



MAGYAR

KÉMIKUSOK LAPJA

JOURNAL OF THE HUNGARIAN
CHEMICAL SOCIETY*
JOURNAL DE LA SOCIÉTÉ
DES CHIMISTES HONGROIS*
ЖУРНАЛ ОБЩЕСТВА
ВЕНГЕРСКИХ ХИМИКОВ*
ZEITSCHRIFT DES VEREINS
UNGARISCHER CHEMIKER

Á MAGYAR KÉMIKUSOK EGYESÜLETÉNEK TUDOMÁNYOS ÉS GYAKORLATI KÖZLÖNYE

Megjelenik minden hó
10-én és 25-én

ELŐFIZETÉSI ÁRA:

Egy hóra: 12.— forint
Negyedévre: 36.— forint
Egyes szám ára: 6.— forint

FELLELŐS SZERKESZTŐ:
DR. ERDEY-GRÚZ TIBOR

Szerkesztőség: Budapest, VIII., Esterházy-utca 11 sz.

TELEFON: 135-282

FELLELŐS KIADÓ:

GREFF KÁROLY

Kiadóhivatal: Budapest, VII., Rákóczi-út 54. szám

TELEFON 223-625

Postatakarékpénztári
csekk szála sz.: Magyarország
Napilapart. 49.494 M K. L.

A Magyar Kémikusok
Egyesületének tagjai
20% engedményt kapnak

A laboratóriumi szaggatott lepárlás

Irta: BENEDEK PÁL



A szaggatott lepárlás, a frakcionált desztilláció (rektifikáció, * fractional distillation, distillation fractionnée, Fraktionierte Destillation módszerét egyre gyakrabban használják kémiai és fizikai laboratóriumokban, mind preparatív, mind analitikai célokra. A módszer előnye mindkét esetben az, hogy nem igényel külön vegyszert s így a keverékből elválasztott terméket nem átalakított, hanem eredeti alakjában kaphatjuk meg; homológ vegyületek szétválasztása pedig kémszerekkel nem is képzelhető el. A frakcionált desztilláció a legtöbb esetben kényelmesebb a számításba jövő többi módszereknél (diffúzió, kristályosítás, adszorpció). Adott esetben a módszer, illetve valamely készülék alkalmazhatóságát az elválasztás elérhető élessége határozza meg, vagyis az, hogy a terméket vagy termékeket milyen tisztán, milyen nyeredéssel (yield, rendement, Ausbeute) sikerül kinyerni. Az izotópok (¹, ²), az izomerek elválasztása (³, ⁴) és különösképpen a szénhidrogén-kémia és az ásványolajfinomítóipar nagy igényei következtében, sokan behatóan foglalkoztak a laboratóriumi frakcionált desztilláció kérdéseivel. Az irodalomban egész sereg készülék és alkalmazás leírása található, amelyeket egységes szempont szerint megítélni nem nagyon lehet, mert a leírt

készülékek túlnyomó része nem általános használatra, hanem egy bizonyos feladat megoldására készült.

A SZAGGATOTT LEPÁRLÁS LÉNYEGE

A szaggatott lepárlás azon a felismerésen alapul, hogy két vagy több komponenst tartalmazó folyadék gőzében, egyensúlyi állapot esetén, a könnyebben illó komponensek általában nagyobb molarányban foglalnak helyet, mint a folyadékban. Az egyensúlyi koncentrációkra Dalton és Raoult törvényei érvényesek. Ebből az következik, hogy ha ilyen elegyet forralunk, akkor a forráspont állandóan emelkedik, mivel a folyadék egyre gazdagabb lesz a nehezebben illó, magasabb forráspontú komponensekben. (Ásványolajok jellemzésére és összehasonlítására alkalmazzák a forráspont-görbét, amely a szabványos készülékben mért desztillációs hőmérséklet a desztillátum térfogata függvényében). Ilyen körülmények között az egyes komponensek nem »valódi«, vagyis a desztillációs nyomáshoz tartozó forráspontjukon gőzölögnek el.

Ha a desztilláció során elkülönített párlatokat újra desztilláljuk, további dúsítást lehet elérni s az egyszerű desztillációknak ezt a sorozatát elvileg folytathatjuk addig, amíg a kívánt terméket kellő tisztaságban megkapjuk. E desztillációs sorozatot egy műveletben is végre lehet hajtani, akkor ugyanis, ha a kondenzátum egy részét vesszük csak el mint terméket, főtömegét pedig — úgy, hogy a desztilláló lombikból felszálló gőzzel érintkezzék és azzal elkeveredve, egyensúlyba jusson — visszacsurgatjuk a forrásban lévő folyadékba. Ezt a visszafolyatott kondenzátumot, párta-

*Az egyes terminus-technikusok szinonimáit, angol, francia és német megfelelőit zárójelben közöljük.

¹ Urey: *J. Wash. Acad. Sci.*, 30, 277 (1940)

² Thorde, Walking: *Canadian J. Res.* 20, B. 61 (1942)

³ Withmore: *J. Am. Chem. Soc.*, 62, 795 (1940)

⁴ Rose: *u. o.* 793.

tot (reflux, retrogradation, Rücklauf) a következőkben egyszerűség kedvéért »reflux«-nak nevezzük. A reflux és a felszálló gőz bensőséges elegyedésének biztosítására desztilláló-tornyot (rektifikáló-oszlop, column, colonne, Verstärkungssäule) alkalmazunk a desztilláló-lombik és a hűtő közé. A toronyban felfelé haladó forró gőzt az ellenáramban lecsurgó hidegebb reflux lehűti, kondenzálja, miközben ő maga fölmelegszik és különösképpen a könnyebben illó komponenseit elpárologtatja. Ezt a jelenséget nevezik fáziskicserélődésnek. A fáziskicserélődés következtében a torony minden magasságában kinetikus egyensúly alakul ki a gőz és reflux között s ezért a fölfelé szálló gőzben egyre jobban dúsulnak az alacsonyabb forráspontú komponensek, a lefelé csurgó reflux pedig egyre gazdagabb lesz a kevésbé illó komponensekben. Jól látható, hogy a frakcionált desztilláció adiabatikus folyamat.

A szaggatott lepárlást kétféleképpen lehet megvalósítani. Folytonos az a frakcionált desztilláció, amelynek során a nyersanyagot változatlan összetételben egyenletesen és folytonosan adagoljuk a frakcionáló oszlopba és a különböző termékeket egyidőben a torony különböző magasságai-ból vehetjük le; de egy bizonyos magasságból mindig változatlan összetételben, egyenletesen és folytonosan. Nyilvánvaló hogy a torony hőmérséklete felfelé csökken és hogy a könnyebb frakciókat magasabban kapjuk meg. A szakaszos, frakcionált desztillációnál (batch distillation) egy meghatározott nyersanyag mennyiséget (batch, charge, Füllung) desztillálunk és a különböző frakciókat időben egymásután vesszük le a frakcionáló-torony tetejéről, előbb a könnyebben, később a nehezebben illó alkatrészeket. A torony hőmérséklete egy bizonyos időpontban a desztilláló lombiktól a kondenzátor felé csökken, de egy bizonyos pontjának hőmérséklete a desztilláció előrehaladtával növekedik. Ilyen esetben azonban a kolonna tetején a hőmérséklet nem egyenletesen, hanem ugrásszerűen emelkedik, mégpedig az egyes komponensek valódi, az aktuális desztillációs nyomáshoz tartozó forráspontjának megfelelően. A desztillátum térfogatának függvényében megadott hőmérséklet-görbe lépcsőalakú lesz. A forráspontok az egyes komponensek minőségére, a megfelelő desztillátum-térfogatok pedig az egyes komponensek mennyiségére jellemző. Ez a frakcionált desztilláció analitikai célra való felhasználásának alapja (True boiling point distillation). A laboratóriumi rektifikáló készülékek legtöbbje így, szakaszosan működik.

tilláció analitikai célra való felhasználásának alapja (True boiling point distillation). A laboratóriumi rektifikáló készülékek legtöbbje így, szakaszosan működik.

A SZAGGATOTT LEPÁRLÁS LEHETŐSÉGEI

A frakcionált desztilláció nem minden elegy szétválasztására egyformán alkalmazható módszer; az elegy összetételétől, az elválasztás megkívánt pontosságától (élességétől) függően más és más feltételei vannak. Általában azt lehet mondani, hogy minél közelebb van a szétválasztandó anyagok forráspontja a desztillációs nyomáson, minél kisebb a komponensek koncentrációja (mint például nehéz-víz a vízben, vagy az egyes szénhidrogén vegyületek az ásványolajban) és minél nagyobb a termék megkívánt tisztasága (az elválasztás élessége), annál nehezebb a desztillációs művelet. Ezt mutatja be binér keverékek példáján az 1. táblázat.

Az 1. táblázat magyarázatával közelebb jutunk a frakcionált desztilláció lehetőségeinek megértéséhez:

a) α , vagyis a relatív tenzió (relatív volatility) a két komponens, tenzióinak viszonya, közvetlen mértéke az elválasztás lehetőségének. Elválasztás csak akkor lehetséges, ha $\alpha > 1$, mert ez a kritériuma annak, hogy a gőz koncentrációja a folyadék-koncentrációtól különbözzék. Ha $\alpha = 1$ állandó forráspontú, azeotrop eleggyel van dolgunk, amely egyszerű frakcionált desztillációval nem választható szét. A relatív tenziót mindkét komponens forráspontjára meghatározzák s az így kapott értékek számtani középértékét használjuk fel a számításokban.^{5, 6, 7, 8, 9}

b) A szükséges teoretikus tányérok minimális száma teljes reflux esetén (the minimum plates at total reflux). A frakcionált desztilláció első elméletét¹⁰ olyan toronyra dolgozták ki, amelyben a lefelé csurgó reflux tányérok (plate, plateau, Boden) gyűlik össze, majd azok peremén átfolyva mindig alacsonyabban elhelyezett tányé-

⁵ Bragg: *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 11, 283 (1939)

⁶ Lecky, Ewell: *u. o.*, 12, 544 (1940)

⁷ Bragg, Richards: *Ind. Eng. Chem.*, 34, 1088 (1942)

⁸ Griswold: *u. o.*, 35, 247 (1943)

⁹ Melpolder, Headington: *u. o.*, 39, 763 (1947)

¹⁰ Sorel: »La rectification de l'alcool« Paris, 1893

1. táblázat. Binér keverékek frakcionált desztillációja.

A binér keverékek komponensei	A komponensek forráspontja 760 mm nyomáson C°	α , vagyis a komponensek tenziójának vi- szonya. A két forrásponton kapott érték számtani középértéke	Ha a kolonna tetején 100%-os tisztaságban akarjuk megkapni az alacsonyabb forráspontú alkatrészt, amelynek koncentrációja a desztilláló lombikban:			
			50°/o	10°/o	50°/o	10°/o
n-heptán—n-hexan	36,06—69,00	3,50	4,9	6,95	1,04	5,25
n-pentán—di-i-propán	36,06—58,10	2,15	7,0	9,90	1,75	8,70
i-pentán—n-pentán	27,95—36,06	1,33	18,6	26,30	6,25	30,10
trans-butilén—cis-butilén ...	0,90—3,07	1,09	62,0	87,80	22,00	110,00
i-butilén—n-butilén	-6,70—-6,30	1,03	176,0	249,00	65,50	310,00

rokra jut, a gőz pedig ellenáramban a tányérokon összegyűlt folyadékot átbuborékolva halad fölfelé. Ha ismerjük egy binér-keverék folyadék—gőz egyensúlyi adatait és föltételezzük, hogy minden egyes tányéron lévő folyadék a fölötte lévő gőzzel egyensúlyban van, akkor az elmélet segítségével kiszámíthatjuk a folyadék összetételének változását az egyik tányérról a másikra, vagy fordítva, kiszámíthatjuk bizonyos koncentrációváltozás eléréséhez szükséges tányérok számát. A valóságban a tányérok sohasem megy végbe az a koncentrációváltozás, amelyet elméletileg számítottunk, a gőz és folyadék elegyedésének tökéletlensége miatt. Ennek következtében a valóságban több tányért kell alkalmazni egy bizonyos hatás elérésére mint amennyit az elmélet mond. A számított és a gyakorlatban szükséges tányérok számainak hányadosát tányér-hatásfoknak hívjuk s ez a tányér méreteitől, kiképzésétől függ. Egy frakcionáló-tornyot tehát nem a benne lévő valódi tányérok számával jellemeznek, hanem egy olyan elméleti torony tányérjainak számával, amelynek minden tányérján tökéletes egyensúly alakul ki (theoretical perfect plate) s amely egyenértékű a szóbanforgó frakcionáló-toronyal. (number of theoretical plates, theoretisches Bodenzahl). Ez a jellemzés olyan tornyokra is alkalmazható, amelyek tányérokát nem is tartalmaznak. Ezt az értéket teljes reflux esetére adják meg, vagyis arra az esetre, amikor a torony tetejéről nem vesznek el terméket, tehát amikor a torony hatásfoka (efficiency, efficacité, Wirkungsgrad) a legjobb. Az 1. táblázatban azt mutattuk be, hogy különböző minőségű és koncentrációjú binér keverékek, teljes refluxot alkalmazva, minimálisan hány teoretikus tányért tartalmazó toronyban desztillálva választhatjuk el az alacsonyabb forrponútú komponenst 100%-os tisztaságban. Az összefüggést Fenske¹¹ egyenlete adja meg:

$$n + 1 = \frac{1}{\log a} \left[\log \left(\frac{x'}{x''} \right)_D \left(\frac{x''}{x'} \right)_L \right]$$

amelyben n = a teoretikus tányérok száma,
 a = a relatív tenzió,
 x' = az illékonyabb alkatrész koncentrációja móltörtben kifejezve,
 x'' = a nehezebben illó alkatrész koncentrációja móltörtben kifejezve,
 D = a desztillátumban, vagyis a torony tetején,
 L = a desztilláló lombikban.

A teoretikus tányérok számítására még más módszerek is vannak (például: ¹² ¹³).

c) A szükséges minimális refluxarány (the minimum reflux ratio, retrogradation minima). Az előzőekből már kitűnt hogy a hatásos elválasztás szempontjából minél több tányért tartalmazó torony kívánatos. Mivel azonban a szeparáció a reflux és a gőz bensőséges keveredésén, vagyis minél nagyobb méretű fázis-

kicserélődésen alapul, világos, hogy végtelen-sok tányért tartalmazó torony esetén is szükség van a refluxnak egy minimális arányára, amelynek kisebb nem elégséges a teoretikus egyensúly kialakulásához, vagyis a kívánt koncentrációváltozás eléréséhez. A minimális refluxarányt egy itt nem részletezendő grafikus-módszerrel számítottuk ki. (¹⁴, ¹⁵, ¹⁶, ¹⁷, ¹⁸)

Binér keverékekre vonatkozó fejtegetéseink többkomponensű rendszerekre is általánosíthatók. A gyakorlatban úgy koordinálják a teoretikus tányérok számát és a refluxarányt, hogy a lehető legkényelmesebben valósíthatják meg a kívánt elválasztást.

A REKTIFIKÁLÓ KÉSZÜLÉK RÉSZEI

Egy laboratóriumi rektifikáló készülék általában a következő részekből áll: 1) desztilláló lombik, 2) frakcionáló torony, 3) desztilláló fej és 4) különböző fűtő-, hűtő-, ellenőrző-, szabályozó-, mérő- és regisztráló-szerkezetek. A desztilláció oly módon történik, hogy a desztilláló lombikba betöltött mintát lassan elpárologtatjuk. A gőz végighalad a frakcionáló tornyon, majd a desztilláló fej hűtőjében (reflux condenser, condenseur à reflux, Rücklaufkühler) lecsapódik és visszafolyik. A desztilláció kezdetén az egyensúly elééréseig teljes refluxot alkalmazunk, majd azután a kellő mértékű refluxot beállítva megkezdjük a termék elvételét. A desztillációs hőmérséklet és a párlat összetartozó értékeit rendszeresen följegyezzük a későbbi számításokhoz. Az elpárologtatás sebessége, a refluxarány és a teljesítmény megválasztása tőlünk függ, a desztilláció hatásosságát azonban az operatív tényezők mellett a desztilláló lombik, torony és fej mérete, alakja és kiképzése döntően befolyásolja.

A LEPÁRLÓ LOMBIK (STILLPOT, CHAUDIÈRE DESTILLIERBLASE)

A desztilláló lombik tartalmazza a frakcionálásra szánt folyadékmennyiséget, közli azzal az elpárologtatáshoz szükséges hőt, benne elválik a gőz a folyadéktól és kialakul az első folyadék—gőz egyensúly (ezért szerepel a Fenske-egyenlet baloldalán: $n+1$) és a desztilláció végén tartalmazza a maradékot. Korrozióálló anyagból kell készíteni (legtöbbször üveg, sokszor, főleg nagyobb méreteknél fém), mérete (2 cm³—20 liter) és alakja (gömb, fekvő vagy álló henger) a desztillációra számítható folyadék mennyiségéhez igazodik. Jól kell hőszigetelni és a hőközlés lehetőleg nagy felületen történjék. Sokszor alkalmaznak belső fűtést elektromos ellenállás segítségével. Általában az elektromos fűtés mutatkozik a legelőnyösebbnek:

¹⁴ Robinson, Gilliland: »The elements of fractional distillation» 95 (1939)

¹⁵ Underwood: Trans. Inst. Chem. Engrs (London) 10, 112 (1932)

¹⁶ Jenny: Trans. Am. Inst. Chem. Engrs 35, 635 (1938)

¹⁷ Gilliland: Ind. Eng. Chem., 32, 1101 (1940)

¹⁸ Perry: »Chemical Engineer's Handbook» 1415 (1941)

¹¹ Fenske: Ind. Eng. Chem., 24, 482 (1932)

¹² McCabe, Thiele: u. o., 17, 605 (1925)

¹³ Dodge, Huffmann: Chem. Met. Eng., 35, 622 (1928)

biztonságos és jól szabályozható.¹⁹ Mintaképpül szolgálhat *Podbielniak* HYPER-CAL készülékének²⁰ és *Rossini* desztilláló készülék sorozatának hőmérsékletmérő és fűtőrendszere.²¹ A folyadék — esetleg gáz — bevezetése és a maradék eltávolítása és mintavétel céljából rendszerint megfelelő nyílásokkal van ellátva a desztilláló lombik. A toronyt úgy csatlakoztatják a desztilláló lombikhoz, hogy a gőz és folyadék különböző úton haladjon, nehogy a torony alján cseppekben összegyűlő reflux a gőz útját elzárja.

A LEPÁRLÓ-TORONY

A lepárló-torony (desztilláló torony, oszlop, vagy feltét) átmérőjéhez viszonyítva rendszerint magas cső, amelynek külső kiképzése lehetőleg tökéletes hőszigetelést biztosít, belső kiképzése pedig 1) bensőséges elegyedést biztosít a felszálló gőz és a lecsurgó reflux között és 2) leválasztja a felszálló gőzzel elragadott folyadék-cseppecskéket. Ezért a frakcionáló toronyok vagy 1) perforált lemezeket vagy 2) harangos tányérokat vagy 3) gyűrűket, láncokat, spirálokat, szóval valamiféle szabályos vagy szabálytalan töltelékkel vagy 4) a torony tengelyében forgó alkatrészt tartalmaznak. Valamely frakcionáló toronynak rektifikáló képessége a külső és belső kiképzéstől függ és a következő értékekkel jellemezhető:

I. A lepárló-torony jellemző értékei

a) HETP (*height equivalent of a theoretical plate, hauteur équivalente à un plateau théorique, Bodenwert*). Az ekvivalens teoretikus tányérok száma, mint az előzőekben láttuk, fontos érték a desztillációval kapcsolatos számításokban. Valamely torony hatásosságának jellemzésére azonban nem elegendő, mivel nem közömbös, hogy ugyanolyan hatás elérésére milyen magas toronyt kell alkalmazni. Ezért a torony hatásosságát 1 méter magas darabjának elválasztóképeségével (*separating power*) jellemezzük, vagyis erre a hosszra jutó ekvivalens teoretikus tányérok számával. Sokkal elterjedtebb ez érték reciprokának használata, amely *Peters* definíciója szerint²² egy teoretikus tányérnak megfelelő toronymagasság: »HETP«. Úgy számítjuk ki, hogy a szóbanforgó torony magasságát osztjuk az ekvivalens teoretikus tányérok számával. Nyilvánvaló, hogy az a frakcionáló torony hatásosabb, amelynek HETP értéke kisebb.

A HETP meghatározása úgy történik, hogy valamely binér keveréket a kiértékelendő toronyban desztillálunk, teljes refluxot alkalmazva; egy idő múlva, miután meggyőződünk arról, hogy beállt az egyensúly, lehetőleg egyidejűleg mintát veszünk a torony tetején a refluxból és a desztilláló lombikban lévő folyadékból. A két minta összetételét meghatározzuk és az így kapott érté-

ketek *Fenske* egyenletébe helyettesítve, kiszámíthatjuk az ekvivalens teoretikus tányérok számát. A torony lemért magasságát kell már csak e számmal osztani, hogy megkapjuk a HEPT-t centiméterekben.

Fenske szerint²³ a meghatározáshoz használható binér keverék a következő tulajdonságokkal rendelkezzen: 1) a komponensek igen tisztán előállíthatók, 2) a komponensek olyan típusú vegyületek, aminőket majd desztillálni fognak a toronyban, 3) a komponensek a desztillációs hőmérsékleten nem bomlanak és nem korrodeálják a torony anyagát, 4) a keverék nagy pontossággal könnyen analizálható, 5) a keverék gőz-folyadék egyensúlya a desztillációs nyomáson jól ismert.²⁴ Az ásványolaj-desztillációkra felhasználandó frakcionáló toronyok kiértékelésére újabban a n-heptán—metilciklohexán keveréket használják. Ennek adatait foglaltuk össze a 2. táblázatban.

2. táblázat. n-heptán-metilciklohexánkeverék HETP meghatározásánál szükséges adatai.

A n-heptán mól-törtje egyensúly esetén a		A folyadék összetételének megfelelő törésmutató 25°C	A komponensek források pontja (760 mm) °C	α vagyis a relatív tenzió
folyadékban	gőzfázisban			
0,00	0,0000	1,4232	100,994	1,07584
10	0,1063	1,4192		
20	0,2110	1,4152		
30	0,3144	1,4114		
40	0,4163	1,4077		
50	0,5169	1,4041		
60	0,6160	1,4006		
70	0,7170	1,3972		
80	0,8106	1,3940		
90	0,9059	1,3908		
1,00	1,0000	1,3877	98,426	1,07380

Példa:

n = a teoretikus tányérok száma a kollonnában;

n+1 = a teoretikus tányérok száma a desztilláló lombiktól a torony tetejéig;

α = 1,0748;

(x')_D = a n-heptán mólfrakciója a desztillátumban = 0,65;

(x'')_D = a metilciklohexán mólfrakciója a desztillátumban = 0,35;

(x')_L = a n-heptán mólfrakciója a lombikban = 0,40;

(x'')_L = a metilciklohexán mólfrakciója a lombikban = 0,60;

$$n + 1 = \left[\frac{1}{\log 1,0748} \log \left(\frac{0,65}{0,35} \left(\frac{0,40}{0,60} \right) \right) \right] = 15,15$$

vagyis maga a torony (15,15-1) = 14,15 teoretikus tányérral ekvivalens. Ez a számítás kényelmesen és gyorsan elvégezhető *Lecky és Ewell* grafi-

¹⁹ Schickanz: *J. Research NBS*, 11, 89 (1933)

²⁰ Podbielniak: *US Pat* 1,909.315; 1,917.272; 1,935.838; 1,967.258; 2,009.814; 2,088.355; 2,093.644.

²¹ Willingham, Rossini: *J. Research NBS*, 37, 15 (1946)

²² Peters: *Ind. Eng. Chem.*, 14, 476 (1922)

²³ »Science of petroleum« II. 1630 (1938)

²⁴ A szóbanjehető keverékek egyensúlyi adatai megtalálhatók Hausbrand: »Principles and practice of industrial distillation« (1926) könyvében. Az összes újabb meghatározásokat Stage és Baumgarten rendszerezik: *Oel und Kohle* 40, 126 (1944)

kus módszerével⁶. A torony magassága példánkban 45 cm, tehát

$$\text{HETP} = \frac{45}{14,15} = 3,18 \text{ cm}$$

A HETP sorozatos meghatározására nézve lásd *Schultze és Stage* munkáját⁽²⁵⁾.

A HETP értéke nemcsak a torony konstrukciójától függ, hanem kisebb mértékben üzemi tényezőktől is, sőt a meghatározásra használt binér keverék minőségi és mennyiségi összetételétől is. Egyes szerzők²⁶ szerint a HETP lineárisan változik a lombik tartalmának koncentrációjával és minél nagyobb a könnyebben illó komponens koncentrációja, annál nagyobb a HETP. Ezért a meghatározásoknál a minta koncentrációját úgy szokás megválasztani, hogy a teljes reflux mellett beálló egyensúly esetén egyik komponens se legyen túl kis koncentrációban a torony egyik végén sem. A HETP-t egyébként mindig teljes reflux esetére adják meg, sőt a refluxmennyiség feltüntetése is kívánatos, mert a HETP azzal is változik. Ezt különböző frakcionáló oszlopokra a 3. táblázat mutatja be.

b) *Felvevőképesség (hold-up, retenue, Betriebsinhalt)*, vagyis az a folyadék- és gőzmennyiség, amely desztilláció közben a toronyban van (total hold-up) vagy a desztilláció befejeztével a toronyban visszamarad (static hold-up, Arbeitsvolumen) a frakcionáló tornyok másik jellemző értéke. A továbbiakban egyszerűség kedvéért »hold-up«-nek nevezzük. (A total hold-up és a static hold-up különbsége a dynamic hold-up.) Az éles elválasztás feltétele a kis hold-up,^{27, 28} ha élesnek nevezzük azt az elválasztást, amelynél az átmeneti termék mennyisége kicsi, bár teoretikusan kimutatható, hogy átmeneti termék akkor is van, ha a hold-up elhanyagolható.²⁹ Nemcsak a hold-up abszolút mennyisége, hanem a minta mennyiségéhez való viszonya is befolyásolja az elválasztás élességét. Ezt a következő példából láthatjuk :³⁰

Tegyük fel, hogy egy sok teoretikus tányérral frakcionáló toronyban A és B anyag keveréket desztilláljuk, nagy refluxarányt alkalmazva. A 1000 ml-es minta 10% A anyagot tartalmaz, a torony hold-up-je 50 ml. A torony szétválasztóképessége olyan, hogy A anyagot tisztán kapjuk meg a torony tetején mindaddig, amíg koncentrációja a desztilláló lombikban 1% alá nem csökken. Adott esetben ez azt jelenti, hogy a lombikban még 875 ml B és kereken 9 ml A anyagból álló keverék van, amikor abbahagyjuk a desztillációt : a toronyban pedig 25 ml mindkét anyagból. Az eredmény tehát az, hogy 66 ml-t kapunk A anyag-

ból tisztán, a további desztillációnál A anyag tisztasága csökkenne. A nyeredék A anyagból 66%. Ha ugyanebben a készülékben tízszeres mennyiségű anyagot desztillálunk, akkor a kritikus pont elérésekor a lombik még 9000 ml B és 90 ml A anyagot tartalmaz, a hold-up mennyisége és összetétele természetesen változatlan. Következésképpen 885 ml A anyagot kapunk tisztán, az A anyagra számított nyeredék tehát 88,5%-ra növekedett. Hogy a mintának a hold-up-höz való viszonya (ratio of charge to hold-up) mekkora legyen, arra nehéz választ adni, de gyakorlatilag úgy látszik, hogy 20-nál kisebb arány esetén az elválasztás élessége kedvezőtlen.

A hold-up meghatározása sztatikus módszerrel nem nehéz feladat, úgyhogy ismert folyadék-mennyiséget fölül betöltünk a toronyba és az átcsurgó folyadék-mennyiséget alul összegyűjtve megmérjük. A különbség a static hold-up. Az üzemben lévő torony hold-up-jének meghatározása azonban körülményesebb. A *Fenske* által megadott módszer³¹ abban áll, hogy a meghatározott mennyiségű desztilláló folyadékban ismert mennyiségű nem illó anyagot (pl. : stearinsav) oldunk. Ezután teljes reflux-szal és beállított reflux-mennyiség mellett megkezdjük a desztillációt. Desztilláció közben a lombikból ismert mennyiségű mintát veszünk és az illó rész elpárolgatása után (vagy más módszerrel) meghatározzuk a mintában foglalt nem illó alkatrész mennyiségét. Ez adatokból egyszerűen adódik, hogy az illó alkatrészből mennyi van aktuálisan a toronyban, vagyis mennyi a torony total hold-up-je az adott desztillációs feltételek mellett.

A különböző frakcionáló tornyokat hold-up szempontjából akkor lehet jól összehasonlítani, ha az egy teoretikus tányérra számított hold-up-öt adjuk meg. Ez az érték egyébként a lepárlási körülményektől függően kevéssé változik. Így számított hold-up értékeket ad meg a 3. táblázat.

c) *Nyomásvesztés (pressure drop, perte de charge, Druckverlust)*. A laboratóriumi frakcionáló tornyok jellemzésére szolgál az a nyomáskülönbség, amely a torony teteje és alja között mutatkozik. Közvetlenül világos, hogy ez a torony ellenállásának mértéke. Olyan tornyok építésére kell törekednünk, amelyekben a felszálló gőznek minél kisebb ellenállást kell legyőznie. Vákuumdesztillációkat természetesen csak olyan tornyokban lehet végrehajtani, amelyekben a nyomásvesztés igen kicsi. Különböző kolonnák összehasonlítása e szempontból az egy teoretikus tányérra jutó nyomásvesztés-értékek (friction lossfactor)³² segítségével történik. Lásd 3. táblázat.

d) *A lepárló-torony teljesítőképessége (capacity, capacité, Kapazität)* definíció szerint a desztillációra kerülő anyag azon maximális mennyisége, amely az időegység alatt gőz és folyadék alakban ellenáramban a tornyon áthalad. eltömődést nem okozva. Ez nem elsőrendű, de nem is elhanyagolható tényező, mert ha két egyformán hatásos

²⁵ Schultze, Stage : *u. o.*, 90.

²⁶ Schultze, Stage : *Ztschr. Elektrochem.*, 47, 848 (1941); Schultze, Stage és Richter vitája : *Oel und Kohle*, 40, 66—68, 282, (1944)

²⁷ Peters, Baker : *Ind. Eng. Chem.*, 18, 69 (1926)

²⁸ Podbielniak : *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 5, 119, 135, 172 (1933)

²⁹ Rose, Welhaus, Long : *Ind. Eng. Chem.*, 32, 668, 673, 675 (1940)

³⁰ Fay : *Annual Reports on the Progress of Chemistry* 40, 216 (1943)

³¹ Fenske : *Ind. Eng. Chem.*, 26, 1216 (1934)

³² Bragg : *Trans. Am. Inst. Chem. Engrs.*, 37, 19 (1941)

torony közül az egyiknek nagyobb a teljesítő-képessége, akkor ez azt jelenti, hogy ugyanazt a lepárlási feladatot ugyanolyan eredménnyel rövidebb idő alatt lehet vele elvégezni. Különböző desztilláló-tornyok összehasonlítására e szempontból a kapacitásfaktort ajánlják,³² amely a torony keresztmetszetének 1 cm^2 -ére számított óránként elpárologtatott folyadékmennyiség teljes reflux mellett.

*

A laboratóriumi desztilláló-tornyok előzőkben felsorolt általános szempontok s egyes speciális szempontok szerint való kiértékelésére (evaluating, testing, Auswertung) több szép példaadó tanulmány található (³², ⁷², ^{89a}, ⁶⁰ és ⁶¹).

2. A lepárló-torony külső kiképzése : hőszigetelés.

A frakcionált desztilláció adiabatikus folyamat, tehát adiabatikus frakcionáló-tornyokban kell a desztillációt végezni, vagyis hőveszteség nélkül. A hőveszteség következtében ugyanis frakcionált kondenzáció (deflegmáció, fractional condensation, condensation fractionnée, Fraktionierkondensation) következik be, amely megzavarja a toronyban kialakult finom egyensúlyt: ilyen esetben az elválasztás élessége tompul. Természetesen technikailag lehetetlen adiabatikus tornyot építeni, ezért a hőveszteséget pótolni kell. A legkülönbözőbb hőszigetelő anyagokat alkalmazták már laboratóriumi tornyok hőszigetelésére, a legtöbb esetben úgy, hogy a torony belseje láthatatlanná vált. Ugy látszik, hogy a hőszigetelés legjobb módja a tükröző felületű vákuumköpenyek alkalmazása, amelyek hatása még növelhető belső fém (nikkel) tükrök beépítésével.²⁸ A vákuum-

köpenyek nincsenek rendszerint a toronnya egybeépítve és az ezüstözés alkalmas megszakításai lehetővé teszik a torony belsejének megfigyelését. *Podbielniak* legújabbán³³ a Super-Cal desztilláló-tornyoknál egy második vákuumköpenyt is alkalmazott, ezt a toronnyal egybeépítve s e körül a szokásos tükrös vákuumköpenyt helyezte el. A hőveszteség a több mint egy méter magas Super-Cal-toronynál mindössze néhány watt, amely a két köpeny közötti fűtőszállal jól kompenzálható. Az elektromos fűtés ezenkívül a torony hőfok-gradiensét is szabályozza. *Podbielniak* szabadalmi szerinti²⁰ A desztilláló oszlopok hőveszteségének elektromos ellenállásfűtéssel való kompenzálása egészen általános módszer. Különösen 20° fölötti desztillációknál fontos. Nagy berendezéseknél²¹ több egymástól független részletben oldják meg a fűtést, mert a hőveszteség a torony hosszán nem egyenletes, a részek száma a torony magasságától függ. A fűtés szabályozása kényes esetben úgy történik, hogy a szigetelés belső és külső oldalán termoelemmel mérik a hőmérsékletet és a fűtést úgy szabályozzák, hogy laterális hőáramlás ne legyen.^{33a}

Abban az esetben, ha a desztilláció a szoba-hőmérséklet alatt történik, a desztilláló-tornyot rendszerint hűteni kell. A reflux-kondenzátor hűtőfolyadéka ilyenkor folyékony levegő és a torony hűtésére az elpárolgó hideg levegőt használják fel, néha — ha a desztillációt igen alacsony hőmérsékleten kell vezetni — folyékony levegőt.²⁰

³³ Podbielniak: *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 13, 647 (1941)

^{33a} Hepp, Smith; *u. o.*, 17, 579 (1945)
(Befejezése a következő számban)

Az Antikol helyes használatának ellenőrzése

KETTING FERENC

Az elmúlt évben hatóságilag engedélyezték a nagyváros közellátására felszállított tejnek meghatározott kémiai úton, úgynevezett antikollal való konzerválását. Röviden összefoglalva az eljárás abban áll, hogy a tejkezelő a gyűjtő-állomásra beszállított friss tejet gondosan lehűti, az így előkészített tejbe kannánként (25 liter) 1 db Antikol I ampulla tartalmát beleönti és abban gondosan elkeveri. Az Antikol I-nek, amely pontosan adagolt formaldehid, a kannában való elkeverése lényeges tényezője a konzerválás eredményének. Ennek elmulasztása esetén a kanna alsó részébe lassan, vagy igen kis mennyiségben kerül a konzerválószer, pedig éppen itt van erre a legnagyobb szükség, mivel a fakultatív anaerob tejsavbaktériumokra nézve a kannatej alsó rétegeiben legkedvezőbbek az életkörülmények.

Az így tartósított és édes állapotban felszállított tejben a feldolgozóüzemben az Antikol I-t lekötik, az emberi szervezetre nézve hatástalanítják oly módon, hogy a pasztörözés előtt a tejbe az előírt mennyiségű, előzetesen vízben

gondosan feloldott Antikol II-t (káliummetabiszulfít) beledagolják. Az így kezelt tejet azután pasztörözésnek vetik alá, amely idő alatt az Antikol I és II reakciója kvantitatíve lejátszódik.

Az eljárást engedélyező miniszteri rendelet előírja, hogy a fogyasztóközönség számára kibocsátott antikolos tej nem tartalmazhat szabad formaldehidet. Ez a közegészségileg indokolt része a rendeletnek megkívánja a tejvállalatoktól annak lelkiismeretes ellenőrzését, hogy valóban megtörtént-e a tejben a formaldehid káliummetabiszulfittal való teljes lekötése.

A formaldehid és káliummetabiszulfít reakciója a tejben, *Vass* vizsgálatai szerint, hidegen 50 perc alatt kvantitatíve végbemegy. A pasztörözés hőmérsékletén a reakció ideje rövidebb, de bizonytalan időtartamára nézve. Ezért sohase végezzük a formaldehid lekötésének ellenőrzését a biszulfít-bekeverés után számított 50. percnél hamarább, mert megtévesztő eredményeket kapunk. Az 50. perc után végzett vizsgálat megbízható, de csak abban az esetben, ha a káliummeta-