

EKSTRAKCJA W KOLUMNIE

1. Wprowadzenie

Ekstrakcja to proces jednostkowy polegający na częściowym lub całkowitym rozdzieleniu mieszaniny ciekłej lub stałej za pomocą rozpuszczalnika, w którym składniki mieszaniny wykazują różną rozpuszczalnością. W przypadku rozdzielania tą metodą mieszaniny stałej, proces nazywamy ługowaniem, natomiast w przypadku rozdzielania mieszanin ciekłych - ekstrakcją właściwą lub po prostu ekstrakcją. Ekstrakcja polega na kontaktowaniu surówki ekstrakcyjnej (roztwór surowy) z odpowiednio dobranym rozpuszczalnikiem wtórnym (C) – ekstrahentem, który wykazuje się selektywną rozpuszczalnością w stosunku do składników surówki oraz ograniczoną rozpuszczalnością w roztworze surowym. Po dodaniu rozpuszczalnika wtórnego tworzy się układ dwufazowy (ciecz-ciecz lub ciecz-ciało stałe). Składnik ekstrahowany przechodzi w znacznej części z surówki do rozpuszczalnika wtórnego, dając ekstrakt. Pozostałość poekstrakcyjna jest nazywana rafinatem.

Ekstrakcja w układzie ciecz-ciecz

W przypadku gdy rozpuszczalnik wtórny (C) wykazuje się zupełną nierozpuszczalnością w rozpuszczalniku pierwotnym (A) oraz gdy nie występują zjawiska asocjacji lub dysocjacji składnika ekstrahowanego (B) można stosować prawo podziału Nernsta. Według tego prawa w danej temperaturze stosunek zawartości składnika ekstrahowanego w ekstrakcie i rafinacie jest stały:

$$k = \frac{X}{Y},$$

gdzie: **k** - współczynnik podziału,

Y - zawartość składnika ekstrahowanego w ekstrakcie,

X - zawartość składnika w rafinacie.

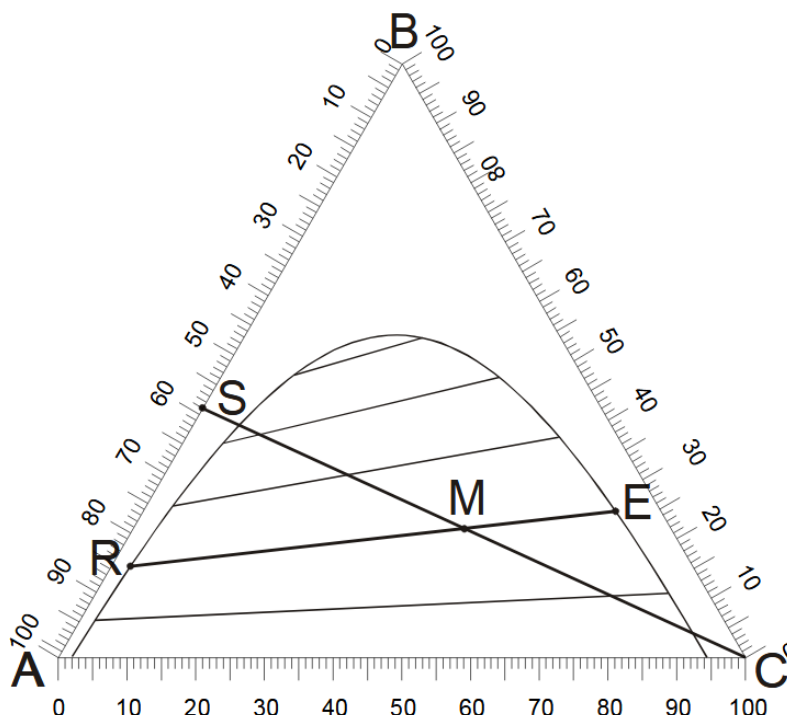
Prawo Nernsta jest przypadkiem granicznym, gdyż zwykle zachodzi asocjacja lub dysocjacja i zależność $Y=f(X)$ nie ma charakteru liniowego. Przy założeniu całkowitej niemieszalności rozpuszczalników: pierwotnego (A) i wtórnego (C), równowaga ekstrakcyjna w warunkach izotermicznych może być rozpatrywana w układzie współrzędnych prostokątnych. Jeżeli natomiast rozpuszczalnik pierwotny (A) i rozpuszczalnik wtórny (C) rozpuszczają się częściowo w sobie, zachodzi konieczność stosowania trójkąta Gibbsa do przedstawiania równowagi ekstrakcyjnej.

Prowadzenie procesu ekstrakcji określa pewne wymagania stawiane dobremu ekstrahentowi. Powinien on:

- mieć ograniczoną mieszalnością z rozpuszczalnikiem pierwotnym,
- ekstrahować głównie pożądany składnik (selektywność),
- współczynnik podziału w danym układzie powinien mieć jak największą wartość,
- różnić się gęstością od rozpuszczalnika pierwotnego,
- być łatwo regenerowany,

- między ekstrahentem a rozpuszczalnikiem pierwotnym powinno być optymalne napięcie międzyfazowe tak, aby cieczy nie emulgowały zbyt łatwo i aby nie zachodziła koalescencja (dłuższy czas kontaktu międzyfazowego ułatwia dyfuzję),
- ekstrahent nie powinien działać niszcząco na aparaturę, ani reagować ze składnikami surówki,
- być tani, nietoksyczny i ekologicznie bezpieczny.

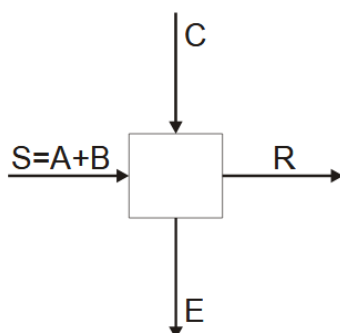
Trójkąt Gibbisa przedstawia się w następujący sposób.



Każdy wierzchołek trójkąta to czysta substancja A, B lub C. Każdy bok trójkąta to mieszanina dwuskładnikowa, np. na boku AB znajdują się mieszaniny składników A i B o różnych zawartościach obu tych substancji. Naprzeciw boku AB leży wierzchołek C, w którym stężenie substancji A i B wynosi zero. Natomiast na boku AC stężenie substancji B wynosi zero. Zatem można wywnioskować, że na każdym odcinku równoległym do boku AB położonym bliżej wierzchołka C będzie stała zawartość tego składnika, czyli współrzędne określające zawartość składnika C są równoległe do boku przeciwnego wierzchołkowi C. I analogicznie, współrzędne określające zawartość składnika B są równoległe do boku przeciwnego wierzchołkowi B oraz współrzędne określające zawartość składnika A są równoległe do boku przeciwnego wierzchołkowi A. Oznacza to, że wewnątrz trójkąta odpowiada mieszaninom trójskładnikowym. Wzajemną rozpuszczalność A i C przedstawia się za pomocą linii rozpuszczalności, która dzieli wewnątrz trójkąta na dwa obszary. Nad linią rozpuszczalności jest obszar jednofazowy, co oznacza, że każdy punkt zaznaczony w tym obszarze odpowiada roztworowi jednofazowemu. Pod linią rozpuszczalności znajduje się obszar dwufazowy, co oznacza, że każdy punkt umieszczony w tym obszarze odpowiada mieszaninie, która rozpada się na dwie oddzielne fazy. Rozdział mieszaniny dwufazowej odbywa się zgodnie z przebiegiem tak zwanych cięciw równowagowych lub inaczej konod. Jeśli na dowolnie wybranej konodzie zaznaczy się jakiś punkt przedstawiający mieszaninę

dwufazową M, to ta mieszanina rozdzieli się na dwa roztwory o składach pokazanych przez punkty końcowe konody R i E.

Najprostszy proces ekstrakcji można pokazać schematycznie za pomocą poniższej ilustracji.



Urządzenie do ekstrakcji przedstawiono w postaci kwadratu, natomiast strumienie wpływające do niego i opuszczające zaznaczono strzałkami. Literą R oznaczono rafinat powstający z surowca S, a literą E – ekstrakt powstający z ekstrahenta C.

Ekstrakcja może być prowadzona w sposób okresowy lub ciągły. W metodzie ciągłej stosuje się zasadę przeciwprądu strumieni surowca i ekstrahenta. Aparaty do ekstrakcji nazywamy ekstraktorami. Składają się one z mieszalników, w których zachodzi mieszanie surowca z ekstrahentem oraz rozdzielaczy (odstojników), w których następuje rozwarstwienie. W ekstrakcji wielostopniowej mieszalniki i odstojniki są ustawione na przemian, szeregowo. W ekstrakcji ciągłej wykorzystujemy jedno urządzenie – kolumnę ekstrakcyjną.

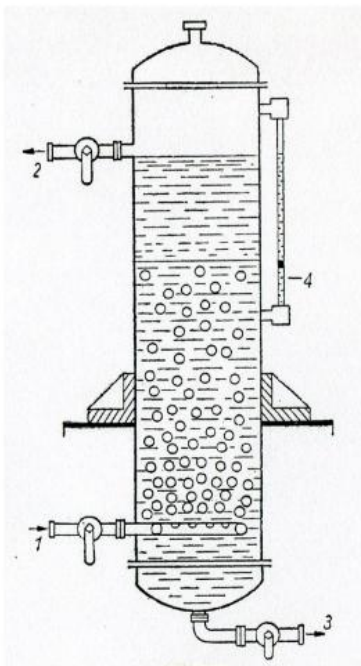
Pod względem konstrukcyjnym aparaty do ekstrakcji można podzielić na dwa zasadnicze rodzaje:

- I. ekstraktory mieszalnikowo-odstojnikowe,
- II. ekstraktory kolumnowe.

Pierwszy typ nadaje się do prowadzenia ekstrakcji w sposób okresowy i ciągły. Szybkości przepływu i intensywności wymieszania mogą w nich być większe niż w kolumnowych, ale konieczność instalowania w każdym stopniu oddzielnego mieszadła zwiększa koszt budowy i eksploatacji urządzenia. W aparatach kolumnowych dwie ciecze poruszają się względem siebie w przeciwprądzie, koalescencja obu faz następuje w takim urządzeniu tylko raz. W celu osiągnięcia w związku z tym jak największej powierzchni kontaktu między fazami, rozwija się ją przez:

- a) wypełnianie kolumn kształtkami (np. pierścieniami Raschiga) lub umieszczenie w nich pólek sitowych,
- b) dodatkowe wspomaganie mechaniczne wywołujące pulsacje słupa cieczy w kolumnie (ekstraktory pulsacyjne),
- c) użycie mechanicznie napędzanych mieszadeł tarczowych lub łopatkowych.

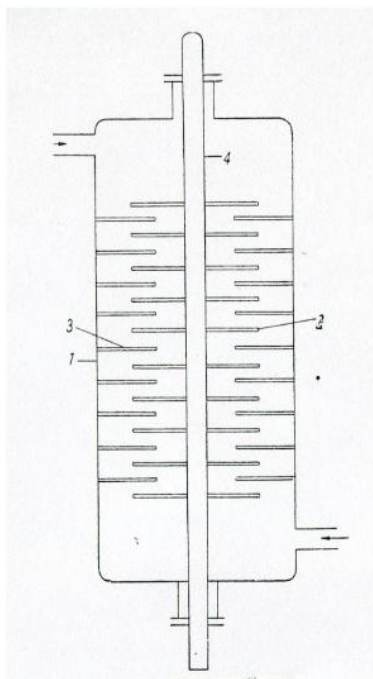
Ekstraktor kolumnowy



Ekstrakcja w tym ekstraktorze prowadzona jest w przeciwnym kierunku. Ciecz cięższa płynie z góry na dół, a lżejsza odwrotnie. W wyniku przenikania cieczy zachodzi ekstrakcja. Ciecz przepuszcza się przez bełkotki lub sita dla zwiększenia powierzchni zetknięcia.

- 1 – doprowadzenie cieczy lżejszej
- 2 – odprowadzenie wyciągu
- 3 – odprowadzenie cieczy cięższej
- 4 - rotametr

Ekstraktor z mieszadłem



Ekstraktor to zbiornik kształtu kadzi lub cylindra, zaopatrzone jest w mieszadło osadzone na wale, a w ścianach zamontowane są łamacze. Wprowadzenie cieczy odbywa się, jak w ekstraktorze kolumnowym.

- 1 – płaszcz ekstraktora
- 2 – mieszadło ruchome
- 3 – pręty (łamacze)
- 4 – wał obrotowy

2. Cel ćwiczenia

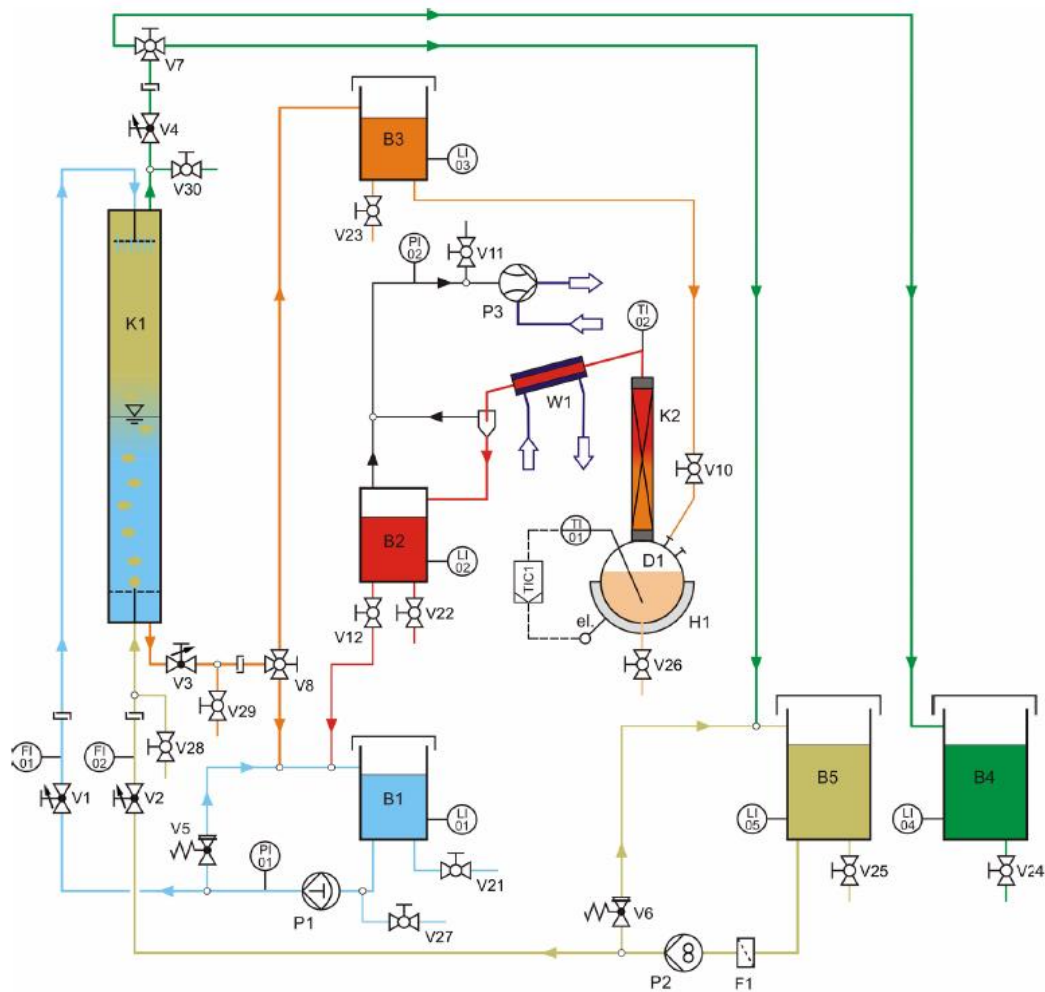
Celem ćwiczenia jest zapoznanie z prowadzeniem ekstrakcji w układzie ciecz-ciecz w kolumnie.

3. Metodyka pomiarów

- I. Przygotować roztwór surowca.
- II. Pobrać próbkę surowca i ustalić stężenie substancji ekstrahowanej w surowcu przez pomiar gęstości cieczy.

- III. Napełnić zbiornik surowca ustaloną ilością cieczy.
- IV. Napełnić wodą zbiornik rozpuszczalnika – ekstrahenta.
- V. Wypełnić kolumnę ekstrakcyjną fazą ciągłą.
- VI. Włączyć zasilanie elektryczne instalacji badawczej.
- VII. Ustawić zawory na wylocie z kolumny ekstrakcyjnej tak, aby odpowiednie ciecze kierowane były do odpowiedniego zbiornika: ekstrakt do zbiornika ekstraktu, rafinat do zbiornika rafinatu.
- VIII. Włączyć pompkę dozującą surowiec do kolumny ekstrakcyjnej i ustawić odpowiednie natężenie przepływu surowca przy użyciu rotametru.
- IX. Włączyć pompkę dozującą wodę do kolumny ekstrakcyjnej i ustalić określoną wartość natężenia przepływu wody przy użyciu rotametru.
- X. W określonych odstępach czasu pobierać próbki ekstraktu na wylocie z kolumny ekstrakcyjnej.
- XI. Przez pomiar gęstości ekstraktu ustalać stężenie substancji ekstrahowanej.
- XII. Po ustaleniu się warunków pracy kolumny pobrać próbkę rafinatu i zmierzyć jej gęstość celem ustalenia stężenia substancji ekstrahowanej w rafinacie.

4. Aparatura pomiarowa



Rysunek 1. Schemat procesu

Media

	surowiec
	rozpuszczalnik
	ekstrakt
	rafinat
	pozostałość
	destylat
	zimna woda

Główne składniki

B1	zbiornik rozpuszczalnika
B2	zbiornik destylatu
B3	zbiornik ekstraktu
B4	zbiornik rafinatu
B5	zbiornik surowca
D1	kolba okrągłodenna
H1	płatcz grzejny
K1	kolumna ekstrakcyjna
K2	kolumna destylacyjna
P1	pompa rozpuszczalnika
P2	pompa surowca
P3	pompa próżniowa
W1	most destylacyjny
F1	filtr
V1-V4	zawory kontrolne
V5, V6	zawory bezpieczeństwa
V7, V8	3-drożne zawory kulowe
V10-V30	zawory

Pomiar i kontrola

FI01	natężenie rozpuszczalnika
FI02	natężenie surowca
LI01-LI05	poziom napełnienia
PI01, PI02	ciśnienie
TI01	temperatura pozostałości
TI02	temperatura par
TIC1	sterownik temperatury