

A laboratóriumi szaggatott lepárlás

BENEDEK PÁL

(Befejező közlemény)

3. A lepárló-torony belső kiképzése.

A desztilláló torony belsejét úgy kell kialakítani, hogy a folyadék-reflux és a főlzálló gőz nagy felületen bensőségesen érintkezzék s így lehetőleg gyorsan tökéletes egyensúly alakuljon ki. A laboratóriumi desztilláló-tornyok belső kiképzésére három típusú sztatikus megoldás ismeretes, újabban dinamikus megoldásokkal is kísérleteznek jó eredményekkel.

a) *Perforált lemezeket tartalmazó desztilláló toronyok* (*perforated plate column, colonne à plateaux perforées, Siebbodenkolonne*). A legegyszerűbb tányéros desztilláló-torony egymástól egyenlő távolságban horizontális, perforált lemezeket tartalmaz. A reflux összegyűlik a lemezeken s ha a gőznyomás kicsi, átcsöpög a lyukakon. Ha azonban a gőz nyomása elég nagy, akkor a lyukakon át behatol a folyadékba és bensőséges keveredést okozva, részben lecsapódik, részben továbbhalad. Ha a gőz nyomása túl nagy, akkor a fáziskicsérőldésre rendelkezésre álló idő ki nem elégítően kicsi. Ezért a felszálló gőz sebességét szűk határok között kell tartani, ami az ilyen desztilláló-tornyokkal való frakcionálást megnehezíti. Nagy toronyátmérok esetén különösen kell ügyelni arra, hogy az egyes lemezek vízszintesek legyenek, mert egyébként a folyadék meggyülemlik a lemezek alacsonyabb oldalán, a gőz pedig a magasabb oldalon lévő, folyadékkal nem takart lyukakon megy át, a nélkül, hogy a gőz és folyadék megfelelően keveredne.

Schichtanz leír egy ilyen típusú desztilláló toronyt,³⁴ amelyben a lemezek finom üvegcsűrőből készültek. Az egyes lemezek hatásfoka csaknem 100%, azonban a toronyellenállás természetesen igen nagy.

Groll perforált lemezeket tartalmazó desztilláló torony³⁵ igen jó hatásfokkal dolgozik. A lemezek távolsága 30 mm a 25 mm átmérőjű üveg-toronyban. A lemezeken két sorban koncentrikusan 19, illetve 24 lyuk van, átmérőjük 0,8 mm. A túlfolyócső (downpipe) a lemezek közepéről a következő lemez szélére vezeti a refluxot, az egyes lemezeken 2 mm vastag folyadékmagasság alakul ki. A torony 2 literes minták desztillálására alkalmas. (lásd: 3. táblázat)

Oldershaw hasonló desztilláló toronyt készített³⁶ ugyancsak 25 mm átmérőjű üvegcsőben. Szisztematikusan vizsgálta a lemezek távolságának, a lyukak számának és a lyukak átmérőjének befolyását a desztilláló oszlop hatásosságára. Azt találta, hogy legelőnyösebb 25—30 mm-es távolságban alkalmazni a lemezeket, amelyek mindegyike 44 darab 0,65 mm átmérőjű lyukkal van

ellátva. Az *Oldershaw*-torony kiértékelése más szerzők munkája.³⁷ (lásd: 3. táblázat)

Langdon és *Tobbin* hasonló frakcionáló toronyt készítettek, amelynek átmérője 25 mm és minden lemez 60 darab 4 sorban elhelyezett, 0,85 mm átmérőjű lyukkal van ellátva. A torony *Oldershaw*-éval majdnem azonos eredményt ad.^{38a} indexben

b) *Harangos tányérokat tartalmazó lepárló-tornyok* (*bubble cap column, colonne avec plateau à cloches, Glockenbodenkolonne*). A desztilláló torony teljes hosszában egyenlő távolságra tányérok vannak. Mindegyik tányér túlfolyócsővel van ellátva, amely az egyes tányérokon konstans folyadéknívót biztosít és így a reflux tányérről tányérra haladva végigjut a toronyon. A túlfolyócsövek alsó vége folyadékba ér, tehát folyadékzár akadályozza, hogy fölfelé gőz haladhasson a túlfolyócsövekben. A gőz külön csövecskén keresztül halad a következő tányér fölé és minden ilyen csövecskét szélesebb átmérőjű, csaknem a tányérig erő harang fed le, amely így a felszálló gőzt a folyadék felszíne alá s azon keresztül buborékolni kényszeríti.

Különösen *Braun* és munkatársai fejlesztették ki ezt a típust laboratóriumi méretekben.^{37, 38, 39, 40} Legújabb készülékük 100 tányért tartalmaz, de mindössze 2 méter magas és 70—72 teoretikus tányérral egyenértékű. Ez a desztilláló torony is üvegből készült és a túlfolyócső az üvegcsövön kívül van elhelyezve, ami nehezé teszi a hőszigetelést. (lásd: 3. táblázat)

Klein, Schultze és *Stage*^{41, 42} olyan harangos üvegdesztilláló toronyt fejlesztettek ki, amelyben a túlfolyócsövet belül helyezték el. Az excentrikusan elhelyezett harang a tányérra van erősítve, úgyhogy a folyadék a harang alá nem jut, a gőz pedig a harang két oldalán elhelyezett lyukakon áramlik ki s így bensőségesen elegyedik a folyadékkal és mozgásba hozza azt.

Sigwart desztilláló torony⁴³ olyan kiképzésű, hogy benne harangok alkalmazása fölösleges. A desztilláló torony üvegből van, átmérője 50 mm, a tányérok távolsága ugyanannyi, a túlfolyók kívül vannak. A tányérok közepén 34 mm átmérőjű, 10 mm mély vályú van s ennek falán vannak azok a nyílások, amelyeken a gőz áthaladva elkeveredik a folyadékkal.

A desztilláló torony igen nagy kapacitású. Öt-tányéros egységekből tetszés szerinti magasság-

^{36a} indexben u. o., 17, 801 (1945)

³⁷ u. o., 1, 212 (1929)

³⁸ u. o., 8, 224 (1936)

³⁹ u. o., 9, 192 (1937)

⁴⁰ J. Research NBS., 7, 871 (1931)

⁴¹ Z. physik. Chem. Abt. A 189, 163 (1941)

⁴² Z. Elektrochem. angew. physik. Chem., 47, 848 (1941)

⁴³ Mitt. in der Arbeitsgemeinschaft »Laboratorium destillations« (May 1942)

³⁴ J. Research NBS., 12, 259 (1934)

³⁵ Mitt. in der Arbeitsgemeinschaft »Feinfraktionierung von Kohlenwasserstoffgemischen« (April 1940)

³⁶ Ind. Eng. Chem. Anal., 13, 265 (1941)

3. táblázat. Különböző desztilláló tornyok jellemző értékei.
(Valamennyi érték teljes refluxra vonatkozik.)

Szerző és hivatkozás	Típus	Desztilláló-torony		Elpárolgatlás sebessége liter/óra/cm ²	Összes teoretikus tányér	HETP cm	Hold-up ml/teor. tányér	Nyomásvesztés Hgmm/teor. tányér	Tányér batásfok %	Fordulat szám
		átmérő mm	magasság cm							
Bragg (64)	tölték nélküli üres cső	9,5	60	0,2	7,2	8,5				
		9,5	60	0,3	4,0	15,3				
		19	60	0,1	3,6	17,0				
		19	60	0,2	1,2	50,9				
		19	60	0,3	1,0	61,0				
		25	60	0,1	1,7	35,9				
25	60	0,2	1,6	38,1						
Groll (80)	perforált lemez	25	87	0,26	30	2,9	0,05			97
		32	105	0,27	30	3,5	0,10			86
Oldershaw (30, 37)	perforált lemez	27	75	0,25	17,2	4,3	2,75			57
		27	75	0,42	18,8	4,0	2,70	0,032		63
		27	75	0,50	19,4	3,8	2,75	0,032		65
		27	75	0,58	18,2	4,1	3,05	0,037		61
		27	75	0,67	16,7	4,5	3,55	0,044		56
Bruun (39)	harangos-tányér	30	200	0,06	70	2,8	1,0			70
Fenshe (8)	1/8" csiga	10	40	0,2	11	3,9	0,78			
		10	40	0,6	11	3,9	0,77			
		12	80	0,2	21	3,8				
		12	80	0,6	18	4,3				
	1/16" csiga	8	70	0,3	55	1,3	0,16			
		25,4	110	0,1	65	1,6	1,2	0,02		
		25,4	110	0,2	62	1,7	1,6	0,07		
		25,4	110	0,6	43	2,5	3,3	0,65		
	3/32" csiga	8	70	0,4	27	2,6	0,29			
		12	80	0,4	37	2,2	0,54			
		25,4	265	0,1	140	1,9	1,2	0,013		
		25,4	265	0,2	126	2,1	1,6	0,05		
		25,4	265	0,6	88	3,0	3,4	0,57		
		50,8	225	0,1	58	3,9	13,5	0,009		
50,8	225	0,2	54	4,2	16,3	0,048				
50,8	225	0,6	44	5,2	31,0	0,72				
Stedmann (82)	105. sz. fémszövet	9,5	60	0,21	56,3	1,08	0,24	0,07		
		9,5	60	0,30	41	1,49	0,22	0,23		
		9,5	60	0,32	39	1,56	0,24	0,30		
	104. sz. fémszövet	19	60	0,05	50,3	1,21	0,21	0,014		
		19	60	0,10	44	1,4	0,28	0,15		
		19	60	0,20	31,5	1,93	0,36	0,42		
		16	60	0,23	27,8	2,19	0,92	0,60		
		25	60	0,03	48,4	1,25	0,19	0,004		
		25	60	0,10	31,1	1,96	0,72	0,10		
		25	60	0,20	25	2,42	1,36	0,60		
		25	60	0,22	24	2,54	1,50	0,74		
		Selker, Burke, Lankelma (28)	koncentr. csövek	16	142	0,04	85	1,4	0,04	0,003
16	142			0,08	92	1,5	0,06	0,003		
16	142			0,12	75	2,0	0,10	0,005		
Podbielniak (28)	spirál	4,5	150	0,3	14	10,7	0,17	0,02		
		4,5	150	0,6	15	10	0,19	0,05		
		4,5	150	1,0	16	9,4	0,29	0,10		
Podbielniak (72)	„Heli-grid„	25	90	0,1	92	1,00	0,36			
		25	90	0,2	73	1,24	0,53			
		25	90	0,3	58	1,56	0,76			
		25	90	0,4	48	1,88	1,07			
Mair, Willingham (77)	forgó tálcás	51	30	0,02	30	1	0,05			1500
Koch, Hilberath (78)	forgó fémlap	6	75	0,12	30	2,5	0,001			1000
Rossini (88)	forgó henger (átmérője 73 mm)	75	60	0,6	9	7	1,03			2000
		75	60	0,6	39	1,54	0,45			3000
		75	60	0,6	60	1	0,15			4000
		75	60	0,8	10	6	1	0,031		2000
		75	60	0,8	30	2	0,32	0,012		3000
		75	60	0,8	48	1,25	0,20	0,009		4000
		75	60	1,2	9	7	1,3	0,071		2000
		75	60	1,2	23	2,65	0,80	0,032		3000
		75	60	1,2	26	2,30	0,70	0,035		4000
		75	60	1,2	28	2,10	0,65			5000
		75	60	1,6	9	7	1,44	0,10		2000
		75	60	1,6	21	2,85	0,58	0,047		3000
		75	60	1,6	30	2	0,40	0,06		4000

ban állítható össze. Az I. G. Farbenindustrie laboratóriumai preparatív munkára ezt a készüléket használták.

c. Töltelék tartalmazó lepárló tornyok (*packed-column, colonne à remplissage, Füllkörpersäule, Benetzungssäule*). Ezek nincsenek cellákra tagolva mint az előző két típus, hanem szabályos vagy szabálytalan (*dumped packing*) alakú, kémiailag ellenálló anyagból készült szilárd darabkakkal vannak töltve.^{44 45} A gőz és a folyadék a tölték nagy felületén érintkeznek. Ilyen desztilláló tornyokat rendszerint egyszerű és olcsó készíteni. A jó töltékeknek kis hold-up-je és HETP értéke van; kis nyomásvesztést okoz és ezért vákuumdesztillációknál különösen alkalmasak a töltékes desztilláló tornyok. Hátránya lehet, hogy a gőzáramlás nem egyenletes a teljes keresztmetszetben és hogy a tölték felülete nem nedvesedik egyenletesen, bár ez csak olyankor fordul elő, amikor egy-egy töltékdarabka mérete a toronyátmérő $\frac{1}{8}$ -ánál kisebb⁴⁶ és ha a torony magassága nem haladja meg az átmérő 15-szörösét.⁴⁷

Sokféle anyagot, különösen fémet használnak töltékek készítésére. A fém előnyös, mert jó hővezető, de csak neutrális anyagok desztillálhatók benne, a korrozio veszélye miatt. A töltékeknek az elfoglalt térfogathoz képest legyen nagy felülete. Úgy látszik, hogy a szabályos, egyenletes és összefüggő töltékek a legmegfelelőbbek. A számos eddig leírt tölték közül a legelterjedtebbek a következők:

- golyók⁴⁸;
- Raschig-gyűrűk;
- láncok^{19 49};
- spirálisok^{28, 49, 50, 51, 52, 53};

Fenske-féle csigák rozsdamentes acélból,^{54, 55},⁵⁶ nikkeltől,⁵⁷ üvegből.^{58, 59} A Fenske-féle tölték hatásosságát szisztematikusan megvizsgálta több kutató^{3, 57, 60, 61} (lásd: 3. táblázat)

⁴⁴ Kirschbaum; *Chem. Fabr.*, 4, 38, 51, 63 (1931)

⁴⁵ Bowmann, Briant; *Ind. Eng. Chem.*, 39, 745 (1947) Ez s az előző cikk a töltéket tartalmazó lepárló tornyok elméletével foglalkozik.

⁴⁶ Baker; *Trans. Am. Inst. Chem. Eng.*, 31, 302 (1935)

⁴⁷ Perry; *«Chemical engineers' handbook»* 1444 (1941)

⁴⁸ Glasgow, Schickanz; *J. Research NBS.*, 19, 593 (1937)

⁴⁹ McMillan; *Journ. Inst. Petrol. Technol.*, 22, 616 (1936)

⁵⁰ Mair, Schickanz, Rose; *J. Research NBS.*, 15, 557 (1935)

⁵¹ Rose; *Ind. Eng. Chem.*, 28, 1210 (1936)

⁵² Gooderham; *J. Soc. Chem. Ind.*, 54, 297 (1935)

⁵³ Kelemen; *Magy. Techn.*, 2, Anyag 31 (1947 ápr.)

⁵⁴ Fenske és munkatársai; *Ind. Eng. Chem.*, 29, 957 (1937)

⁵⁵ Fenske és munkatársai; *u. o.*, 30, 297 (1938)

⁵⁶ Fenske és munkatársai; *U. O.*, 26, 1164 (1934)

⁵⁷ Krantz; *u. o.*, 33, 1455 (1941)

⁵⁸ Wilson; *J. Amer. Chem. Soc.*, 55, 2795 (1933)

⁵⁹ Bailey; *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 13, 487 (1941)

⁶⁰ Kazansky; *Petr. Refiner*, 23, 493 (1944)

⁶¹ Oldroyd, Goldblatt; *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 18, 761 (1946)

Stedmann-féle fémszövetek^{62, 63, 64, 65, 66}. (Lásd: 3. táblázat)

McMahon-féle tölték⁶⁷;
rozióállók;

koncentrikus csövek.⁷⁰ Ez igen figyelemre-méltó megoldás: 143 cm magas, 16 mm átmérőjű üvegcsőben három koncentrikus, azonos hosszúságú csövet helyeznek el. A csövek közti szabad távolság 1 mm. Ennek a frakcionáló toronynak HETP értéke 2 cm, hold-up-je és nyomásvesztése is a legkedvezőbb értékeket mutatja. (Lásd: 3. táblázat) Ugyancsak koncentrikus csövektől álló desztilláló toronnyal kísérletezett Kocppel is,⁷¹ de a frakcionált kondenzációt használta elválasztásra és természetesen sokkal gyengébb eredményeket tudott csak elérni.

Podbielniak »Heli-grid« desztilláló tornya tartalmazza ezidőszerint a legkedvezőbb értékekkel rendelkező töltéket³³: szabályos, egyenletes és összefüggő; lényegében egy koncentrikus mag körül kiképzett duplaspirál, amelyen teljesen egyenletes és igen finom folyadékhártya alakul ki.^{72, 61b} Ez a tölték 30 mm átmérőjű toronyban 0,5 cm-es HETP értéket ad, amelynél kisebb ezidőszerint nem ismeretes, a hold-up és a nyomásvesztésérték szintén minimális. (Lásd: 3. táblázat)

Meg kell jegyezni, hogy ha ugyanazt a töltéket különböző átmérőjű toronyban alkalmazzuk, akkor az különböző jellemző értékeket fog adni ugyanolyan desztillációs feltételek mellett.^{60, 61a} Például $\frac{1}{8}$ hüvelyk átmérőjű Fenske-féle csigák esetén:

Toronyátmérő	HETP	hold-up
10 cm	3,9 cm	0,77 ml/teoretikus tányér
12 »	4,3 »	0,92 »

Az összefüggés korántsem lineáris és a változás oka még nincs kiderítve.

d) *Dinamikus lepárló tornyok*, nincsenek cellákra tagolva, a toronyban koncentrikus forgó tengelyre helyezett különböző alakú terelőlapok egyrészt lehetőleg hosszú utat írnak elő a gőz és a reflux számára, másrészt igen finom folyadékfilmeket alakítanak ki és a gőzt igen erőlyesen keverik. Ilyen már Myers és Jones kísérlete,⁷³ akik 75 mm átmérőjű és 33 cm magas rézcsőből épített desztilláló toronyban a koncentrikus forgó ten-

⁶² Stedmann; *Nat. Petrol. News.*, 29, R-125 (1937)

⁶³ Stedmann; *Canadian J. Res.*, 15 B, 383 (1937)

⁶⁴ Bragg; *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 11, 283 (1939)

⁶⁵ Lecky, Enell; *u. o.*, 12, 544 (1940)

⁶⁶ Bower, Cooke; *Petr. Refiner*, 23, 64 (1944)

⁶⁷ McMahon; *Ind. Eng. Chem.*, 39, 712 (1947)

karborundum-darabok^{68, 69}, kiválóan kor-

⁶⁸ Farnham; *Journ. Phys. Chem.*, 35, 844 (1931)

⁶⁹ Hall, Backmann; *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 10,

548 (1938)

⁷⁰ Selker, Burk, Lankhelma; *u. o.*, 12, 352 (1940)

⁷¹ Oel und Kohle; 36, 194 (1940)

⁷² Oil, Gas, Journ., 45, No. 31, 86 (1946)

⁷³ J. Chem. Soc. (London), 127, 4 (1925)

gelyre egyenlő távolságban hét tálcát szereltek, a toronyba pedig a tálcák fölé hét kónikus, álló terelőfelületet helyeztek el, amelyekről a reflux a forgótálcákra csurgott, az 1500—2000 fordulat-számmal forgó tálcákról pedig igen finoman porlasztva a következő terelőfelületre jutott és eközben került érintkezésbe a fölfelé szálló gőzzel. A kísérlet eredménye azt mutatta, hogy az elválasztás élessége a fordulatszám emelésével növekszik;

Ennek a készüléknek továbbfejlesztése *Huffmann, Urey* és *Pegram* 10 méter magas, 205 mm átmérőjű desztilláló oszlopa,⁷⁴ ⁷⁵, ⁷⁶, amelyben lefelé szűkülő kónuszokat helyeztek el felváltva, forgó tengelyre szerelve, illetve a falhoz erősítve. A kónuszfelületek közti távolság néhány cm volt. A készüléket izotopelválasztásra használták.

Ennek a típusú desztilláló toronynak beható és rendszeres vizsgálata *Mair* és *Willingham* munkája⁷⁷. 56 cm magas és 50 mm átmérőjű desztilláló oszlop tengelyére lemezeket, tálakat, illetve kúpokat szereltek: az álló terelőfelületek mindig kónuszok voltak. Változtatták a tengelyre szerelt felületek távolságát és a fordulatszámot 250—1500 között. A legjobb HETP és hold-up értéket maximális fordulatszám és 0,64 cm távolságra lévő kónuszok esetén kapták. (lásd: 3. táblázat)

Egy másik típus szerkesztői megelégedtek azzal, hogy a gőzfázist igen erélyesen keverték, ezek a desztilláló toronyok lényegében üres csövek amelyekben forgó fémlap hozta a főlzálló gőzt turbulenciába. Míg *Lesesne* és *Lochte*⁷⁸ és *Hilberath*⁷⁹ (lásd: 3. táblázat) mikrókészüléket szerkesztettek, *Baker, Barkenbus* és *Rosewell*⁸⁰ nagykapacitású, 545 cm magas, 67 mm átmérőjű, 70 teoretikus tányérral egyenértékű desztilláló oszlopot építettek.

Rendkívül érdekes *Piazza* megoldása.^{81, 82} A desztilláló torony forgó része a toronyátmérőt teljesen kitöltő henger, amelybe kisemelkedésű csavarmentet van vágva. A forgó alkatrész tehát tulajdonképpen Archimedesi csavar. A torony szabad térfogata igen csekély, a folyadék és gőz keverése erélyes. *Piazza* készüléke azonban a frakcionált kondenzáció alapján működött és pontos mérésekkel nem értékelték ki.

A legújabb dinamikus frakcionáló tornyot *Rossini* és munkatársai ismertették.⁸³ A 60 cm magas és 75 cm belső átmérőjű toronyban ugyanolyan magas, 73 mm külső átmérőjű, egyébként zárt henger forog 1000—4000 fordulatszámmal. A torony belső falán lecsurgó reflux néhány század mm vastag, a gőz turbullenciája igen jelentős. A fáziskicserélődés így minden eddigi készüléknél gyorsabban megy végbe, a torony kapacitása tehát

igen nagy: a legjobb Heli-grid toronnyal azonos szeparációt ér el tízszer nagyobb teljesítmény mellett. (lásd: 3. táblázat) A torony fejlesztésére még több lehetőség is van. Ugyilátszik, hogy a laboratóriumi frakcionáló toronyok fejlődése ebben az irányban fog további eredményeket hozni.

A nagy fordulatszámú mozgó alkatrészt tartalmazó desztilláló toronyok (a mikrókészülékektől eltekintve) fémből készültek.

A DESZTILLÁLÓ FEJ (STILLHEAD, LE SOMMET DE LA COLONNE, KOPF)

A frakcionáló toronyból kikerülő gőz a desztilláló fejbe jut, amely a hűtőt (reflux condenser, condenseur Rücklaufkühler) és a refluxelosztót tartalmazza; általában tehát két folyamat játszódik le benne: a gőzök cseppfolyósodása és a folyadék szétoztása refluxra és termékre. Ha a desztilláló fej nem kondenzálja az összes gőzt, akkor még egy folyamat megy végbe a desztillálófejben: frakcionált kondenzáció, ami a könnyebb komponensek további dúsulását jelenti a gázfázisban, ilyenkor tehát a desztilláló fej is hozzájárul a frakcionáláshoz (a Fenske-egyenlet baloldala ilyenkor: $n+2$). Ha megfontoljuk, hogy ez a hatás nem jelentős, viszont az ellenőrzés nehezebb és a desztillátum cseppfolyósításához még egy hűtő kell, akkor megérthetjük, hogy a totális kondenzációval dolgozó desztilláló fejeket részesítik előnyben.⁸⁴ Mindazonáltal a részleges kondenzáció előnyös lehet olyan esetben, amikor szobahőmérsékleten gázalakú termékeket desztillálunk s a desztillátumot gázalakban fogjuk föl és mérjük.^{28, 85, 86}

A desztilláló fejek hűtőjében vizet vagy folyékony levegőt alkalmazunk hűtőfolyadékként. A hűtőfolyadék áramlásának szabályozása a részleges kondenzáción alapuló desztilláló fejeknél kényes és nehézkes.^{28, 87} A refluxarány beállítása legkényelmesebben a kondenzátum elosztásával történhet, amire a legkülönbözőbb túszelepeket, csapokat, kapillárisokat ajánlják.^{88, 89, 90}

A desztilláló fej hold-up-je mindenesetre legyen kicsi, mert a nagy hold-up beszennyezi a már szétválasztott komponenseket és tompítja az elválasztás élességét.^{27, 28, 91}

A desztilláló fejek készítésére nem lehet általános sémát felállítani, hiszen a desztilláció szempontjai írják elő a követelményeket. Mégis mintául szolgálhat néhány újabban ismertett desztilláló fej,^{87, 88, 89, 90} de különösen *Rossini* bevált megoldására kell felhívni a figyelmet.^{92, 93}

⁸⁴ Richards szemléje a különböző desztilláló fejekről: *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 14, 649 (1942)

⁸⁵ Sustmann, Zieske: *Brennstoff Chem.*, 21, 49 (1940)

⁸⁶ Koch, Hilberath: *u. o.*, 22, 135 (1941)

⁸⁷ Collins, Lantz: *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 18, 673 (1946)

⁸⁸ Snyder, Steuber: *u. o.*, 16, 454 (1944)

⁸⁹ Zimmermann: *u. o.*, 17, 815 (1945)

⁹⁰ Berg: *u. o.*, 18, 54 (1946) és Lloyd, Hornbacher: *u. o.*, 19, 120 (1947)

⁹¹ Othmer: *Ind. Eng. Chem.*, 22, 322 (1930)

⁹² J. Research NBS., 23, 509 (1939)

⁹³ *u. o.*, 33, 383 (1944)

⁷⁴ *Physic. Rev.*, 49, 883 (1936)

⁷⁵ *J. chem. Physics*, 4, 623 (1936)

⁷⁶ *Ind. Eng. Chem.*, 29, 531 (1937)

⁷⁷ *J. Research NBS.*, 22, 519 (1939)

⁷⁸ *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 10, 450 (1938)

⁷⁹ *Chem. Fabr.*, 14, 387 (1940)

⁸⁰ *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 12, 468 (1940)

⁸¹ *Ind. y quim.*, 1, 151 (1936)

⁸² *Anales inst. invest. cient. tecnol. (Argentina)*

10—11, 5 (1940—41)

⁸³ *Ind. Eng. Chem.*, 39, 705 (1947)

KIEGESZÍTŐ BERENDEZÉSEK, AUTOMATÁK

A laboratóriumi frakcionáló készülékek gyors és megbízható munkája a művelet messzemenő automatizálását követeli. A fűtést, a hűtést és a nyomást korrelációban tartó, a hőmérsékletet $1/_{100} C^{\circ}$, a nyomást $1/_{10}$ Hgmm és a desztillátum térfogatát $1/_{20}$ cm³ pontossággal följegyző automaták mechanizmusa olyan bonyolult, hogy szerkesztésük nagy mesterségbeli rutint igényel s rendszerint specialista cégek szabadalma.²⁰ (Égy aránylag univerzális, tehát nagy hőmérsékleti és nyomáshatárok közti munkára alkalmas legújabb *Podbielniak* modell ára ennek megfelelően 10.000 dollár.) Különösen az ásványolajipar részére fejlesztettek ki ilyen készülékeket kurrens üzemi ellenőrző analízisekre,²⁴ amelyeknél érzékeny elektroncsöves robotokat is felhasználnak a szabályozásra.²⁵

Természetesen speciális célokra egyszerűbb készülékek is megfelelnek, amelyek pontosság tekintetében nem maradnak el az előzőektől,^{21, 26, 27} sőt viszonylag egyszerű összeállításokkal is^{23, 28} jó eredményeket érhetünk el, analízisben például 1% pontosságot, feltéve, hogy a minta 6—8 komponensnél többet nem tartalmaz.

A LEPÁRLÁSI MŰVELET

Az előzőekben tárgyaltuk a frakcionáló készülékek szerkesztési szempontjait, láttuk az elválasztás konstrukciós feltételeit. A frakcionált desztilláció azonban időben lejátszódó folyamat, amelynek menetrendjét a desztillációt végző kémikus írja elő. Minden desztillációra nézve van egy optimális időtartam; ennél rövidebb idő alatt végrehajtott desztillációnál csökken az elválasztás élessége hosszabb desztillációnál viszont nem növekedik lényegesen.²⁸ A desztillációt az adott készülékben ennek a szempontnak figyelembevételével kell végrehajtani, vagyis helyesen kell megválasztani a desztilláció időtartamát befolyásoló tényezőket. Ezek: 1) az elpárologtatás sebessége (gőzsebesség, evaporation rate = vapor velocity); 2) a reflux-arány (reflux ratio, le taux de reflux, Rückflussverhältniss); 3) a teljesítmény (distillation rate, debit, Leistung).

Természetesen e három időtényező közül csak kettő választható meg szabadon (bizonyos határok között), a harmadikat meghatározza a kijelölt desztillációs nyomás. A gyakorlatban az első kettőt szokás kiválasztani s ha így nem érhető el megfelelő teljesítmény, nagyobb kapacitású készülékhez kell folyamodni. Arra vonatkozólag, hogy az elpárologtatás sebességét és a reflux-arányt egy

bizonyos desztillációban szabad, illetve szükséges-e változtatni; két nézet alakult ki. *Podbielniak* szerint²⁸ az elpárologtatás sebességét (és a teljesítményt) csökkenteni, a reflux-arányt pedig növelni kell az egyes komponensek közti átmeneleknél. Ez az álláspont elvileg tökéletesen igazolható és így érhetjük el valóban a desztilláció optimális, legrövidebb időtartamát. Valóban fölsőlegesen lassan desztillálni és nagy refluxot alkalmazni, mikor tiszta komponenseket tartalmazó párlatok mennek át. Ezt a nézetet azonban csak bonyolult mechanizmus segítségével lehet a gyakorlatban megvalósítani. Ezért az általános nézet az, hogy valamely desztilláció folyamán a desztillátor munkájának megkönnyítése, illetőleg egyszerűbb és olcsóbb szabályozó és ellenőrző szerkezetek alkalmazása érdekében, állandó reflux-arány és elpárologtatási sebesség mellett kell dolgozni. Világos azonban, hogy a reflux-arányt a lehető legkisebb, az elpárologtatási sebességet pedig a lehető legnagyobb értéken kell tartani, hogy a desztilláció időtartamát megrövidítsük és a hőfogyasztást a legkisebbre csökkentsük. Ez a megalkuvás azért engedhető meg analitikai desztillációknál, mert a desztillációs görbéből a teoretikus átmeneti pontok kiértékelhetők és így az összetétel nagy pontossággal kiszámítható.²⁸ Még így is 5—6 komponensből álló keverék desztillációja 3—4 órát vesz igénybe. Speciális esetekben egyetlen desztilláció 2—3 hétig is eltart.

a) *A reflux-arány.* A frakcionálás elveinek tanulmányozása azt mutatja, hogy minél nagyobb a reflux-arány, annál kevesebb tányért tartalmazó desztilláló torony szükséges egy adott kívánt separáció elérésére és fordítva, több tányér esetén kisebb reflux-aránnyal is beérhetjük. Adott problémához megfelelő laboratóriumi desztillációs készüléket úgy szokás megválasztani, hogy 1:20—1:100 reflux-aránnyal beérjük. Egészen kivételes esetekben ennél nagyobb reflux-arányt is alkalmaznak, mint például az amerikai National Bureau of Standards (1:200—1:500) szénhidrogéntörzsanyagok petróleumból való előállításánál.²¹

A reflux-arány mérésére egyszerű cseppszámálással, folyadékáramlásmérővel kalibrált beépített szifon segítségével történhet, vagy a hűtővíz hőmérsékletemelkedéséből számítható ki.

b) *Az elpárologtatás sebessége (gőzsebesség).* Ha egy desztilláció során állandó reflux-arány mellett az elpárologtatás sebességét (vagyis a felfelé haladó gőz áramlási sebességét) növeljük, akkor megnövekszik a teljesítmény és megnövekszik a frakcionáló toronyban visszacsurgó reflux mennyisége (reflux rate, Rückflussmenge) is. Ez pedig határt szab az elpárologtatás sebességének növelésében, mert minden frakcionáló oszlopra nézve van egy olyan maximális refluxmennyiség, amelynek túlhaladtával bekövetkezik a »flooding«, ami azt jelenti, hogy a reflux összefüggő folyadékoszlopot képez, a gőzáramlás megszűnik, legfeljebb egyes buborékok gyöngyöznek rajta keresztül.

Az érdekes már most az, hogy a desztilláló tornyok jellemző értékei a reflux-mennyiséggel

²⁴ Steffens: *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 16, 639 (1944)

²⁵ Smith, Glasebrook, Begemann, Lowell: *u. o.*, 17, 47 (1945)

²⁶ Ward, Gooding, Eccleston: *Ind. Eng. Chem.*, 39, 105 (1947)

²⁷ Longdan, O'Brien: *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 16, 639 (1944)

²⁸ Todd: *u. o.*, 17, 175 (1945)

változnak egy adott (például teljes) reflux-arány esetén is. Az összefüggés elég szeszélyes és minden desztilláló toronyra jellemző. A Fenske-féle desztilláló oszlopok HETP értéke a »flooding-point« közelében a legkisebb, vagyis akkor, amikor a töltelék vastagon van reflux-szal fedve, *Podbielniak* »Heli-grid« desztilláló tornyánál fordítva, akkor a legkedvezőbb a HETP, amikor a töltelék alig nedves. Más tornyoknál a reflux-mennyiség függvényében megadott HETP a reflux-mennyiség bizonyos értékénél maximumot vagy minimumot mutat. A hold-up általában a reflux mennyiségével növekedik.

A dolog úgy áll, hogy a frakcionált desztilláció időbeli lefolyása nagyon bonyolult folyamat, mert a fáziskicserélődés függ a reflux felületi feszültségétől, a folyadék réteg vastagságától, a szabad gőztérfogattól, a folyadék és gőz viszkozitásától, koncentráció viszonyoktól és más tényezőktől is. E tényezőket nem szabad figyelmen kívül hagyni, legalábbis addig nem, amíg nem végtelen kis folyadékreszcsekkékről van szó, amit talán dinamikus frakcionáló tornyokban lehet megközelíteni.

*

Ezeket a kérdéseket az izotópok frakcionált desztillációval való elválasztása vetette föl és két kutató: *Kuhn*⁹⁹ és tőle függetlenül *Westhaver*^{100, 101} próbálkozott a szagatott lepárlás kinetikus teóriáját megteremteni. Bár számításaik teljesen egyszerű modellekre vonatkoznak és közvetlen praktikus alkalmazásuk még nincsen, mégis azt mutatják, hogy a jelenleg ismert leghatásosabb lepárló tornyok a hatásosság elvi határa közelében dolgoznak. További fejlődést csak olyan dinamikus desztilláló oszlopok hozhatnak, amelyekben a gőz nagy felületen érintkezik az igen vékony reflux-hártyával és a gőz turbulens áramlásban halad fölfelé.

IRODALOM, Könyvek: *Robinson, Gilliland*: Elements of fractional distillation (1939) — *Kirschbaum*: Destillier und Rektifiziertchnik (1940) — Bibliografia: *Ward*: U. S. Bur. Mines, 1939, Tech. Paper 600 — *Griffiths, Macleunan, Whalley*: Annual Reports on The Progress Of Chemistry, 37, 451 (1940) — *Fay*: u. o., 40, 216 (1943) — *Hilberath*: Oel und Kohle, 39, 875 (1943) — *Vilbrandt*: Bull. Virg. Pol. Isb., 39, No. 9 (1946)

*

Páris, 1947 szeptember-október.

La distillation fractionnée de laboratoire

Par. P. Benedek, Paris

L'auteur rend compte d'abord des différents problèmes de la distillation fractionnée de laboratoire, puis il décrit les récentes solutions concernant la construction des appareils. Il présente

⁹⁹ *Helv. Chim. Acta*, 25, 252 (1942)

¹⁰⁰ *Ind. Eng. Chem.*, 34, 126 (1942)

¹⁰¹ *J. Research NBS*, 38, 169 (1947)

enfin un tableau comparatif de quelques colonnes. Ce tableau traite des points suivants:

1. l'auteur de la colonne et No. de la référence,
2. type de la colonne,
3. diamètre (en mm) et hauteur (en cm) de la colonne,
4. le taux de l'évaporation (en litre /heure/ cm³),
5. le nombre des plateaux théoriques,
6. HETP, hauteur équivalente d'un plateau théorique (en cm),
7. hold-up (en ml par plateau théorique),
8. perte de charge (mm Hg par plateau théorique),
9. rendement du plateau (en%),
10. tour par minute.

Bibliographie de la distillation fractionnée de laboratoire:

- Théorie de la distillation: 44, 45, 99, 100, 101;
 Coefficient de volatilité: 5, 6, 7, 8, 9;
 Calcul des plateaux théoriques: 11, 12, 13;
 Reflux: 28; reflux minima: 14, 15, 16,
 17, 18;
 Bibliographie des données d'équilibre: 24;
 Hold-up: 27, 28, 29; détermination de
 hold-up: 31;
 Perte de charge, facteur de capacité: 32;
 HETP: 6, 22, 23, 25;
 Evaluation des colonnes: 32, 60, 61, 72, 89;
 La chaudière: 19, 20, 21;
 Calorifugage des colonnes: 20, 21, 28, 33,
 33a;
 Colonne à plateaux perforées: 34, 35, 36, 36a
 Colonne à plateaux à cloches: 37, 38, 39, 40,
 41, 42, 43;
 Colonne à remplissage statique: 46, 47, 48,
 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62,
 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72;
 Colonne à remplissage dynamique: 73, 74,
 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83;
 Le sommet; régulateur du reflux et du débit:
 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92, 93;
 Les appareils automatiques: 20, 21, 33, 94,
 95, 96, 97, 98.

Kérjük t. előfizetőinket, hogy a postai befizetés-lap szelvényén szíveskedjenek pontosan megírni, hogy a beküldött összegnek mi a rendeltetése (pl.: előfizetési díj november hóra, vagy: különlenyomat díja, vagy: a március 15-i lappéldány ára, stb.)

TUDOMÁNYOS ÉS MŰSZAKI SZEMLE

Főmunkatárs: LOCZKA ALAJOS dr.

Keményítő előállítás. A gabonából előállított keményítő gyártásában tudvalevőleg a legnehezebb feladat a keményítőnek a glutintól való elválasztása. Ez nagyobb fatalakon történik, amelyekre rákerül a zúzott anyag vizes szuszpenziója. Ilymódon a gabonaszemekben lévő keményítőnek 85%-át választják el a glutintól. Ebben a hagyományos eljárásban szinte forradalminak mondható változást létesített *Peltzer A.* aki az elválasztásra a centrifugális erőt alkalmazta. Módszere szerint a szuszpenzió megfelelően szerkesztett centrifugába kerül, amely durván elkülöníti a keményítőt a glutintól, úgyhogy a túlfolyásban található meg az utóbbinak tekintélyes része. A keményítő-szuszenzió ezután második centrifugába jut, amelyben az elválasztás olyan magasfokú, hogy a keményítő alig tartalmaz többé fehérjét. A második centrifuga túlflyása visszakérül az első centrifugába, ahol még leadja a benne lévő keményítőt. Az eljárásnak nemcsak a tökéletesebb elválasztás az előnye, hanem az is, hogy közben megtörténik a keményítő mosása is. Ugyanis a működésben lévő centrifugába megfelelő időközökben ismert mennyiségű mosóvizet is folytatnak. A keményítő ilymódon szuszpenzió alakjában a centrifuga alján távozik, míg a glutintartalmú folyadék a felső részén mint túlfolyás. Az eddigi tálcás eljárással a glutin száraz állapotban 40—50% keményítőt tartalmazott, míg az új módszer szerint előállított glutin keményítőtartalma nem haladja meg a 16—20%-ot. Ez tehát nemcsak azt jelenti, hogy a keményítőtermelés gazdaságosabb, hanem azt is, hogy a glutin sokkal koncentráltabb alakban kapható és ezért kereskedelmi értéke is magasabb. Emellett súlyosan esik latba az a körülmény, hogy amíg a tálcás eljárás 10—12 óráig tartott, addig a centrifuga ugyanazt a munkát 3—5 perc alatt végzi el, és mint láttuk jóval eredményesebben. Minthogy a glutin legnagyobb részét elkülönült a keményítőtől, ez utóbbinak mosása sokkal kevesebb időt és energiát vesz igénybe.

Peltzer időközben annyira módosította eljárását, hogy a készülékeinek gyártására alakult Merco Centrifugal Co. egyre-másra alakítja át az amerikai keményítőgyárak felszerelését az új rendszerbe. Ez nagyjelentőségű, mert a keményítőtálcákban tekintélyes töke rejlik és a gyárosok nem szívesen tekintenek el ennek további kamatoztatásától. Azonban az új eljárás annyira szembetűnő előnyöket biztosít, hogy már a verseny miatt sem térhetnek ki az áttérés elől. A gabonakeményítőgyárak már valamennyien az új rendszer szerint működnek. A kukoricakeményítőgyárak nehezebben veszik át az újítást. A fennálló kilenc gyár közül eddig három vezette be a centrifugális módszert teljesen és kettő részlegesen. Újabban néhány burgonya- és édesburgonyakeményítőgyár rendelt meg centrifugális

berendezést. (Chemical Industries. 1947 szeptember. 378 oldal.)

Mosható gyapjú. Minden háziasszony tudja, hogy a gyapjú mosáskor »összeugrik«. Éppen ezért az amerikai vásárlók sorban álltak a boltok előtt, amikor megjelentek az első mosható gyapjúszövetek, amelyekről azt hirdették, hogy mosás után sem zsugorodnak össze. A jelszó, amivel a kereskedők ezeket a szöveteket útjukra bocsátották az volt, hogy teljesen gyapjúból valók. A hírverés azonban itt is túllőtt a célon, mint ahogyan ez Amerikában nem egyszer megesik. A közönség hamarosan csalódott várakozásában. Az a kereskedő, aki azzal adta el áruját, hogy az nyugodtan bedobható a teknőbe, hamarosan hallhatta vevőjének panaszát, hogy a szövet bizony meglehetősen összeugrott. Erre az óvatosabbak már csak azt hirdették, hogy a szövet csak kézzel mosható. Egyesek már azt is bevallották, hogy a szövet 3, későbbben, hogy 5%-ig ugrik össze. A »tisztá gyapjú« jelszava sem bizonyult egészen helytállóknak, hiszen a gyapjúfonalak moshatóságát éppen azzal érték el, hogy műanyagokkal kezelték és így felmerült a kérdés, tisztának nevezhető-e az olyan gyapjú, amelyben 10%-nyi és esetleg még több műanyag is van? A közönség bizalma mindenesetre megrendült olyannyira, hogy az érdekelt gyárosok szükségesnek találták a kérdést közelebről is megvizsgálni és ez év őszére az American Wool Council, valamint a Federal Trade Commission részvételével tanácskozást hívtak össze annak megvitatására, hogyan lehetne az új árukat úgy hirdetni és olymódon elárúsítani, hogy a közönségben ne keltsenek hamis képzeteket az áru minőségét illetően és mégis jelezzék előnyeiket. Tehát tulajdonképpen miről is van szó? Számos amerikai gyár igyekezett a gyapjú zsugorodásmentes moshatóságát biztosítani és ebből a célból gyapjuszálakat különféle műanyagokkal kezelte. Az első az American Cyanamid Co. volt, amely »lanaset« nevű gyártmányával a piacra jött. A gyapjút festés után vízben oldható metilált melamin-formaldehid műgyantának, nedvesítőanyagának és gyorsítóinak keverékébe mártották, azután megszáritották és a gyantát magasabb hőmérsékleten megkeményítették. Példáját követte a Monsanto, amely »resloom HP« jelzéssel ugyancsak melamin-formaldehid gyantával kezelt gyapjút hozott forgalomba. A különbség az elkészítésben rejlett, amennyiben nem áztatták a gyapjút az oldatba, hanem bepermetezték vele s így szárították meg és keményítették. Egészen más alapon indult el a Naugatuc Chemical Division of U. S. Rubber Co., amely gumiemulzióval kezelte a szöveteket és »koloc« néven hozta forgalomba. Ehhez hasonló eljárást végzett a Warwick Chemical Co. is. Viszont a York Knitting Mills Ltd. tarantói gyár egyáltalán nem