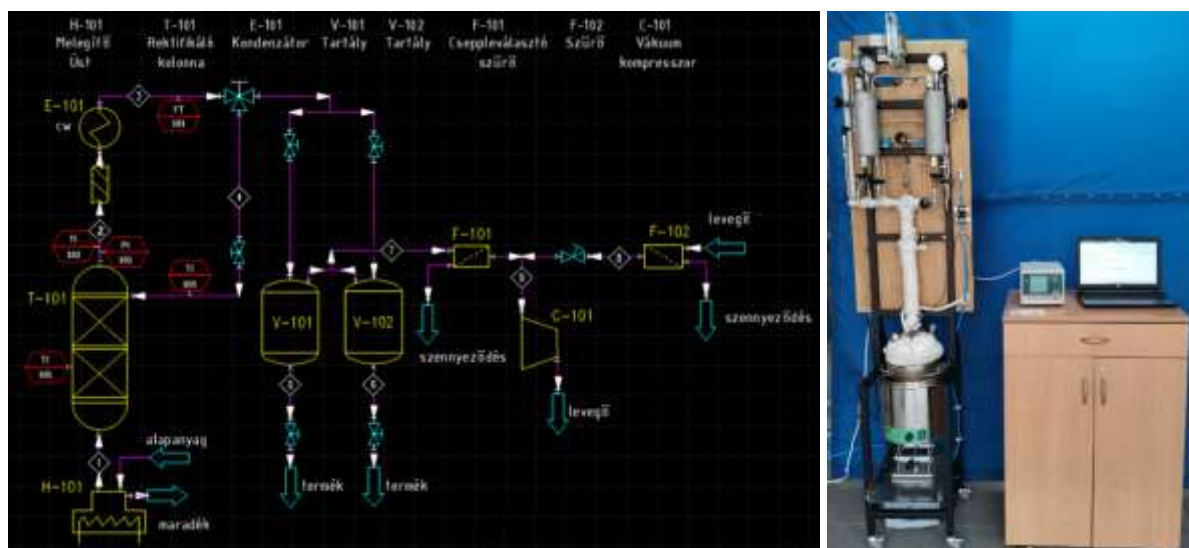
A pirolízis olaj egy változó viszkozitású, sötétbarna folyadék, amelynek szaga a benzinére hasonlít [8]. A mérés alapjául szolgáló pirolízis olaj összetételére ASTM D86 és ASTM D2887 (1. ábra bal és jobb) szerinti mért görbék álltak rendelkezésünkre. Az ASTM/Engler desztillációs görbe az egyik legelterjedtebb módszer elegyek összetételének megadására, amelynek során reflux nélküli, egyszerű szakaszos desztillációt végeznek szabványos (MSz 11737) készülékben. Az ASTM D86 görbe készítése során az 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 és 95 V/V%-hoz tartozó hőmérsékleteket, valamint a kezdő- és végső forráspontot veszik fel, az ASTM D2887 görbe készítése során pedig a m/m%-hoz tartozó hőmérsékleteket [9].



1. ábra. ASTM D86 (bal), és ASTM D2887 görbe (jobb) [10]

### 2.2. Vákuum rektifikáló berendezés

Munkánk során kialakítottuk a pneumatikus hálózatot, így vákuumban is üzemeltethető a mérőállomás. A műszerezés során hőelemeket és nyomástávadót építettünk be, így nyomon követhetjük a rendszerben bekövetkező változást. A kolonnát Heli-Pak (4,0x2,5 mm) rendezetlen rektifikáló töltettel láttuk el. A hőszigetelő paplan felszerelésével pedig csökkentettük a készülék hővesztését.



2. ábra. A rektifikáló berendezés műszerelemekkel ellátott technológiai folyamatábrája (bal), a vizsgált vákuum rektifikáló berendezés (jobb)

A 2. ábra bal oldalán látható a vákuum rektifikáló műszerelemekkel ellátott technológiai folyamatábrája, jobb oldalt pedig maga a vizsgált berendezés. A készülék alján található az üst, amelybe a szétválasztandó elegyet töltjük. Az üstöt a H-101 jelű elektromos fűtőkosár veszi körül, amely forráspontjára melegíti a desztillálható alapanyagot. Az üst a T-101-es jelű kolonnához csatlakozik, amely Heli-Pak rendezetlen töltettel van megtöltve. A kolonnából a fejtermék az E-101-es jelű kondenzátorba jut, amelyben a desztillátum gőz lecondenzál.

A kondenzátorra hűtőközegként hálózati hidegvíz (cw) van kötve. A termék a kondenzátorból kilépve az FI-101 jelű rotaméteren áramlik keresztül, amellyel mérhetjük annak térfogatáramát. Ezután a desztillátum áramlása elágazáshoz ér, az egyik irányban refluxként visszajuttathatjuk a kolonnába, a másik irányban pedig a V-101 vagy a V-102 jelű szedőtartályokba vezethetjük. A desztillátum áramlásának irányát csapokkal állíthatjuk, változtathatjuk. A tartályokból a leeresztő csomópontokon keresztül távolíthatjuk el a terméket és a desztillátumot.

A berendezésben a vákuumot a Vacuubrand MZ 2C NT típusú membránkompresszor (C-101) állítja elő. A vákuumot szabályozó szelep segítségével állíthatjuk be. A rektifikáló berendezésből érkező gáz az F-101 jelű vákuumszűrőn halad át, így megakadályozva a szennyeződések és az elragadott cseppek kompresszorba jutását. Emellett a szabályozó szelepre érkező gáz is áthalad egy inline szűrőn (F-102), hogy a környezetből se kerüljön be szennyeződés a rendszerbe. A berendezésben lévő nyomást egy ipari távadós vákuum nyomásérzékelővel (P-101), míg a hőmérsékletét termoelemek segítségével követhetjük nyomon. Mértük az üstben lévő elegyhőmérsékletet (T-100), rektifikáló kolonnában lévő gőzhőmérsékletet (T-101), illetve a desztillátum gőz kolonna utáni (T-102) és a reflux hőmérsékletét (T-103). A mérőszensorok Ahlborn ALMEMO 5690-2 típusú adatgyűjtővel összekötve, számítógépen jeleníthetők meg a mért értékek 30 s mintavételezési időközönként.

### 2.3. Mérési módszer

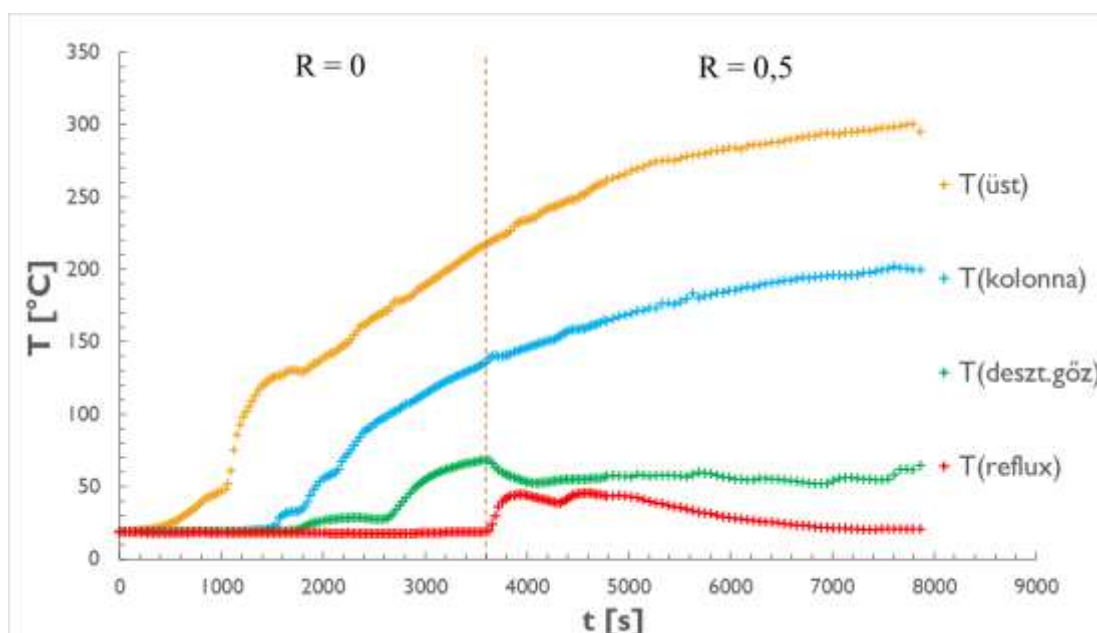
A mérés első lépéseként a berendezést az elektromos hálózatra csatlakoztattuk, a mérőműszereket rácsatlakoztattuk az adatgyűjtőre, majd az adatgyűjtőt összeköttöttük egy számítógéppel, amelyen az IMPERIUM Laboratóriumi Információs Rendszer Apollo modulja rögzítette az adatokat. Ezt követően 500 ml pirolízis olajat töltöttünk az üstbe. Miután meggyőződünk a készülék helyes szeleppállásairól, légzártságáról, bekapcsoltuk az elektromos fűtést, illetve ezzel párhuzamosan elindítottuk az ellenáramban bekötött hűtővízáramot és a vákuumot  $-0,1 \text{ bar}(g)$  értékre állítottuk. A következőkben figyelemmel kísértük a hőmérsékletviszonyok alakulását, illetve a rotaméteren folyó anyagáramot is. Miután abban megjelent egy stabil kondenzátum oszlop, a refluxarányt 0,5-re állítva folytattuk tovább a mérést. Amint egy intenzív gőzképződési szakasz véget ért, azaz a rotaméter leürült, váltottunk a másik tartályra. Jelen esetben ez két frakciót jelentett. A mérést  $300^\circ\text{C}$ -os üst hőmérsékletig végeztük, majd a fűtőkosarat kikapcsoltuk, és leengedtük az üstből. Közben a vákuumszabályozó szelepet fokozatosan kinyitottuk, majd a vákuumkompresszort is kikapcsoltuk. A szedőtartályok tartalmát leeresztettük, majd lemértük azok tömegét.

## 3. EREDMÉNYEK

Az adatgyűjtő által rögzített hőmérséklet adatokat a 4. ábrán látható diagramon ábrázoltuk. A hőmérsékletek növekedése hozzávetőleg 15 perces eltolással jelentkeztek. A keletkező kis mennyiségű desztillátum gőz először a kolonnát melegíti fel, majd a csővezetékét. Ám közben számolnunk kell a részleges kondenzációval is, hiszen kezdetben a csövek hidegek. Amint a rotaméterben megjelent egy stabil kondenzátum oszlop (3631 s), a refluxarányt 0,5-re állítottuk. Ekkor a desztillátum gőz csővezetékének hőmérséklete csökkenni, a refluxág hőmérséklete pedig ezzel egyidejűleg nőni kezdett. Ezalatt az üst és a kolonna hőmérséklete folyamatosan nőtt. A pirolízis olaj vákuum rektifikálása során a kiindulási elegyből a 3. ábra jobb oldalán látható három terméket kaptunk. Az üstben maradó fenéktermék színe sötétebb, mint a kiindulási elegyé, szaga a kátrányhoz hasonlít. Az első desztillátum frakció, ami körülbelül  $50^\circ\text{C}$ -nál jelentkezett, sokkal világosabb színű, mint a kiindulási elegy. A második desztillátum frakció az elsőhöz képest világosabb. Mindkét desztillátum frakción felfedezhető a benzín, illetve valamely kénvegyület szaga is.



3. ábra Kiindulási elegy (bal); jobboldalt sorban: fenéktermék, első desztillátum frakció, második desztillátum frakció



4. ábra Refluxarány meghatározása (bal), hőmérséklet változása pirolízisolaj rektifikálása során (jobb)

## 4. ÖSSZEFOGLALÁS

Szakaszos üzemű, vákuum rektifikáló készüléket üzemeltünk be, amelyen pirolízis olaj rektifikálásával méréseket végeztünk. A pirolízis olaj vákuum rektifikálása során a kiindulási elegyből három terméket kaptunk. A készüléken számos mérés megvalósítható a vákuum és a refluxarány szabályozásával.

## KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Köszönetet szeretnénk nyilvánítani a Petrol Kft.-nek és Török Ernő úrnak, hogy biztosították a berendezést, a szükséges alkatrészeket, illetve a vizsgált alapanyagot. Köszönet az Emberi Erőforrások Minisztériuma által meghirdetett Nemzeti Fiatal Tehetségeiért Ösztöndíj keretében nyújtott anyagi támogatásért (NTP-NFTÖ-20-B-0015). A szerzők részvételét az OGÉT 2021 konferencián az Emberi Erőforrás Támogatáskezelő NTP-HHTDK-20 pályázata támogatta.

## IRODALOMJEGYZÉK

- [1] G. Modla, P. Lang, B. Kotai, and K. Molnar, "Batch heteroazeotropic rectification under continuous entrainer feeding: I. feasibility studies," *Comput. Aided Chem. Eng.*, vol. 15, no. C, pp. 974–977, 2003.
- [2] I. Rodríguez-Donis, V. Gerbaud, and X. Joulia, "Entrainer selection rules for the separation of azeotropic and close-boiling-temperature mixtures by homogeneous batch distillation process," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 40, no. 12, pp. 2729–2741, 2001.
- [3] H. Yang, R. Yan, H. Chen, D. H. Lee, and C. Zheng, "Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis," *Fuel*, vol. 86, no. 12–13, pp. 1781–1788, 2007.
- [4] I. Barótfi, *Környezettechnika*. Budapest: Mezőgazda Lap- és Könyvkiadó Kft., 2000.
- [5] P. I. Kondor and M. Zöldy, "Égésszimulációs vizsgálatok hulladékálapú tüzelőanyagok alkalmazásánál," *OGÉT*, vol. 28, pp. 223–226, 2020.
- [6] S. Murugan, M. C. Ramaswamy, and G. Nagarajan, "Assessment of pyrolysis oil as an energy source for diesel engines," *Fuel Process. Technol.*, vol. 90, no. 1, pp. 67–74, 2009.
- [7] P. Verma *et al.*, "Diesel engine performance and emissions with fuels derived from waste tyres," *Sci. Rep.*, vol. 8, no. 1, pp. 1–13, 2018.
- [8] T. Ratnakiran, Wankhade D Bhattacharya, "Pyrolysis oil an emerging alternate fuel for future," *J. Pharmacogn. Phytochem.*, vol. 6, no. 6, pp. 239–243, 2017.
- [9] Z. Fonyó and G. Fábry, *Vegyipari művelettan alapismeretek*. Budapest: Nemzeti Tankönyvkiadó, 1998.
- [10] E. Török, "ASTM D86 és D2887 görbe," 2020.