

LAPPEENRANNAN TEKNILLINEN YLIOPISTO

Teknillinen tiedekunta

Kemiantekniikan koulutusohjelma

Tuote- ja prosessikehityksen laboratorio

Kandidaatintyö

Neste-nesteuuttolaitteen valinta

Tatu Kumpulainen

Sisällysluettelo:

1. Johdanto	2
KIRJALLISUUSOSA.....	3
2. Neste-nesteuutto.....	3
3. Käytetyt laitteistot.....	4
3.1 Sekoitin- selkeytinlaitteet.....	6
3.1.1 Yksinkertaiset sekoitin- selkeytin säiliöt	7
3.1.2 IMI laitteistot	8
3.1.3 LURGI laitteistot	8
3.2 Kolonnit	10
3.2.1 Märkäseinä- ja pisarakolonnit.....	11
3.2.2 Täytekappalekolonnit.....	11
3.2.3 Seulapohjakolonnit	12
3.3 Keskipakovoimaiset uuttolaitteet.....	14
4. Materiaalivalinta	15
5. Liuottimen valinta.....	15
6. Laitteiston valintakriteerit ja valinnassa tarvittavat kokeet	16
KOKEELLINEN OSA.....	19
7. Työn tarkoitus	19
8. Koelaitteisto ja mittausten suoritus.....	19
9. Mittaustulokset.....	20
10. Laitevalinta	23
11. Yhteenveto ja johtopäätökset.....	25
LÄHDELUETTELO.....	27

1. Johdanto

Uuttaminen on erittäin vanha prosessi. Jo muinaiset roomalaiset erottivat kultaa ja hopeaa kuparista uuttamalla. Kuitenkin uuttaminen on suhteellisen uusi yksikköoperaatio sen perinteistä huolimatta. Neste-nesteuutto on saamassa kokoajan lisää jalansijaa teollisuudessa lisääntyvän tietämyksen myötä.

Neste-nesteuutto on prosessi, jossa erotetaan yksi tai useampi komponentti nesteseoksesta käyttämällä väliaineena liuotinta. Neste-nesteuuttoa käytetään yleensä silloin, kun halutun komponentin erottaminen tislamalla on tehotonta tai ei onnistu. Tällaisia tapauksia ovat esimerkiksi lähellä toisiaan kiehuvat seoskomponentit sekä lämpöherkät aineet. Uutossa hyödynnetään aineiden liukoisuuseroja, kun sen sijaan tislauksen käyttäminen perustuu höyrynpaine-eroihin.

Jotta neste-nesteuutto onnistuu, täytyy kaksi nestefaasia saada kontaktiin toistensa kanssa siten, että aineiden välinen kontaktipinta-ala on mahdollisimman suuri. Suuri kontaktipinta edesauttaa aineen siirtymistä faasista toiseen. Koska kahden nestefaasin välinen aineensiirto on huomattavasti hitaampaa kuin esimerkiksi neste- ja kaasufaasin välinen aineensiirto, on oikealla laitevalinnalla suuri merkitys uuttoprosessia suunniteltaessa. Yleisesti käytettyjä laitteita ovat seulapohja, pisara- ja täytekappalekolonnit. Sekoitin- selkeytinlaitteet ovat myös yleisesti käytettyjä. Niissä nestefaasit saatetaan kontaktiin voimakkaan sekoittamisen avulla. Myös liuottimen valintaan tulee kiinnittää huomiota, sillä se on erittäin tärkeä osa uuttoprosessia. Liuottimella tulee mm. olla hyvä kyky liuottaa uutettavaa ainetta, eikä se saa olla liukoinen raffinaattifaasiin.

Uuttoprosessia suunniteltaessa on siis tehtävä useita valintoja. Oikean uuttolaitteen valinnalla on suuri merkitys lopputuloksen kannalta. Mikäli kyseisestä neste-neste- uutosta ei ole aikaisempaa kokemusta, täytyy laitevalinnan tueksi tehdä laboratoriokokeita, joilla selviää kyseiseen tapaukseen parhaiten soveltuva vaihtoehto. Kokeellisessa osassa on tutkittu muurahaishapon uuttamista trioktyylifosfaattiin vesiliuoksesta, sekä ehdotettu kyseiseen tapaukseen soveltuvaa laitteistoa.

KIRJALLISUUSOSA

2. Neste-nesteuutto

Neste-nesteuutto on hyvin samankaltainen prosessi verrattuna kaasu-neste faasien välisiin kontakteihin perustuviin prosesseihin, kuten tislaukset ja absorptio. Monet vastavirtatoimisen absorptio- ja jatkuvatoimisen tislauksen periaatteet soveltuvat hyvin myös uutteen tarkastelemiseen matemaattisella tasolla. Neste-nesteuutossa haluttu nesteseoksen komponentti uutetaan liuottimeen. Seosta, josta haluttu komponentti on poistettu, kutsutaan raffinaatiksi. Seosta, jossa on liuotin ja siihen uutettu komponentti, kutsutaan ekstraktiksi. Neste-neste uutteen käyttäminen on hyvin perusteltua silloin, kun erottaminen tislamalla ei onnistu, esimerkiksi aineiden lämpöherkkyyden tai aineiden samansuuruisen kiehumispisteiden vuoksi. Neste-nesteuutteen ongelmana onkin se, että käytetty liuotin joudutaan yleensä erottamaan tuotteesta tislamalla. Tällöin alkuperäisen seoksen tislaminen on usein tehokkain vaihtoehto. Toinen ongelma neste-nesteuutossa on se, että nestefaasien välinen aineensiirto on hidasta. Monesti joudutaan käyttämään usean uuttolaitteen sarjankytöntä, jotta erotustehokkuus saadaan riittäväksi. Tämä lisää laitekustannuksia. Joissakin tapauksissa raffinaatti ja ekstraktifaasit selkeytyvät niin hitaasti, ettei sekoitin-selkeytinlaitteita voida käyttää. Myös seulapohjakolonin tehokkuus heikkenee, mikäli selkeytyminen on hidasta, koska siinä pisarafaasi selkeytyy uudelleen jokaisella seulapohjalla.

Uutolla on myös useita etuja verrattuna tislaukseen. Uuttamisen etuna on sen joustavuus verrattuna tislamiseen, sillä liuotinvalinnalla voidaan vaikuttaa merkittävästi prosessiin. Myös liuotineseosten käyttö ja useamman komponentin yhtäaikaista erottaminen ovat mahdollisia uuttoprosesseissa. Eräs neste-nesteuutteen sovellus ovat uutot, joissa tapahtuu uutteen aikana kemiallinen reaktio. Tällaisilla uuttoilla saatetaan saavuttaa huomattavia etuja verrattuna tislaukseen. Joskus myös uutosta saatava ekstrakti voi olla lopputuote sellaisenaan, eikä erotusvaihetta enää tarvita. Tällöin neste-nesteuutto on turvallinen ja energiatehokas ratkaisu. [1]

Kiinnostus neste-nesteuuttoa kohtaan on noussut jatkuvasti. Erityisesti kasvavan energian hinnan myötä ollaan kiinnostuneita energiatehokkaammista erotusmenetelmistä. Neste-nesteuutolla voidaankin joissakin tapauksissa saavuttaa huomattavia etuja tislaukseen verrattuna. Tällainen tilanne voisi olla esimerkiksi sellainen, kun talteen otettavaa ainetta on nesteseoksessa vähän ja se on raskasta. Uuttamalla vältetään myös lämmön aiheuttamilta vaurioilta, joita saattaa tulla käytettäessä kuumennusta vaativaa prosessia, kuten tislausta. Neste-nesteuutto on myös turvallinen vaihtoehto verrattuna tislaukseen, varsinkin herkästi syttyvillä aineilla, jolloin tulipalo ja räjähdysvaara ovat olemassa. Muita syitä kasvavaan kiinnostukseen ovat olleet neste-neste uutossa käytettävien laitteiden kehitys, joka mahdollistaa tehokkaan kontaktin neste-faasien välillä, sekä lisääntynyt tietämys uuttoprosesseista ja niiden suunnittelusta. [2]

3. Käytetyt laitteistot

Neste-nesteuutossa nestefaasit on saatettava tehokkaaseen kontaktiin toistensa kanssa, jolloin prosessi etenee kohti tiettyä tasapainotilaa. Tällainen kontakti saadaan aikaan dispergoimalla toinen faasi toisen faasin ollessa jatkuvana faasina. Pisarakoko on yksi tärkeä tekijä uutossa, joka vaikuttaa lopputulokseen, koska faasien välinen kontaktipinta-ala riippuu juuri pisarakoosta. Kontaktin aikaansaamiseksi käytetään yleensä joko kolonneita, Sekoittimia tai keskipakovoimaisia uuttolaitteita. Käytettäessä sekoittimia, tarvitaan selkeytysvaihe, jotta faasit saadaan erilleen toisistaan. Taulukossa I on esitetty tärkeimmät teolliset uuttolaitteet. [2]

Taulukko I Tärkeimmät teolliset neste-nesteuuttolaitteet luokiteltuna eri ryhmiin toimintatavan perusteella [2]

Gravity separated extractors	A1 Spray column	Nonmechanical	Continuous contact	
	A2 Baffle plate column			
	A3 Packed column			
	B1 Pulsed packed column	Mechanical	Discontinuous contact	
	B2 Raining bucket contactor			
	C1 Rotary agitated columns	Mechanical	Discontinuous contact	
	C2 Reciprocating plate column			
	C3 Pulsed plate column			
	D1 Perforated plate column	Nonmechanical	Discontinuous contact	
	E1 Scheibel columns			
	E2 ARDC column			
	E3 Rotary film contactor	Mechanical	Discontinuous contact	
	Mixer settlers			F1 Pump settler
F2 Agitated mixer settlers				
G1 Pump settler				Vertical
G2 Agitated mixer settler				
Centrifugally separated ext.	H1 Perforated plate	Continuous contact		
	H2 Film flow type(de Laval)			
	J1 LUWESTA	Mixer settler		
	J2 ROBATEL			

Neste-nesteuuttoa on tehty tehdasmittakaavassa noin 100- vuotta. Laboratoriomittakaavassa kokeita on tehty paljon pidempään. Eräänä syynä uuton hitaaseen yleistymiseen teollisuudessa on ollut se, että oikeanlaista liuotinta ei ole ollut saatavana, eikä uuttolaitteistoja ole saatu mistään valmiina. Usein prosessisuunnittelijoiden oli suunniteltava ja rakennettava heidän omat uuttolaitteensa. Monesti ratkaisuna oli yksinkertaisesti korkea säiliö täynnä liuotinta, jonka läpi uutettavaa nestettä syötettiin pisaroina. Nykyisin kehityksen

ja tiedon lisääntymisen ansiosta saatavana on monenlaisia laitteita ja laiteratkaisuita erilaisiin uuttotarpeisiin. [3]

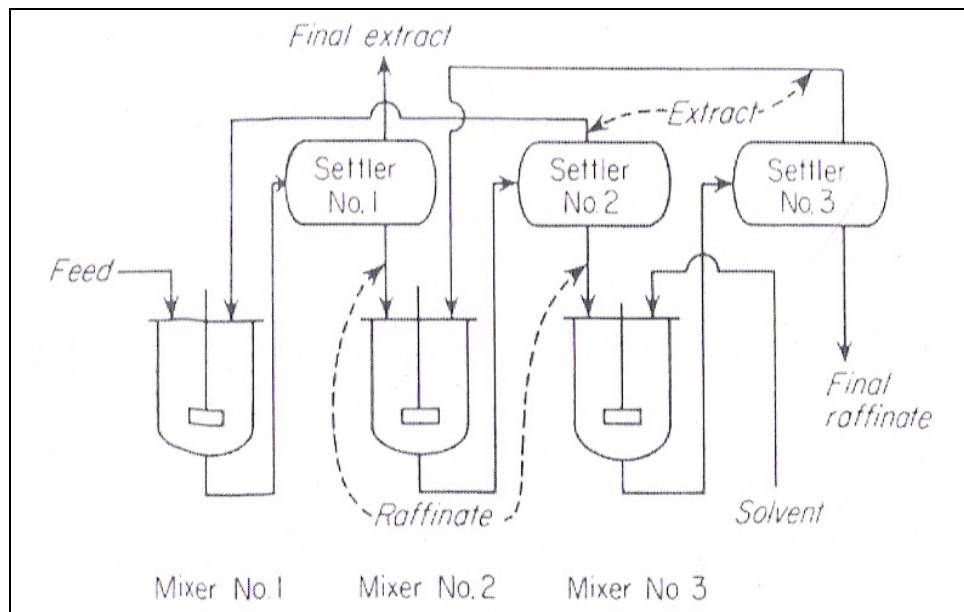
3.1 Sekoitin- selkeytinlaitteet

Sekoitin- selkeytinlaitteista löytyy monenkokoista, ja muotoista laiteratkaisua. Laboratoriomittakaavassa voidaan käyttää pieniä astioita, joissa sekoittaminen ja selkeyttäminen tapahtuvat. Sen sijaan taas teollisuudessa on käytössä valtavia betonirakennelmia, joissa käsitellään satoja kuutiometrejä ainetta tunnissa. Sekoitin- selkeytinlaitteiden etu onkin siinä, että niillä pystytään käsittelemään paljon suurempia virtaamia kuin kolonneilla. Sekoitin-selkeytinlaitteiden huonoja puolia ovat ne, että mekaaninen sekoittaminen kuluttaa huomattavasti energiaa, sekä se, että hitaasti selkeytyvien aineiden käsittely ei ole aina mahdollista. [3]

Sekoittimessa toinen faaseista on pisaroina ja toinen jatkuvana faasina. Pisan halkaisijan tulisi yleensä olla 0,1-1mm. Mikäli pisarafaasin pisarakoko menee liian pieneksi, selkeytysvaihe vaikeutuu. Yleensä neste, jota on vähemmän, pisaroituu ja sekoittuu toiseen nesteeseen, joka on jatkuvana faasina. Myös neste, jota on enemmän voi pisaroitua, tai se voidaan saattaa pisaroiksi sekoituksessa, mutta se on monesti hankalaa. Jatkuvatoimisissa sekoittimissa säiliö tulisi täyttää ensin nesteellä, joka halutaan jatkuvaksi faasiksi, ja sekoituksen aikana pisaroituvaa nestettä syötetään tarvittavalla nopeudella. [1]

Panostoimisessa prosessissa sekoitin ja selkeytin voivat olla sama yksikkö. Jatkuvatoimisissa prosesseissa sekoittimet ja selkeyttimet ovat erotettu omiksi yksiköikseen. Sekoitinyksikkö on yleensä säiliö, jossa on potkuri- tai turbiinisekoitin. Sekoituksen jälkeen nesteiden annetaan selkeytyä kahdeksi eri faasiksi. Selkeytin on yleensä yksinkertainen allas, jossa painovoima hoitaa selkeyttämisen. Jos selkeytyminen on hidasta, voidaan käyttää myös linkoja tai erilaisia selkeytymistä nopeuttavia laiteratkaisuita, kuten täytekappaleilla varustettuja säiliöitä selkeytyksen apuna. Mikäli joudutaan käsittelemään helposti emulgoituvia tai lähes saman tiheyden omaavia nesteitä, on yleensä hyödyllistä johtaa nesteet suodinkankaan tai lasikuitukerroksen läpi ennen selkeytystä. Riittävän erotustehokkuuden saavuttamiseksi tarvitaan useita yksiköitä, jotka

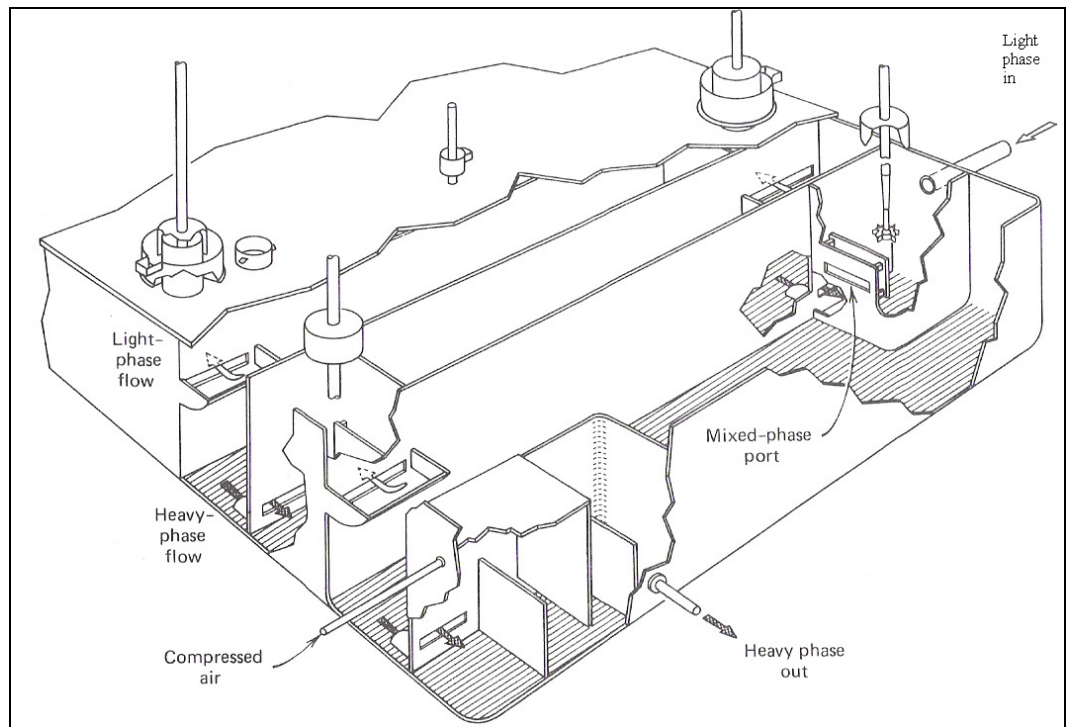
toimivat usein vastavirtatyypisesti. Kuvassa 1 on esitetty jatkuvatoimisen sekoitin- selkeytinlaitteiston periaatekuva. [1]



Kuva 1 Jatkuvatomisen, vastavirtatyypisen sekoitin-selkeytinlaitteiston virtauskaavio [4]

3.1.1 Yksinkertaiset sekoitin- selkeytin säiliöt

Yksinkertaisissa sekoitin - selkeytinlaitteissa on yleensä sekoitin ja selkeytynyksiköitä kaskadikytettyinä toisiinsa. Kuvassa 2 on esitetty tyypillinen sekoitin - selkeytinlaitteisto. Laite on jaettu poikittaissuunnassa lohkoihin, joiden päädyissä on sekoitinyksiköt ja selkeytysallas on poikittaissuuntaisesti laitteeseen nähden. Väliseinissä on virtausaukkoja, joista raskaampi ja kevyempi faasi pääsevät virtaamaan kohti seuraavaa yksikköä. Kyseinen laite kehitettiin alun perin Britanniassa erottamaan ydinpolttoaineesta uraani, plutonium ja fissiotuotteet erilleen. [3]



Kuva 2 Tyypillinen sekoitin-selkeytinlaitteisto [3]

3.1.2 IMI laitteistot

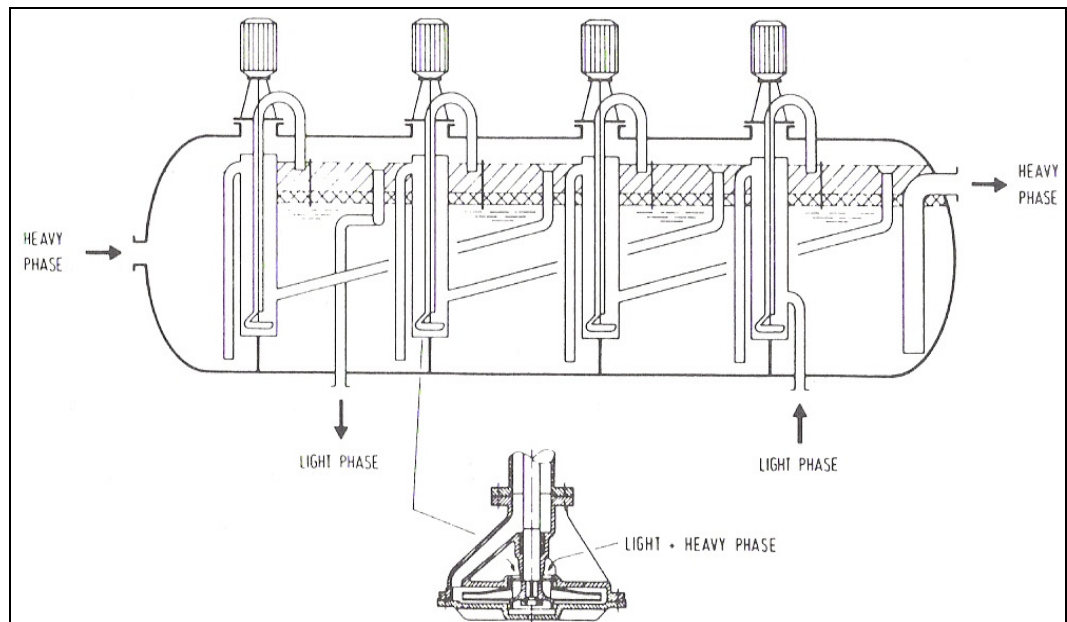
IMI laitteistoa pidetään eräänlaisena edelläkävijänä teollisuuden epäorgaanisissa neste- nesteuutoissa. Erityisesti IMI on osoittautunut hyödylliseksi raskaassa epäorgaanisessa teollisuudessa. IMI sekoitinlaitteista on kehitetty kaksi versiota: Aksiaalinen pumppu- sekoitinyksikkö ja turbiini pumppu-sekoitinyksikkö. Aksiaalisessa versiossa sama akseli pyörittää erillistä sekoitinta ja pumppuyksikköä, joilla sekoittaminen suoritetaan. Aksiaalisen version hyviä puolia ovat sen yksinkertaisuus, hinta sekä tehokkuus. Turbiiniversio on kehitetty sellaisiin tilanteisiin, joissa aksiaalisekoitinta ei voida käyttää tai se on tehoton. Turbiini on suunniteltu hoitamaan pumppaus ja sekoitus samalla kertaa. Turbiinin etuna on sen hyvä aineensiirtotehokkuus. Turbiinin pyörimisnopeus on kuitenkin saatava pysymään suhteellisen hiljaisena, jotta pisarakoko saadaan pysymään riittävän pienenä sekoituksen aikana, jolloin kontakti- pinta säilyy suurena. [3]

3.1.3 LURGI laitteistot

Lurgi sekoitin-selkeyttimiä käytetään yleensä silloin, kun halutaan erityisen hyvää uuttotulos. Lurgi laitteistoilla saavutetaankin jopa yli 99,9 % saanto. Lurgi laitteet

voidaan jakaa kahteen ryhmään: Vaakatasossa olevat sekoitin-selkeytin laitteistot ja uuttotornit. Vaakatasossa toimivissa laitteissa faasit syötetään säiliön eri päistä laitteeseen, eli uutto tapahtuu vastavirtaan. Uuttotorneissa jompaakumpaa faasia kierrätetään eri vaiheiden välillä, jolloin uuttotehokkuus paranee.

Vaakatasossa toimivista Lurgi- laitteista on kehitelty monta eri variaatiota eri tilanteisiin. Pääpiirteissään laitteissa käytetään pumppuja, jotka hoitavat sekoittamisen ja sekoitetun nesteen pumppaamisen. Tällöin saavutetaan hyvä kontakti lyhyessä ajassa nestefaasien välillä. Käytännössä tämäntyyppinen Lurgi-sekoitinlaite on yleensä vaakatasossa oleva säiliö, johon on asennettu useita sekoitinyksiköitä. Sekoitinyksiköiden välissä faasien annetaan selkeytyä, ja raskaampi faasi otetaan säiliön alaosasta ja kevyempi faasi säiliön yläosasta seuraavaan sekoitusyksikköön. Mikäli faasien välinen erottuminen on hidasta, tai virtaamat suuria, voidaan käyttää erityisiä Lurgi- selkeytinlaitteita, joissa faasien erottumista on parannettu mm. lisäämällä säiliöön täytekappaleita. Kuvassa 3 on esitetty vaakatasossa toimivan Lurgi- laitteen periaate. [3]



Kuva 3 LURGI uuttolaitteen periaate. Laitteessa on käytetty erityisesti Lurgi- uuttoa varten suunniteltuja pystysuuntaisia sekoituspumppuja [3]

Sekoittimissa faasi, jonka halutaan pisaroituvan, syötetään sekoittimeen sisäputkea pitkin. Pisaroituva faasi kohtaa jatkuvan faasin sekoitinyksikön

alaosassa, jossa sekoitus ja pumppaus tapahtuvat. Tämänkaltaisia uuttolaitteita on käytössä etenkin Euroopassa ja Afrikassa kohteissa, joissa käsitellään metalleita neste-nesteuutolla. [3]

Uuttotorneissa vastavirtakontakti saadaan aikaan oikeanlaisella kanavoinnilla. Lisäksi toista faasia kierrätetään vaiheiden välillä uuttotehokkuuden parantamiseksi. Uuttotorneissa samaan kolonniin pystytään sijoittamaan monta eri sekoitus ja selkeytysvaihetta. Niinpä uuttotornien etu vaakatasossa toimiviin Lurgi laitteisiin onkin sen tarvitsema huomattavasti pienempi lattiapinta- ala. Uuttotornien käyttö on kuitenkin rajoittunut ainakin toistaiseksi lähinnä aromaattisten yhdisteiden uuttamiseen. Uuttotorneissa käytetään yleensä kuutta pumppua, joilla sekoittaminen ja seoksen pumppaaminen tornin seuraavaan osaan hoidetaan. Yhdellä moottorilla pystytään hoitamaan kaikkien pumppujen pyörittäminen, jolloin laitekustannuksissa saavutetaan säästöjä. Uuttotornien käyttö tulevaisuudessa tulee varmasti lisääntymään sen monien mahdollisuuksien vuoksi. Pienen tilantarpeensa lisäksi uuttotornien mitoittaminen on osoittautunut luotettavaksi ja se on mahdollista paineistaa jopa yli 2 Bar paineeseen. Uuttotornien koko voi myös olla hyvin joustava. Suurimmat rakennetut uuttotornit ovat halkaisijaltaan 8m ja niillä pystytään käsittelemään 1000 tonnia seosta tunnissa. Sen sijaan pienimmät laitteet ovat halkaisijaltaan vain 40cm. [3]

3.2 Kolonnit

Kolonneissa faasien kontakti saadaan aikaiseksi ilman mekaanista sekoittamista. Poikkeuksena sekoituskolonnit, joihin on asennettu mekaanisia sekoittimia, jolloin samassa kolonnissa saadaan aikaiseksi useita sekoitus-selkeytysvaiheita. Tämänäyttöiset kolonnit ovat periaatteeltaan sekoitin- selkeytinlaitteiden kaltaisia ratkaisuita, eikä niitä ole otettu enää tässä kappaleessa tarkempaan käsittelyyn. Sekoittamattomien kolonnien etuna muihin laitteisiin verrattuna onkin, ettei niissä juurikaan ole liikkuvia osia. Kolonneissa pisaroiden muodostuminen ja kulkeutuminen perustuvat nesteiden tiheyseroihin ja faasien rajapintojen kosketuksiin. Kolonnien tehokkuutta voidaan lisätä pakkaamalla kolonnit täytekappaleilla, kuten esim. raschig- renkailla, intalox- satuloilla tai tekemällä kolonniin välipohjia. Sisäosien lisäämisellä saavutetaan monia etuja. Pisarafaasin

viipymäaika kolonnissa pitenee, jolloin myös aineensiirtotehokkuus paranee. Jatkuvan faasin pitkittäissuuntainen sekoittuminen vähenee ja pisaroiden yhdistyminen ja hajoaminen yhtenäiseksi faasiksi tehostuu kolonnin toisessa päässä. Kuitenkin täytyy muistaa, että sisäosien lisääminen pienentää kolonnin kapasiteettia. [3]

3.2.1 Märkäseinä- ja pisarakolonnit

Märkäseinäkolonni on käytännössä pystysuora putki, jonka keskellä toinen faasi virtaa. Toinen faasi virtaa putken seinämää pitkin vastavirtaan ohuena filminä. Märkäseinäkolonnin hyvänä puolena on se, että sillä on kohtalaisen yksinkertainen hydrodynamiikka sekä faasien välinen kontaktipinta-ala pystytään määrittämään kohtalaisella tarkkuudella. Märkäseinäkolonnien käyttö on rajoittunut lähinnä laboratoriokokeisiin sen pienen kontaktipinta-alan ja operointivaikeuksien vuoksi. [3]

Pisarakolonnit ovat rakenteeltaan märkäseinäkolonnin kaltaisia, mutta niissä toinen faasi syötetään pisaroina suuttimien läpi, jolloin tiheysero ajaa pisarat kolonnin toiseen päähän. Pisarakolonnien etuna on niiden yksinkertaisuus, mutta teollisessa mittakaavassa niitä on sovellettu vain muutamissa kohteissa. Pisarakolonnin käyttökin on siis lähinnä laboratoriomittakaavaista. Eräänä syynä on, että pisarakolonnissa jatkuva faasi pääsee vapaasti liikkumaan, jolloin tapahtuu jatkuvan faasin pitkittäissuuntaista sekoittumista. Tämän vuoksi pisarakolonnin uuttotulos on heikko, eikä niitä suositella käytettäväksi teollisissa neste-nesteuutoissa sellaisenaan.[1]

3.2.2 Täytekappalekolonnit

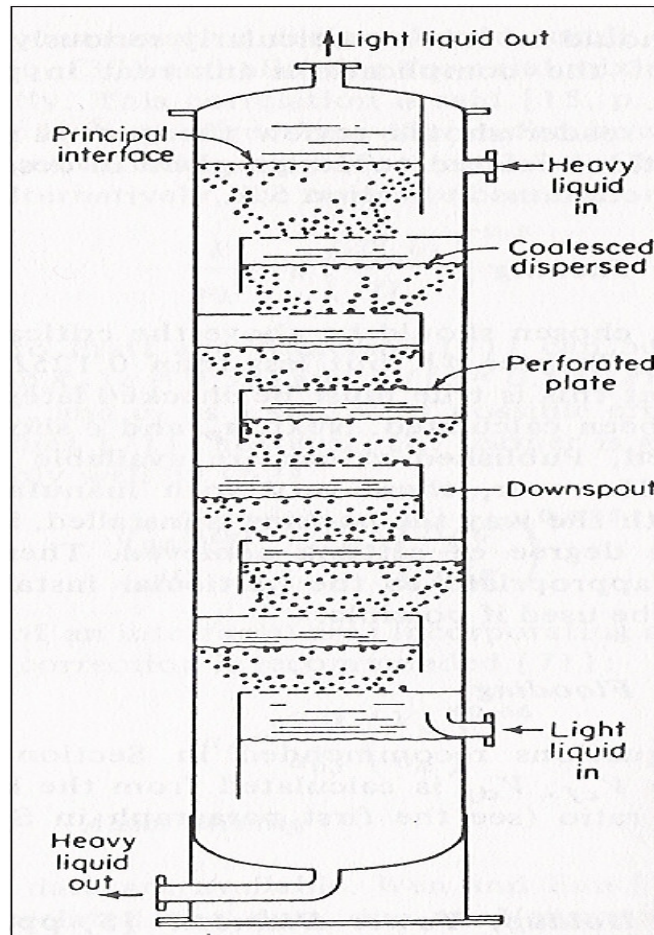
Täytekappalekolonnit ovat käytännössä rakenteeltaan hyvin paljon pisarakolonnin kaltaisia, mutta ne on pakattu täytekappalekerroksella. Täytekappaleet voivat olla esimerkiksi rashig- renkaita tai Intalox- satuloita tilanteesta riippuen. Täytekappalekerros estää jatkuvan faasin pitkittäissuuntaisen sekoittumisen, jolloin uuttotulos paranee. Täytekappaleiden tehtävän on myös häiritä pisaroiden kulkeutumista, jolloin pisarafaasin viipymäaika kolonnissa pitenee, ja systeemi

pääse lähemmäs tasapainotilaa. Täytekappalekolonnissa tulee pyrkiä tilanteeseen, jossa jatkuva faasi kastelee ja täytekappaleet ja täyttää suurimman osan kappaleiden välisestä tyhjästä tilasta. Tällöin pisarafaasi kulkeutuu pisaroina koko kolonnin läpi ja saavutetaan hyvä kontaktipinta faasien välille. Karkeasti voidaan sanoa, että mikäli vesipohjainen faasi halutaan jatkuvaksi faasiksi, silloin kannattaa käyttää keraamisia täytekappaleita. Sen sijaan orgaanisen aineet kastelevat helpommin muovi ja hiilipohjaisia materiaaleja. Näin ollen muovivia ja hiilipohjaisia materiaaleja kannattaa käyttää, mikäli orgaaninen liuos halutaan jatkuvaksi faasiksi. Täytekappalekolonneissa on kuitenkin vaarana kanavoituminen, jolloin pisarafaasi ei kulje pisaroina kolonnin läpi, vaan puroina, jolloin kontaktipinta-ala faasien välillä jää erittäin pieneksi. Kanavoitumista tapahtuu, jos pisarafaasi pääsee kastelemaan täytekappalekerrosta. Siksi on tärkeää, että jatkuvaksi valittu faasi kastelee koko täytekappalekerroksen. Kanavoitumista voidaan estää oikeanlaisilla täytekappalevalinnoilla sekä valitsemalla oikeanlainen syöttöväline pisarafaasille. Täytekappaleiden koon tulee myös olla suhteellisen pieni. Karkeana nyrkkisääntönä voidaan sanoa, että täytekappaleiden läpimitan tulee olla pienempi kuin yksi kahdeksasosa kolonnin halkaisijasta. Kuitenkin täytekappaleiden koko ja materiaali on mietittävä kunkin uuton kohdalla erikseen. Täytekappalekolonnit eivät sovellu kohteisiin, joissa nesteen seassa on kiintoainetta tai nesteillä on suuri pintajännitys. Lisäksi tulee muistaa, että täytekappalekerros pienentää virtaaman alaa, jolloin kolonnin kapasiteetti pienenee täytekappalekerroksen paksuuntuessa. Myös virtausnopeuksiin on kiinnitettävä tarkkaa huomiota tulvimisiriskin vuoksi. Kanavoitumista ja tulvimista voidaan ehkäistä pulssittamalla kolonni, jolloin kolonniin liitetään lisäosa, joka aiheuttaa lyhytamplitudista (5 – 25 mm) pulseerausta kolonniin. Samalla myös aineensiirtotehokkuus pienenee. Pulssittaminen pienentää siis täytekappalekolonnin kapasiteettia entisestään. [1,3]

3.2.3 Seulapohjakolonnit

Seulapohjakolonneissa kolonniin on asennettu rei'itettyjä pohjia. Väliseinäkolonnit ovat erittäin käyttökelpoisia kohteissa, joissa nesteillä on pieni pintajännitys ja sekoittamista ei tarvita hyvän dispersion aikaansaamiseksi.

Väliseinäkolonnit toimivat vastavirtaisesti. Jatkuva faasi täyttää väliseinien välisen tilan. Pisarafaasi kulkeutuu seulapohjalta toiselle, jossa se joka kerta yhdistyy yhdeksi faasiksi, ja pisaroituu uudelleen. Tällöin pisaran sisäinen konsentraatiogradientti tuhoutuu, ja systeemi pääsee lähemmäs tasapainotilaa pisaroiden kulkeutuessa kohti kolonnin loppupäätä. Koska jokaisella seulapohjalla tapahtuu faasin uudelleenselkeytyminen, on tärkeää, että faasit erottuvat myös toisistaan hyvin seulapohjakolonnia käytettäessä. Seulapohjakolonneissa saavutetaan hyvä aineensiirtotehokkuus, koska jatkuvan faasin pitkittäissuuntainen sekoittuminen rajoittuu väliseinien väliseen tilaan. Seulapohjakolonnilla saavutetaan myös hyvä kapasiteetti verrattuna täytekappalekolonneihin. Myös seulapohjakolonne pystytään pulssittamaan täytekappalekolonneiden tavoin. Pulssitettuja täytekappalekolonneja käytetään käsiteltäessä radioaktiivisia ja voimakasta korroosiota aiheuttavia aineita. Pulssittamattomat seulapohjakolonnit ovat vakiinnuttaneet paikkansa etenkin petrokemian teollisuudessa. Kuvassa 4 on esitetty seulapohjakolonne, jossa kevyt faasi dispergoituu. [1,3]



Kuva 4 Seulapohjakolonne, jossa kevyempi faasi on dispergoituva [1]

3.3 Keskipakovoimaiset uuttolaitteet

Keskipakovoimaisten uuttolaitteiden historia ja kehitys juontaa juurensa antibioottien uuttoprosessiin. Keskipakovoimaisia uuttolaitteita on olemassa erittäin monenlaisia eri käyttökohteisiin. Niiden etuna on tehokkuus ja pieni koko. Eräitä yleisimmin käytettyjä keskipakovoimaisia uuttolaitteita ovat mm. Podbielnak- laite, Robatel ja Westfalia. Vaikka uuttolaitteista onkin monia eri variaatioita eri käyttökohteisiin, peruseriaatteeltaan toiminta on kaikissa samankaltainen. Laitteissa, joissa pyritään jatkuvaan kontaktiin, kevyt faasi syötetään reunan lähelle, ja raskas faasi keskemälle lähelle akselia. Keskipakovoima aiheuttaa radiaalisen vastavirtauksen faasien välille. Raskas faasi kulkeutuu ulommalle kehälle ja kevyt faasi sisemmäs. Monivaiheisissa keskipakovoimaisissa uuttolaitteissa faasit syötetään seoksena sekoitusosioon, jonka jälkeen seos johdetaan selkeytysosaan, jossa keskipakovoima hoitaa faasien erottamisen tiheyserosta johtuen. Keskipakovoimaisia uuttolaitteita käytetään monissa eri teollisuuden haaroissa. Erityisesti lääketeollisuus käyttää

keskipakovoimaisia neste-nesteuuttolaitteita. Kyseisiä laitteita käytetään yleisesti myös hydrometallurgiassa ja öljynjalostusteollisuudessa. [3]

4. Materiaalivalinta

Materiaalivalinta on tärkeä osa uuttoprosessin suunnittelua. Oikeilla materiaalivalinnoilla pystytään takaamaan laitteen toimivuus ja turvallisuus. Käytettävät materiaalit tulee miettiä jokaisen uuttoprosessin kohdalla erikseen sen mukaan, mitä aineita uutossa esiintyy. Luonnollisesti materiaalivalinnassakin tulee pyrkiä halvimpaan mahdolliseen lopputulokseen, kuitenkin turvallisuuden ja käytettävyyden siitä kärsimättä. Esimerkiksi vetyperoksidin uuttoprosessissa tulee muistaa, että liukenevat metalliepäpuhtaudet kiihdyttävät vetyperoksidin hajoamisreaktiota vedeksi ja hapeksi. Kolonneissa materiaalivalinta on tärkeä myös aineiden kostutusominaisuuksien vuoksi. Esimerkiksi täytekappaleiden materiaalivalintaan vaikuttaa, kumpi faaseista halutaan jatkuvaksi faasiksi. Kuten aikaisemmin mainittiin, keraamiset materiaalit toimivat paremmin, mikäli vesipohjainen faasi halutaan jatkuvaksi. Orgaaniset aineet sen sijaan kastelevat helpommin muovi ja hiilipohjaisia materiaaleja. Mikäli käytettävät aineet sen vain sallivat, kannattaa laitteen runkomateriaalina käyttää hiiliterästä sen hyvien lujuusominaisuuksien ja halvan hinnan vuoksi. Seosmetalleiden käyttö on monissa tapauksissa välttämätöntä, kuten happamia tai emäksisiä aineita sisältävissä uutoissa. Seosmetalleiden käyttö yleensä moninkertaistaa laitteen materiaalikustannukset riippuen erityisesti nikkelin markkinahinnoista. [5]

5. Liuottimen valinta

Liuottimen valinta neste-nesteuuttoon on monesti vaikeaa, koska joudutaan tekemään kompromisseja eri ominaisuuksien välillä. Ideaalista liuotinta ei yleensä ole olemassa. John McKettan [4] mukaan liuotINVALINNASSA tulee kiinnittää huomiota erityisesti seuraaviin seikkoihin.

- Liuottimella tulee olla hyvä kyky liuottaa uutettavaa ainetta itseensä. Tämä on tärkeää, jotta liuotinmäärät, laitekoot ja liuottimen talteenottokustannukset pysyvät mahdollisimman pieninä. Tämä on

kaikista tärkein kriteeri liuotinta valittaessa. Yksinkertaisten kokeiden avulla pystytään piirtämään tasapainokäyrä liuottimen liuotuskyvystä, jonka perusteella pystytään tekemään päätelmiä, soveltuuko kyseinen aine liuottimeksi.

- Liuottimen tulee olla selektiivistä uutettavan aineen suhteen, jotta epäpuhtauksia ei siirtyisi ekstraktifaasiin.
- Liuottimen tulee olla mahdollisimman niukkaliukoista raffinaattifaasin suhteen. Mahdollisuutta kolmannen faasin syntymiseen ei saa esiintyä.
- Liuotin tulee olla talteenotettavissa kemiallisen tai fyysisen käsittelyn avulla. Usein käsittely joudutaan tekemään tislamalla, mutta myös kemiallinen käsittely on monissa tapauksissa mahdollista, mikäli tarvittavat reagenssit ovat edullisia käyttää.
- Käytettävää liuotinta tulee olla helposti saatavissa useammalta kuin yhdeltä toimittajalta.
- Liuottimen fysikaaliset ominaisuudet ovat tärkeitä. Esimerkiksi korkea pintajännitys helpottaa faasien erottumista. Toisaalta taas alhainen viskositeetti parantaa sekä aineensiirtotehokkuutta ja faasien erottumista. Samalla uutossa tarvittava energiamäärä pienenee.
- Liuottimen tulee olla turvallista käyttää. Myrkyllisyys ja tulenarkuus ovat erittäin tärkeitä parametreja liuotinta valittaessa.
- Liuottimen tulee olla halpaa ostaa ja käyttää.

Yleensä ei löydy liuotinta, joka täyttäisi parhaiten kaikki kriteerit. Niinpä liuottimen valinta onkin yleensä tasapainottelua eri ominaisuuksien suhteen. On tapauskohtaista, kuinka paljon kullekin ominaisuudelle annetaan painoarvoa, mutta liuotusominaisuudet ovat yleensä tärkein kriteeri. Kokeellisessa osassa ei ole kiinnitetty huomiota liuottimen valintaan, koska uutossa on haluttu käytettävän tiettyä liuotinta. [6]

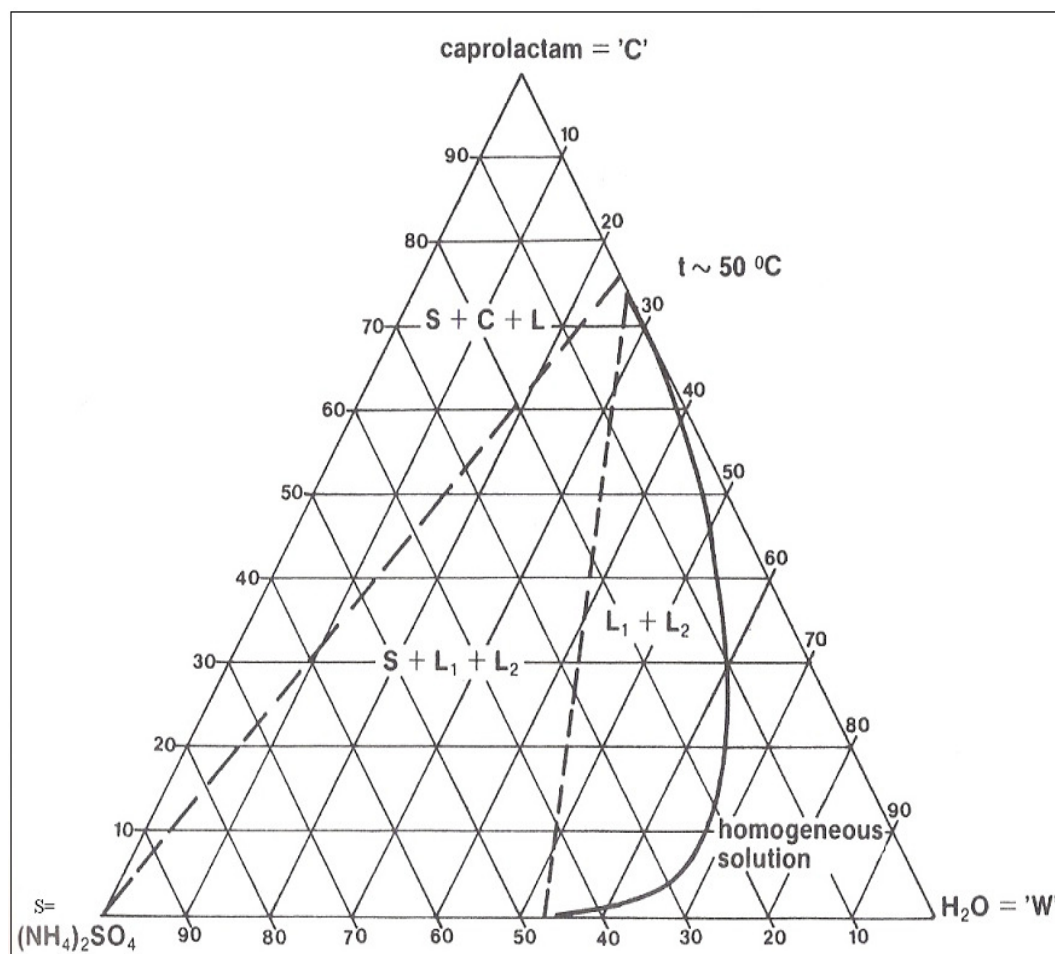
6. Laitteiston valintakriteerit ja valinnassa tarvittavat kokeet

Laitteistoja valittaessa halutaan, että laitekoot ja kustannukset pysyvät kohtuullisina. Siksi on tärkeää, että valitulla laitteella saadaan tarpeeksi hyvä uutotulos ilman, että uuttoyksiköitä joudutaan kytkemään useita sarjaan. Samalla

halutaan, että liuottimen määrä pysyy mahdollisimman pienenä liuotinkierrossa ja aineensiirto on tehokasta. Muita laitteiston valintaan vaikuttavia tekijöitä ovat yleensä pyrkimys saada hyvä uuttokapasiteetti mahdollisimman pienillä kustannuksilla. Myös liuotinvalintaa tulee kiinnittää huomiota, koska joissakin tapauksissa se saattaa rajoittaa joidenkin laitteiden käyttöä. Esimerkiksi jos liuotin ja uutettava aine muodostavat erittäin vaikeasti raffinaattifaasista selkeytyvän ekstraktifaasin, sekoitin- selkeytinlaitteiden käyttö tulee mahdottomaksi. Joskus myös tilantarve voi olla ratkaisevana tekijänä laitteistoa valittaessa. Tällöin keskipakovoimaisilla laitteilla on etulyöntiasema pienen tilantarpeensa vuoksi. Kolonniratkaisut ovat yleensä tisluslaitteiston kaltaisia kokonaisuuksia putkistoinen ja vievät ainakin yhtä paljon tilaa. Monesti uuttolonnin jälkeen onkin tisluskolonne, josta liuotin kierrätetään takaisin uuttolonniin. [3]

Mikäli käytettävä liuotin ei ole vielä tiedossa, kannattaa prosessin suunnittelu aloittaa tekemällä kokeita eri liuottimilla. Tasapainokäyrän piirtäminen antaa hyvän kuvan liuottimen käyttökelpoisuudesta. Aluksi tulee myös selvittää uutettavien aineiden sekä raffinaatin liukoisuus liuottimeen. Kun tiedetään, mitä liuottimia on mahdollista käyttää, tarvitaan tietoa, mihin tasapainoon systeemi asettuu. Tämä voidaan tehdä saattamalla faasit kontaktiin toistensa kanssa ja tutkimalla, miten tehokasta aineensiirto on. Neste-neste uuttojen tutkimiseen on kehitetty ns. AKUFVE- laite, jolla saadaan yhdellä kertaa paljon tietoa uuton tapahtumista. AKUFVE antaa tietoa prosessin tasapainotilasta, kinetiikasta ja termodynamiikasta. Mikäli mahdollista, AKUFVE kokeita kannattaa tehdä aina uuttoa suunniteltaessa, mikäli vain mahdollista, koska sillä saadaan paljon tietoa suhteellisen yksinkertaisilla ja edullisilla menetelmillä. Myös pelkän tasapainokäyrän avulla saadaan tärkeitä tietoja uuttotapahtumasta ja liuottimen ominaisuuksista.

Saaduista tuloksista muodostetaan yleensä kolmiodiagrammi, josta voidaan lukea kyseisen systeemin koostumus eri tiloissa. Kuvassa 5 on esitetty kolmiodiagrammi veden, kaprolaktaamin ja ammoniumsulfaatin muodostamasta systeemistä. [3]



Kuva 5 Kaprolaktaamin, ammoniumsulfaatin ja veden muodostaman seoksen tasapainokolmio [3]

Laitteiston valintaa mietittäessä kannattaa tehdä sekoitus- selkeytyskokeita. Näistä kokeista voidaan heti päätellä, tulevatko sekoitin- selkeytinlaitteet kyseisen uuton kohdalla kysymykseen. Tasapainotiloista ja selkeytyskokeista saatujen tietojen tueksi joudutaan tekemään laboratorioskokeita eri laitteilla, jotta voidaan varmistua laitteen soveltuvuudesta. Varsinkin, jos kyseisestä uutosta ei löydy aikaisempaa tietoa ja kokemusta. Sekoitus-selkeytyskokeilla saatavan tasapainokäyrän ja selkeytymisnopeuden perusteella pystytään jo tekemään päätelmiä käytettävissä olevista laitteistoista. Myös matemaattista mallinnusta voidaan käyttää apuna kokeiden lisäksi helpottamaan laitevalintaa.

KOKEELLINEN OSA

7. Työn tarkoitus

Työssä tutkittiin, mihin tasapainoon systeemi asettuu, kun muurahaishappoa sisältävä vesiliuos ja trioktyylifosfaatti (Tris(2-etyyliheksyyli)fosfaatti) saatetaan kontaktiin toistensa kanssa. Osa vesiliuoksen sisältämästä muurahaishaposta uutettiin siis trioktyylifosfaattifaasiin neste-nesteuutolla siten, että tasapainotila saavutettiin. Näin saatujen tietojen avulla piirrettiin tasapainokäyrä kyseiselle uutolle. Työssä tutkittiin myös sitä, kuinka nopeasti faasien välinen selkeytyminen tapahtuu sekoituksen jälkeen. Työn lopullinen tarkoitus on tehdä laitevalinta kyseiselle uutolle mittaustulosten, sekä kirjallisuusosuudessa hankittujen tietojen perusteella.

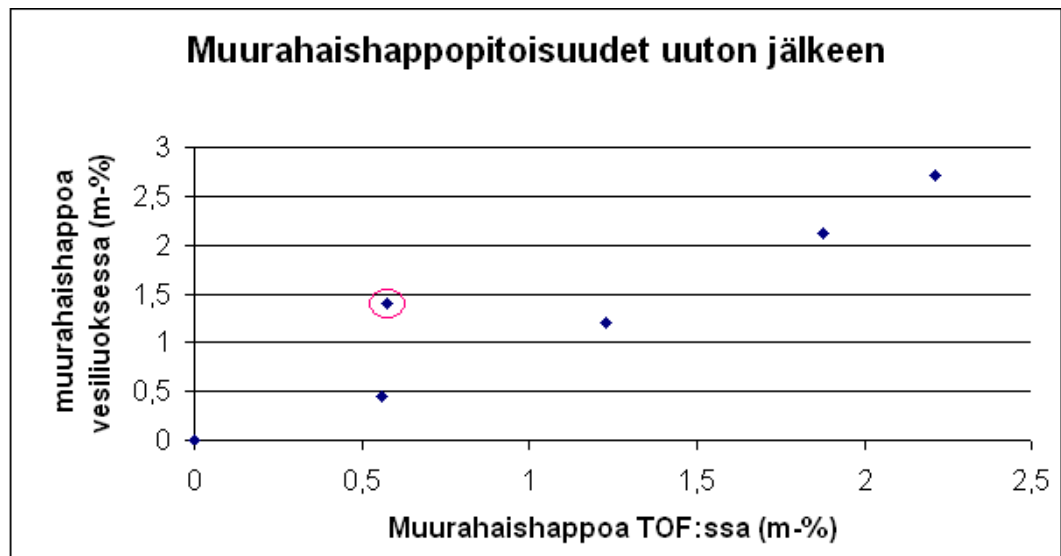
8. Koelaitteisto ja mittausten suoritus

Kokeet suoritettiin yksinkertaisilla laboratoriovälineillä. Uutot tehtiin lasikupissa, johon oli sijoitettu magneettisekoitin. Sekoitusaika oli 15 minuuttia, jonka aikana systeemin voitiin olettaa ehtivän asettua tasapainotilaan. Jokaisessa uutossa käytettiin noin 41g vesiliuosta, jossa muurahaishapon osuus vaihteli 1-5 m- %:n välillä. Trioktyylifosfaatin määrä (45 ml = 41,4 g) pidettiin vakiona jokaisessa uutossa. Näin ollen uutossa trioktyylifosfaatin ja vesiliuoksen massaosuudet olivat lähtötilanteessa miltei tasan. Uuton jälkeen seos siirrettiin erotussuppiloon, jossa pystyttiin määrittämään selkeytymiseen kuluva aika, sekä erottamaan vesifaasi titrausta varten. Uuton jälkeen trioktyylifosfaattiin siirtynyt muurahaishapon määrä määritettiin titraamalla vesifaasi 0,5033 mol/l natriumhydroksidiliuoksella. Titrauksen loppupisteen havaitsemiseen käytettiin pH- mittaria, jonka avulla titraukseen käytetty natriumhydroksidin määrä saatiin tarkasti selville. Titraukseen kuluneesta natriumhydroksidimäärästä voitiin laskea vesifaasissa jäljellä oleva muurahaishappopitoisuus, ja sitä kautta laskea trioktyylifosfaattifaasiin siirtynyt muurahaishappomäärä.

9. Mittaustulokset

Tässä työssä tehtiin tasapainokokeita muurahaishapon neste-nesteuuttamiselle trioktyylifosfaattiin vesiliuoksesta. Kokeita tehtiin yhteensä viisi kappaletta, muurahaishapon lähtöpitoisuuksien ollessa 1, 2, 2,5, 4 ja 5 m- % vesiliuoksessa. Kuitenkin pitoisuudella 2m- % tehdyn kokeen tulokset poikkesivat muista niin huomattavasti, että voidaan olettaa tapahtuneen virheen mittauksia suoritettaessa. Näin ollen varsinaisista tuloksista ja tasapainokäyrästä kyseinen mittaustulos on jätetty pois. Syynä virheelliseen tulokseen voi olla esimerkiksi se, ettei systeemi ole ehtinyt saavuttaa tasapainotilaa poikkeuksellisen heikon sekoituksen vuoksi.

Kuvassa 6 on esitetty tasapainopisteet uuton jälkeen. Tässä kuvassa kaikki tulokset on otettu huomioon. Kuvassa käytetty lyhenne TOF tarkoittaa Trioktyylifosfaattia.



Kuva 6 Tasapainopisteet, johon systeemi asettui kunkin uuton jälkeen. Kuvassa on otettu huomioon kaikki mittaustulokset.

Kuvasta nähdään, että yksi mittaustulos poikkeaa huomattavasti yleisestä trendistä. Näin ollen kyseinen mittaustulos, joka saatiin uuttamalla 2 m- % vesiliuosta, jätetään pois tulosten tarkastelusta.

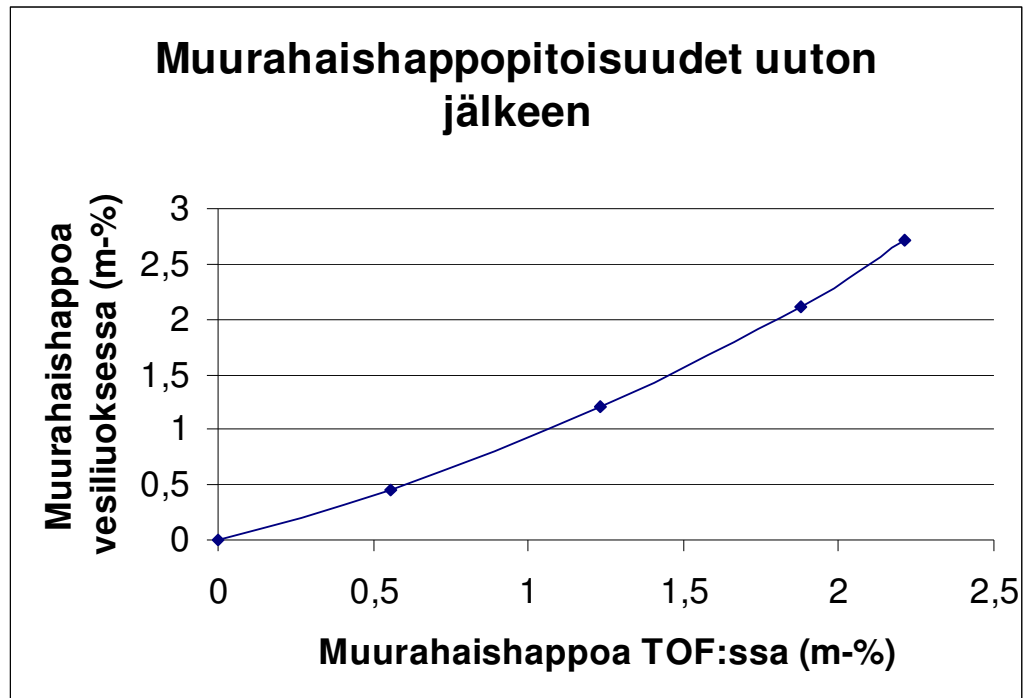
Taulukossa II on esitetty muurahaishappopitoisuudet vesifaasissa ennen uuttoa ja uuton jälkeen, sekä muurahaishappopitoisuudet trioktyylifosfaattifaasissa uuton jälkeen.

Taulukko II Muurahaishappopitoisuudet vesifaasissa ennen ja jälkeen uuton sekä muurahaishappopitoisuudet trioktyylifosfaattifaasissa uuton jälkeen

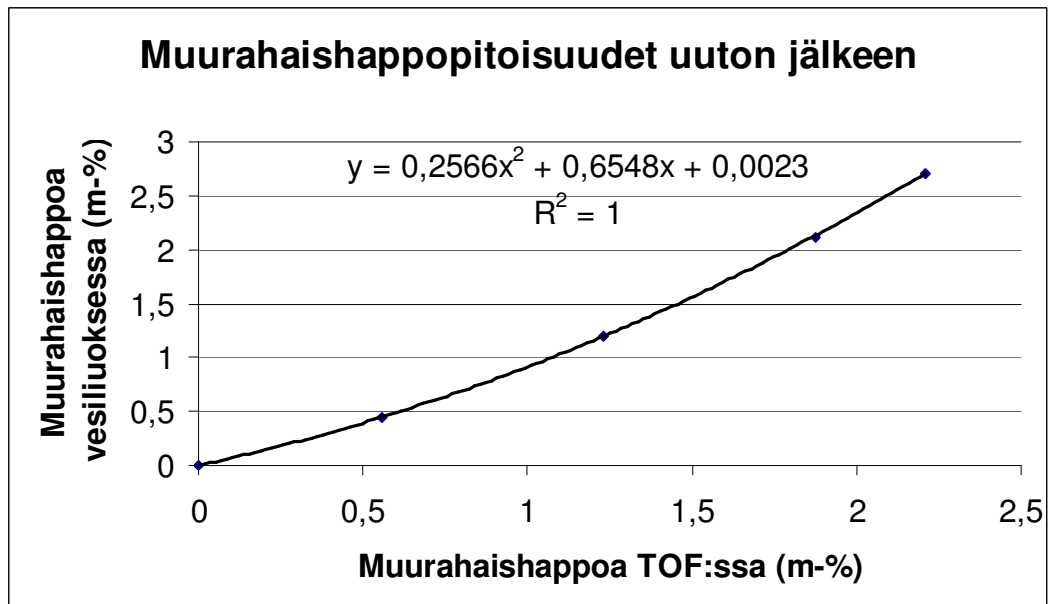
Muurahaishapon osuus vesifaasissa ennen uuttoa [m- %]	Muurahaishapon Osuus vesifaasissa uuton jälkeen [m- %]	Muurahaishapon osuus trioktyylifosfaatissa [m- %]
1,000	0,449	0,556
2,500	1,200	1,230
4,000	2,120	1,875
5,000	2,710	2,210

Taulukosta havaitaan, että muurahaishaposta suurin piirtein puolet siirtyy uutossa trioktyylifosfaattifaasiin kyseisillä pitoisuuksilla ja liuotinmäärillä. Muurahaishapon pitoisuuksien ollessa lähtötilanteessa alle 3 m- %, hivenen yli puolet muurahaishaposta siirtyy trioktyylifosfaattifaasiin. Pitoisuuksilla, jotka ovat lähtötilanteessa yli 3-m %, hivenen alle puolet muurahaishaposta siirtyy trioktyylifosfaattifaasiin. Taulukon tietojen perusteella voidaan kyseisillä pitoisuuksilla muodostaa nyrkkisääntö laitevalintaa ajatellen: Mikäli vesifaasin ja trioktyylifosfaattifaasin massaosuudet uutossa ovat samat, puolet muurahaishaposta saadaan uutettua, olettaen, että systeemi saadaan menemään tasapainotilaan asti.

Kuvassa 7 on esitetty taulukon II tietojen perusteella piirretty tasapainokäyrä. Kuvassa 8 on esitetty taulukon II tietojen perusteella piirretty tasapainokäyrä käyttäen Excelin trendiviivaominaisuutta, jonka avulla saadaan samalla sovitusta kuvaava yhtälö sekä sovituksen hyvyyttä kuvaava R- arvo.



Kuva 7 Laboratoriokokeiden tulosten perusteella piirretty tasapainokäyrä trioktyylifosfaatti – vesi systeemille, jossa siirtyvänä aineena on muurahaishappo.



Kuva 8 Laboratoriokokeiden tulosten perusteella piirretty tasapainokäyrä käyttäen excelin trendiviivaominaisuutta. Kuvassa on myös esitetty sovitusta kuvaava yhtälö sekä sovituksen hyvyttä kuvaava R-arvo.

Kuvista 7 ja 8 nähdään, mihin tasapainoon systeemi asettuu kyseisillä pitoisuuksilla. Lisäksi kuvasta 8 nähdään yhtälö, mitä sovitus noudattaa. R- arvo

kertoo, kuinka hyvin sovitus pitää paikkaansa kyseisillä lähtötiedoilla. Arvo 1 tarkoittaa, että malli noudattaa täydellisesti annettuja lähtöarvoja.

Lisäksi laboratoriokokeissa määritettiin sekoituksen jälkeinen faasien selkeytymisaika. Silmämääräisesti selkeytyminen oli nopeaa, ja jo minuutin kuluttua faasit olivat kerrostuneet selkeästi kahdeksi eri faasiksi, ja erottaminen voitiin tehdä.

10. Laitevalinta

Koska selkeytyminen sekoituksen jälkeen oli nopeaa, on uuttamiseen mahdollista käyttää myös sekoitin- selkeytinlaitteistoja. Tämä on selkeä etu, mikäli käsiteltävät liuosmäärät ovat suuria ja muurahaishappopitoisuus pieni. Suurilla pitoisuuksilla sekoitin- selkeytinlaitteistot eivät ole hyvä ratkaisu, koska erillisiä yksiköitä tarvittaisiin monia. Mikäli uutettavaa ainetta tulee vähän, ja se on suuremmissa pitoisuuksissa, laitevalinta kallistuu enemmän kolonnin puoleen. Tässä tapauksessa erittäin käyttökelpoisia laitteita olisivat täytekappalekolonnit ja seulapohjakolonnit. Pohjana laitevalinnalle oli, että 99,9 % muurahaishaposta tulee saada talteen. Näin ollen kirjallisuusosassa esitetty LURGI- laitteisto olisi yksi hyvä ratkaisu laitevalinnaksi, mikäli virtaamat ovat suuria. Taulukossa III on esitetty valittujen laitteiden vertailua kyseiselle neste- nesteuutolle.

Taulukko III Muurahaishapon neste- nesteuuttoon soveltuvien laitteiden vertailua

Laite	Suuri virtaama	Suuri uutettavan aineen pitoisuus	Laitekoko	Käyttö- kustannukset
Seulapohjakolonne	-	++	+	+
Täytekappalekolonne	--	+	+	+
LURGI	+	-	-	-
Mekaaninen sekoitin /selkeytin	++	--	--	--

Yksiselitteistä laitevalintaa kyseiselle neste- nesteuutolle ei voida näiden tietojen valossa tehdä. Laitteen valinta riippuu suuresti virtausmääristä ja tulevan liuoksen muurahaishappopitoisuudesta. Kuitenkin näidenkin tietojen pohjalta voidaan vetää selkeät johtopäätökset. Mikäli uutettavaa liuosta on paljon (satoja tonneja vuorokaudessa) ja muurahaishappopitoisuus on pieni, valinta on yksiselitteisesti mekaaninen sekoitin – selkeytinlaitteisto hyvän kapasiteettinsa ja yksinkertaisuutensa vuoksi. Suuremmilla pitoisuuksilla ja suurilla virtausmäärillä LURGI laitteisto tulee myös käyttökelpoiseksi. Mikäli virtaamat ovat pieniä, valinta on sen sijaan seulapohjakolonne. Seulapohjakolonne on täytekappalekolonna parempi ratkaisu, koska kyseisessä uuttotapahtumassa selkeytyminen on nopeaa. Täytekappalekolonnin huonoina puolina ovat kanavoituminen ja huono kapasiteetti. Seulapohjakolonniksi kyseiseen uuttoon sopisi hyvin kolonne, jossa trioktyylifosfaatti syötetään kevyempänä faasina kolonnin pohjalta, jossa se dispergoituu ja kulkeutuu kolonnissa ylöspäin seulapohjalta toiselle. Mikäli kyseiseen uuttoon välttämättä halutaan käyttää täytekappalekolonna, tulee ottaa myös huomioon täytekappaleiden kostutusominaisuudet. Seulapohjakolonnin kaltaisessa laiteratkaisussa, jossa trioktyylifosfaatti syötetään pohjalta ja sen halutaan dispergoituvan, täytekappaleiden tulee olla keraamisia, jotta vesifaasi pysyy jatkuvana faasina.

Koska kolonnit eivät joudu suuren mekaanisen rasituksen alaisiksi, niissä voitaisiin käyttää haponkestävää terästä rakennusmateriaalina. Koska mekaaninen rasitus on vähäistä, seinäpaksuudet voivat pysyä alhaisina, eivätkä kustannukset nouse kovin suuriksi. Hiiliteräs on poissuljettu ratkaisu muurahaishapon syövyttävien ominaisuuksien vuoksi. Toisaalta esimerkiksi muovipinnoitettu hiiliteräs on myös hyvä vaihtoehto, koska kolonneissa pinnoitteeseen kohdistuva mekaaninen rasitus on alhaista. Sen sijaan sekoitinyksiköissä materiaalivalintana tulisi käyttää haponkestävää terästä tai titaania suuremman mekaanisen rasituksen vuoksi, jolloin pinnoitteet saattaisivat kärsiä. Kuitenkin tulee muistaa, että hiilipohjaiset ja muoviset materiaalit kostuvat yleensä helpommin orgaanisesta aineesta, jolloin trioktyylifosfaatin valitseminen jatkuvaksi faasiksi on perusteltua.

11. Yhteenveto ja johtopäätökset

Tässä työssä tutkittiin neste- nesteuuttolaitteen valintaa muurahaishapon uuttamiseen vesifaasista trioktyylifosfaattiin (Tris(2-etyyliheksyyli)fosfaatti). Lähtökohtana oli, että muurahaishaposta 99,9 % tulee saada siirrettyä trioktyylifosfaattifaasiin. Laittevalinnan tueksi tehtiin yksinkertaisia laboratorionkokeita.

Työn kirjallisuusosassa käsiteltiin yleisesti neste- nesteuuttoa teollisuusprosessina ja paneuduttiin käytössä oleviin laitteistoihin sekä materiaali ja liuotINVALINTAKYSYMYKSIIN. Kirjallisuusosan loppupuolella otettiin myös kantaa laitevalintaan vaikuttaviin seikkoihin ja kriteereihin.

Kokeellisessa osassa pyrittiin lähinnä muodostamaan tasapainokäyrä kyseiselle uutolle muurahaishapon lähtöpitoisuuksien ollessa 1-5 m- %. Huomiota kiinnitettiin myös vesifaasin ja orgaanisen faasin selkeytymisnopeuteen. Kokeellisen osan tulosten perusteella ja kirjallisuusosan tietojen pohjalta ehdotettiin kyseiseen uuttoon soveltuvaa laitteistoa.

Kaikissa uutoissa käytettiin 45 ml eli 41,3 g trioktyylifosfaattia. Vesifaasin osuus uutossa pyrittiin pitämään myös yhtä suurena kuin orgaanisen faasin osuus. Kuitenkin vesifaasin osuudessa esiintyi pieniä heittoja, mutta niiden vaikutus lopputulokseen voidaan olettaa olevan mitätön. Sen sijaan yksi mittaustulos poikkesi merkittävästi muista, ja se jätettiin pois tarkastelusta. Faasit saatettiin kontaktiin magneettisekoittimen avulla. Sekoitusaika oli kaikissa tapauksissa 15 min. Sekoituksen jälkeen vesifaasi erotettiin ja titrattiin siirtyneen muurahaishapon määrän määrittämiseksi.

Kokeellisesta osasta saatujen tulosten perusteella ja kirjallisuusosassa hankittujen tietojen pohjalta ehdotettiin kyseiselle uutolle soveltuvaa laitteistoa. Valinta ei ollut yksiselitteinen, sillä käsiteltävät virtaamat ja muurahaishapon lähtöpitoisuudet eivät olleet selvillä. Kuitenkin kaksi laitteistoa voitiin valita molempiin ääritapauksiin. Mikäli virtaamat ovat suuria, ja pitoisuudet pieniä, on sekoitin- selkeytinlaitteisto paras vaihtoehto kyseiseen uuttoon. Erityisesti

yksinkertainen mekaaninen sekoitin- selkeytin omaa hyvän kapasiteetin ja selkeytyminen ei tuota tässä tapauksessa ongelmia. Sen sijaan muurahaishapon lähtöpitoisuuksien ollessa suuria, ja virtaamien pieniä, laitevalinta on seulapohjakolonnei hyvän tehokkuuden vuoksi. Tasapainokokeet tehtiin muurahaishapon lähtöpitoisuuden ollessa maksimissaan 5 m- %. Tasapainokäyrän perusteella, joka on esitetty kuvassa 7, molemmat laitteistot ovat käyttökelpoisia, mikäli muurahaishapon lähtöpitoisuus vesifaasissa ei ylitä 5 m- %. Näin ollen valintakriteeriksi nousee virtaamamäärä. Parhaaksi materiaalivalinnaksi pääteltiin haponkestävä teräs, koska muurahaishapolla on taipumus syövyttää hiiliterästä ja nykyisillä markkinahinnoilla se on titaania edullisempi ratkaisu.

LÄHDELUETTELO

1. Carberry, J.J., Fair, J.R., Peters, M.S., Schowalter, W.S., Wei, J., *Treybal, Mass transfer operations*, Third edition, International student edition, McGraw-Hill Inc. 1982, 6th. Printing, s. 475-561.
2. Rocha-Uribe, J., *Mass transfer efficiency of sieve tray liquid-liquid extraction columns*, UMI dissertation services, A Bell & Howell Company, University of Texas at Austin 1984, s.1-10.
3. Lo, T.C., Baird, M.H.I., Hanson, C., *Handbook of Solvent Extraction*, Reprint edition, Krieger publishing company, Malabar, Florida 1991, Copyright: John Wiley and Sons Inc 980s.
4. Niemi, H., *Kemiantekniikan yksikköoperaatiot I B*, luentomoniste, Lappeenrannan teknillinen yliopisto 2007, s.96 kuva 5.5.
5. Klarin-Henricson, A., *Korroosionesto prosessiteollisuudessa ja voimalaitoksissa*, luentomoniste, Lappeenrannan teknillinen yliopisto 2009.
6. McKetta, J.J., Cunningham, W.A., *Encyclopedia of chemical processing and design*, Vol 21, Marcel Dekker Inc, New york, Basel 1984, s. 19-125