



TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL  
INSENERITEADUSKOND  
Energiatehnoloogia instituut

# **LABORATOORSE EKSTRAKTSIOONISEADME TÖÖ EKSPERIMENTAALNE UURIMINE**

## **THE EXPERIMENTAL STUDY OF THE LABORATORY EXTRACTION UNIT**

**BAKALAUREUSETÖÖ**

Üliõpilane: Kristjan Rikas

Üliõpilaskood: 185271EACB

Juhendajad: Inna Kamenev, vanemlektor  
Sven Kamenev, juhtivinsener

# AUTORIDEKLARATSIOON

Olen koostanud lõputöö iseseisvalt.

Lõputöö alusel ei ole varem kutse- või teaduskraadi või inseneridiplomit taotletud. Kõik töö koostamisel kasutatud teiste autorite tööd, olulised seisukohad, kirjandusallikatest ja mujalt pärinevad andmed on viidatud.

"4 " juuni 2021

Autor: Kristjan Rikas

/ allkirjastatud digitaalselt /

Töö vastab bakalaureusetöö/magistritööle esitatud nõuetele

"4 " juuni 2021.

Juhendajad: Inna Kamenev

/ allkirjastatud digitaalselt /

Sven Kamenev

/ allkirjastatud digitaalselt /

Kaitsmisele lubatud

".....".....202... .

Kaitsmiskomisjoni esimees Oliver Järvik

/ allkirjastatud digitaalselt /

## **Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja lõputöö üldsusele kättesaadavaks tegemiseks<sup>1</sup>**

Mina, Kristjan Rikas (sünnikuupäev: 27.02.1999)

1. Annan Tallinna Tehnikaülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose Laboratoorse ekstraktsiooniseadme töö eksperimentaalne uurimine, mille juhendajateks on Inna Kamenev ja Sven Kamenev,

1.1 reprodutseerimiseks lõputöö säilitamise ja elektroonse avaldamise eesmärgil, sh Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogusse lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;

1.2 üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tallinna Tehnikaülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogu kaudu kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.

2. Olen teadlik, et käesoleva lihtlitsentsi punktis 1 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.

3. Kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest ning muudest õigusaktidest tulenevaid õigusi.

---

<sup>1</sup>*Lihtlitsents ei kehti juurdepääsupiirangu kehtivuse ajal, välja arvatud ülikooli õigus lõputööd reprodutseerida üksnes säilitamise eesmärgil.*

Kristjan Rikas / allkirjastatud digitaalselt /

4. juuni 2021 (kuupäev)

# Energiatehnoloogia instituut

## LÕPUTÖÖ ÜLESANNE

**Üliõpilane:** Kristjan Rikas, 185271EACB  
**Õppekava, peeriala:** EACB, 167437, Keskkonna-, energia- ja keemiatehnoloogia  
**Juhendajad:** vanemlektor Inna Kamenev, 56692170  
juhtivinsener Sven Kamenev

### Lõputöö teema:

(eesti keeles) *Laboratoorse ekstraktsiooniseadme töö eksperimentaalne uurimine*

(inglise keeles) The experimental study of the laboratory extraction unit

### Lõputöö põhieesmärgid:

1. Energiatehnoloogia instituudi keemiatehnika laboratooriumi ekstraktsiooniseadme töö eksperimentaalne uurimine.
2. Laboratoorse töö juhendi koostamine.

### Lõputöö etapid ja ajakava:

Nr	Ülesande kirjeldus	Tähtaeg
1.	Lühiülevaate koostamine vedelik-vedelik ekstraktsiooni, selle teostamise põhimõtete ja rakendamise kohta kirjanduse põhjal	1.04.2021
2.	Tutvumine keemiatehnika ekstraktsiooniseadme ehituse ja tööga. Vedelik-vedelik ekstraktsiooni katsete teostamine ja katsetulemuste analüüs.	10.05.2021
3.	Laboratoorse töö „Vedelik-vedelik ekstraktsiooni uurimine“ juhendi koostamine (katseseadme kasutusjuhendi ja teostatud eksperimentide baasil)	14.05.2021
4.	Lõputöö vormistamine	28.05.2021

**Töö keel:** eesti keel **Lõputöö esitamise tähtaeg:** "01." juuni 2021.a

**Üliõpilane:** Kristjan Rikas ..... "....." ..... 2021.a  
/allkiri/

**Juhendajad:** Inna Kamenev ..... "....." ..... 2021.a  
/allkiri/

Sven Kamenev ..... "....." ..... 2021.a  
/allkiri/

**Programmijuht:** Oliver Järvik ..... "....." ..... 2021.a  
/allkiri/

# SISUKORD

SISUKORD.....	5
SISSEJUHATUS .....	6
1 TEOREETILINE ÜLEVAADE EKSTRAKTSIOONIST.....	7
1.1 Vedelik-vedelik ekstraktsiooni üldised põhimõtted.....	7
1.2 Tasakaal vedelik-vedelik ekstraktsioonil.....	9
1.3 Ekstraktsiooni meetodid .....	12
1.4 Ekstraktsiooniseadmed .....	15
1.4.1 Mehhaanilise segistiga mahutid .....	16
1.4.2 Staatilised ekstraktsioonikolonnid .....	17
1.4.3 Segistitega ekstraktsioonikolonnid .....	19
1.4.4 Tsentrifugaalekstraktorid.....	21
1.5 Ekstraktsiooni rakendamine tehnoloogias.....	22
2 EKSPERIMENTAALNE OSA .....	23
2.1 Katseseadme kirjeldus.....	23
2.1.1 Ekstraktsiooni pilootseadme kirjeldus .....	23
2.1.2 Katseseadme töörežiimid .....	27
2.1.3 Katseseadme põhiosad .....	29
2.2 Katsemetoodika.....	30
2.2.1 Katsete eesmärgid.....	31
2.2.2 Kasutatavad materjalid .....	31
2.2.3 Analüüsi meetodid .....	32
2.2.4 Materjalibilansi koostamine ja efektiivsuse leidmine.....	33
2.2.5 Perioodilise ekstraktsiooni läbiviimine .....	34
2.2.6 Pideva ekstraktsiooni läbiviimine .....	39
2.3 Pilootseadme hooldus.....	40
2.3.1 Pilootseadme tavapuhastus .....	40
2.3.2 Täiendatud pesemine denatureeritud piiritusega .....	41
2.4 Katse tulemused ja nende analüüs.....	42
2.4.1 Eelkatsed .....	42
2.4.2 Perioodilise vedelik-vedelik ekstraktsiooni eksperimentaalne uurimine .....	45
2.5 Järeldused .....	48
KOKKUVÕTE .....	50
SUMMARY.....	51
KASUTATUD KIRJANDUSE LOETELU .....	52
LISAD .....	53

# SISSEJUHATUS

Vedelik-vedelik ekstraktsiooni eesmärgiks on eraldada sihtkomponent lähtesegust selektiivsesse lahustisse ehk ekstrahenti. Vedelik-vedelik ekstraktsiooni hakati tööstuses laialdasemalt kasutama alates 1930. aastatest. Tavaliselt kasutatakse vedelik-vedelik ekstraktsiooni koos teiste separatsiooniprotsessidega, kuna ekstraheerimisel kasutatavad ained ning saadud produktid nõuavad enamasti järeltöötlemist.

Tallinna Tehnikaülikooli Energiatehnoloogia instituudi keemiatehnika laboris on uus vedelik-vedelik ekstraktsiooni seade, mida ei ole siiani kasutusele võetud. Laboris oleva pilootseadme mudeliks on GUNT CE 620. Seade on varustatud pihustuskolonniga, millesse on võimalik lisada ka täidise kiht. Samuti on lisatud seadmele destillatsioonisüsteem, et läbi viia destillatsiooni ekstraktsioonist saadud produktidega. Seadmel on võimalik sooritada nii pidevas kui ka perioodilises režiimis vedelik-vedelik ekstraktsiooni. Kuna seade tuleb käivitada ning ta tööd testida, et kasutada seadet õppetöös, siis käesoleva bakalaureusetöö raames see ette võetigi.

***Bakalaureusetöö põhieesmärkideks olid keemiatehnika laboratooriumi ekstraktsiooniseadme töö eksperimentaalne uurimine, vedelik-vedelik ekstraktsiooni katsete teostamine ja katsetulemuste analüüs. Samuti laboratoorse töö „Vedelik-vedelik ekstraktsiooni uurimine“ juhendi koostamine katseseadme tootja kasutusjuhendi ja teostatud eksperimentide baasil.***

Antud bakalaureusetöös on koostatud teoreetiline ülevaade vedelik-vedelik ekstraktsiooni olemuse, seadmete ning rakendamise kohta. Bakalaureusetöö oluliseks osaks on eksperimentaalne osa, mille käigus on testitud pilootseadet ja läbi viidud perioodilise vedelik-vedelik ekstraktsiooni katsed. Katsete aluseks on võetud tööstusliku protsessi mudel, kus eraldatakse letsitiini toortaimeõlidest, kasutades vett.

# **1 TEOREETILINE ÜLEVAADE EKSTRAKTSIOONIST**

Kuna antud töö eesmärk oli keemiatehnika laboratooriumi ekstraktsiooni pilootseadmega tutvumine, seadme käivitamine ja eelkatsete läbiviimine, siis käesolevas peatükis esitatakse lühiülevaade vedelik-vedelik ekstraktsiooni olemusest, teostamisest ning seadmetest.

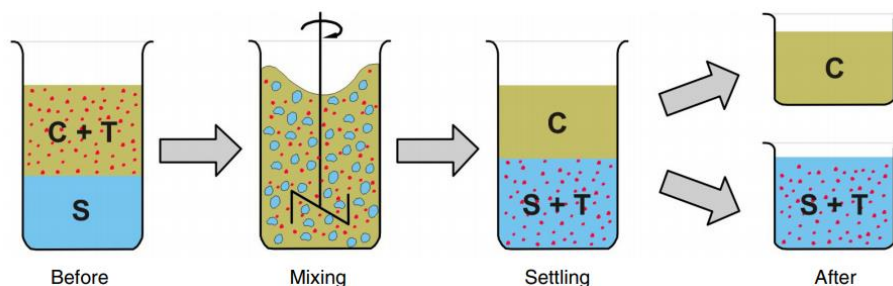
## **1.1 Vedelik-vedelik ekstraktsiooni üldised põhimõtted**

Vedelik-vedelik ekstraktsiooniks nimetatakse protsessi, kus eraldatakse lähtesegus lahustunud komponente, kasutades selleks teist lähtesegus mitte lahustuvat vedelikku. Ekstraktsiooni protsessis koosneb lähtesegu kandevedelikust ning sihtkomponendist, mida üritatakse eraldada.

Ekstraktsioonil kasutatakse ekstrahenti ehk selektiivset lahust, et eraldada lähtesegust sihtkomponent. Ekstrahendi lahus peab olema lahustumatu või ainult osaliselt lahustuv lähtesegus. Ekstrahent võib olla ka lahus mitmest erinevast ainest.

Ekstraktsioonil ekstraheeritav sihtkomponent peab olema lahustuv nii kandevedelikus kui ka ekstrahendis. Kandevedelik ja ekstrahent peaksid moodustama faasiipiiri, et oleks võimalik eraldada vedelikke omavahel. Faasiipiiri tekke eelduseks on tavaliselt kandevedeliku ja ekstrahendi tiheduste vahe.

Pärast vedelik-vedelik ekstraktsiooni protsessi läbiviimist kutsutakse saadudprodukte vastavalt ekstraktiks ning rafinaadiks. Ekstrakt koosneb sihtkomponendiga rikastatud ekstrahendist. Rafinaat sisaldab aga esialgset lähtesegus olevat kandevedeliku ning ekstraheerimata jäänud sihtkomponenti. [1]



Joonis 1.1. Ekstraktsiooni põhimõtteline skeem, kus S – ekstrahent, T – sihtkomponent, C – kandevedelik [2]

Joonisel 1.1. on esitatud skeem lihtsustatud vedelik-vedelik ekstraktsiooni protsessist. Vedelik-vedelik ekstraktsiooni eesmärgiks on viia üle sihtkomponent lähtesegust selektiivsesse lahustisse ehk ekstrahenti. Kõige lihtsam vedelik-vedelik ekstraktsiooni süsteem koosneb ühest sihtkomponendist, kandevedelikust ja ekstrahendist. Süsteemis esialgselt segatakse mõlemad vedelikud ning seejärel need settivad. Vedelike tiheduste erinevuse tõttu toimub settimine kahes kihis. Pärast vedelike settimist lahutatakse mõlemad vedelikud üksteisest. Saadakse ekstrakt, mis koosneb ekstrahendist ning sellesse lahustunud sihtkomponendist, ja rafinaat, mis koosneb kandevedelikku järele jäänud sihtkomponendist ning kandevedelikust ise. [2]

### Ekstrahendi valik

Ekstrahendi valimisel ekstraktsiooni protsessiks tuleb tähele panna järgmisi faktoreid:

- Ekstrahendi selektiivsus – mida suurem on ekstrahendi ja kandevedeliku vaheline selektiivsus sihtkomponendi suhtes, seda parem on kasutatav ekstrahent. [3]
- Jaotustegur – jaotustegur näitab ekstraktis sisalduva sihtkomponendi kontsentratsiooni suhet võrreldes rafinaadis sisalduva sihtkomponendi kontsentratsiooniga. Mida suurem on jaotusteguri väärtus, seda vähem kulub ekstrahenti ekstraheerimisel, mis vähendab protsessi kulusid. [3]
- Tihedus – mida suurem on tiheduste vahe lähtesegul ja ekstrahendil seda lihtsam on lahutada omavahel saadud ekstrakti ja rafinaati. [3]
- Vastastikune lahustuvus – ideaalis on kandevedelik ja ekstrahent üksteises lahustumatu, kuid tegelikkuses ei ole see kahjuks alati võimalik. Mida väiksem on vastastikune lahustuvus seda keerulisem on pärast rafinaadi ning ekstrakti puhastamine. [3]
- Viskoossus – madal viskoossus on eelistatud, kuna kõrgema viskoossuse juures suureneb massiläbikandetakistus ning raskeneb vedelik-vedelik ekstraktsiooni protsessi. [1]



- Pindpinevuse erinevus – süsteemides, kus pindpinevuse erinevus on liiga väike võivad segud kergesti emulgeeruda. Kui aga pindpinevuste erinevus on liiga suur liituvad omavahel tilgad ning seega väheneb tilkade kogupinna ala, mille vähenemise tõttu väheneb massivahetuse efektiivsus. [1]
- Regeneeritavus – lihtne ekstrahendi regeneeritavus vähendab kulusid. [1]
- Korduvkasutatavus – võimalused taaskasutada ekstraheerimise läbinud ekstrahenti on teretulnud. [1]
- Inertsus – ekstrahendi valikul on eelistatud inertsus sihtkomponendi, kandevedeliku ning aparatuuri materjalide suhtes. [1]
- Ohutus – ekstrahendi valik peaks olema mitte mürgine ning tuleohtlik, kui ekstraktsiooni tingimused võimaldavad kasutada sellist ekstrahenti. [3]
- Saadavus ja maksumus – ekstrahendi valik peaks olema lihtsasti kättesaadav ning mõistliku hinna juures. Vahel on kogu protsessi kulusid vaadates mõistlikum valida kallim ekstrahent. [3]

## 1.2 Tasakaal vedelik-vedelik ekstraktsioonil

Vedelik-vedeliksüsteemis sihtkomponendi tasakaalne kontsentratsioon määratakse komponendi keemiliste potentsiaalide võrdsusega kontakteeruvates vedelikes ehk üks vedelfaas on tasakaalus teise vedelfaasiga kui nende sihtkomponentide keemilised potentsiaalid on võrdsed:

$$\mu_E = \mu_R \quad (1.1)$$

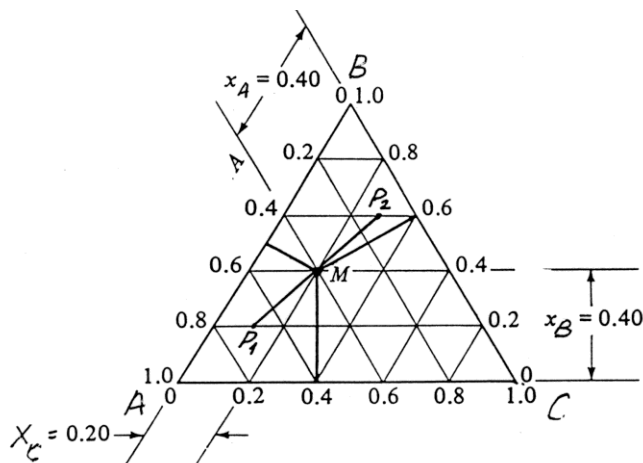
kus  $\mu_E$  on sihtkomponendi keemiline potentsiaal ekstraktis ning  $\mu_R$  on sihtkomponendi keemiline potentsiaal rafinaadis. [4]

### Faaside reegel

Tavaliselt on vedelik-vedelik süsteemis kolm komponenti ning kaks vedeliku faasi tasakaalus. Kui kasutada faaside reeglit, siis vabadus astmete arvuks on 3. Faaside reeglile vastavalt on kolmeks sõltumatuks muutujaks temperatuur, rõhk ning koostis. Kui süsteemis on määratud rõhk ja temperatuur, siis tasakaalu korral piisab ühe kontsentratsiooni määramisest kummaski faasis, et fikseerida süsteem. [5]

## Kolmnurkdiagrammid

Kolmekomponendiliste süsteemide tasakaalu esitamiseks kasutatakse tavaliselt võrdkülgset kolmnurka (joonis 1.2), mõningail juhtudel on ka otstarbekas kasutada teist tüüpi diagramme. Diagrammid on kolmnurksed, kuna igal küljel on võimalik kujutada eraldi puhta komponendi kontsentratsiooni. Samuti võimaldavad kolmnurkdiagrammid arvestada komponentide omavahelisi lahustumisi. [4]

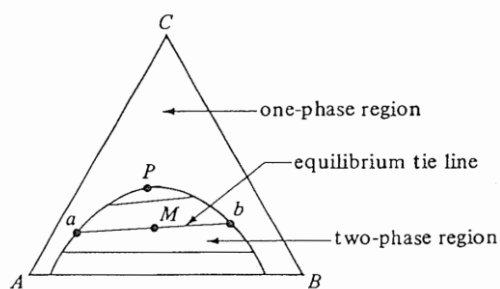


Joonis 1.2. Kolmekomponentse segu kontsentratsioonid kolmnurkdiagrammil [4]

## Kolmnurkdiagrammi selgitus

Kolmnurga tipud A, B ja C tähistavad puhtaid aineid. Külgedel AB, BC ja CA võime eristada kahekomponendilisi süsteeme, kolmnurga sees olevad punktid vastavad aga kolmekomponendilistele süsteemidele. Kolmnurga külgedele on kantud mool- või massiprotsendile vastav skaala, küljepunktide ühendamisel saadakse skaalavõrk ka kolmnurga sees. [4]

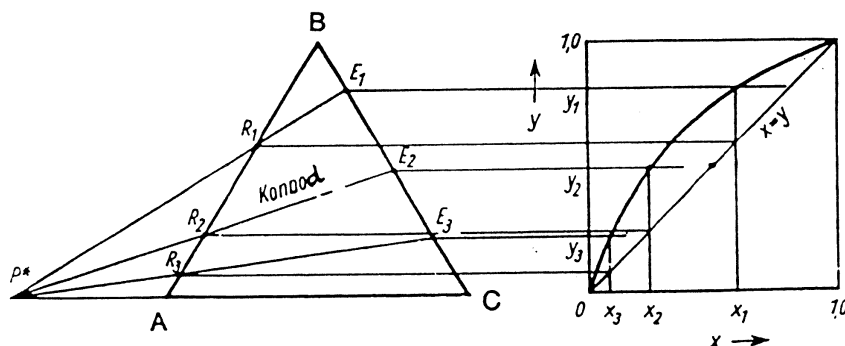
Samuti tuleb arvestada kolmnurkdiagrammide puhul, et harva on lahustid teineteises täielikult lahustumatud ja seetõttu võib nii ekstraktis kui ka rafinaadis sisalduda mõnevõrra mõlemaid lahusteid. [4] Joonisel 1.3 on kujutatud osaliselt üksteises lahustunud komponentide skeem.



Joonis 1.3 Kolmekomponentse segu kontsentratsioonid kolmnurkdiagrammil kui ained A ja B on osaliselt lahustuvad [5]

## Ekstraktsiooni tasakaalu kujutamine kolmnurkdiagrammil

Kui lahustid on teineteises täielikult lahustumatud, väljendub kahekomponendilise süsteemi koostis kolmnurga küljel AC. Kui sellises süsteemis on aine B, siis jaotub see ainete A ja C kihtides vastavalt Nernsti jaotusseadusele (joonis 1.4). [4]



Joonis 1.4. Kolmiksüsteemi tasakaaludiagramm (ained A ja C ei lahustu teineteises) [4]

Tasakaalus olevas süsteemis aine B kontsentratsioonid ainete A ja C kihtides (rafinaadis ja ekstraktis) on graafikul esitatud külgedel AB ja CB. Rafinaadi ja ekstrakti koostisi ühendaval lõigul  $R_1E_1$  asub ka süsteemi üldkoostist väljendav punkt. Tasakaalulisi koostisi ühendavat sirglõiku nimetatakse konoodiks. Omavahel mittelahustuvate lahustitega süsteemi konoodid lõikuvad pooluses. Sellise süsteemi tasakaalujoon on ka esitatav  $xy$ -diagrammil. [4]

## Jaotustegur

Jaotustegur väljendab ideaalsete lahuste puhul tasakaalu. Jaotustegur näitab ekstraktis sisalduva sihtkomponendi B kontsentratsiooni  $X_{B,E}$  suhet rafinaadis sisalduva sihtkomponendi kontsentratsiooniga  $X_{B,R}$ .

$$K_B = \frac{X_{B,E}}{X_{B,R}}, \quad (1.2)$$

Vastavalt jaotustegurile toimub sihtkomponendi B jaotumine kahe faasi vahel. Mida suurem on  $K$ , seda suurem on antud ekstrahendi võime eraldada sihtkomponenti. [4]

Majanduslikult soovitatakse kasutada sellist ekstrahenti, mille puhul jaotusteguri väärtus on suurem kui 10, kuna sellisel juhul on võimalik töötada väiksema ekstrahendi kuluga ning saada suurem sihtkomponendi kontsentratsioon ekstraktis. [1]

## Selektiivsus

Ekstrahendi selektiivsuse all mõistetakse ekstrahendi omadust eelistatavalt lahustada üht või mitut kindlat ekstraheeritava lahuse komponenti. Selektiivsuse järgi tuleb valida ekstrahenti, sest sellest oleneb otseselt ekstrahendi kulu ning kasutatavus.

Selektiivsust iseloomustab hästi selektiivsustegur  $\beta$ . Ekstrahendi C selektiivsust aine B suhtes väljendab avaldis:

$$\beta = \frac{Y_B}{Y_A} * \frac{X_A}{X_B}, \quad (1.3)$$

$\beta$  näitab ainete B ja A kontsentratsioonide suhet ekstraktis ja jagatud nende suhtega rafinaadis, kontsentratsioonid on arvutatud ekstrahendi C kontsentratsiooni arvestamata. Mida suurem on  $\beta$  väärtus, seda selektiivsem on ekstrahent. Kui  $\beta \leq 1$  siis ekstraktsiooni ei toimu.

Samuti võib väljendada selektiivsustegurit  $\beta$ , kasutades jaotustegurit  $K$ . [4]

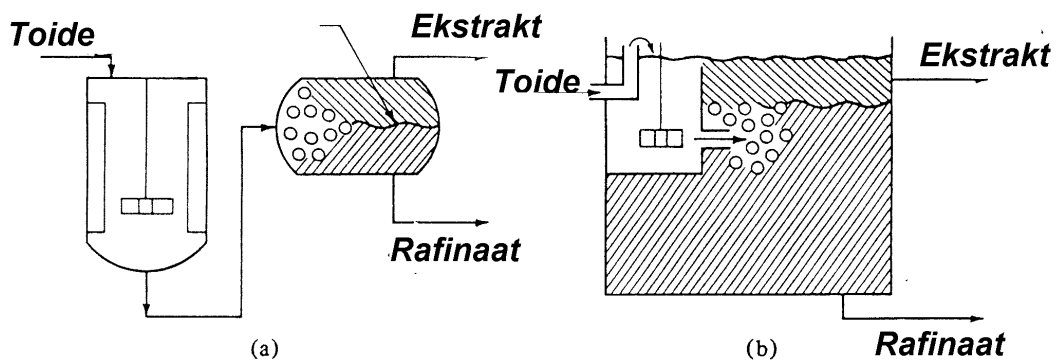
$$\beta = \frac{K_B}{K_A}, \quad (1.4)$$

### 1.3 Ekstraktsiooni meetodid

Järgevas peatükis on toodud peamised kasutatavad ekstraktsiooni meetodid:

- üheastmeline perioodiline ja pidev ekstraktsioon;
- mitmeastmeline ekstraktsioon ristvoolus;
- mitmeastmeline ekstraktsioon vastuvoolus;
- selektiiv- ehk fraktsiooniv ekstraktsioon.

#### Üheastmeline ekstraktsioon



Joonis 1.5. Üheastmeliste tasakaalsete ekstraktsiooniseadmete põhimõttelised skeemid [5]

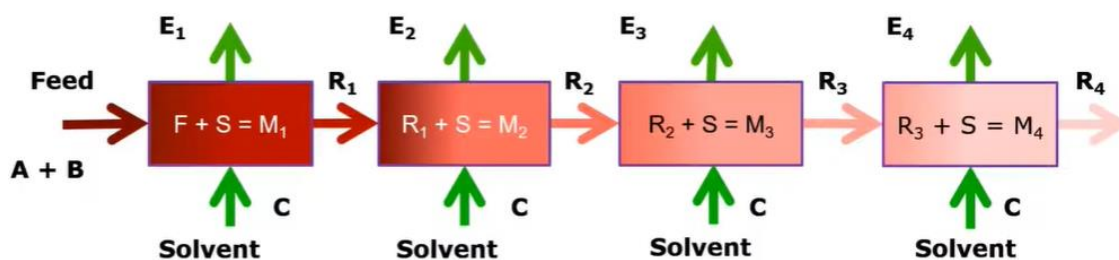
Joonisel 1.5 on esitatud üheastmeliste tasakaalsete ekstraktsiooniseadmete põhimõttelised skeemid.

Üheastmeline perioodiline ekstraktsioon viiakse läbi aparaadis, kus lähtesegu hulga lisatakse kindel hulk ekstrahenti. Vedelikke segatakse, kuni ülemineva aine suhtes tasakaalu tekkeni. Seejärel jäetakse segu kihistuma ja eraldatakse ekstraktikiht rafinaadikihist.

Üheastmelise pideva protsessi puhul juhitakse nii lähtesegu kui ka ekstrahenti kontaktiparaati pidevalt. Tekkinud emulsioon kihistub selitis, kust võetakse rafinaat ja ekstrakt.

Üheastmelisel ekstraktsioonil isegi siis, kui ekstrakti ja rafinaadi koostised on saavutanud tasakaalu, erinevad nad mõnikord liialt vähe lähtelahuse koostisest. Ekstraktsiooni efektiivsust saab tunduvalt suurendada ekstraheerides korduvalt lähtesegu kindlat hulka värske ekstrahendiga. [4]

### Mitmeastmeline ekstraktsioon ristvoolus

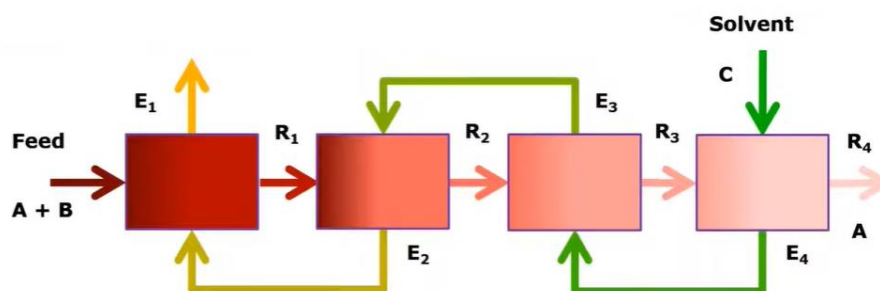


Joonis 1.6 Mitmeastmeline ekstraktsioon ristvoolus, kus A,B – lähtesegu komponendid, C – ekstrahent, R – rafinaat, E – ekstrakt, M – lähtesegu ja ekstrahendi segu [6]

Mitmeastmelisel ekstraktsioonil töödeldakse ristvoolus üheastmelisel ekstraheerimisel saadud rafinaati veel mitmel korral uue ekstrahendi hulgaga (joonis 1.6). Arvestades liikumapaneva jõu suurenemist on selline ekstraktsioon palju efektiivsem kui üheastmeline ekstraktsioon. Sama ekstrahendi üldhulgaga on võimalik eraldada suurem hulk sihtkomponenti ning saada puhtam rafinaat.

Mitmeastmelise ristvoolus ekstraktsiooni puuduseks on suur ekstrahendi kulu ja suhteliselt vähene ekstrakti küllastumine. Protsessi efektiivsus paraneb aga, kui korraldada kontaktaparaatides pidev ekstrakti ja rafinaadi vastussuunaline voolamine ehk teostada ekstraktsiooni vastuvoolus. [4]

### Mitmeastmeline ekstraktsioon vastuvoolus



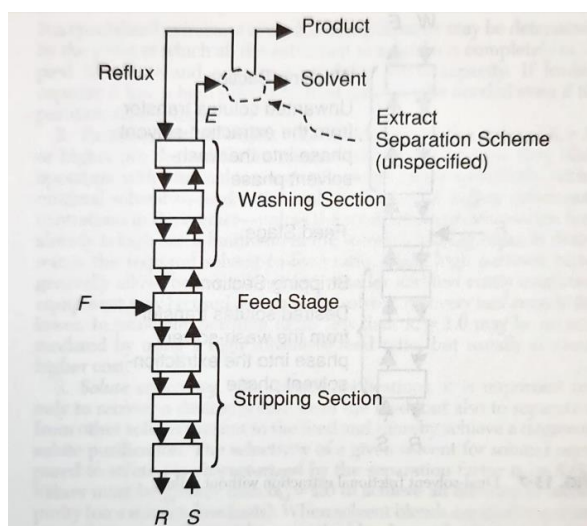
Joonis 1.7 Mitmeastmeline ekstraktsioon vastuvoolus, kus A,B – lähtesegu komponendid, C – ekstrahent, R – rafinaat, E – ekstrakt [6]

Mitmeastmelisel vastuvoolu ekstraktsioonil on protsess korraldatud nii, et ekstraheeritav alglahus liigub üheastmelistes ekstraktorites vastu ekstrahendile (joonis 1.7). Protsessi võib korraldada nii eraldi olevates ekstraktorites kui ka astmelises kolonnekstraktoris. [4]

Vastuvoolu ekstraktsiooni eeliseks on liikumapaneva jõu ühtlustumine seadme mõlemas otsas, mille tõttu on keskmine liikumapanev jõud suurem ning ekstraheeritava aine eraldusaste lähtesegust suurem. [7]

Võrreldes ristvoolu ekstraktsiooniga kulub tavaliselt vastuvoolu ekstraktsioonil vähem ekstrahenti. [1]

### Selektiiv- ehk fraktsiooniv ekstraktsioon



Joonis 1.8 Selektiivekstraktsiooni protsessi skeem [1]

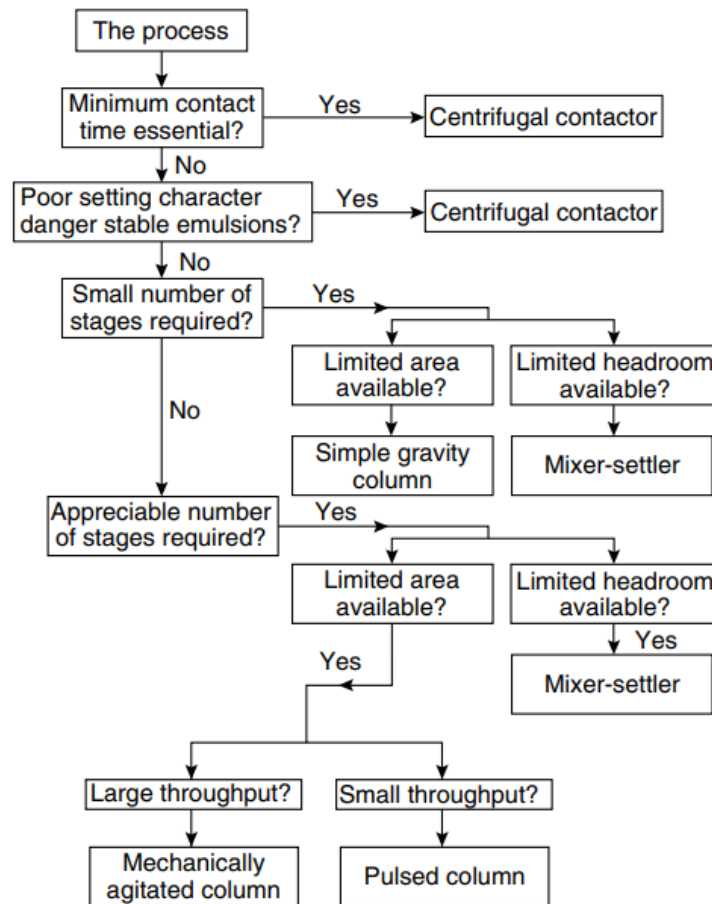
Selektiivekstraktsiooniks nimetatakse meetodi, mille korral lähtesegust eraldatakse selektiivselt kaks või enam komponenti. Antud protsessiks kasutatakse ekstrahenti, kus üks sihtkomponent lahustub aga teine mitte. Samuti võib kasutada mitut ekstrahenti ühes süsteemis. Tavaliselt lahkub süsteemist üks sihtkomponent rafinaadis ning teine ekstraktis. Selektiivekstraktsiooni seadmete projekteerimine toimub katseandmete alusel. [1,4]

## 1.4 Ekstraktsiooniseadmed

Ekstraktori valimisel tuleb arvestada järgmiste teguritega:

- lahutamiseks vajalike talakaaluastmete arv;
- aparadi mahutavus;
- faaside settimisomadused;
- olemasolev põrandapind ja pearuum. [3]

Ekstraktsiooniseadme valimiseks on ka loodud erinevaid valiku juhendeid. Näiteks on toodud üks valikujuhend (joonis 1.9).



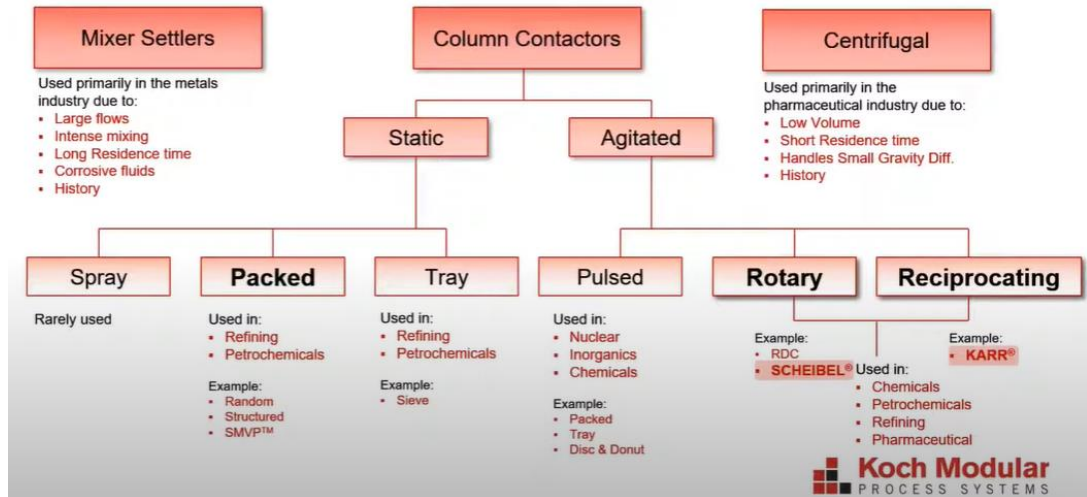
Joonis 1.9 Vedelik-vedelik ekstraktsiooni seadmete valiku juhend Hansoni järgi, 1968 [3]

Ekstraktsiooniseadmed jagunevad kolme valdkonda (joonis 1.10):

- mehhaanilise segistiga mahutid;
- ekstraktsioonikolonnid;
- tsentrifugaalekstraktorid;

millest omakorda ekstraktsioonikolonnid jagunevad kahte suuremasse valdkonda:

- staatilised kolonnid;
- segistitega kolonnid. [6]



Joonis 1.10 Ekstraktsiooniseadmete jaotamine [6]

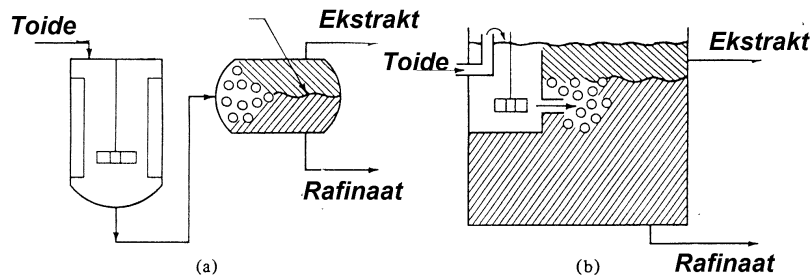
### 1.4.1 Mehhaanilise segistiga mahutid

Efektiivse massivahetuse saavutamiseks kasutatakse sageli segistit, et viia kontakti kaks vedeliku faasi. Tavaliselt üks vedelfaas viiakse teise väikeste tilkadena. Küllaldase kontakti aja möödudes toimub faaside vahel massivahetus. Loodud tilgad ei tohi olla liiga väikesed, kuna muidu võib tekkida emulsioon. Samuti liiga väikesed tilgad pikendavad vedelike settimiseks kuluvat aega. Liiga suured tilgad aga vähendavad massivahetuse efektiivsust. [5,8]

Kasutatud segisti ja seliti võivad olla eraldi või kombineeritud. Mõlemad tüüpi mahutid on kasutusel mitmeastmelisel vastuvoolu ekstraktsioonil. Mahutitele võivad olla asetatud vaheplaadid sissevoolu juures, et tagada lahuse ühtlast jaotust selitis. Mahutites toimub vedelike kihistumine gravitatsiooni toimel, seega peavad olema kasutusel erinevate tihedustega vedelikud. Tavaliselt on mehaaniliste segistitega mahutid 75-100% efektiivsusega. [5,8]

Mehaaniliste segistitega mahuteid kasutatakse järgmistes valdkondades: naftakeemias, tuumaenergeetikas, väetiste tootmisel ja metallurgias. Näiteks kasutatakse mahuteid uraani- ja vasesoolade ekstraktsioonil vesilahustest. [1,5]





Joonis 1.11 Üheastmelised ekstraktsiooniseadmed, a) eraldi segamistank ja settimistank, b) kombineeritud segamis- ja settimistank. [5]

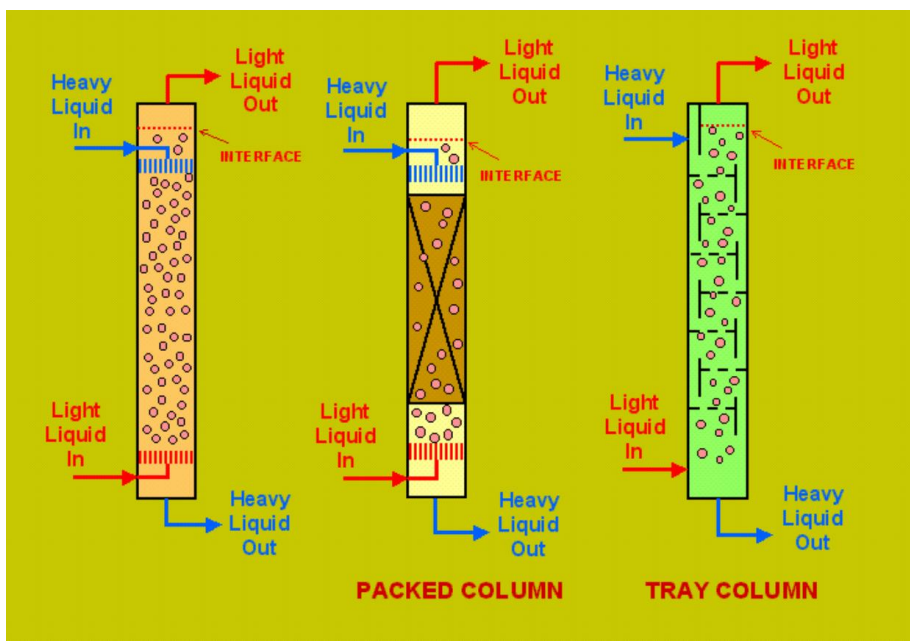
### 1.4.2 Staatilised ekstraktsioonikolonnid

Staatilised ekstraktsioonikolonnid on oma konstruktsioonilt lihtsad ning võimaldavad madalat kuni keskmist efektiivsust massivahetusel, odavate opereerimiskulude juures. Kolonnid võimaldavad toota suures kogusesprodukte. [1]

Ekstraktsioonikolonnides tavaliselt voolavad kaks faasi vastuvoolus üksteisega. Staatilises ekstraktsioonikolonnis saavad kokku lähtesegu ning ekstrahent, mille toimel hakkab sihtkomponent üle minema lähtesegust ekstrahenti. Lähtesegu pumbatakse ekstraktsioonikolonna kolonni põhjast, kus lähtesegu hakkab tilkadena liikuma kolonnis üles läbi raskema vedeliku. Ekstrahent pumbatakse kolonni pealt, mis liigub vastuvoolus lähtelahusega kolonni põhja. Kolonni ülevalt kogutakse kergema vedeliku faas ning kolonni põhjast väljub raskema vedeliku faas. Ekstraktsioonikolonnides on võimalik ka ära vahetada, kumb vedelik pumbatakse tilkadena kolonni. [9]

Staatilised kolonnid omakorda jaotuvad järgmisteks kolonni tüüpideks (joonis 1.12):

- pihustuskolonn;
- täidiskolonn;
- taldrikkolonn.



Joonis 1.12 Staatilised kolonnid, järjestuses vasakult paremale pihustuskolonn, täidiskolonn, taldrikkolonn [9]

**Pihustuskolonnid**

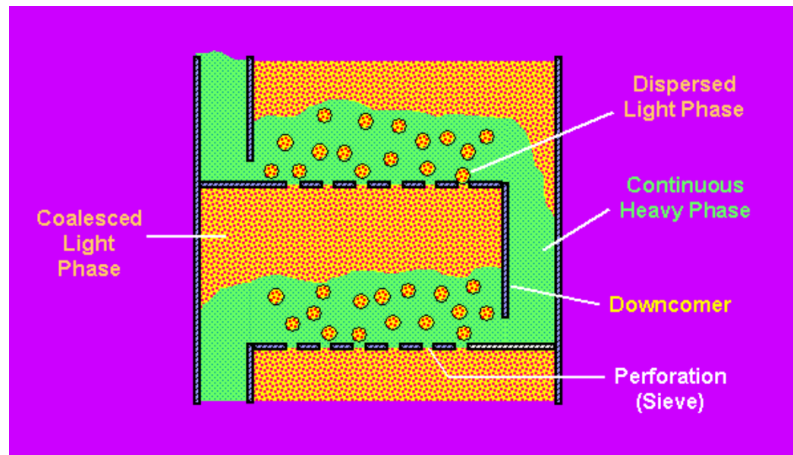
Pihustuskolonnid pakuvad diferentsiaalkontaktset ekstraktsiooni, kus vedelike segamine ja settimine toimub pidevalt ning samaaegselt. Pihustuskolonnis on pidevas faasis väga suur aksiaalne segunemine (tagasisegunemine), mille tõttu on kolonni eraldusaste suhteliselt madal. Tavaliselt vastab kolonni eraldusaste ühele või kahele tasakaaluastmele, seetõttu kasutatakse tööstuses harva pihustuskolonne. Kuigi leidub ikka protsesse, kus kasutatakse pihustuskolonne, näiteks happejäätmete neutralisatsioonil ning pesemisel. [5,7,9]

**Täidiskolonnid**

Täidiskolonnid on täidise kihiga täidetud pihustuskolonnid. Kolonnis olev täidise kiht võib olla struktureeritud või paikneda juhuslikult. Täidise kihi kasutamine kolonnis vähendab aksiaalset segunemist, mis tõstab massivahetuse efektiivsust kolonnis, kuna täidise kiht aitab suuri tilku peenemaks teha, tõstes massivahetuspinda. Samuti on täidise kihi materjali puhul tähtis, et kolonnis olev pidev faas märgaks täidise kihti. Täidiskolonne on ebasobiv kasutada reostunud vedelike, suspensioonide ja kõrge viskoossusega vedelike puhul. Täidiskolonnid on efektiivsemad kui pihustuskolonnid. [5,7,8,9]

**Taldrikkolonnid**

Taldrikkolonnid on samuti efektiivsemad kui pihustuskolonnid. Taldrikkolonnid sobivad kasutamiseks korrosiivsetes süsteemides. Kolonnides on perforatsioonid, millest voolab tilkadena läbi pumbatud vedelik. Kolonnis olev pidev faas voolab taldrikute peal ning allavoolust alla kolonni põhja (joonis 1.13). [9]



Joonis 1.13 Taldrikkolonna tööpõhimõtte ja voogude skeem [9]

### 1.4.3 Segistitega ekstraktsioonikolonnid

Segistitega ekstraktsioonikolonnide tööpõhimõte on analoogne staatilistele kolonnidele, kuid antud juhul on lisatud kolonnile segamiselement. Segatakse, kas mehaaniliselt või siis kolonna pulseerides. Segamist kasutatakse, et suurendada massivahetuspinda ning vähendada massiläbikandetakistust. [7]

Segistitega kolonnid on tavaliselt kõrge efektiivsusega ning hea paindlikkusega erinevate ülesannete jaoks. Samuti võimaldavad kolonnid töötada süsteemidega, kus esineb vedelike vahel suur pindpinevus. [1]

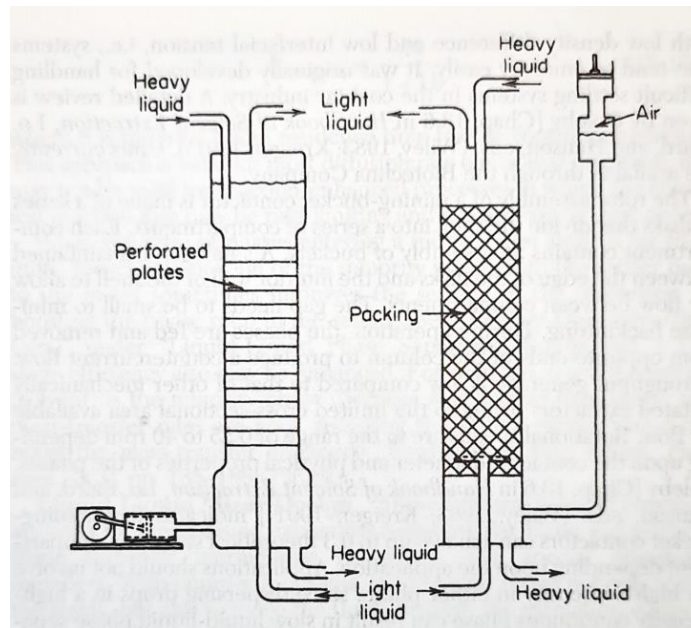
Peamiselt eristatakse segistitega ekstraktsioonikolonne nende segamis viisi järgi. Järgnevalt on toodud, kuidas on jaotatud ekstraktsioonikolonnid:

- pulseerivad kolonnid;
- mehaaniliste segistitega kolonnid.

#### **Pulseerivad kolonnid**

Pulseerivad kolonnid on tavaliselt täidis- või taldrikkolonnid, millele on lisatud segamiseks pulseerimine (joonis 1.14). Pulseerimiseks kutsutakse kolonnis oleva lahuse kiiret edasi-tagasi võngutamist. Pulseeritud kolonnid sobivad hästi korrosiivsete ja toksiliste segude ekstraktsiooniks, kus on vaja tagada hermeetiliselt suletud süsteem. [1,4,7]

Pulseerivaid kolonne on kasutatud tuumaenergeetikas, kuid nende kasutamine on vähenenud aastate jooksul. Peamiseks probleemiks on, et liiga suure kolonna diameetri juures ei ole pulseerimine enam ühtlane. [7]



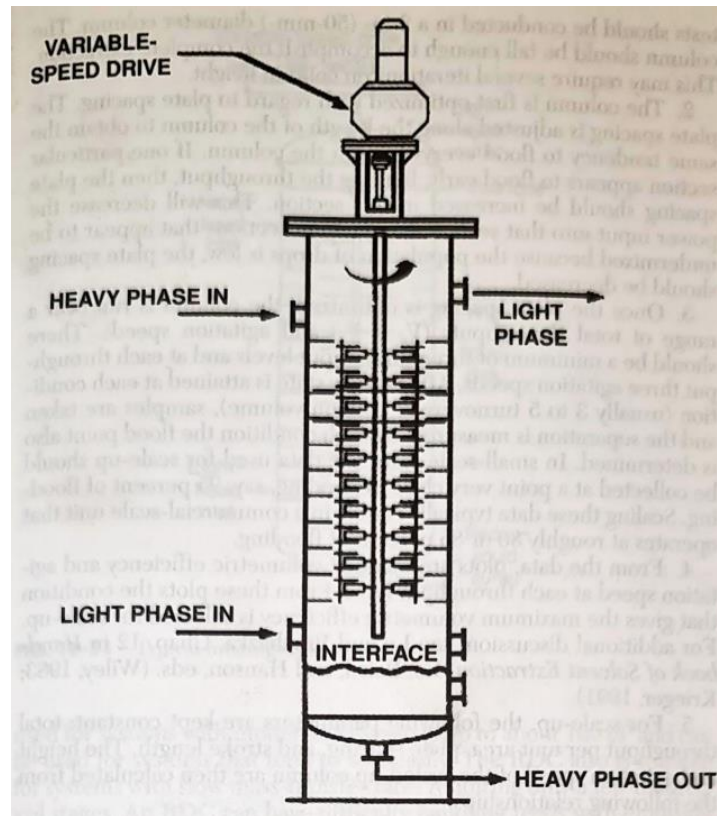
Joonis 1.14 Pulseeritud taldrikkolonn ja täidiskolonn [1]

### **Mehaaniliste segistitega kolonnid**

Segistitega ekstraktsioonikolonnides on tähtis segistite asetus. Mehaaniliste segistite puhul on need paigaldatud pikkupidi, et vähendada aksiaalset segunemist kolonnis. Segistid tekitavad segamisalaseid, mis vahelduvad kolonni settimisaladega. [7]

Segistitega kolonnid on levinud vedelik-vedelik ekstraktsioonis ning seega on olemas palju erinevaid kolonni mudeleid. Kolm tuntumat kolonni mudelit on Scheibeli, Kühni ja Karri kolonn (joonis 1.15).

Segistitega kolonne kasutatakse naftakeemia-, keemia-, ravimite- ning väetiste tööstuses ning metallurgias. [1]



Joonis 1.15 Scheibeli ekstraktsioonikolonni skeem [1]

#### 1.4.4 Tsentrifugaalekstraktorid

Sageli nõuab faaside kiiret eraldamist asjaolu, et keemilise labiilsuse tõttu ei või alati lubada faaside pikaaegset kontakti. Tsentrifugaalekstraktorid võimaldavad suhteliselt kiiret faaside kontakteerimist ja hilisemat lahutamist.

Tsentrifugaalekstraktoris suunatakse kergem vedelik rootori välispinnale, mis tungib läbi avade tsentri poole. Kergemale vedelikule liigub vastu keskele suunatud ja perifeeriasse tsentrifugaaljõul tungiv raskem vedelik. Vastassuunalisel liikumisel segunevad vedelikud avades, kuid spiraali käikudes toimub intensiivne faaside eraldumine. Kergem faas väljub tsentrist ja raskem perifeeriast. [4]

Tsentrifugaalekstraktorite kasus on eriti tähtis süsivesinike segudest happeliste sadestite eraldamisel. Samuti kasutatakse tsentrifugaalekstraktoreid rafineeritud toiduõlide puhastamisel. [8]

## 1.5 Ekstraktsiooni rakendamine tehnoloogias

Vedelik-vedelik ekstraktsiooni on harjutatud juba Vana-Rooma ajast, kus eraldati kulda ja hõbedat vedelast vasest kasutades ekstrahendina vedelat pliidi. Alates 1930. aastatest võeti kasutusele tööstuses esimesed suuremahulised vedelik-vedelik ekstraktsiooniseadmed. [7]

Ekstraktsiooni kasutatakse alternatiivina destillatsioonile järgmistes situatsioonides:

- Kui lähtesegu komponentidel on lähedased keemistemperatuurid ning suhteline lenduvus on madalam kui 1,2. Antud juhul võib olla sihtkomponendi ekstraktsioon ekstrahendiga odavam. [3]
- Kui lähtesegu komponendid moodustavad aseptroopse segu. [3]
- Kui sihtkomponent on termolabiilne ning on võimalik komponenti ekstraheerida madalama keemispunktiga ekstrahenti. [3]
- Kui destillatsioon toimub madalatel rõhkudel, alla 50 mm Hg. Samuti kui destillatsiooniks vajalik kolonni diameeter oleks liiga lai. [1]
- Kui soovitud komponente ei saa destillatsiooniga eraldada. [1]

Ekstraktsiooniga tekivad aga lisaetapid produkti saamiseks võrreldes destillatsiooniga, näiteks rafinaadi ning ekstrakti edasi töötlemine ja ekstrahendi regenerereerimine. [1]

Järgnevalt on toodud näited valdkondadest, kus kasutatakse vedelik-vedelik ekstraktsiooni:

- Madala lenduvusega saasteainete eemaldamiseks reoveest.
- Üheks suurimaks vedelik-vedelik ekstraktsiooni rakendavaks protsessiks üle maailma on aromaatsete ühendite ekstraktsioon süsivesinike segudest.
- CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S ning teiste happeliste saasteainete eemaldamine vedelgaasist (LPG) ja veeldatud maagaasist (LNG) nende tootmisel.
- Farmaatsiatoodete ekstraktsioon. Antibiootikumide ja teiste keerukamate orgaaniliste ühendite ekstraheerimine pärast fermentatsiooni, kasutades erinevaid hapniku sisaldavaid orgaanilisi lahendajaid, näiteks atsetaate ja ketoone. Samuti ka vitamiinide tootmine.
- Orgaanika eemaldamine veetöötlusel, kui vees olevate lisandite kontsentratsioon on suurem kui 20-50 ppm. Vedelik-vedelik ekstraktsioon võib olla odavam protsess võrreldes aktiivsüsi adsorptsiooniga.
- Uraani, plutooniumi ja teiste haruldaste metallide ekstraktsioon. [10]

## 2 EKSPERIMENTAALNE OSA

Bakalaureusetöö üheks peaesmärgiks oli tutvumine keemiatehnika laboratooriumis ekstraktsiooniseadme ehituse ja tööga, seadme käivitamine ning vedelik-vedelik ekstraktsiooni katsete teostamine ja katsetulemuste analüüs.

Katsed viidi läbi TTÜ Energiatehnoloogia instituudi keemiatehnika laboratooriumis oleval ekstraktsiooniseadmel. Seadmel teostati:

- ekstraktsiooniseadme esialgne puhastamine;
- ekstraktsiooniseadme testimine, eelkatsed;
- perioodilise ekstraktsiooni katsed.

Samuti koostati laboratoorse töö „Vedelik-vedelik ekstraktsiooni uurimine“ katseseadme juhend, kasutades tootja kasutusjuhendit ja teostatud eksperimentidest saadud teadmisi.

Bakalaureusetöös kasutati vedelik-vedelik ekstraktsiooni pilootseadet, mudel GUNT CE 620. Katseseadme kirjeldus ning katsete meetodika on koostatud tootja kasutusjuhendi põhjal. [2]

### 2.1 Katseseadme kirjeldus

Järgnev alapeatükk on jagatud järgmisteks teemadeks:

- ekstraktsiooni pilootseadme kirjeldus;
- katseseadme töörežiimid;
- katseseadme põhiosad.

#### 2.1.1 Ekstraktsiooni pilootseadme kirjeldus

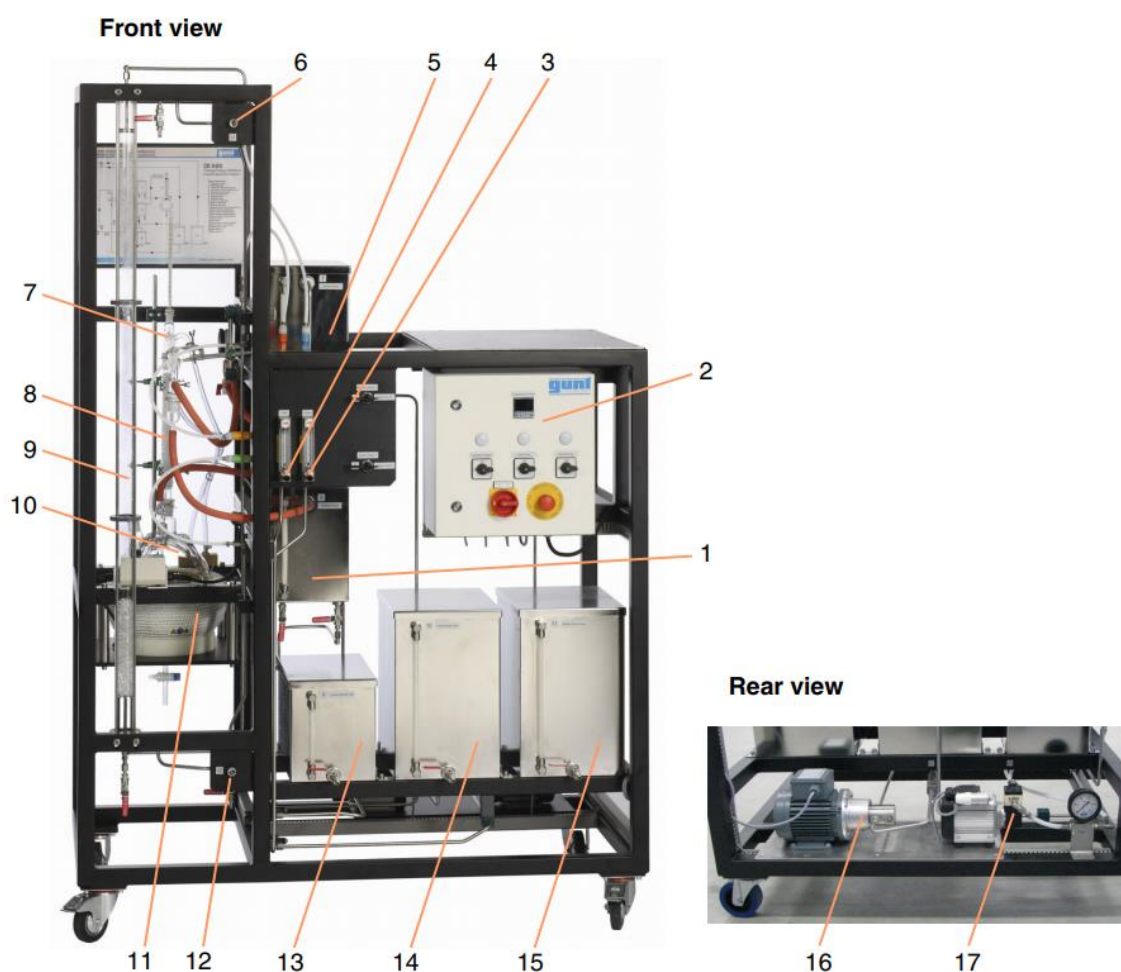
Ekstraktsiooniseadme üldine kirjeldus on järgmine:

Ekstraktsioonikolonne pumbatakse alt ekstraheerimiseks mõeldud lähtesegu, mis liigub vastuvoolus ekstrahendiga, mida pumbatakse kolonne ülevalt. Pumbates kolonne ülevalt ekstrahenti ning kolonne alt lähtesegu, läbib see ekstrahenti, toimub massiläbikanne

ning seetõttu eraldub sihtkomponent ekstrahenti. Kandevedelik ning ekstrahent on üksteises lahustumatud ning seetõttu moodustub kolonni faasidevaheline piirpind kahe vedeliku vahel. Lähtesegu ja ekstrahent väljuvad mõlemad vastupidi süsteemi sisenemisest ehk lähtesegu väljub kolonni ülevalt ning ekstrahent kolonni alt.

Ekstraktsiooniseadmel on võimalik ekstraktsiooni sooritada nii pidevas kui ka perioodilises režiimis. Lisaks sellele on võimalik ka antud seadmel teostada destillatsiooni.

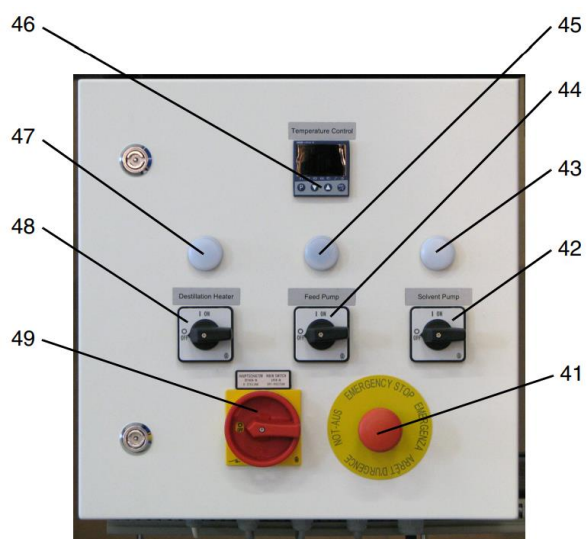
Joonisel 2.1 on näidatud katseseadme põhiliste osade paigutus katseseadmes ning Joonisel 2.2 on kujutatud juhtpaneel.



Joonis 2.1. Ekstraktsiooniseade GUNT CE 620 [2]

1 - Destillaadi tank (B2), 2 - juhtpaneel, 3 - ventiil ekstrahendi kulu reguleerimiseks (V1), 4 - ventiil toite kulu reguleerimiseks (V2), 5 - ekstrahendi tank (B3), 6 - ventiil toite tagasivoolu reguleerimiseks (V4), 7 - jahuti (W1), 8 - destillatsioonikolonn (K2), 9 - ekstraktsioonikolonn (K1), 10 - ümarkolb (B1), 11 - kolvi küte (H1), 12 - ventiil ekstrahendi tagasivoolu reguleerimiseks (V3), 13 - ekstrahendi tank (B1), 14 - toite tank (B5), 15 - rafinaadi tank (B4), 16 - toite pump (P2), 17 - ekstrahendi pump (P1)

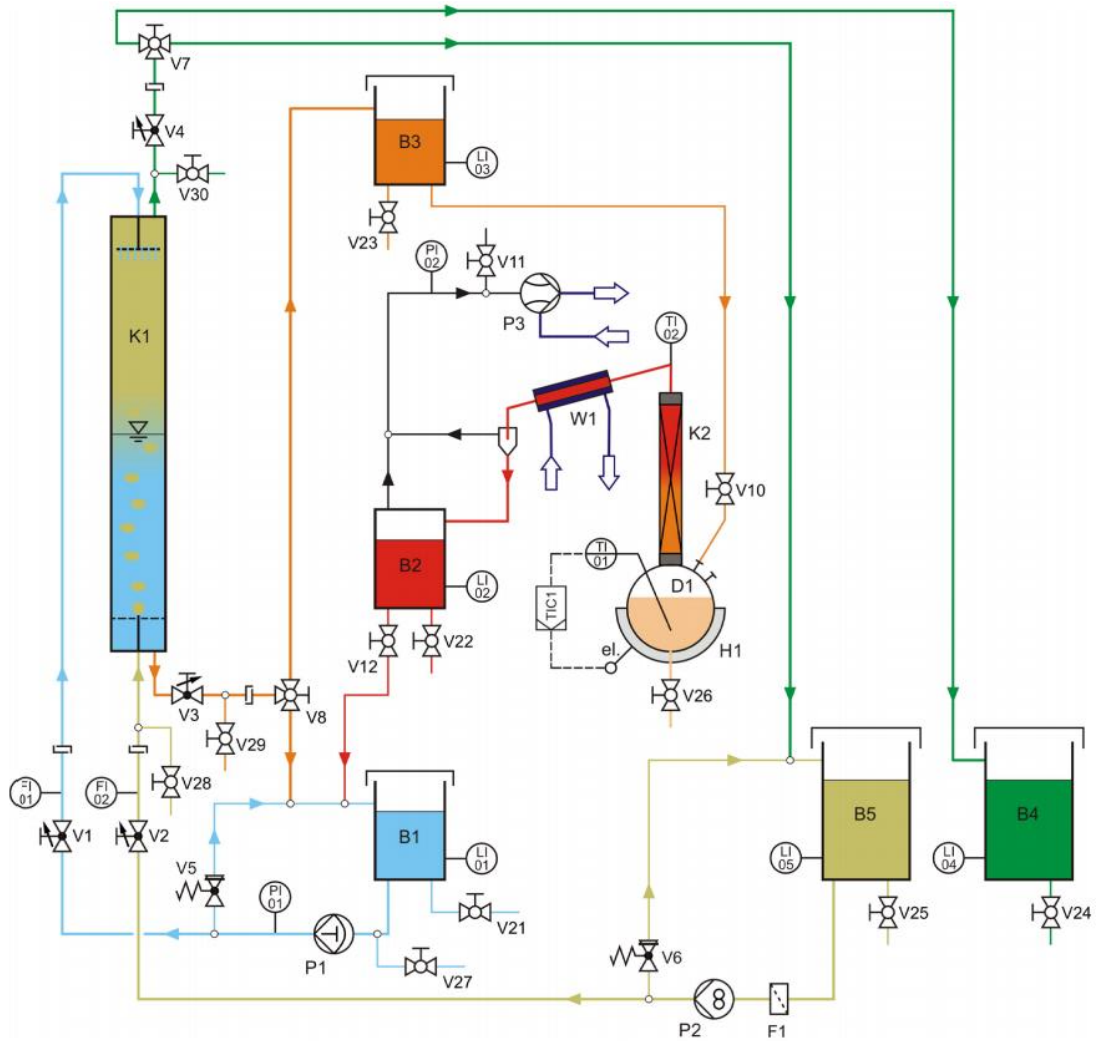




Joonis 2.2. Ekstraktsiooniseadme juhtpaneel [2]

41 – avariilüliti, 42 - ekstrahendi pumba lüliti (P1), 43 - ekstrahendi pumba tuli (P1), 44 - toite pumba lüliti (P2), 45 - toite pumba tuli (P2), 46 - temperatuuri kontrolleri (TIC1), 47 - kolvi kütte tuli (H1), 48 - kolvi kütte lüliti (H1), 49 – pealüliti.

Joonisel 2.3 on esitatud katseseadme skeem, millel on näidatud peale põhiosade ka märgistatud mõõtmispunktid. Samuti on näidatud ära erinevate vedelike voolud.



Joonis 2.3. Katseseadme skeem märgistatud voogude, põhikomponentide ja mõõtmispunktidega [2]

B1 – ekstrahendi tank, B2 – destillaadi tank, B3 – ekstrakti tank, B4 – rafinaadi tank, B5 – toite tank, D1 – ümarkolb, H1 – kolvi küte, K1 – ekstraktsioonikolonn, K2 – destillatsioonikolonn, P1 – ekstrahendi pump, P2 – toite pump, P3 – vaakumpump, W1 – jahuti, F1 – toitepumba imikurn, V1 – V4 – reguleerimisventiilid, V5, V6 – kaitseklapid, V7, V8 – kolmikventiilid, V10 – V30 – ventiilid

Joonisel 2.3 näidatud mõõtmis- ja juhtimisvahendid: FI01 – ekstrahendi kulu, FI02 – lähtesegu kulu, LI01 – LI05 – nivoomõõtja, PI01, PI02 – rõhumõõtjad, TI01 – jäägi temperatuur, TI02 – auru temperatuur, TIC1 – temperatuuri kontrollier.

Joonisel 2.3 on voolud katseseadmes tähistatud järgmiselt:

	- lähtesegu
	- ekstrahent
	- ekstrakt
	- rafinaat
	- jääk
	- destillaat
	- külm vesi

### 2.1.2 Katseseadme töörežiimid

Antud katseseadmega saab läbi viia vedelik-vedelik ekstraktsiooni, kas pidevas või perioodilises režiimis. Sobiva režiimi reguleerimiseks kasutatakse kolmikventiile, et suunata kolonnist tulevad voolud vastavalt tagasi ringlusesse või siis eraldi tankidesse.

Katseseade võimaldab töötada järgmistes režiimides:

- perioodiline ekstraktsioon;
- pidev ekstraktsioon;
- destillatsioon sihtkomponendi eraldamiseks ekstraktist.

#### Perioodiline ekstraktsioon

Perioodilisel ekstraktsioonil on ekstraktsiooni käigus ekstrahendi tankis ekstrahent ning toite tankis lähtesegu. Pärast ekstraktsiooni lõppu on ekstrakt ekstrahendi tankis ja rafinaat toite tankis.

Vedelik-vedelik ekstraktsioon toimub ekstraktsioonikolonnis. Ekstraktsioonikolonnis saavad kokku lähtesegu ning ekstrahent, mille toimel hakkab sihtkomponent üle minema lähtesegust ekstrahenti.

Lähtesegu pumbatakse pidevalt ekstraktsioonikolonna kolonni põhjast, kus lähtesegu hakkab liikuma kolonnis üles. Jõudes kolonni tippu liigub lähtesegu tagasi toite tanki ning ringlus jätkub ekstraktsiooni lõpuni. Samuti ringleb ekstrahent ekstraheerimisel.

Ainult, et ekstrahent pumbatakse kolonni pealt, mis liigub vastuvoolus lähtelahusega kolonni põhja ning väljub tagasi ekstrahendi tanki.

Vastuvoolus liikumise põhjustab tiheduste erinevus lahuste vahel. Seega tuleb alati pumbata madalama tihedusega vedelik sisse kolonni põhjast. Nõutud tiheduste erinevus on täidetud süsteemis kasutuses olevate ainete puhul, kus rapsiõli tihedus on väiksem kui vee oma. Kui kasutada süsteemis alternatiivseid ained on võimalik lihtsalt vahetada vood, kasutades klappide vahelisi kiirühendusi. Ühenduskohad on tähistatud erinevate värvidega, seega algse süsteemi taastamine on lihtne.

### **Pidev ekstraktsioon**

Pideva ekstraktsiooni protsess toimub sarnaselt perioodilise ekstraktsiooni protsessiga. Peamine erinevus pideva ja perioodilise ekstraktsiooni vahel on, et pideva protsessi korral kogu ekstrahent ning lähtesegu läbib süsteemi ainult ühe korra. Öeldes teisiti ekstrakt juhitakse kohe eraldi ekstrakti tanki ning rafinaat eraldi rafinaadi tanki.

Kui võrrelda perioodilise ning pideva režiimi produkte, selgub, et perioodilises režiimis toimub sihtkomponendi parem eraldamine lähtesegust, sihtkomponendi sisaldus ekstraktis on kõrgem ning selles režiimis on pikem faaside kontakti aeg.

### **Destillatsioon**

Lisaks ekstraktsioonile on võimalik ka antud seadmel teostada destillatsiooni.

Destillatsiooniga on võimalik kontsentreerida ekstraktis oleva sihtkomponendi sisaldust, eemaldades sihtkomponent ekstrahendist. Destillatsioonil saadud ekstrakt lahkub destillatsioonikoloni pealt ning kogutakse eraldi tanki. Eraldatud ekstrahenti on võimalik, kas koguda või suunata tagasi süsteemi edasi ringlemiseks.

Destillatsiooniseade on varustatud kuumutatava ümarkolviga, täidiskolonniga ning Liebigi jahutiga. Samuti on paigaldatud seadmele vaakumpump, mis annab võimaluse sooritada destillatsiooni madalal rõhul. Destillatsioonikolvis on võimalik kontrollida temperatuuri kasutades PID regulaatorit (proportsionaal-integraal-diferentsiaalregulaator). Samuti on võimalik määrata destillatsioonikolonnis olevat temperatuuri.

### **2.1.3 Katseseadme põhiosad**

Antud punktis tuuakse välja peamised katseseadme osad ning esitatakse nende täpsem kirjeldus.

Seadme põhiosadeks on:

- ekstraktsioonikolonn;
- lülituskapp ja kontrolleri;
- tankid;
- pumbad ja rotameetrid;
- destillatsioonikolb koos kolonniga.

#### **Ekstraktsioonikolonn**

Ekstraktsioonikolonn on valmistatud borosilikaatklaasist selleks, et oleks võimalik visuaalselt jälgida kolonnis toimuvat ekstraktsiooniprotsessi. Ekstraktsiooni ajal voolavad lähtesegu ning ekstrahent kolonnis üksteisega vastuvoolus.

Lähtesegu siseneb kolonni alt läbi juhttoru. Juhttoru on suunatud kolonni tipu poole, et toetada kergema vedeliku tõusu kolonnis. Ekstrahent siseneb kolonni pealt läbi jaotustoru. Jaotustoru jagab ekstrahendi voolu mitmeks väiksemaks vooks, mis soodustab sihtkomponendi massivahetust kolonnis.

Ala, mis jääb avadega plaadi ning kolonni põhja vahele, nimetatakse ekstrahendi stabiliseerumise tsooniks. Samuti on ka kolonni tipus analoogne stabiliseerumisala. Antud ala, mida nimetatakse lähtesegu stabiliseerumise tsooniks, jääb ekstrahendi jaotustoru ning kolonni tippu vahele. Ala, mis jääb stabiliseerimisalade vahel nimetatakse ekstraktsioonitsooniks (alaks). Stabiliseerimisalad on tähtsad selleks, et vältida nii lähtesegu kui ka ekstrahendi tagasivoolamist valesse tanki. Näiteks, kui sisse pumbatud lähtesegu voolaks koheselt tagasi ekstrahendi tagasivoolust.

Kolonni peal on ka märged, mis näitab kolonni keskpunkti. Ekstraktsiooni ajal on soovitatav hoida lähtesegu ja ekstrahendi faasiipiiri kolonni keskpunktis.

Kolonn võib olla tühi või täidisega (täidiskolonn), kuna kolonni põhjas olev perforeeritud tugiplaad võimaldab täita kolonni täidiselementidega.

#### **Kilp ning kontrolleri**

Kilbilt on võimalik sisse lülitada mõlemad pumbad ja destillatsioonikolvi soojendi, mille sisse lülitamisel süttib vastav tuli lüliti kohal. Samuti saab reguleerida destillatsiooni temperatuuri kasutades kontrolleri.

Kontroller näitab tegelikku temperatuuri destillatsioonikolvis. Kontrolleriga on ka võimalik määrata soovitud temperatuur destillatsiooniks.

Kilbil on veel pealüliti, et käivitada seade, ning avariilüliti hädaolukorras aparadi välja lülitamiseks.

### **Tankid**

Antud ekstraktsiooniseadmepool on olemas viis erinevat tanki, millest kaks on suuremad ning kolm väiksemad. Igal lahuse jaoks on oma tank. Olemas on tankid: rafinaadi, ekstrakti, ekstrahendi, lähtesegu ning destillaadi jaoks. Tankid sisaldavad ka nivootaseme mõõtjaid ning oma väljalasketorusid.

### **Pumbad ja rotameetrid**

Antud süsteemil on kaks pumpa, mis on mõeldud ekstrahendi ning lähtesegu pumpamiseks. Mõlemad pumbad on kaitstud sisemiste kaitseklappidega. Kui pumpamisel puudub takistus ning on olemas vaba äravool, siis töötavad pumbad maksimaalse mahtkuluga. Pumpade kulu väheneb, kui pumbatakse ekstraktsioonikoloni, kuna suureneb takistus süsteemis. Takistuse suurenemisel hakkavad tööle kaitseklapid ning väheneb koloni siseneva lahuse mahtkulu.

Mahtkulu mõõdetakse rotameetritega. Rotameetrite abil on võimalik reguleerida ekstrahendi ja lähtesegu kulu kolonis. Samuti on võimalik suurendada süsteemi takistust sulgedes rotameetrid. Rotameetrid on kalibreeritud vee kulu järgi, seega kui kasutada teisi vedelikke süsteemis, peab kontrollima üle tegeliku kulu. Rotameetrite näidud on ühikutes liitrit tunnis (l/h).

## **2.2 Katsemetoodika**

Järgnev alapeatükk on jagatud järgmisteks teemadeks:

- katsete eesmärgid;
- kasutatavad materjalid;
- analüüsi meetodid;
- materjalibilansi koostamine ja efektiivsuse leidmine;
- perioodilise ekstraktsiooni läbiviimine;
- pideva ekstraktsiooni teostamine.

### **2.2.1 Katsete eesmärgid**

Katsete eesmärgid on järgmised:

- tutvumine vedelik-vedelik ekstraktsiooni tööpõhimõtetega;
- viia üle sihtkomponent lähtesegust selektiivsesse lahustisse ehk ekstrahenti, kasutades vedelik-vedelik ekstraktsiooni;
- keeduklaasi tasandil katse läbiviimine pilootseadmel, mis sarnaneb tööstusliku protsessiga; (töö pilootseadmel, mis on skaala võrra suurem kui katseklaasi tasandil tehtud katse)
- ekstraktsiooni protsessi hindamine saaduste kontsentratsioonide ning materjalibilansi järgi.
- erinevate ekstraktsiooni töörežiimide mõju uurimine massivahetusel

### **2.2.2 Kasutatavad materjalid**

Antud töös kasutatakse järgmisi materjale:

- rafineeritud rapsiõli (alglahusti ehk kandevedelik);
- meditsiiniline etanool, 96% (ekstraheeritav komponent ehk sihtkomponent);
- destilleeritud vesi (ekstrahent).

Neid aineid kasutatakse, et simuleerida letsitiini eraldamist toortaimeõlidest. Letsitiini asemel kasutatakse aga etanooli. Nii vesi kui ka rapsiõli, ekstrahendi ja kandevedelikuna on analoogsed letsitiini eraldamisel. Tööstuses eraldatakse letsitiini toortaimeõlidest, kuid antud süsteemis on kasutusel rafineeritud rapsiõli.

Järgnevalt on välja toodud eelised, miks kasutada rafineeritud õli rafineerimata õli asemel:

- taimeõli suurem vastupidavus ja keemiline stabiilsus katse ajal;
- mõõtmiste täpsus;
- süsteemi lihtsam puhastamine;
- kättesaadavus.

Samuti on välja toodud põhjused, mis antud ainete süsteemi kasutamine ekstraktsiooniseadmes on eelistatud:

- suhteliselt kahjutud materjalid;
- jäägid pole ohtlikud;
- selge faasidevahelise piiri teke ekstraktsioonikolonnis;

- lihtne määrata komponentide kontsentratsiooni;
- kasutavate ainete süsteem on kasutusel tööstuses, kus on rapsiõli kandevedelikuna ning vesi ekstrahendina.

Alternatiivina on pilootseadme tootja välja pakkunud kasutada järgmist süsteemi: bensoehappe ekstraheerimine petrooleerist kasutades destilleeritud vett. See süsteem nõuaks ka 25 cm täidisekihti kolonnis.

### 2.2.3 Analüüsi meetodid

Katse käigus mõõdetakse või määratakse järgmisi parameetreid:

- faaside kulu;
- temperatuuri;
- ekstrakti tihedust;
- komponentide kontsentratsioon.

Nende suuruste põhjal koostatakse materjalibilanss ja arvutatakse ekstraktsiooni efektiivsus.

#### **Kulu**

Tegeliku kulu määramiseks reguleeritakse rotameetri järgi kindel kulu. Pärast rotameetri reguleerimist kogutakse kindla mahuga proov ning fikseeritakse aeg, mille jooksul proov koguti. Aja ning mahu teadmisel saab arvutada mahtkulu. Rotameetri näidu ning leitud tegeliku mahtkulu järgi saab leida kulude vahelise suhte.

Kulu määramiseks tuleb teha järgnevalt:

- Keerata lahti rotameetri V2 pealmine klappi ühendus;
- Ühendada lahtikeeratud avasse varuklapp;
- Enne pumba käivitamist veenduda, et ventiil V4 oleks kinni;
- Käivitada toite pump P2 ning seada kindel toite kulu rotameetril V2, näiteks 40 l/h;
- Järgnevalt mõõta aeg, mille jooksul täitub mõõtesilinder 100 ml toitelahusega. Korrata mõõtmist vähemalt kaks korda;
- Pärast mõõtmist valada lahus tagasi toite tanki ning arvutada lähtesegu tegelik kulu. Samuti ühendada toite voolu süsteem ja uuesti torustikuga.



## **Temperatuur**

Katse alguses mõõdetakse ruumi temperatuur. Katse käigus mõõdetakse ekstrahendi tankist võetavate proovide temperatuuri. Temperatuuri mõõtmiseks võib kasutada nii vedeliktermomeetrit kui ka termopaari.

## **Lahuste tiheduste määramine**

Katse käigus tuleb määrata iga 20 minuti möödudes ekstrahendi tankis oleva lahuse tihedus. Võetud proovi tihedus määratakse proovi temperatuuril.

Võetud proovide tiheduste määramine toimub järgmiselt:

- Segada läbi ekstrahendi tank.
- Enne proovi võtmist pesta läbi keeduklaas, kuhu kogutakse proov.
- Võtta proov. Proovi võetakse piisavalt, et teostada kaalumine (umbes 200 ml vastavalt mahtkolvi mahule).
- Määrata proovi temperatuur.
- Kaaluda tühi mahtkolb ning kirja panna kolvi tühi kaal, samuti nullida kaal. Vajadusel kalibreerida mahtkolb enne mõõtmiste alustamist.
- Enne kolvi täitmist prooviga pesta läbi nii automaatpipeti otsik kui ka mahtkolb prooviga.
- Täita mahtkolb, kuni märgiseni, kasutades automaatpipetti.
- Kaaluda mahtkolb prooviga ning panna kirja proovi mass.
- Teades proovi mahtu ning massi leida proovi tihedus.

## **Etanooli kontsentratsiooni määramine proovis**

Etanooli kontsentratsiooni ekstraktis määratakse tiheduse järgi kasutades tabeleid või siis arvutatakse teades ekstrakti, vee ja etanooli tihedusi. Tabelid etanooli kontsentratsiooni määramiseks tiheduse ja temperatuuri järgi on esitatud lisades 1 ja 2.

## **2.2.4 Materjalibilansi koostamine ja efektiivsuse leidmine**

### **Materjalibilansi koostamine**

Materjalibilansi koostamiseks tuleb kaaluda:

- ekstrahent, kandevedelik ning sihtkomponent katse alguses;
- ekstrakt ja rafinaat katse lõpus.

Materjalibilansist saab leida ka ekstraktsioonil tekkinud kaod.

### **Ekstraktsiooni efektiivsuse määramine**

Ekstraktsiooni efektiivsuse määramiseks leitakse, kui palju lähtelahuses olevast sihtkomponendist on üle kantud ekstrahenti.

Efektiivsust saab välja arvutada kasutades järgmist valemit:

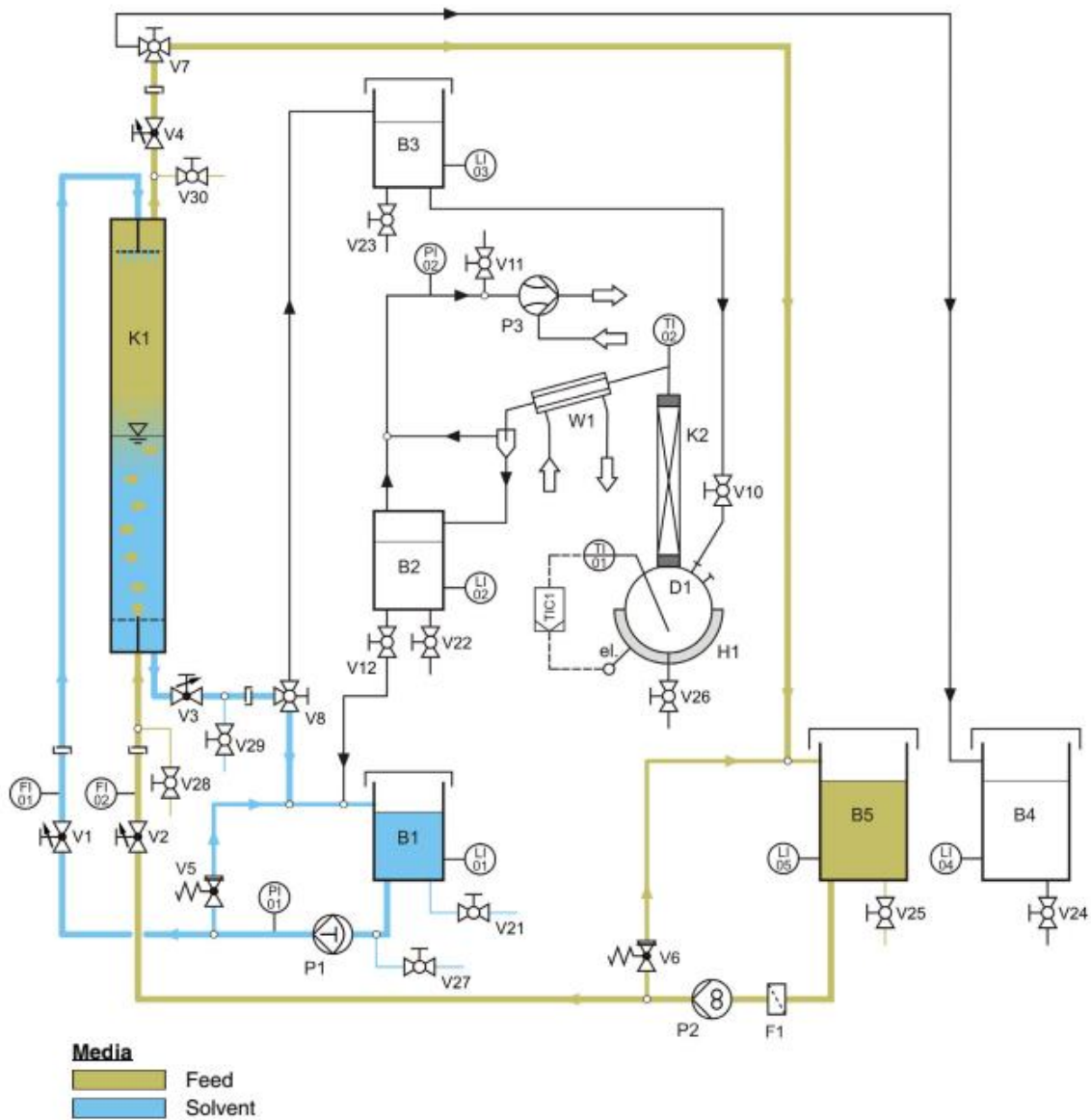
$$\frac{m_{ET,ekstrakt}}{m_{ET,alg}} * 100\%, \quad (2.1)$$

$m_{ET,alg}$  – etanooli mass lähtelahuses katse alguses,

$m_{ET,ekstrakt}$  – etanooli mass ekstraktis pärast ekstraktsiooni.

### **2.2.5 Perioodilise ekstraktsiooni läbiviimine**

Perioodilise ekstraktsiooni katse kestvus on kolm tundi. Antud peatükis on esitatud voogude skeem seadmes perioodilise ekstraktsiooni teostamisel (joonis 2.4) ning katse läbiviimise juhend.



Joonis 2.4. Perioodilise ekstraktsiooniprotsessi voogude skeem (ekstrahendi voog helesinine ning lähtesegu voog aniisiroheline). [2]

## Perioodilise vedelik-vedelik ekstraktsiooni katse töökäik:

### Katse alustamine

- Eemaldada toite tanki B5 ja ekstrahendi tanki kaaned B1.
- Lülitada sisse katseseade, pöörates pealüliti asendisse „1“. Enne lüliti keeramist veenduda, et seade oleks ühendatud vooluvõrku.
- Valada 5000 g destilleeritud vett ekstrahendi tanki B1.
- **Valmistada etanool-õli lahus.**
  - Lisada toite tanki B5 500 g etanooli
  - Järgmisena sulgeda ventiilid V2 ja V4 ning käivitada toitepump P2. Pump käivitatakse, et segada etanooli ja õli ringlusega süsteemis.
  - Lisada toite tanki B5, esialgu vähehaaval, 4500 g rapsiõli. Toite tanki lisatakse rapsiõli vähehaaval, kuna muidu tekiks etanooli kiht lähtesegu peale ning ringleks süsteemis ainult õli.
  - Lasta õli ning etanooli segul ringluses olla vähemalt 25 minutit. Segunemisele kaasa aitamiseks võib segada segu vahetevahel käsitsi.
  - 25 minuti möödumisel lülitada välja pump P2.
- **Järgmisena on soovitatav määrata toite tegelik kulu.** Kulu määramiseks tuleb teha järgnevalt:
  - Keerata lahti rotameetri V2 pealmine klapi ühendus.
  - Ühendada lahtikeeratud avasse varu klapi ava.
  - Enne pumba käivitamist veenduda, et ventiil V4 oleks kinni.
  - Käivitada toite pump P2 ning seada kindel toite kulu rotameetril V2, näiteks 40 l/h.
  - Järgnevalt mõõta aeg, mille jooksul täitub mõõtesilinder 100 ml toite lahusega. Korrata katset vähemalt kaks korda.
  - Pärast kulu mõõtmist valda lahus tagasi toite tanki ning arvutada lähtesegu tegelik kulu. Samuti tagasi ühendada toite voolu süsteem torustikuga.
- Enne katse alustamist üles märkida ruumi, ekstrahendi ja lähtesegu temperatuurid.
- Katse alustamiseks tuleb käivitada ekstrahendi pump P1. Enne pumba käivitamist tuleb veenduda, et ventiil V30 oleks avatud ning ventiilid V3 ja V4 oleksid suletud. Samuti kontrollida, et kolmikventiil V8 oleks suunatud tagasi toite tanki B5 ja et kolmikventiil V7 oleks suunatud tagasi ekstrahendi tanki. Kui pumpamisel esinevad imemisprobleemid siis tuleb avada korraks pumba juures olev ventiil V27, kuni hakkab välja voolama vedelikku.

- Järgmisena tuleb reguleerida ekstrahendi rotameetri V1 näitu, et see oleks umbes 6 l/h.
- Käivitada ka toite pump P2. Toite pumba kuluks seada 40 l/h, mis on ka soovitatav lähtesegu kulu katse ajal.
- Järgnevalt hakkab täituma kolonn K1 nii ekstrahendi kui ka lähteseguga. Kolonni täitmisel on eesmärgiks, et nii ekstrahendi kui ka lähtesegu faasipiirid oleksid kolonni keskel. Kolonni keskpunkti tähistab vastav märge kolonnil. Vajadusel reguleerida kolonni täitumist muutes ekstrahendi kulu rotameetril V1.
- Kolonni täitumisel tuleb kinni keerata ventiil V30 ning avada täielikult ventiil V4. Ventiilist V30 tuleb välja vedeliku, seega on mõistlik koguda see anumasse kolonni täitumisel.

### **Ekspirimendi algus ja katse**

- Pärast ventiilide sulgemist/avamist algab ekstraktsioonprotsess. Lülitatakse käima stopper.
- Reguleerides rotameetrit V1 tõsta ekstrahendi kulu ~18 l/h peale.
- Avada ventiil V3 (umbes veerand pööret).
- Veenduda, et toite kulu oleks 40 l/h. Kui toite kulu erineb kohandada see 40 l/h peale.
- Mõõta faasidevahelise piirpinna erinevus kolonni keskpunktist ning see üles märkida tabelisse. Samuti üles märkida tabelisse nii lähtesegu kulu, ekstrahendi kulu kui ka ventiili V3 pöörete arv. Korrata andmete ülesmärkimist iga 10 minuti tagant.
- Kui vedelike piirpinna on keskpunktist oluliselt eemal, reguleerida seda ventiiliga V3. Keerates ventiili kinni hakkab ekstrahendi tase tõusma ning avades ventiili langeb ekstrahendi tase. Kuna ventiil V3 on väga tundlik, muutub piirpinna asend väiksemastki ventiili V3 keeramisest, seega olla ettevaatlik reguleerimisel.

### **Proovide võtmine katse käigus**

- Iga 20 minuti järel tuleb võtta proov ekstrahendi tankist B1. Proovi võtmine käib järgmiselt:
- Segada lahus ekstrahendi tankis B1.
- Võtta proov kasutades ventiili V21. Enne proovi võtmist loputada ekstrahendiga keeduklaas. Tühjendada pesemiseks võetud lahus tagasi ekstrahendi tanki B1.
- Mõõta proovi tiheduse arvutamiseks vajalikud parameetrid (mass, lahuse temperatuur) ja registreerida need katseandmete tabelisse Pärast mõõtmist valada proov tagasi ekstrahendi tanki B1.

### **Töö lõpetamine**

- Pärast ekstraktsiooni kestmist 3 tundi lülitada välja ekstrahendi ja toite pumbad P1 ning P2. Antud hetk on ekstraktsiooniprotsessi lõpp;
- Kiiresti sulgeda ventiilid V1, V2, V3 ja V4 ning avada ventiil V30.
- Katse lõpetamisel on ekstrakt ekstrahendi tankis B1 ning rafinaat toite tankis B5.

### **Kolonne tühjendamine**

- Kolonne tühjendamist alustatakse avades ventiil V3. Kolonnist voolab ekstrakt tanki B1. Ventiil keeratakse kinni, kui vedelike faasipiir jõuab kolonne põhjani;
- Avades ventiili V28 tühjendada kolonnis olev rafinaat keeduklaasi ning valada see rafinaaditanki B5;
- Järgnevalt tuleb tankid tühjendada. Selleks saab kasutada vastavalt ventiile V21 ja V25. Enne tankide tühjendamist kaaluda ära anumad, millesse kogutakse saadud ekstrakt ja rafinaat, ning märkida üles nende mass;
- Rafinaadi kätte saamiseks torustikust tuleb korrata toite kulu määramisel antud juhiseid. Kui lahus on kätte saadud, lülitada välja toite pump P2 ja ühendada tagasi toite voolu süsteem torustikuga;
- Ekstrakti kätte saamiseks torustikust tuleb sisse lülitada ekstrahendi pump P1 ning avada ventiilid V1, V3 ja V29. Koguda ekstrakt ventiilist V29 keeduklaasi ning valada ekstrakti sisaldavasse anumasse. Sulgeda ekstrahendi pump P1, kui kolonne ei sisene enam ekstrakti.

### **Ekstrakti ja rafinaadi kaalumine**

- Kaaluda tühjendamisest saadud ekstrakt ja rafinaat.

### **Seadme puhastamine**

- Katse lõpetamise järel tuleb sooritada ekstraktsiooniseadme tavapuhastus.



puhastamist katse lõpus, mis erineb perioodilise režiimi puhastamisest, kuna katsel kasutati ekstrakti jaoks ekstrakti tanki B3 ja rafinaadi jaoks rafinaadi tanki B4.

## **2.3 Pilootseadme hooldus**

Eksperimendi käigus voolab läbi või satuvad kokku rapsiõliga peaaegu kõik süsteemi osad. Kui rapsiõli satub kontakti vee või õhuga muutuvad selle keemilised omadused. Rapsiõli võib rääsuda ning polümeriseeruda, tekitades ebameeldivat lõhna. Kui ekstraktsiooniseadet ei puhastata korralikult võib tekkida süsteemi saaste, mis ummistab seadet ning suurendab rikete tekkimise ohtu. Rikete vältimiseks tuleb pärast iga katset eemaldada nii palju õli jääke tankidest ning torustikust kui võimalik. Lisaks tavapuhastusele on soovitatud pärast pikemat seadme kasutamist pesta seadet denatureeritud piiritusega.

Puhastamiseks kasutatava vesi ei tohiks olla liiga kare ( $>5^{\circ}\text{dH}$ ). Juba nõrgalt kareda vee asemel soovitatakse kasutada destilleeritud vett aparadi puhastamisel, et vältida katlakivi teket süsteemis.

Antud peatükis on välja toodud ekstraktsioonisüsteemi tavapuhastus ning täiendatud puhastamine denatureeritud piiritusega.

Destillatsiooniseadme puhastamise kohta tuleb vaadata täpsemat tootja juhendist puhastamise juhendit. Kuna käesolevas eksperimentaalses töös destillatsiooni ei kasutatud, ei ole antud peatükis eraldi välja toodud destillatsiooniseadme puhastamist.

### **2.3.1 Pilootseadme tavapuhastus**

Pilootseadme tavapuhastuse protsess on järgmine:

1. Tavapuhastuseks kasutatakse kraanivett, soovitatavalt sooja kraanivett. Liiga kareda vee puhul on parem kasutada destilleeritud vett, et vältida katlakivi teket.



2. Puhastamise alustamiseks pärast katse lõpetamist sulgeda järgmised ventiilid V1, V2, V3 ja V4, kaasaarvatud tankide väljalaskeavade ventiilid. Veenduda, et ventiil V30 oleks avatud.
3. Täita kasutatud tankid veega ning seejärel tühjendada. Perioodilise katse puhul tankid B1 ja B5.
4. Täita uuesti kasutatud tankid uuesti veega.
5. Nagu tavakatses käivitada pumbad P1 ja P2. Täita kolonn veega ning lasta veel ringelda kolonnis vähemalt 5 minutit. Täitmiseks tuleb sulgeda ventiil V3. Kolonni täitumisel sulgeda ventiil V30 ja avada ventiil V4.
6. Pärast vee ringlemist peatada pumbad P1 ja P2. Tühjendada tankid B1 ja B5 ning kolonn K1.
7. Täita uuesti tankid B1 ja B5 veega. Lisada veele pesuvahendit.
8. Korrata eelnevaid samme 2 ja 5 pesulahusega.
9. Pesulahusel lasta ringelda süsteemis vähemalt 10 minutit.
10. Sulgeda pumbad P1 ja P2. Panna kinni ka ventiilid V1, V2, V3 ning V4. Avada ventiil V30.
11. Täita tankid B1 ja B5 veega, kuni täitumiseni ning lasta pesuveel seista süsteemis vähemalt 1 tund. Antud juhul on soovitatav lõpetada pesemine järgmisel päeval, jättes pesulahuse seadmesse seisma üleöö. Kui jätkatakse järgmisel päeval puhastustöödega, siis pöörata pealüliti asendisse „0“ ning järgmisel päeval tagasi asendisse „1“, et jätkata puhastamisega.
12. Pärast pesulahuse seismist süsteemis tühjendada tankid B1 ja B5 ning kolonn K1 pesuveest.
13. Puhastada uuesti veega kõik seadme kasutatud osad. Korrata veega loputamist.

Soovitatav on pesemisel veega kolonni täitmine ning uuesti tühjaks laskmine. Samuti soovitan samamoodi välja lasta pesuainega vee. Selleks kasutada pumpa P1, et täita kolonn ning avada ventiil V3, et tühjendada kolonn.

### **2.3.2 Täiendatud pesemine denatureeritud piiritusega**

Täiendav puhastamine ei ole asenduseks tavapuhastusele pärast katset. Täiendavat puhastust soovitatakse teha, kui seadme järgmise kasutamiseni on pikem vahe kui kaks päeva. Täiendavaks pesemiseks kasutatakse denatureeritud piiritust, mida kulub minimaalselt 3,5 liitrit.

Täiendava pesu protseduur on järgmine:

- Käivitada seade, pöörates pealüliti asendisse „1“;
- Veenduda, et kolmikventiilid on pööratud asendisse nagu nad olid perioodilise ekstraktsiooni katse ajal;
- Veenduda, et ventiil V30 oleks avatud ning sulgeda ventiilid V2 ja V4;
- Avada ventiil V1 ning käivitada pump P1;
- Täita ekstraktsioonikolonn piiritusega. Sulgeda ventiil V30 kolonni täitumisel; Reguleerida piirituse tagasivoolu tanki B1 keerates natukene lahti ventiili V3;
- Lasta piiritusel ringelda süsteemis vähemalt 5 minutit;
- Pumbata piiritus ekstrahendi tankist B1 toite tanki B5. Selleks avada ventiil V4 ning sulgeda ventiil V3. Kui tank B1 on tühi peatada ekstrahendi pump P1 ning sulgeda ventiil V1;
- Avada ventiil V2 ning käivitada toite pump P2;
- Piiritusel lasta ringelda süsteemis vähemalt 5 minutit;
- Peatada pump P2 ning tühjendada kolonn K1 ja toite tank B5 piiritusest. Selleks võib kasutada ventiile V25 ja V29;
- Pesta taaskord kõik puhastatud seadme osad läbi veega. Täpsemate juhiseid vaja minemisel vaadata tavapesu juhendit;
- Pesu lõpetamisel lülitada välja ekstraktsiooniseade, pöörates pealüliti asendisse „0“.

## **2.4 Katse tulemused ja nende analüüs**

### **2.4.1 Eelkatsed**

Kõigepealt sooritati katseseadme tööga tutvumiseks järgmised toimingud:

- Katseseadme esialgne puhastamine ja seadme osade töökorda viimine;
- Katseseadme perioodilise töörežiimi uurimine.

#### **Katseseadme esialgne puhastamine**

Kuna antud katseseadet oli kasutatud ainult ekstraktsiooni demonstratsiooniks ning mitte katselistel eesmärkidel, oli aparaat seisnud kolm aastat puhastamata. Esiteks tuli puhastada aparaat, et saada see katse tegemiseks kõlbliku seisundisse.

Alustasime puhastamist toite tankist, kust tuli välja saada 3 aastat seisnud rapsiõli, mis oli polümeriseerunud. Antud õli lahustamiseks kasutasime naatriumhüdroksiidi kontsentreeritud lahust ning vett. Pärast toite tanki tühjendamist jätkasime kolonni tühjendamise ning puhastamisega. Kolonni seinetele olid tekkinud polümeriseerunud õli tilgad. Nii torustiku kui ka kolonni puhastamiseks kasutasime pindaktiivseid aineid ja naatriumhüdroksiidi küllastatud lahust. Samuti puhastasime toidet juhtivad kloroplastist torustiku osad, võttes need lahti. Torude puhastamiseks kasutasime naatriumhüdroksiidi lahust ning vasktraati.

Puhastamise käigus selgus, et kloroplasttoru ühenduskoht, mis juhib toite voolu rotameetrist edasi, lekib. Antud leke parandasime kinnitades ühenduse tugevamini kinni. Samuti selgus kloroplasttorustiku klappide tagasi ühendamisel, et toite tagasivoolu klapp enam ei töötanud. Selle lahendamiseks üritasime pesta antud klappi, kuid see ei õnnestunud. Seega võtsime kasutusele ainukese varukomplektis oleva varuklapi. Varuklapi kasutamine tähendab seda, et hiljem, kui on vaja proovi võtta toite kulu määramiseks, ei ole seda võimalik teha nagu juhendis ettenähtud. Sellele probleemile tuleb leida lahendus.

Pärast kolonni ja torustiku puhastamist kemikaalidega pesime veel süsteemi mitu korda veega läbi. Täiendavaks puhastamiseks kasutasime ka toidet juhtiva torustiku puhastamiseks suruõhku, et eemaldada kõik vesi toite torustikust.

### **Eelkatse - katseeadme käivitamine ja perioodilise töörežiimiga tutvumine**

Eelkatse eesmärgiks oli käivitada ekstraktsiooniseade ning vaadata, et kõik toimiks. Samuti oli eesmärgiks kontrollida, kas tootja kasutusjuhendis toodud katse sooritamise juhend ja etteantud katse tingimused on teostatavad.

Katses kasutati etanooli lahust rapsiõlis, milles etanooli kontsentratsioon oli 10% massiprotsentides.

Enne katse algust leidsime lähtesegu tegeliku kulu süsteemis. Kuna õli on viskoosne vedelik, mis voolab aeglasemalt kui vesi, ja rotameetrid on kalibreeritud vee järgi, siis tuleb leida lähtesegu tegelik kulu. Kulu määramiseks ühendasime lahti rotameetrist tuleva klapi ühenduskoha, asendasime selle oma väljavoolutoruga ning mõõtsime aega, mille jooksul voolas mõõtesilindrisse 100 ml õli etanooli segu. Kuna kulu mõõtmise käigus peab lahti võtma rotameetrit ning torustikku ühendavat klapi, võib ühendusklapi vigastada. Et vähendada klapi lahti võtmist ning selle riknemise tõenäosust oleks vaja leida alternatiiv toite kulu määramiseks.

Eelkatsel oli kiiresti aru saada, et tingimused, mis olid etteantud juhendis ei toimunud meie süsteemil. Näiteks peamisteks erinevusteks olid ventiili V3 pöörete arv ja volukulude väärtused. Juhendis toodud mahtkulud on ühikutes ml/min, kuid meie aparaadil on kulud rotameetritel ühikutes l/h. Samuti soovitatav ventiili V3 pöörete arv oli üks täispööre, kuid hoides ventiili nii avatuna täituku kolonn õliga liiga kiiresti.

Katse läbiviimisel selgus esimestel minutitel, et antud katse puhul korrektseid andmeid ei saa. Seega peamine eesmärk katse teostamisel oli, et leida optimaalne lähtesegu ja ekstrahendi kulu ning ventiili V3 avatus, millega korrata katset.

Katse käigus leidsime, et ventiili V3 peab olema avatud umbes 3/16 pööret. Samuti saime teada, et soovitatud ekstrahendi ning toite kulu suhe kasutusjuhendis toomis ka meie katsel. Ekstrahendi ja toite kulu saime vastavalt 40 l/h ja 18 l/h, mille korral vedelike faasipiir stabiliseerus kolonni keskel. Saadud kulud on peaaegu samad, mis kasutusjuhendis soovitatud 2:1 suhe.

Eelkatses määrati ka lähtesegu ehk toite keskmine rotameetri kulu ja tegeliku kulu suhe:

$$\frac{\dot{V}_{toide}}{\dot{V}_{toide,teg,kesk}} = \frac{36}{3,939} = 9,139, \quad (2.2)$$

kus  $\dot{V}_{toide}$  on rotameetri näit,  $\dot{V}_{toide,teg,kesk}$  on keskmine mõõdetud kulu ehk tegelik kulu.

Katse käigus olid probleemid vedelike piirpinna kõrguse hoidmisega ülitundliku ventiili V3 tõttu.

Eelkatsel määrasime ekstrakti tiheduse ainult katse lõpus ning kaalusime kogu ekstrakti ja rafinaadi kogused. Eelkatse kestis umbes 3 tundi. Ekstrakti proov võeti kohe pärast katse lõpetamist ekstrakti tankist B1. Arvutused näitasid, et ekstraktsiooni efektiivsus oli 9,85%.

Ekstraktsiooni efektiivsuse määramine eelkatses toimus järgmiselt:

$$\frac{m_{ET,ekstrakt}}{m_{ET,alg}} * 100\%, \quad (2.3)$$

$m_{ET,alg}$  – etanooli mass lähtelahuses katse alguses

$m_{ET,ekstrakt}$  – etanooli mass ekstraktis pärast ekstraktsiooni

$$\frac{49,4604}{502,31} * 100\% = 9,85\%$$

## 2.4.2 Perioodilise vedelik-vedelik ekstraktsiooni eksperimentaalne uurimine

Eksperimendi eesmärgiks oli sooritada vedelik-vedelik ekstraktsioon arvestades eelkatsest saadud uute teadmistega.

Etaanool-õli lahus valmistati vastavalt kasutusjuhendile. Küll aga arvestamise eelkatse kogemust, et lahuse valmistamisel ringlussegamisel tuleb sulgeda ventiil V4 enne pumba käivitamist, kuna muidu hakkab lahus voolama kolonni.

Kolonni täitmisel mõlema vedelikuga leidsime, et optimaalsed kulud meie jaoks olid 6 l/h ekstrahendi kuluks ning 40 l/h toite kuluks. Katse sooritamisel tuli reguleerida ventiili V3, kuna iga väiksema kraadi pööramisel muutus tasakaal kolonnis. Samuti, mida panime tähele mõlema katse puhul, et sulgedes ventiili V3 suureneb süsteemi takistus ning ka muutub ekstrahendi rotameetri V1 kulu näit. Seega leitud optimaalse V3 ventiili avatuse juures muutub ekstrahendi kulu rotameetri näit.

Katse käigus registreeritud parameetrite väärtused on esitatud tabelites (tabel 1.1 ja tabel 1.2)

### Katseandmed

Tabel 1.1 Perioodilise ekstraktsiooni katseandmed

Aeg, min	Toite kulu, l/h	Ekstrahendi kulu, l/h	Ventiili V3 lahti keeramine, pööret	Faasidevahelise piiri taseme erinevus kolonni keskpunktist, cm	Märkused
0	40	18	0,25	-6	Ekstraktsiooni algus
10	40	12	0,125	+14	
20	40	8	0,125	+2	
30	40	11	~0,125	+2	Toimub V3 ventiili pöörete peenhäälestamine
40	40	15	~0,125	-4	
50	40	15	~0,125	+6	
60	40	15	~0,125	+1,5	
70	40	12,5	~0,125	0	
80	40	15	~0,125	0	
90	40	14	~0,125	+6	
100	40	15	~0,125	-4	
110	40	7,5	~0,125	-2	
120	40	12,5	~0,125	+6	
130	40	12,5	~0,125	0	
140	40	12,5	~0,125	-13	
150	40	12,5	~0,125	-8	
160	40	10	~0,125	+4	
170	40	12	~0,125	0	
180	40	11	~0,125	+3	Ekstraktsiooni lõpp

Tabel 1.2 Perioodilise ekstraktsiooni jooksul võetud ekstrakti proovide andmed

Aeg, min	Temperatuur, °C	100 ml proovi mass (etanool-vesi segu), g	Segu tihedus, kg/m <sup>3</sup>	Märkused
20	24,8	99,7100	997,100	Proovi võtmisel ei segatud läbi ekstrahendi tankis olevat lahust järgmiste proovide võtmisel
40	25,2	99,6133	996,133	
60	25,3	99,5596	995,596	
80	25,5	99,5793	995,793	
100	25,4	99,4989	994,989	Proov võtmisel on segatud ekstrahendi tanki lahust järgmiste proovide võtmisel
120	25,5	99,4803	994,803	
140	25,4	99,4404	994,404	
160	25,4	99,4258	994,258	
180	25,3	99,3532	993,532	

### Lähteainete massid

Rapsiõli tegelik kogus lahuses:  $m_{\text{õli}} = 4500 \text{ g}$

Destilleeritud vee tegelik kogus:  $m_{\text{vesi}} = 5000 \text{ g}$

Etanooli tegelik kogus lahuses:  $m_{\text{etanool}} = 500 \text{ g}$

### Kaalutud ekstrakti ja rafinaadi mass

Kaalutud rafinaadi kogus:  $m_{\text{rafinaat}} = 4384 \text{ g}$

Kaalutud ekstrakti kogus:  $m_{\text{ekstrakt}} = 4728 \text{ g}$

### Lähteandmed toite tegeliku kulu arvutamiseks

Määrasime aja, millega täitus toitega 50 ml mõõtesilindris.

Esimene mõõtmine:

$$t = 33,81 \text{ s}$$

$$V = 50 \text{ ml}$$

Teine mõõtmine:

$$t = 34,72 \text{ s}$$

$$V = 50 \text{ ml}$$

### Katseandmete töötlemine

#### Toite keskmine tegelik kulu

Leiame mõlema mõõtmise jaoks toite tegeliku kulu ja tegeliku kulu suhte rotameetri kuluga:

$$\dot{V}_{\text{toide,teg}} = \frac{t}{V}, \quad (2.4)$$

kus  $t$  on aeg,  $V$  on maht,  $\dot{V}_{\text{toide,teg}}$  – toite tegelik kulu.

$$\dot{V}_{toide,teg,1} = \frac{50}{33,81} = 1,479 \left( \frac{ml}{s} \right)$$

$$\dot{V}_{toide,teg,1} = 1,479 \frac{ml}{s} = 1,479 * \frac{3600}{1000} \frac{l}{h} = 5,324 \frac{l}{h}$$

$$\dot{V}_{toide,teg,2} = \frac{50}{34,72} = 1,440 \left( \frac{ml}{s} \right)$$

$$\dot{V}_{toide,teg,2} = 1,440 \frac{ml}{s} = 1,440 * \frac{3600}{1000} \frac{l}{h} = 5,184 \frac{l}{h}$$

$$\dot{V}_{toide,teg,kesk} = \frac{5,324 + 5,184}{2} = 5,254 \frac{l}{h}$$

### Rotameetri kulu ja keskmise toite tegeliku kulu suhe

$$\frac{\dot{V}_{toide}}{\dot{V}_{toide,teg,kesk}} = \frac{40}{5,254} = 7,613, \quad (2.5)$$

kus  $\dot{V}_{toide}$  on rotameetri näit,  $\dot{V}_{toide,teg,kesk}$  on keskmine mõõdetud kulu ehk tegelik kulu.

### Lõpp-ekstrakti tiheduste määramine

$$\rho_{segu} = 993,532 \frac{kg}{m^3}$$

$\rho_{segu}$  – ekstrakti tihedus

Tabelist vastav etanooli kontsentratsiooni väärtus antud tihedusele on 2% massiprotsentides (lisa 2).

### Materjalibilanss

Koostame materjalibilansi ning leiame tekkinud kaod:

$$m_{lähteseğu} = m_{etanool} + m_{õli}, \quad (2.6)$$

kus  $m_{lähteseğu}$  on lähteseğu mass,  $m_{etanool}$  on etanooli mass lähteseğus,  $m_{õli}$  on õli mass lähteseğus.

$$m_{lähteseğu} = 500 + 4500 = 5000 \text{ g}$$

$$m_{ekstrahent} + m_{lähteseğu} = m_{ekstrakt} + m_{rafinaat} + m_{kadu}, \quad (2.7)$$

kus  $m_{ekstrahent}$  on ekstrahendi mass,  $m_{lähteseğu}$  on lähteseğu mass,  $m_{ekstrakt}$  on ekstrakti mass,  $m_{rafinaat}$  on rafinaadi mass,  $m_{kadu}$  on tekkinud kadude mass.

Kadude leidmine materjalibilansist:

$$5000 + 5000 = 4728 + 4384 + m_{kadu}$$

$$m_{kadu} = 10000 - 9112 = 888 \text{ g}$$

## Ekstraktsiooniprotsessi efektiivsus

$$m_{ET,ekstrakt} = m_{ekstrakt} * x_{ET} , \quad (2.8)$$

kus on  $m_{ET,ekstrakt}$  on etanooli mass ekstraktis,  $m_{ekstrakt}$  on ekstrakti mass,  $x_{ET}$  on etanooli massosa.

$$m_{ET,ekstrakt} = 4728 * 0,02 = 94,56 \text{ g}$$

Ekstraktsiooniprotsessi efektiivsuse leidmine:

$$\frac{m_{ET,ekstrakt}}{m_{ET,alg}} * 100\% , \quad (2.9)$$

$m_{ET,alg}$  – etanooli mass lähtelahuses katse alguses

$m_{ET,ekstrakt}$  – etanooli mass ekstraktis pärast ekstraktsiooni

$$\frac{94,56}{500} * 100\% = 18,91\%$$

## 2.5 Järeldused

Meie katsetes kasutusjuhend tootja poolt tehtud katsetes saadud efektiivsust ei saavutatud. Tootjate läbiviidud katsetes saavutati 44% efektiivsus kolme tunnise perioodilise ekstraktsiooni järel. Meie andmete järgi saime efektiivsuseks ainult 19%, mis on alla poole tootjate katsetes saadud väärtusest. Saavutatud väikest efektiivsust kinnitab ka teooria pihustuskolonnide kohta, kus tavaliselt on ainult üks või kaks teoreetilist taldrikut kolonnis.

Töö käigus leidsime, et meil ilmnisid osad erinevused ning puudused kasutusjuhendist. Peamisteks erinevusteks olid, et meie seadmel on rotameetrite näidud ühikutes l/h, kuid juhendis on kulud toodud ühikutes ml/min. Samuti ka juhendis soovitatud ventiili V3 avada üks täispööre. Antud seadmel aga sellise ventiili V3 avatuse korral väheneks kolonnis ekstrahendi tase liiga kiiresti ning ei tekiks faasiipiiri stabiliseerumist.

Meie leidsime oma katsetes, et esialgne soovitatav ventiili avatus peaks olema 3/16 pööret, mida hiljem tuleks katse käigus omakorda peenhäälestada. Soovitatav oleks lisada ka ventiili V3 juurde skaala, mis aitaks reguleerida ventiili täpsemalt ja efektiivsemalt.



Samuti ilmnes ka töö käigus stabiilsete rotameetrite näitude saamisel probleemiks kolonnis esinev takistus, mis ilmnes ventiili V3 sulgemise ja avamise korral. Veel leidsime, et meie süsteemis sobivad lähtesegu ja ekstrahendi kulud katses on vastavalt 40 l/h ja 18 l/h.

Aparaadi pesemisel panime tähele, et kolonni seintele võivad jääda alles tahked väikesed õli tükid pärast katseid ning pesemist. Pesemisel on samuti soovitatav lasta kolonn vett täis ning seejärel tühjendada lisaks vee ringlemisele. Soovitatav on teha niimoodi just pärast vee ringlust tühjendades tanke.

Leidsime ka, et enne toite pumba käivitamist, tuleb kindlasti sulgeda ventiil V4, kuna muidu hakkab tagasivoolutorustikust voolama kolonni lähtesegu, mis ei ole soovitatav.

Samuti tuleks ka leida alternatiiv toite pumba kulu määramise protseduurile, kuna kui võtta lahti iga kord rotameetrit ühendav klapp võib klappi kahjustada ning ta lõpetada oma töötamise.

Samuti ei ole töös kasutatav etanooli ekstraktsioon rapsiõlist destilleeritud veega, kõige parem protsess illustreerimaks vedelik-vedelik ekstraktsiooni efektiivsust. Samuti nõuab rapsiõli kasutamine kasutatud laborinõude täiendavat puhastamist pesuvahendiga.

Kõik eelnevalt mainitud täiendused ja soovitused on kirja pandud valminud laboratoorse töö juhendisse ning lõputöö eksperimentaalsesse osasse.

# KOKKUVÕTE

Käesoleva bakalaureusetöö põhiülesandeks oli keemiatehnika laboratooriumi ekstraktsiooniseadme töö eksperimentaalne uurimine, seadme testimine, vedelik-vedelik ekstraktsiooni katsete teostamine ja katsetulemuste analüüs. Samuti oli eesmärgiks laboratoorse töö juhendi koostamine.

Töö esimeses peatükis on antud lühiülevaade vedelik-vedelik ekstraktsiooni olemusest, teostamisest ning seadmetest. Teises peatükis on esitatud perioodilise ekstraktsiooni katse tulemused. Katsetes ekstraheeriti etanooli etanool-rapsiõli lahusest, ekstrahendina kasutati vett. Teostatud katsetes oli perioodilise ekstraktsiooni efektiivsus 19%.

Bakalaureusetöö tulemusena on koostatud laboratoorse töö juhend „Vedelik-vedelik ekstraktsiooni uurimine“.

Katseseadme testimine näitas, et täiustamist vajab pumba kulu mõõtmise süsteem, ventiili V3 skaala ja soovitav on valida sobivam lahusti-sihtkomponent-ekstrahent süsteem.

# **SUMMARY**

The aims of the bachelor's thesis were to test, study and perform an experimental work with the laboratory extraction unit. Also another aim was the creation of the laboratory work instructions for the specific unit.

In the first chapter of the thesis there is given a brief overview of the liquid-liquid extraction principles, execution and equipment. The second chapter consists of the performed batch liquid-liquid extraction experiments results. In the experiment a model system of extraction of ethanol from rapeseed oil with water was used. In the performed extraction we reached an efficiency of 19%.

As a result of this bachelor's thesis the creation of the laboratory work instructions for the GUNT CE 620 liquid-liquid extraction unit were made.

Testing of the laboratory extraction unit showed, that improvement of the preliminary experiment of the flow measurement, a scale for the valve V3 and finding of a new improved model system for the unit are needed to be looked at in the future.

# KASUTATUD KIRJANDUSE LOETELU

1. Perry, R. H., Green, D. W. Perry's chemical engineers' handbook. New York: McGraw-Hill, 2008
2. Schröder, K. Experimental instructions: CE 620 Liquid-liquid extraction. Barsbüttel: G.U.N.T. Gerätebau, 2017
3. Sinnott, R. K. Chemical engineering: Vol. 6. (Chemical engineering / J.M. Coulson, J.F. Richardson.) Amsterdam: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005
4. Mikkal, V. Ekstraktsioon: õppevahend. Tallinn: Tallinna Tehnikaülikool, 1993
5. Geankoplis, C. J. Transport processes and unit operations. Upper Saddle River: Prentice Hall, 2003
6. Video: Koch Modular Process Systems, LLC (2020). Designing Liquid-Liquid Extraction Columns. [WWW] <https://www.youtube.com/watch?v=6JMgKSb0pTI&t=1245s> (01.06.2021)
7. Seader, J. D., & Henley, E. J. Separation process principles. New Delhi: Wiley India, 2001.
8. Coulson and Richardson's chemical engineering: Vol. 2. / J. F. Richardson, J. H. Harker, J. R. Backhurst, J. M. Coulson. Oxford: Pergamon Press, 1978.
9. Unagitated Column Extractors. [WWW] [http://www.separationprocesses.com/Extraction/SE\\_Ch03b.htm](http://www.separationprocesses.com/Extraction/SE_Ch03b.htm) (01.06.2021)
10. Raju, K.S. Fluid Mechanics, Heat Transfer, and Mass Transfer: Chemical Engineering Practice. Wiley-AIChE, 2011

**LISAD**

Tabel L1. Etanooli kontsentratsiooni sõltuvus tihedusest ja temperatuurist

$\frac{T}{WE}$	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
0	999,770	999,600	999,449	999,377	999,244	999,110	998,944	998,777	998,599	998,400	998,200
1	997,779	997,700	997,559	997,477	997,334	997,200	997,070	996,888	996,700	996,511	996,311
2	995,998	995,888	995,777	995,666	995,522	995,388	995,222	995,100	994,888	994,666	994,449
3	994,244	994,144	994,033	993,911	993,778	993,633	993,477	993,300	993,122	992,933	992,733
4	992,558	992,488	992,366	992,244	992,110	991,955	991,799	991,611	991,422	991,233	991,033
5	990,998	990,888	990,776	990,654	990,499	990,333	990,166	989,988	989,799	989,599	989,388
6	989,446	989,344	989,222	989,088	988,933	988,777	988,599	988,411	988,222	988,000	987,788
7	987,999	987,887	987,773	987,643	987,443	987,266	987,088	986,888	986,688	986,466	986,244
8	986,588	986,445	986,311	986,155	985,988	985,800	985,611	985,411	985,199	984,977	984,733
9	985,223	985,099	984,993	984,877	984,759	984,640	984,519	984,398	984,275	984,152	984,027
10	983,993	983,777	983,611	983,433	983,233	983,033	982,822	982,599	982,355	982,111	981,855
11	982,688	982,511	982,322	982,133	981,922	981,711	981,488	981,244	980,999	980,733	980,466
12	981,446	981,288	981,088	980,877	980,655	980,422	980,177	979,922	979,666	979,388	979,100
13	980,299	980,108	979,877	979,644	979,400	979,166	978,900	978,633	978,355	978,066	977,766
14	979,144	978,922	978,688	978,444	978,199	977,922	977,644	977,366	977,066	976,755	976,444
15	978,022	977,788	977,522	977,266	976,999	976,700	976,441	976,110	975,799	975,477	975,133
16	976,911	976,655	976,388	976,099	975,800	975,499	975,188	974,866	974,533	974,188	973,833
17	975,822	975,533	975,244	974,933	974,622	974,299	973,966	973,622	973,277	972,911	972,544
18	974,722	974,422	974,110	973,777	973,444	973,099	972,744	972,388	972,011	971,633	971,244
19	973,633	973,330	972,966	972,611	972,255	971,899	971,511	971,133	970,744	970,344	969,933
20	972,522	972,177	971,800	971,433	971,055	970,677	970,277	969,877	969,455	969,033	968,611
21	971,440	971,022	970,633	970,244	969,844	969,433	969,011	968,599	968,155	967,711	967,277
22	970,255	969,855	969,444	969,022	968,600	968,177	967,733	967,288	966,833	966,377	965,900
23	969,077	968,655	968,222	967,788	967,333	966,888	966,422	965,955	965,488	965,000	964,511
24	967,887	967,442	966,977	966,500	966,004	965,566	965,099	964,599	964,110	963,600	963,099
25	966,662	966,155	965,688	965,199	964,700	964,221	963,711	963,200	962,688	962,166	961,633
26	965,334	964,844	964,355	963,844	963,333	962,822	962,299	961,766	961,233	960,699	960,144
27	964,011	963,499	962,977	962,455	961,922	961,388	960,844	960,299	959,744	959,188	958,611
28	962,663	962,100	961,566	961,011	960,466	959,900	959,334	958,778	958,200	957,633	957,055
29	961,221	960,655	960,099	959,533	958,966	958,388	957,800	957,222	956,633	956,033	955,444
30	959,773	959,166	958,588	958,000	957,411	956,822	956,222	955,622	955,011	954,400	953,788
31	958,221	957,622	957,022	956,422	955,822	955,221	954,599	953,977	953,355	952,722	952,099
32	956,664	956,033	955,411	954,800	954,177	953,555	952,922	952,299	951,666	951,000	950,366
33	955,001	954,333	953,766	953,122	952,499	951,855	951,200	950,555	949,900	949,244	948,588
34	953,334	952,700	952,066	951,411	950,766	950,100	949,444	948,788	948,111	947,444	946,777
35	951,662	950,977	950,311	949,655	948,988	948,311	947,644	946,977	946,299	945,611	944,922
36	949,886	949,199	948,522	947,844	947,111	946,448	945,800	945,111	944,422	943,733	943,033
37	948,005	947,333	946,668	946,000	945,311	944,622	943,922	943,222	942,522	941,822	941,111
38	946,120	945,500	944,881	944,266	943,644	943,022	942,400	941,777	941,155	940,533	940,000
39	944,331	943,660	942,990	942,319	941,648	940,977	940,305	939,634	938,961	938,289	937,616
40	942,338	941,667	940,955	940,244	939,522	938,800	938,077	937,354	936,631	935,908	935,185
41	940,442	939,770	939,077	938,355	937,622	936,888	936,166	935,444	934,722	934,000	933,277
42	938,442	937,699	936,966	936,233	935,500	934,766	934,033	933,300	932,566	931,833	931,100
43	936,440	935,666	934,933	934,199	933,466	932,733	932,000	931,266	930,533	929,800	929,066
44	934,335	933,611	932,888	932,155	931,422	930,688	929,955	929,222	928,488	927,755	927,022
45	932,227	931,522	930,777	930,022	929,277	928,522	927,777	927,022	926,277	925,522	924,777
46	930,117	929,442	928,666	927,911	927,155	926,388	925,622	924,866	924,111	923,355	922,600
47	928,005	927,300	926,544	925,777	925,011	924,244	923,477	922,711	921,944	921,177	920,411
48	925,992	925,155	924,333	923,522	922,711	921,900	921,088	920,277	921,466	920,655	921,844
49	923,776	922,999	922,222	921,444	920,666	919,888	919,111	918,333	917,555	916,777	915,999
50	921,559	920,822	920,055	919,277	918,499	917,711	916,933	916,144	915,355	914,566	913,777

Tabel L2. Etanooli kontsentratsiooni sõltuvus tihedusest ja temperatuurist

$\frac{T}{WE}$	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
0	998,20	997,99	997,77	997,54	997,29	997,04	996,78	996,51	996,23	995,94	995,65
1	996,31	996,10	995,88	995,64	995,40	995,15	994,89	994,62	994,34	994,05	993,75
2	994,49	994,27	994,05	993,82	993,57	993,32	993,06	992,78	992,50	992,21	991,90
3	992,73	992,51	992,29	992,05	991,80	991,55	991,28	991,00	990,72	990,42	990,12
4	991,02	990,81	990,58	990,34	990,09	989,83	989,56	989,28	988,99	988,69	988,38
5	989,38	989,15	988,92	988,68	988,42	988,15	987,88	987,59	987,30	986,99	986,68
6	987,74	987,55	987,31	987,06	986,80	986,53	986,25	985,95	985,65	985,34	985,02
7	986,24	986,00	985,75	985,48	985,22	984,94	984,65	984,36	984,05	983,73	983,40
8	984,73	984,49	984,23	983,96	983,68	983,40	983,10	982,79	982,48	982,15	981,82
9	983,27	983,01	982,75	982,47	982,18	981,89	981,58	981,26	980,94	980,60	980,26
10	981,85	981,58	981,30	981,01	980,71	980,41	980,09	979,76	979,43	979,08	978,73
11	980,46	980,18	979,89	979,58	979,27	978,95	978,63	978,29	977,94	977,59	977,22
12	979,10	978,80	978,50	978,18	977,86	977,53	977,18	976,83	976,47	976,11	975,73
13	977,76	977,45	977,13	976,80	976,46	976,12	975,76	975,40	975,02	974,64	974,25
14	976,44	976,11	975,78	975,43	975,08	974,72	974,35	973,97	973,58	973,19	972,78
15	975,13	974,79	974,44	974,08	973,71	973,33	972,94	972,55	972,15	971,74	971,32
16	973,83	973,47	973,11	972,73	972,34	971,95	971,54	971,13	970,71	970,29	969,85
17	972,54	972,16	971,77	971,38	970,97	970,56	970,14	969,71	969,28	968,83	968,38
18	971,24	970,84	970,44	970,02	969,60	969,17	968,73	968,29	967,83	967,37	966,90
19	969,93	969,51	969,09	968,66	968,22	967,77	967,31	966,85	966,38	965,90	965,41
20	968,61	968,17	967,73	967,28	966,82	966,35	965,88	965,40	964,91	964,41	963,91
21	967,27	966,81	966,35	965,88	965,40	964,91	964,42	963,92	963,42	962,90	962,38
22	965,90	965,43	964,94	964,45	963,96	963,45	962,94	962,43	961,90	961,37	960,83
23	964,51	964,02	963,51	963,01	962,49	961,97	961,44	960,90	960,36	959,81	959,26
24	963,09	962,58	962,05	961,53	960,99	960,45	959,91	959,35	958,79	958,23	957,66
25	961,63	961,10	960,56	960,02	959,46	958,91	958,34	957,77	957,19	956,61	956,02
26	960,14	959,59	959,03	958,47	957,90	957,32	956,74	956,16	955,56	954,96	954,36
27	958,61	958,04	957,47	956,89	956,30	955,71	955,11	954,51	953,90	953,28	952,66
28	957,05	956,46	955,86	955,27	954,66	954,05	953,44	952,82	952,20	951,57	950,93
29	955,44	954,83	954,22	953,61	952,99	952,36	951,73	951,10	950,46	949,82	949,17
30	953,78	953,16	952,54	951,91	951,27	950,63	949,99	949,34	948,69	948,03	947,37
31	952,09	951,46	950,82	950,17	949,52	948,87	948,21	947,55	946,88	946,21	945,53
32	950,36	949,71	949,05	948,39	947,73	947,06	946,39	945,72	945,04	944,35	943,67
33	948,58	947,92	947,25	946,58	945,90	945,22	944,54	943,85	943,16	942,47	941,77
34	946,77	946,09	945,41	944,73	944,04	943,35	942,65	941,95	941,25	940,54	939,83
35	944,92	944,23	943,54	942,84	942,14	941,44	940,73	940,02	939,31	938,59	937,87
36	943,03	942,33	941,63	940,92	940,21	939,49	938,78	938,06	937,33	936,61	935,88
37	941,11	940,40	939,68	938,96	938,24	937,52	936,79	936,06	935,33	934,59	933,86
38	939,15	938,43	937,71	936,98	936,25	935,51	934,78	934,04	933,30	932,55	931,81
39	937,16	936,43	935,70	934,96	934,22	933,48	932,74	931,99	931,24	930,49	929,73
40	935,15	934,41	933,66	932,92	932,17	931,42	930,67	929,92	929,16	928,40	927,64
41	933,10	932,35	931,60	930,85	930,10	929,34	928,58	927,82	927,06	926,29	925,52
42	931,03	930,28	929,52	928,76	928,00	927,24	926,47	925,70	924,93	924,16	923,38
43	928,94	928,18	927,41	926,65	925,88	925,11	924,34	923,56	922,79	922,01	921,22
44	926,82	926,06	925,29	924,52	923,74	922,96	922,19	921,41	920,62	919,84	919,05
45	924,69	923,92	923,14	922,36	921,58	920,80	920,02	919,23	918,44	917,65	916,86
46	922,53	921,76	920,98	920,19	919,41	918,62	917,83	917,04	916,25	915,45	914,65
47	920,37	919,58	918,80	918,01	917,22	916,43	915,64	914,84	914,04	913,24	912,44
48	918,18	917,39	916,60	915,81	915,02	914,22	913,42	912,62	911,82	911,01	910,21
49	915,98	915,19	914,40	913,60	912,80	912,00	911,20	910,39	909,59	908,78	907,96
50	913,77	912,98	912,18	911,38	910,57	909,77	908,96	908,15	907,34	906,53	905,71

**TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL**  
**Energiatehnoloogia instituut**

**Laboratoorne töö õppeaines**  
**Separatsiooniprotsessid**

**VEDELIK-VEDELIK EKSTRAKTSIOONI UURIMINE**

**Tallinn**  
**2021**



## SISSEJUHATUS

**Ekstraktsioon on operatsioon, mida kasutatakse ühe või mitme komponendi eraldamiseks lahusest või tahkest materjalist selektiivse lahustiga.**

Ekstraktsioon jaguneb

- vedelik-vedelik-süsteemide ekstraktsiooniks (sihtkomponent eraldatakse vedelast lahusest),
- tahke-vedelik-süsteemide ekstraktsiooniks e leostamiseks (sihtkomponent eraldatakse tahkest ainest).

Ekstraktsiooni käigus töödeldakse lahutatavat segu lahusti e ekstrahendiga. Ekstrahendina kasutatakse lahustit, milles lahustuvad hästi sihtkomponendid, teised komponendid lahustuvad vähesel määral või ei lahustu üldse. Ekstraktsiooni tulemusel saadakse ekstrakt, mis on ekstraheeritava aine lahus ekstrahendis, ja rafinaat, mis on lähtelahuse jääk, millest ekstraheeritav aine on osaliselt või täielikult kõrvaldatud.

Seega peab ekstrahent olema selektiivne sihtkomponendi suhtes ja võib ainult osaliselt lahustuda lähtelahuses – ekstraktsiooni tulemusel tekkiv ekstrakt ja rafinaat ei tohi lahustuda üksteises ning peavad kihistuma st moodustama kaks faasi (soovitavalt erinevate tihedustega).

Ekstraktsioon on difusiooniprotsess, millest võtab osa kaks teineteises mittelahustuvat või osaliselt lahustuvat vedelfaasi, mille vahel jaotub ekstraheeritav aine. Ekstraktsiooniprotsess põhineb vedelik-vedelik–tasakaalul. Tasakaaluolukorras väljendab ekstraheeritava aine jaotust faaside vahel tasakaalusõltuvus

$$y^* = f(x),$$

kus  $x$  on aine kontsentratsioon lähtelahuses ja  $y^*$  on selle aine tasakaaluline kontsentratsioon lahustis (ekstrahendis).

Ekstraktsioon kui difusiooniprotsess allub kõigile neid protsesse kirjeldavatele seaduspärasustele. Ekstraktsiooni efektiivsemaks läbiviimiseks on vaja suurendada faaside kontaktpinda ja protsessi liikumapaneva jõudu, seega kontsentratsioonigradiendi, ning suurendada massiläbikande efektiivsust tõstes faaside liikumise kiirust, mis põhjustab turbulentsi. Nõutava eraldusastme saavutamiseks on oluline ka piisav faaside kontakti aeg, mille jooksul ekstraheeritav komponent lähtelahusest eraldatakse.

Ekstraktsiooniprotsess koosneb kolmest staadiumist:

- ekstraheeritav segu viiakse kontakti lahustiga nii, et oleks tagatud maksimaalne faaside kontaktpind;
- moodustuvate faaside lahutamine kasutades erinevaid meetodeid – settimist, selitamist, tsentrifuugimist, filtrimist kihistumist põhjustavate abiainetega või kristallimist. Selle tulemusena saadakse kaks produkti – ekstrakt ja rafinaat.
- lahustite eraldamine moodustunud faasidest ja regenereerimine. Selleks võib vastavalt lahustite omadustele kasutada destillatsiooni, rektifikatsiooni, kuivatamist, sublimatsiooni jne.

Ekstraktsiooni viiakse läbi erinevates aparaatides kas perioodiliselt või pidevalt, faaside vastu- või ristvooluga.

Ekstraktsiooniprotsessi saab kujutada kolmnurkdiagrammil, kuna alati on tegemist vähemalt kolme komponendiga. Kui eeldada, et üks komponent on teises täiesti lahustumatu, siis võib protsessi kujutada ka harilikel täisnurksetel koordinaatidel. Sel juhul märgitakse x-teljele jaotuva komponendi kontsentratsioon ühes faasis (lähtelahuses ja rafinaadis) ja y-teljele kontsentratsioon teises faasis (ekstrahendis ja ekstraktis).

Ekstraktsiooni kui lahutusoperatsiooni kasutatakse laialdaselt keemia-, toiduainete- ja farmaatsiatööstuses, metallurgias ning metsatööstuses. Samuti kasutatakse seda keskkonnatehnoloogias. Nii näiteks eraldatakse ekstraktsiooni teel benseeni ja tolueni aroomaatsete süsivesinike segudest, parafiini ja tseresiini õlidestillaatidest, ekstraktsiooni kasutatakse suhkru ja toiduõli, penitsilliini, kampoli ning klorofüllkarotiinpasta tootmises, haruldaste metallide, uraani tootmises.

## **1. TÖÖ EESMÄRK**

1.1. Tutvuda laboratoorse ekstraktsiooniseadme ehitusega.

1.2. Teostada etanooli perioodiline ekstraktsioon etanool-rapsiõli lahusest kasutades ekstrahendina vett.

1.3. Arvutada massikaod ja ekstraktsiooni efektiivsus.

1.4. Teha kokkuvõtte tehtud tööst.

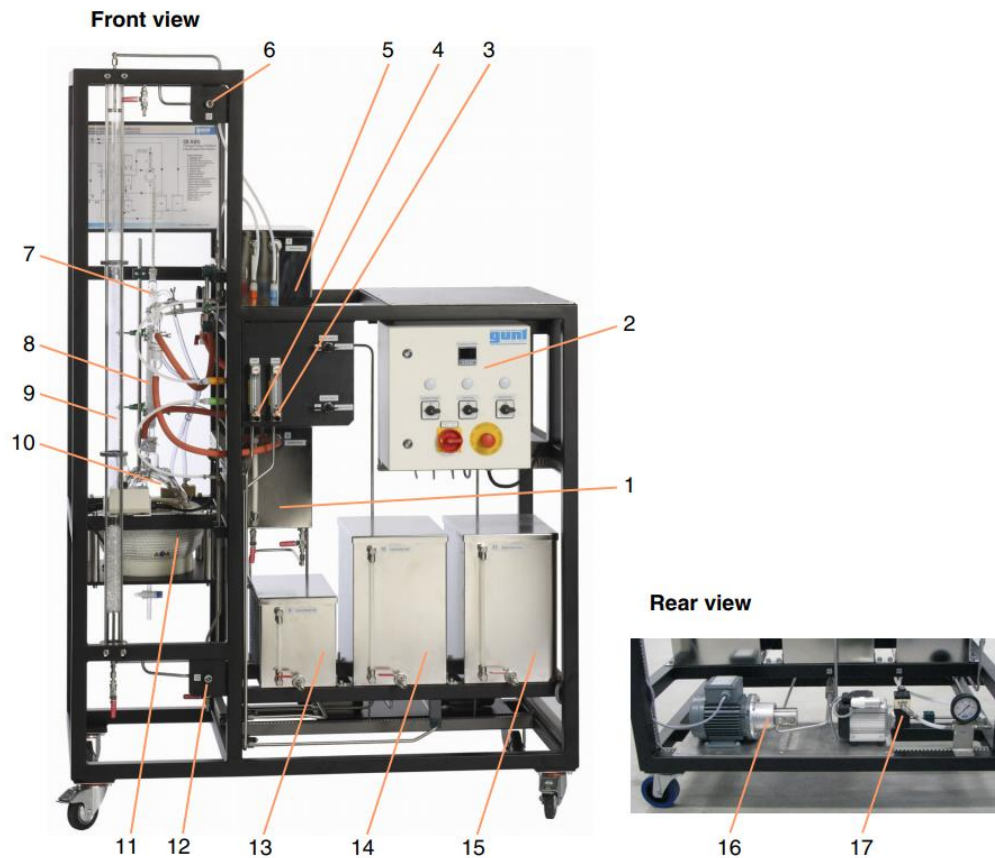
## **2. KATSESEADME EHITUS**

Ekstraktsiooniseadme üldine kirjeldus on järgmine.

Klaaskoloni pumbatakse alt ekstraheerimiseks mõeldud lähtesegu, mis liigub vastuvoolus ekstrahendiga, mida pumbatakse ülevalt kolonni. Pumbates kolonni ülevalt ekstrahenti ning kolonni alt lähtesegu, läbib see ekstrahenti, toimub massiläbikanne ning seetõttu eraldub sihtkomponent ekstrahenti. Kandevedelik ning ekstrahent on üksteises lahustumatud ning seetõttu moodustub kolonni faasidevaheline piirpind kahe vedeliku vahel. Lähtesegu ja ekstrahent väljuvad mõlemad vastupidi süsteemi sisenemisest ehk lähtesegu väljub kolonni ülevalt ning ekstrahent kolonni alt.

Ekstraktsiooniseadmel on võimalik ekstraktsiooni sooritada nii pidevas kui ka perioodilises režiimis. Lisaks sellele on võimalik ka antud seadmel teostada destillatsiooni.

Joonisel 2.1. on näidatud katseseadme põhiliste osade paigutus katseseadmes ning Joonisel 2.2. on kujutatud juhtpaneel.



**Joonis 2.1. Ekstraktsiooniseade**

1- Destillaadi tank (B2), 2 - juhtpaneel, 3 - ventiil ekstraktsiooni kulu reguleerimiseks (V1), 4 - ventiil toite kulu reguleerimiseks (V2), 5 - ekstraktsiooni tank (B3), 6 - ventiil toite tagasivoolu reguleerimiseks (V4), 7 - jahuti (W1), 8- destillatsioonikolonn (K2), 9 - ekstraktsioonikolonn (K1), 10 - ümarkolb (B1), 11 - kolvi küte (H1), 12 - ventiil ekstraktsiooni tagasivoolu reguleerimiseks (V3), 13 - ekstraktsiooni tank (B1), 14 - toite tank (B5), 15 - rafinaadi tank (B4), 16 - toite pump (P2), 17 - ekstraktsiooni pump (P1)

**Seadme põhiosadeks on:**

- ekstraktsioonikolonn;
- lülituskapp ja kontrolleri;
- tankid;
- pumbad ja rotameetrid;
- destillatsioonikolb koos kolonniga.

### **Ekstraktsioonikolonn**

Ekstraktsioonikolonn on valmistatud borosilikaatklaasist selleks, et oleks võimalik visuaalselt jälgida kolonnis toimuvat ekstraktsiooniprotsessi. Ekstraktsiooni ajal voolavad lähtesegu ning ekstrahent kolonnis üksteisega vastuvoolus. Lähtesegu siseneb kolonni alt läbi juhttoru. Juhttoru on suunatud kolonni tipu poole, et toetada kergema vedeliku tõusu kolonnis. Ekstrahent siseneb kolonni pealt läbi jaotustoru. Jaotustoru jagab ekstrahendi voolu mitmeks väiksemaks vooks, mis soodustab sihtkomponendi massivahetust kolonnis.

Ala, mis jääb avadega plaadi ning kolonni põhja vahele, nimetatakse ekstrahendi stabiliseerumise tsooniks. Samuti on ka kolonni tipus analoogne stabiliseerumisala. Antud ala, mida nimetatakse lähtesegu stabiliseerumise tsooniks, jääb ekstrahendi jaotustoru ning kolonni tippu vahele. Ala, mis jääb stabiliseerimisalade vahel nimetatakse ekstraktsioonitsooniks (alaks). Stabiliseerimisalad on tähtsad selleks, et vältida nii lähtesegu kui ka ekstrahendi tagasivoolamist valesse tanki. Näiteks, kui sisse pumbatud lähtesegu voolaks koheselt tagasi ekstrahendi tagasivoolust.

Kolonni peal on ka mäрге, mis näitab kolonni keskpunkti. Ekstraktsiooni ajal on soovitatav hoida lähtesegu ja ekstrahendi faasipiiri kolonni keskpunktis.

Kolonn võib olla tühi või täidisega (täidiskolonn), kuna kolonni põhjas olev perforeeritud tugiplaat võimaldab kolonni täita täidiselementidega.

### **Kilp ning kontrollid**

Kilbilt on võimalik sisse lülitada mõlemad pumbad ja destillatsioonikolvi soojendi, mille sisse lülitamisel süttib vastav tuli lüliti kohal. Samuti saab reguleerida destillatsiooni temperatuuri kasutades kontrollereid. Kontrollid näitab tegelikku temperatuuri destillatsioonikolvis. Kontrolleriga on ka võimalik määrata soovitud temperatuur destillatsiooniks.

Kilbil on veel pealüliti, et käivitada seade, ning avariilüliti hädaolukorras aparraadi välja lülitamiseks.

### **Tankid**

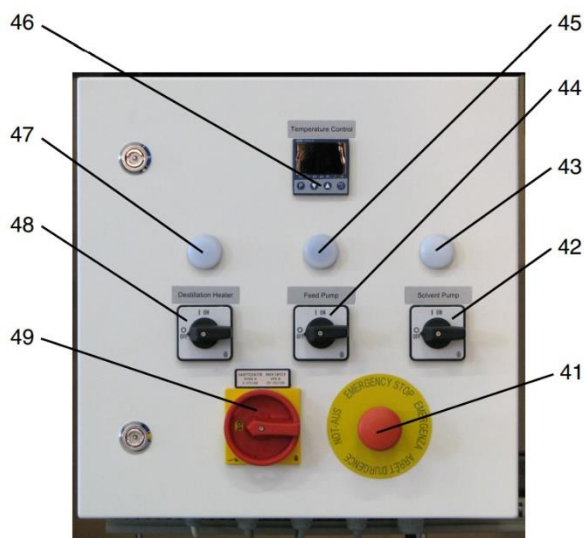
Antud ekstraktsiooniseadmepel on olemas viis erinevat tanki, millest kaks on suuremad ning kolm väiksemad. Igal lahuse jaoks on oma tank., mida see sisaldab. Olemas on tankid: rafinaadi, ekstrakti, ekstrahendi, lähtesegu ning destillaadi jaoks. Tankid sisaldavad ka nivootaseme mõõtjaid ning oma väljalasketorusid.

### **Pumbad ja rotameetrid**

Antud süsteemil on kaks pumpa, mis on mõeldud ekstrahendi ning lähtesegu pumpamiseks. Mõlemad pumbad on kaitstud sisemiste kaitseklappidega. Kui pumpamisel puudub takistus ning on olemas vaba äravool, siis töötavad pumbad maksimaalse mahtkuluga. Pumpade kulu väheneb, kui pumbatakse ekstraktsioonikolonnile, kuna suureneb takistus süsteemis. Takistuse suurenemisel hakkavad tööle kaitseklapid ning väheneb kolonni siseneva lahuse mahtkulu.

Mahtkulu mõõdetakse rotameetritega. Rotameetrite näitude järgi on võimalik reguleerida ekstrahendi ja lähtesegu kulu kolonnis. Samuti on võimalik suurendada süsteemi takistust sulgedes

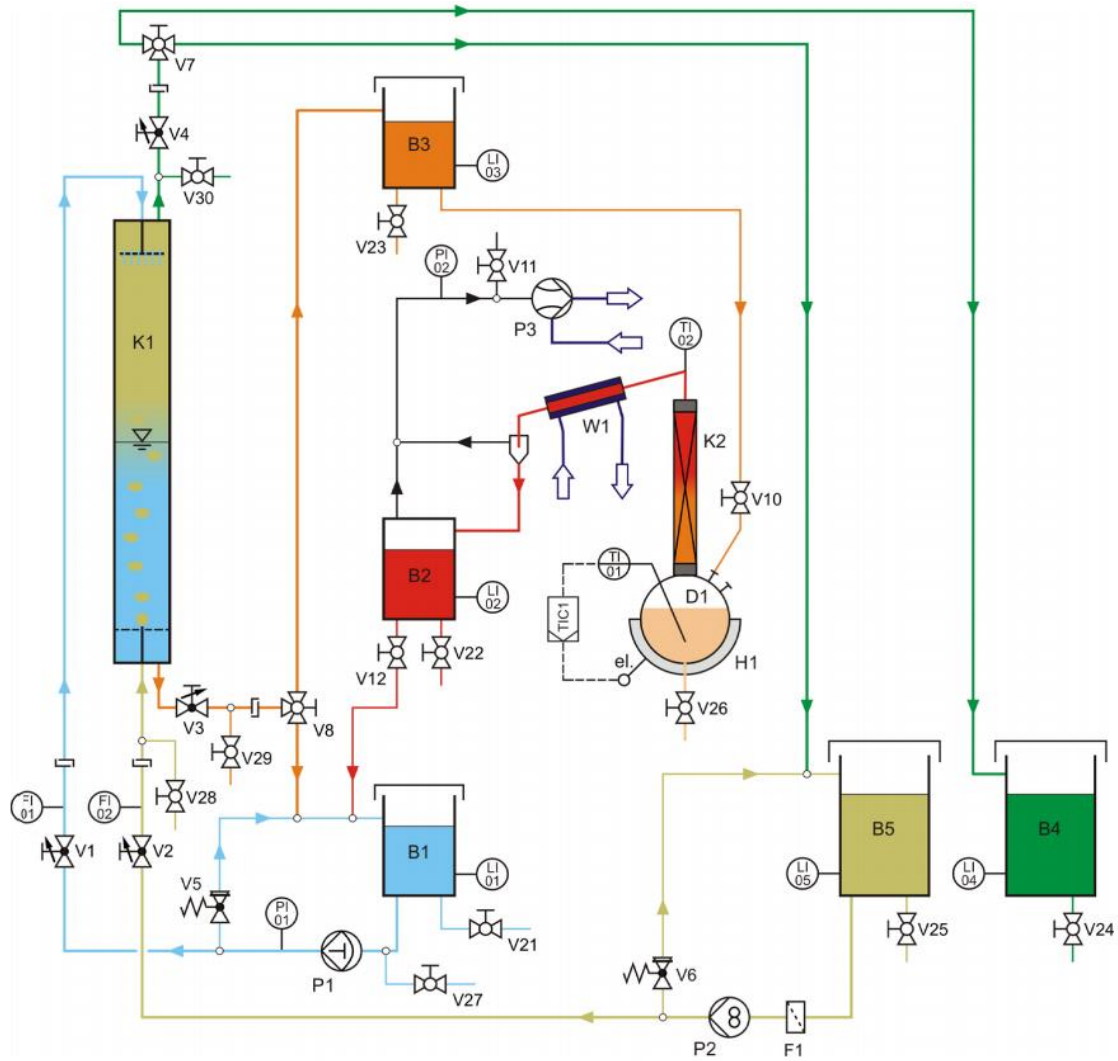
rotameetrid. Rotameetrid on kalibreeritud vee kulu järgi, seega kui kasutada teisi vedelikke süsteemis, peab kontrollima üle tegeliku kulu. Rotameetrite näidud on ühikutes liitrit tunnis (L/h).



**Joonis 2.2. Ekstraktsiooniseadme juhtpaneel**

41 – avariilüliti, 42 - ekstrahendi pumba lüliti (P1), 43 - ekstrahendi pumba tuli (P1), 44 - toite pumba lüliti (P2), 45 - toite pumba tuli (P2), 46 - temperatuuri kontrolleri (TIC1), 47 - kolvi kütte tuli (H1), 48 - kolvi kütte lüliti (H1), 49 – pPealüliti.

Joonisel 2.3. esitatud katseseadme skeemil on peale põhiosade näidatud ning märgistatud ka mõõtmispunktid. Samuti on näidatud ära erinevate vedelike voolud.



**Joonis 2.3. Katseseadme skeem voogude, põhikomponentide ja mõõtmispunktidega**

B1 – ekstrahendi tank, B2 – destillaadi tank, B3 – ekstrakti tank, B4 – rafinaadi tank, B5 – toite tank, D1 – ümarkolb, H1 – kolvi küte, K1 – ekstraktsioonikolonn, K2 – destillatsioonikolonn, P1 – ekstrahendi pump, P2 – toite pump, P3 – vaakumpump, W1 – jahuti, F1 – toitepumba imikurn, V1 – V4 – reguleerimisventiilid, V5, V6 – kaitseklapid, V7, V8 – kolmikventiilid, V10 – V30 – ventiilid  
 Voolud katseseadmes on tähistatud järgmiselt:

	- lähtesegu
	- ekstrahent
	- ekstrakt
	- rafinaat
	- jääk
	- destillaat,
	- külm vesi

Joonisel 2.3. on näidatud järgmised mõõtmis- ja juhtimisvahendid: FI01 – ekstrahendi kulu, FI02 – lähtesegu kulu, LI01 – LI05 – nivoomõõtja, PI01, PI02 – rõhumõõtjad, TI01 – jäägi temperatuur, TI02 – auru temperatuur, TIC1 – temperatuuri kontrollid.

### 3. KATSESEADME TÖÖREŽIIMID

Antud katseseadmega saab läbi viia vedelik-vedelik ekstraktsiooni kas pidevas või perioodilises režiimis. Sobiva režiimi reguleerimiseks kasutatakse kolmikventiile, et suunata kolonnist tulevad voolud vastavalt tagasi ringlusesse või siis eraldi tankidesse.

Katseseade võimaldab töötada järgmistes režiimides:

- perioodiline ekstraktsioon;
- pidev ekstraktsioon;
- destillatsioon sihtkomponendi eraldamiseks ekstraktist.

#### ***Perioodiline ekstraktsioon***

Perioodilisel ekstraktsioonil on ekstraktsiooni käigus ekstrahendi tankis ekstrahent ning toite tankis lähtesegu. Pärast ekstraktsiooni lõppu on ekstrakt ekstrahendi tankis ja rafinaat toite tankis.

Vedelik-vedelik ekstraktsioon toimub ekstraktsioonikolonnis. Ekstraktsioonikolonnis saavad kokku lähtesegu ning ekstrahent, mille toimel hakkab sihtkomponent üle minema lähtesegust ekstrahenti.

Lähtesegu pumbatakse pidevalt ekstraktsioonikolonna kolonni põhjast, kus lähtesegu hakkab liikuma kolonnis üles. Jõudes kolonni tippu liigub lähtesegu tagasi toite tanki ning ringlus jätkub ekstraktsiooni lõpuni. Samuti ringleb ekstrahent ekstraheerimisel. Ainult, et ekstrahent pumbatakse kolonni pealt, mis liigub vastuvoolus lähtelahusega kolonni põhja ning väljub tagasi ekstrahendi tanki.

Vastuvoolus liikumise põhjustab tiheduste erinevus lahuste vahel. Seega tuleb alati pumbata madalama tihedusega vedelik sisse kolonni põhjast. Nõutud tiheduste erinevus on täidetud süsteemis kasutuses olevate ainete puhul, kus rapsiõli tihedus on väiksem kui vee oma. Kui kasutada süsteemis alternatiivseid ained on võimalik lihtsalt vahetada vood, kasutades klappide vahelisi kiirühendusi. Ühenduskohad on tähistatud erinevate värvidega, seega algse süsteemi taastamine on lihtne.

#### ***Pidev ekstraktsioon***

Pideva ekstraktsiooni protsess toimub sarnaselt perioodilise ekstraktsiooni protsessiga. Peamine erinevus pideva ja perioodilise ekstraktsiooni vahel on, et pideva protsessi korral kogu ekstrahent ning lähtesegu läbib süsteemi ainult ühe korra. Õeldes teisiti ekstrakt juhitakse kohe eraldi ekstrakti tanki ning rafinaat eraldi rafinaadi tanki.

Kui võrrelda perioodilise ning pideva režiimi produkte, selgub, et perioodilises režiimis toimub sihtkomponendi parem eraldamine lähtelahusest, sihtkomponendi sisaldust ekstraktis on kõrgem, selles režiimis on pikem faaside kontakti aeg.

### **Destillatsioon**

Lisaks ekstraktsioonile on võimalik ka antud seadmel teostada destillatsiooni. Destillatsiooniga on võimalik kontsentreerida ekstraktis oleva sihtkomponendi sisaldust, eemaldades sihtkomponent ekstrahendist. Destillatsioonil saadud ekstrakt lahkub destillatsioonikolonnist pealt ning kogutakse eraldi tanki. Eraldatud ekstrahenti on võimalik kas koguda või suunata tagasi süsteemi edasi ringlemiseks.

Destillatsiooniseade koosneb kuumutatavast ümarkolvist, täidiskolonnist ning Liebigi jahutist. Samuti on paigaldatud seadmele vaakumpump, mis annab võimaluse sooritada destillatsiooni madalal rõhul. Destillatsioonikolvis on võimalik kontrollida temperatuuri kasutades PID regulaatorit (proportsionaal-integraal-diferentsiaalregulaator). Samuti on võimalik määrata destillatsioonikolonnist olevat temperatuuri.

## **4. KATSEMETOODIKA**

### **4.1. Katsete eesmärk**

Katsete eesmärgid on järgmised:

- tutvumine vedelik-vedelik ekstraktsiooniseadme ehituse ja tööpõhimõttega;
- uurida eksperimentaalselt perioodilist vedelik-vedelik ekstraktsiooni - etanooli ekstraktsiooni etanool-rapsiõli lahusest kasutades ekstrahendina vett;
- ekstraktsiooniprotsessi efektiivsuse hindamine produktide kontsentratsioonide ning massibilanssi järgi.

### **4.2. Kasutatavad materjalid**

Antud töös kasutatakse järgmisi materjale:

- rafineeritud rapsiõli (alglahusti e kandevedelik);
- meditsiiniline etanool, 96% (ekstraheeritav komponent, sihtkomponent);
- destilleeritud vesi (ekstrahent).

Neid aineid kasutatakse, et simuleerida letsitiini eraldamist toortaimeõlidest. Letsitiini asemel kasutatakse aga etanooli. Nii vesi kui ka rapsiõli ekstrahendi ja kandevedelikuna on analoogsed letsitiini eraldamisel.

Tööstuses eraldatakse letsitiini toortaimeõlidest, kuid antud süsteemis on kasutusel rafineeritud rapsiõli. Järgnevalt on välja toodud eelised, miks kasutada rafineeritud õli rafineerimata õli asemel:

- taimeõli suurem vastupidavus ja keemiline stabiilsus katse ajal;
- mõõtmiste täpsus;
- süsteemi lihtsam puhastamine;
- kättesaadavus.



### 4.3. Mõõtmised

Katse käigus mõõdetakse või määratakse järgmisi parameetreid:

- faaside kulu;
- temperatuuri;
- ekstrakti tihedust;
- komponentide kontsentratsioon;

Nende suuruste põhjal koostatakse massibilanss ja arvutatakse ekstraktsiooni efektiivsus.

#### **Kulu**

Tegeliku kulu määramiseks reguleeritakse rotameetri järgi välja kindel kulu. Pärast rotameetrit kogutakse kindla mahuga proov ning fikseeritakse aeg, mille jooksul proov koguti. Aja ning mahu teadmisel saab arvutada mahtkulu. Rotameetri näidu ning leitud tegeliku mahtkulu järgi saab leida kulude vahelise suhte.

Kulu määramiseks tuleb teha järgnevalt:

- Keerata lahti rotameetri V2 pealmine klappi ühendus;
- Ühendada lahtikeeratud avasse varuklapp;
- Enne pumba käivitamist veenduda, et ventiil V4 oleks kinni;
- Käivitada toite pump P2 ning seada kindel toite kulu rotameetril V2, näiteks 40 L/h;
- Järgnevalt mõõta aeg, mille jooksul täitub mõõtesilinder 100 ml toitelahusega. Korrata mõõtmist vähemalt kaks korda;
- Pärast mõõtmist valada lahus tagasi toitetanki ning arvutada lähtesegu tegelik kulu. Samuti ühendada toite voolu süsteem ja uuesti torustikuga.

#### **Temperatuur**

Katse alguses mõõdetakse ruumi temperatuur.

Katse käigus mõõdetakse ekstrahendi tankist võetavate proovide temperatuuri.

Temperatuuri mõõtmiseks võib kasutada nii vedeliktermomeetrit kui ka termopaari.

#### **Lahuste tiheduste määramine**

Katse käigus tuleb määrata iga 20 minuti möödudes ekstrahendi tankis oleva lahuse tihedus. Võetud proovi tihedus määratakse proovi temperatuuril.

Võetud proovide tiheduste määramine toimub järgmiselt:

- Segada läbi ekstrahendi tank.
- Enne proovi võtmist pesta läbi keeduklaas, kuhu kogutakse proov.
- Võtta proov. Proovi võetakse piisavalt, et teostada kaalumine (umbes 200 mL vastavalt mahtkolvi mahule).
- Määrata proovi temperatuur.
- Kaaluda tühi mahtkolb ning kirja panna kolvi tühi kaal, samuti nullida kaal. Vajadusel kalibreerida mahtkolb enne mõõtmiste alustamist.
- Enne kolvi täitmist prooviga pesta läbi nii automaatpipeti otsik kui ka mahtkolb prooviga.
- Täita mahtkolb, kuni märgiseni, kasutades automaatpipetti.
- Kaaluda mahtkolb prooviga ning panna kirja proovi mass.
- Teades proovi mahtu ning massi leida proovi tihedus.

#### ***Etanooli kontsentratsiooni määramine proovis***

Etanooli kontsentratsiooni ekstraktis määratakse tiheduse järgi kasutades tabeleid või siis arvutatakse teades ekstrakti, vee ja etanooli tihedusi. Tabelid etanooli kontsentratsiooni määramiseks tiheduse ja temperatuuri järgi on esitatud Lisades 1 ja 2.

#### **4.4. Massibilansi koostamine ja efektiivsuse leidmine**

##### ***Massibilanssi koostamine***

Massibilanssi koostamiseks tuleb kaaluda

- ekstrahent, kandevedelik ning sihtkomponent katse alguses;
- ekstrakt ja rafinaat katse lõpus.

Massibilanssist saab leida ka ekstraktsioonil tekkinud kaod.

##### ***Ekstraktsiooni efektiivsuse määramine***

Ekstraktsiooni efektiivsuse määramiseks leitakse, kui palju lähtelahuses olevast sihtkomponendist on üle kantud ekstrahenti.

Efektiivsust saab välja arvutada kasutades järgmist valemit:

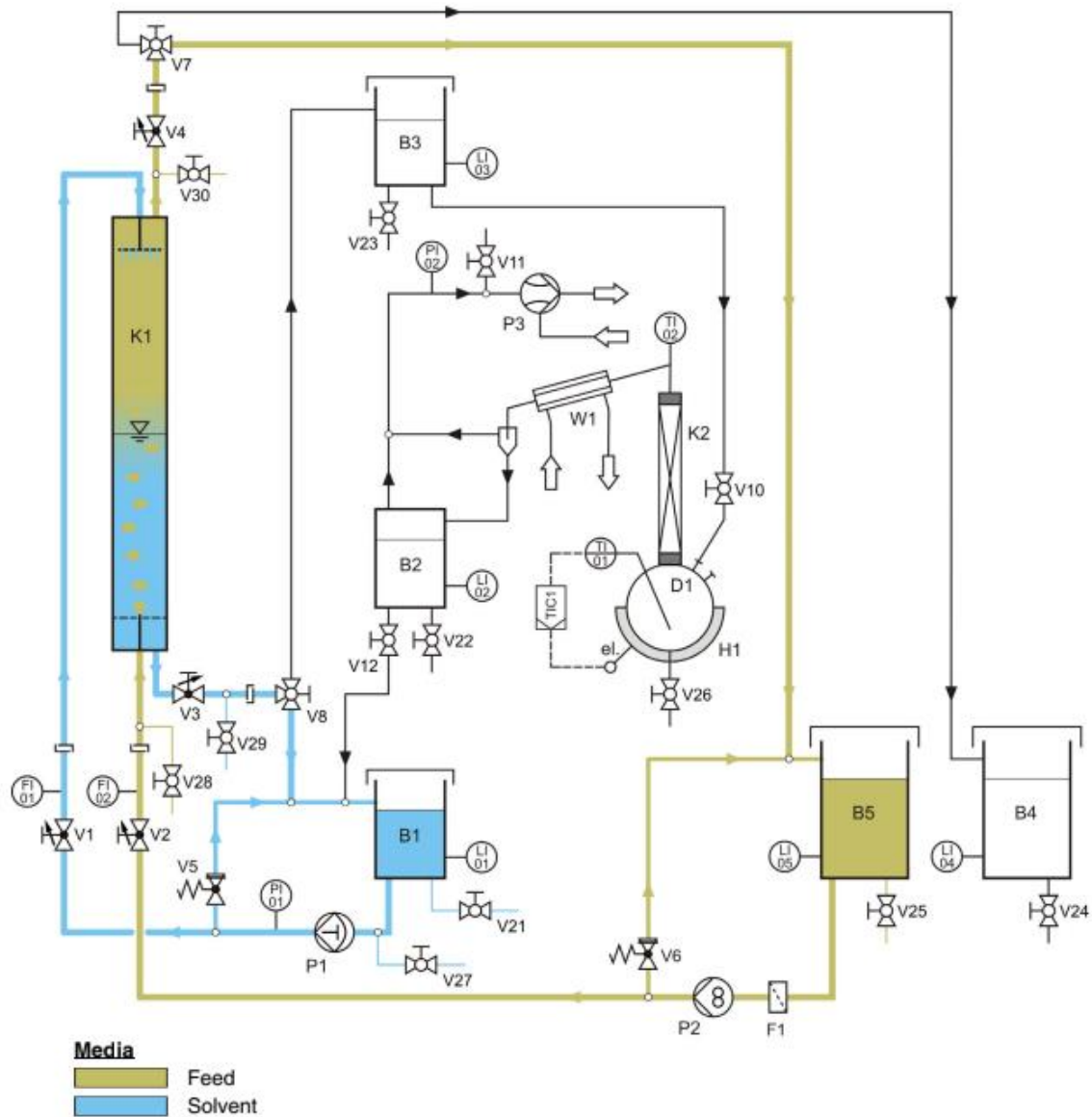
$$\frac{m_{ET,ekstrakt}}{m_{ET,alg}} * 100\%, \quad (4.1)$$

$m_{ET,alg}$  – etanooli mass lähtelahuses katse alguses,

$m_{ET,ekstrakt}$  – etanooli mass ekstraktis pärast ekstraktsiooni.

#### 4.5. Perioodilise ekstraktsiooni läbiviimine

Perioodilise ekstraktsiooni katse kestvus on vähemalt kolm tundi. Joonisel 4.1. on esitatud voogude skeem seadmes perioodilise ekstraktsiooni teostamisel.



Joonis 4.1. Perioodilise ekstraktsiooniprotsessi voogude skeem (ekstrahendi voog helesinine ning lähtesegu voog anisiroheline)

## 5. TÖÖ KÄIK

### 5.1. Katse alustamine

- Eemaldada toite tanki B5 ja solvendi tanki kaaned B1.
- Lülitada sisse katseseade, pöörates pealüliti asendisse „1“. Enne lüliti keeramist veenduda, et seade oleks ühendatud vooluvõrku.
- Valada 5000 g destilleeritud vett solvendi tanki B1.
- **Valmistada etanool-õli lahus.**
  - Lisada toite tanki B5 500 g etanooli
  - Järgmisena sulgeda ventiilid V2 ja V4 ning käivitada toitepump P2. Pump käivitatakse, et segada etanooli ja õli ringlusega süsteemis.
  - Lisada toite tanki B5, esialgu vähehaaval, 4500 g rapsiõli. Toite tanki lisatakse rapsiõli vähehaaval, kuna muidu tekiks etanooli kiht lähtesegu peale ning ringleks süsteemis ainult õli.
  - Lasta õli ning etanooli segul ringluses olla vähemalt 25 minutit. Segunemisele kaasa aitamiseks võib segada segu vahetevahel käsitsi.
  - 25 minuti möödumisel lülitada välja pump P2.
- **Järgmisena on soovitatav määrata toite tegelik kulu.** Kulu määramiseks tuleb teha järgnevalt:
  - Keerata lahti rotameetri V2 pealmine klapi ühendus.
  - Ühendada lahtikeeratud avasse varu klapi ava.
  - Enne pumba käivitamist veenduda, et ventiil V4 oleks kinni.
  - Käivitada toite pump P2 ning seada kindel toite kulu rotameetril V2, näiteks 40 L/h.
  - Järgnevalt mõõta aeg, mille jooksul täitub mõõtesilinder 100 mL toite lahusega. Korrata katset vähemalt kaks korda.
  - Pärast kulu mõõtmist valda lahus tagasi toite tanki ning arvutada lähtesegu tegelik kulu. Samuti tagasi ühendada toite voolu süsteem torustikuga.
- **Enne katse alustamist üles märkida ruumi, ekstrahendi ja lähtesegu temperatuurid.**
- Katse alustamiseks tuleb käivitada ekstrahendi pump P1. Enne pumba käivitamist tuleb veenduda, et ventiil V30 oleks avatud ning ventiilid V3 ja V4 oleksid suletud. Samuti kontrollida, et kolmikventiil V8 oleks suunatud tagasi toite tanki B5 ja et kolmikventiil V7 oleks suunatud tagasi ekstrahendi tanki. Kui pumpamisel esinevad imemisprobleemid siis tuleb avada korraks pumba juures olev ventiil V27, kuni hakkab välja voolama vedelikku.
- Järgmisena tuleb reguleerida ekstrahendi rotameetri V1 näitu, et see oleks umbes 6 L/h.
- Käivitada ka toite pump P2. Toite pumba kuluks seada 40 L/h, mis on ka soovitatav lähtesegu kulu katse ajal.
- Järgnevalt hakkab täituma kolonn K1 nii ekstrahendi kui ka lähteseguga. Kolonni täitmisel on eesmärgiks, et nii ekstrahendi kui ka lähtesegu faasipiirid oleksid kolonni keskel. Kolonni keskpunkti tähistab vastav märg kolonnil. Vajadusel reguleerida kolonni täitumist muutes ekstrahendi kulu rotameetril V1.
- Kolonni täitumisel tuleb kinni keerata ventiil V30 ning avada täielikult ventiil V4. Ventiilist V30 tuleb välja vedeliku, seega on mõistlik koguda see anumasse kolonni täitumisel.

## 5.2. Eksperimendi algus ja katse

- Pärast ventiilide sulgemist/avamist algab ekstraktsiooniprotsess. Lülitatakse käima stopper.
- Reguleerides rotameetrit V1 tõsta ekstrahendi kulu ~18 L/h peale.
- Avada ventiil V3 (umbes veerand pööret).
- Veenduda, et toite kulu oleks 40 L/h. Kui toite kulu erineb kohandada see 40 L/h peale.
- Mõõta faasidevahelise piirpinna erinevus kolonni keskpunktist ning see üles märkida **tabelisse 1** (Lisa 1). Samuti üles märkida tabelisse nii lähtesegu kulu, ekstrahendi kulu kui ka ventiili V3 pöörete arv. Korrata andmete ülesmärkimist iga 10 minuti tagant.
- Kui vedelike piirpinna on keskpunktist oluliselt eemal, reguleerida seda ventiiliga V3. Keerates ventiili kinni hakkab ekstrahendi tase tõusma ning avades ventiili langeb ekstrahendi tase. Kuna ventiil V3 on väga tundlik, muutub piirpinna asend väiksemastki ventiili V3 keeramisest, seega olla ettevaatlik reguleerimisel.

### **Proovide võtmine katse käigus**

- Iga 20 minuti järel tuleb võtta proov ekstrahendi tankist B1. Proovi võtmine käib järgmiselt:
- Segada lahus ekstrahendi tankis B1.
- Võtta proov kasutades ventiili V21. Enne proovi võtmist loputada ekstrahendiga keeduklaas. Tühjendada pesemiseks võetud lahus tagasi ekstrahendi tanki B1.
- Mõõta proovi tiheduse arvutamiseks vajalikud parameetrid (mass, lahuse temperatuur) ja registreerida need katseandmete **tabelisse 2** (Lisa 1). Pärast mõõtmist valada proov tagasi solvendi tanki B1.

## 5.3. Töö lõpetamine

- Pärast ekstraktsiooni kestmist 3 tundi lülitada välja ekstrahendi ja toite pumbad P1 ning P2. Antud hetk on ekstraktsiooniprotsessi lõpp;
- Kiiresti sulgeda ventiilid V1, V2, V3 ja V4 ning avada ventiil V30.
- Katse lõpetamisel on ekstrakt ekstrahendi tankis B1 ning rafinaat toite tankis B5.

## 5.4. Kolonni tühjendamine ja seadme puhastamine

- Kolonni tühjendamist alustatakse avades ventiil V3. Kolonnist voolab ekstrakt tanki B1. Ventiil keeratakse kinni, kui vedelike faasipiir jõuab kolonni põhjani;
- Avades ventiili V28 tühjendada kolonnis olev rafinaat keeduklaasi ning valada see rafinaaditanki B5;
- Järgnevalt tuleb tankid tühjendada. Selleks saab kasutada vastavalt ventiile V21 ja V25. Enne tankide tühjendamist kaaluda ära anumad, millesse kogutakse saadud ekstrakt ja rafinaat, ning märkida üles nende mass;
- Rafinaadi kätte saamiseks torustikust tuleb korrata toite kulu määramisel antud juhiseid. Kui lahus on kätte saadud, lülitada välja toite pump P2 ja ühendada tagasi toite voolu süsteem torustikuga;
- Ekstrakti kätte saamiseks torustikust tuleb sisse lülitada ekstrahendi pump P1 ning avada ventiilid V1, V3 ja V29. Koguda ekstrakt ventiilist V29 keeduklaasi ning valada ekstrakti sisaldavasse anumasse. Sulgeda solvendi pump P1, kui kolonni ei sisene enam ekstrakti.

### **Ekstrakti ja rafinaadi kaalumine**

- Kaaluda tühjendamisest saadud ekstrakt ja rafinaat.

#### **Seadme puhastamine**

- Katse lõpetamise järel tuleb sooritada ekstraktsiooniseadme tavapuhastus.

### **5.5. Pilotseadme tavapuhastus**

Ekspriimendi käigus voolab läbi või satuvad kokku rapsiõliga peaaegu kõik süsteemi osad. Kui rapsiõli satub kontakti vee või õhuga muutuvad selle keemilised omadused. Rapsiõli võib rääsuda ning polümeriseeruda, tekitades ebameeldivat lõhna. Kui ekstraktsiooniseadet ei puhastata korralikult võib tekkida süsteemi saaste, mis ummistab seadet ning suurendab rikete tekkimise ohtu. Rikete vältimiseks tuleb pärast igat katset eemaldada nii palju õli jääke tankidest ning torustikust kui võimalik. Lisaks tavapuhastusele on soovitatud pärast pikemat seadme kasutamist pesta seadet denatureeritud piiritusega.

Puhastamiseks kasutatava vesi ei tohiks olla liiga kare ( $>5^{\circ}\text{dH}$ ). Juba nõrgalt kareda vee asemel soovitatakse kasutada destilleeritud vett aparadi puhastamisel, et vältida katlakivi teket süsteemis.

#### ***Pilotseadme tavapuhastuse protseduur on järgmine:***

14. Tavapuhastuseks kasutatakse kraanivett, soovitatavalt sooja kraanivett. Liiga kareda vee puhul on parem kasutada destilleeritud vett, et vältida katlakivi teket.
15. Puhastamise alustamiseks pärast katse lõpetamist sulgeda järgmised ventiilid V1, V2, V3 ja V4, kaasaarvatud tankide väljalaskeavade ventiilid. Veenduda, et ventiil V30 oleks avatud.
16. Täita kasutatud tankid veega ning seejärel tühjendada. Perioodilise katse puhul tankid B1 ja B5.
17. Täita uuesti kasutatud tankid uuesti veega.
18. Nagu tavakatses käivitada pumbad P1 ja P2. Täita kolonn veega ning lasta veel ringelda kolonnis vähemalt 5 minutit. Täitmiseks tuleb sulgeda ventiil V3. Kolonni täitumisel sulgeda ventiil V30 ja avada ventiil V4.
19. Pärast vee ringlemist peatada pumbad P1 ja P2. Tühjendada tankid B1 ja B5 ning kolonn K1.
20. Täita uuesti tankid B1 ja B5 veega. Lisada veele pesuvahendit.
21. Korrata eelnevaid samme 2 ja 5 pesulahusega.
22. Pesulahusel lasta ringelda süsteemis vähemalt 10 minutit.
23. Sulgeda pumbad P1 ja P2. Panna kinni ka ventiilid V1, V2, V3 ning V4. Avada ventiil V30.
24. Täita tankid B1 ja B5 veega, kuni täitumiseni ning lasta pesuveel seista süsteemis vähemalt 1 tund. Antud juhul on soovitatav lõpetada pesemine järgmisel päeval, jättes pesulahuse seadmesse seisma üleöö. Kui jätkatakse järgmisel päeval puhastustöödega, siis pöörata pealüliti asendisse „0“ ning järgmisel päeval tagasi asendisse „1“, et jätkata puhastamisega.
25. Pärast pesulahuse seismist süsteemis tühjendada tankid B1 ja B5 ning kolonn K1 pesuveest.
26. Puhastada uuesti veega kõik seadme kasutatud osad. Korrata veega loputamist.

Soovitatav on pesemisel veega kolonni täitmine ning uuesti tühjaks laskmine. Samuti on soovitatav samamoodi välja lasta pesuainega vesi. Selleks kasutada pumpa P1, et täita kolonn ning avada ventiil V3, et tühjendada kolonn.

## 6. EKSTRAKTSIOONIPROTSSESI ARVUTUS

**Katseandmete põhjal koostatakse perioodilise rektifikatsiooni massibilanss**

$$m_{ekstrahent} + m_{lähtesegu} = m_{ekstrakt} + m_{rafinaat} + m_{kadu}$$

ning bilansist arvutatakse kadu.

**Arvutatakse ekstraktsiooniprotsessi efektiivsus**

$$\frac{m_{ET,ekstrakt}}{m_{ET,alg}} * 100\%$$

kus  $m_{ET,alg}$  – etanooli mass lähtelahuses katse alguses

$m_{ET,ekstrakt}$  – etanooli mass ekstraktis pärast ekstraktsiooni

## 7. KOKKUVÕTE

Kirjutatakse kokkuvõtte tööst, milles ka analüüsitakse saadud tulemusi.

Tabel 5.1. Katseandmed režiimi jälgimiseks

Aeg, min	Toite kulu $V_{\text{toide}}$ , l/h	Solvendi kulu $V_{\text{solvent}}$ , l/h	Ventiili V3 asend	Vedelike piirpinna taseme erinevus keskmisest tasemest, cm	Märkused
0					
10					
20					
30					
40					
50					
60					
70					
80					
90					
100					
110					
120					
130					
140					
150					
160					
170					
180					

**Lähteainete mass**Rapsiõli mass lahuses:  $m_{\text{õli}} = \dots\dots\dots$  gDestilleeritud vee mass:  $m_{\text{vesi}} = \dots\dots\dots$  gEtanooli mass lahuses:  $m_{\text{etanool}} = \dots\dots\dots$  g**Ekstrakti ja rafinaadi mass**Rafinaadi mass  $m_{\text{rafinaat}} = \dots\dots\dots$  gEkstrakti mass  $m_{\text{ekstrakt}} = \dots\dots\dots$  g**Lähteandmed toite tegeliku kulu arvutamiseks**

Proovi maht:

Proovi kogumise aeg:



**Tabel 5.2. Katseandmed etanooli kontsentratsiooni määramiseks ekstraktis**

<b>Aeg, min</b>	<b>Tempe- ratuur, °C</b>	<b>100 ml proovi mass (etanool/vesi segu), g</b>	<b>Proovi tihedus, kg/m<sup>3</sup></b>	<b>Etanooli kontsentratsioon, mass %</b>	<b>Märkused</b>
20					
40					
60					
80					
100					
120					
140					
160					
180					

Lisa 2. Tabelid etanooli kontsentratsiooni määramiseks etanool-vesi segus

$$\rho = f(w_E, T)$$

$\frac{T}{w_E}$	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
0	999,70	999,60	999,49	999,37	999,24	999,10	998,94	998,77	998,59	998,40	998,20
1	997,79	997,59	997,34	997,07	996,76	996,41	996,04	995,68	995,30	994,91	994,51
2	995,98	995,68	995,37	995,06	994,72	994,36	993,99	993,62	993,24	992,86	992,47
3	994,24	993,94	993,63	993,32	993,01	992,70	992,39	992,08	991,77	991,46	991,15
4	992,58	992,28	991,97	991,66	991,35	991,04	990,73	990,42	990,11	989,80	989,49
5	990,98	990,68	990,37	990,06	989,75	989,44	989,13	988,82	988,51	988,20	987,89
6	989,46	989,16	988,85	988,54	988,23	987,92	987,61	987,30	986,99	986,68	986,37
7	987,99	987,69	987,38	987,07	986,76	986,45	986,14	985,83	985,52	985,21	984,90
8	986,58	986,28	985,97	985,66	985,35	985,04	984,73	984,42	984,11	983,80	983,49
9	985,23	984,93	984,62	984,31	984,00	983,69	983,38	983,07	982,76	982,45	982,14
10	983,93	983,62	983,31	983,00	982,69	982,38	982,07	981,76	981,45	981,14	980,83
11	982,68	982,37	982,06	981,75	981,44	981,13	980,82	980,51	980,20	980,00	980,00
12	981,46	981,15	980,84	980,53	980,22	979,91	979,60	979,29	978,98	978,67	978,36
13	980,29	980,00	979,71	979,42	979,13	978,84	978,55	978,26	977,97	977,68	977,39
14	979,14	978,85	978,56	978,27	977,98	977,69	977,40	977,11	976,82	976,53	976,24
15	978,02	977,73	977,44	977,15	976,86	976,57	976,28	975,99	975,70	975,41	975,12
16	976,91	976,62	976,33	976,04	975,75	975,46	975,17	974,88	974,59	974,30	974,01
17	975,82	975,53	975,24	974,95	974,66	974,37	974,08	973,79	973,50	973,21	972,92
18	974,72	974,43	974,14	973,85	973,56	973,27	972,98	972,69	972,40	972,11	971,82
19	973,63	973,34	973,05	972,76	972,47	972,18	971,89	971,60	971,31	971,02	970,73
20	972,52	972,23	971,94	971,65	971,36	971,07	970,78	970,49	970,20	970,00	970,00
21	971,40	971,11	970,82	970,53	970,24	970,00	970,00	970,00	970,00	970,00	970,00
22	970,25	970,00	969,75	969,50	969,25	969,00	968,75	968,50	968,25	968,00	967,75
23	969,17	968,92	968,67	968,42	968,17	967,92	967,67	967,42	967,17	966,92	966,67
24	968,17	967,92	967,67	967,42	967,17	966,92	966,67	966,42	966,17	965,92	965,67
25	967,24	967,00	966,75	966,50	966,25	966,00	965,75	965,50	965,25	965,00	964,75
26	966,34	966,10	965,85	965,60	965,35	965,10	964,85	964,60	964,35	964,10	963,85
27	965,44	965,20	964,95	964,70	964,45	964,20	963,95	963,70	963,45	963,20	962,95
28	964,54	964,30	964,05	963,80	963,55	963,30	963,05	962,80	962,55	962,30	962,05
29	963,63	963,39	963,14	962,89	962,64	962,39	962,14	961,89	961,64	961,39	961,14
30	962,73	962,49	962,24	961,99	961,74	961,49	961,24	960,99	960,74	960,49	960,24
31	961,82	961,58	961,33	961,08	960,83	960,58	960,33	960,08	959,83	959,58	959,33
32	960,92	960,68	960,43	960,18	959,93	959,68	959,43	959,18	958,93	958,68	958,43
33	960,01	959,77	959,52	959,27	959,02	958,77	958,52	958,27	958,02	957,77	957,52
34	959,11	958,87	958,62	958,37	958,12	957,87	957,62	957,37	957,12	956,87	956,62
35	958,21	957,97	957,72	957,47	957,22	956,97	956,72	956,47	956,22	955,97	955,72
36	957,31	957,07	956,82	956,57	956,32	956,07	955,82	955,57	955,32	955,07	954,82
37	956,41	956,17	955,92	955,67	955,42	955,17	954,92	954,67	954,42	954,17	953,92
38	955,51	955,27	955,02	954,77	954,52	954,27	954,02	953,77	953,52	953,27	953,02
39	954,61	954,37	954,12	953,87	953,62	953,37	953,12	952,87	952,62	952,37	952,12
40	953,71	953,47	953,22	952,97	952,72	952,47	952,22	951,97	951,72	951,47	951,22
41	952,81	952,57	952,32	952,07	951,82	951,57	951,32	951,07	950,82	950,57	950,32
42	951,91	951,67	951,42	951,17	950,92	950,67	950,42	950,17	949,92	949,67	949,42
43	951,01	950,77	950,52	950,27	950,02	949,77	949,52	949,27	949,02	948,77	948,52
44	950,11	949,87	949,62	949,37	949,12	948,87	948,62	948,37	948,12	947,87	947,62
45	949,21	948,97	948,72	948,47	948,22	947,97	947,72	947,47	947,22	946,97	946,72
46	948,31	948,07	947,82	947,57	947,32	947,07	946,82	946,57	946,32	946,07	945,82
47	947,41	947,17	946,92	946,67	946,42	946,17	945,92	945,67	945,42	945,17	944,92
48	946,51	946,27	946,02	945,77	945,52	945,27	945,02	944,77	944,52	944,27	944,02
49	945,61	945,37	945,12	944,87	944,62	944,37	944,12	943,87	943,62	943,37	943,12
50	944,71	944,47	944,22	943,97	943,72	943,47	943,22	942,97	942,72	942,47	942,22
51	943,81	943,57	943,32	943,07	942,82	942,57	942,32	942,07	941,82	941,57	941,32
52	942,91	942,67	942,42	942,17	941,92	941,67	941,42	941,17	940,92	940,67	940,42
53	942,01	941,77	941,52	941,27	941,02	940,77	940,52	940,27	940,02	939,77	939,52
54	941,11	940,87	940,62	940,37	940,12	939,87	939,62	939,37	939,12	938,87	938,62
55	940,21	940,00	939,79	939,58	939,37	939,16	938,95	938,74	938,53	938,32	938,11
56	939,31	939,10	938,89	938,68	938,47	938,26	938,05	937,84	937,63	937,42	937,21
57	938,41	938,20	937,99	937,78	937,57	937,36	937,15	936,94	936,73	936,52	936,31
58	937,51	937,30	937,09	936,88	936,67	936,46	936,25	936,04	935,83	935,62	935,41
59	936,61	936,40	936,19	935,98	935,77	935,56	935,35	935,14	934,93	934,72	934,51
60	935,71	935,50	935,29	935,08	934,87	934,66	934,45	934,24	934,03	933,82	933,61
61	934,81	934,60	934,39	934,18	933,97	933,76	933,55	933,34	933,13	932,92	932,71
62	933,91	933,70	933,49	933,28	933,07	932,86	932,65	932,44	932,23	932,02	931,81
63	933,01	932,80	932,59	932,38	932,17	931,96	931,75	931,54	931,33	931,12	930,91
64	932,11	931,90	931,69	931,48	931,27	931,06	930,85	930,64	930,43	930,22	930,01
65	931,21	931,00	930,79	930,58	930,37	930,16	929,95	929,74	929,53	929,32	929,11
66	930,31	930,10	929,89	929,68	929,47	929,26	929,05	928,84	928,63	928,42	928,21
67	929,41	929,20	928,99	928,78	928,57	928,36	928,15	927,94	927,73	927,52	927,31
68	928,51	928,30	928,09	927,88	927,67	927,46	927,25	927,04	926,83	926,62	926,41
69	927,61	927,40	927,19	926,98	926,77	926,56	926,35	926,14	925,93	925,72	925,51
70	926,71	926,50	926,29	926,08	925,87	925,66	925,45	925,24	925,03	924,82	924,61
71	925,81	925,60	925,39	925,18	924,97	924,76	924,55	924,34	924,13	923,92	923,71
72	924,91	924,70	924,49	924,28	924,07	923,86	923,65	923,44	923,23	923,02	922,81
73	924,01	923,80	923,59	923,38	923,17	922,96	922,75	922,54	922,33	922,12	921,91
74	923,11	922,90	922,69	922,48	922,27	922,06	921,85	921,64	921,43	921,22	921,01
75	922,21	922,00	921,79	921,58	921,37	921,16	920,95	920,74	920,53	920,32	920,11
76	921,31	921,10	920,89	920,68	920,47	920,26	920,05	919,84	919,63	919,42	919,21
77	920,41	920,20	919,99	919,78	919,57	919,36	919,15	918,94	918,73	918,52	918,31
78	919,51	919,30	919,09	918,88	918,67	918,46	918,25	918,04	917,83	917,62	917,41
79	918,61	918,40	918,19	917,98	917,77	917,56	917,35	917,14	916,93	916,72	916,51
80	917,71	917,50	917,29	917,08	916,87	916,66	916,45	916,24	916,03	915,82	915,61
81	916,81	916,60	916,39	916,18	915,97	915,76	915,55	915,34	915,13	914,92	914,71
82	915,91	915,70	915,49	915,28	915,07	914,86	914,65	914,44	914,23	914,02	913,81
83	915,01	914,80	914,59	914,38	914,17	913,96	913,75	913,54	913,33	913,12	912,91
84	914,11	913,90	913,69	913,48	913,27	913,06	912,85	912,64	912,43	912,22	912,01
85	913,21	913,00	912,79	912,58	912,37	912,16	911,95	911,74	911,53	911,32	911,11
86	912,31	912,10	911,89	911,68	911,47	911,26	911,05	910,84	910,63	910,42	910,21
87	911,41	911,20	910,99	910,78	910,57	910,36	910,15	909,94	909,73	909,52	909,31
88	910,51	910,30	910,09	909,88	909,67	909,46	909,25	909,04	908,83	908,62	908,41
89	909,61	909,40	909,19	908,98	908,77	908,56	908,35	908,14	907,93	907,72	907,51
90	908,71	908,50	908,29	908,08	907,87	907,66	907,45	907,24	907,03	906,82	906,61
91	907,81</										

$$\rho = f(W_E, T)$$

$\frac{T}{W_E}$	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
0	998.20	997.77	997.34	997.29	997.29	997.04	996.78	996.51	996.23	995.94	995.65
1	996.31	995.88	995.45	995.40	995.40	995.15	994.89	994.62	994.34	994.05	993.75
2	994.49	994.05	993.62	993.57	993.57	993.32	993.06	992.78	992.50	992.21	991.90
3	992.73	992.29	991.85	991.80	991.80	991.55	991.28	991.00	990.72	990.42	990.12
4	991.02	990.58	990.14	990.09	990.09	989.83	989.56	989.28	989.00	988.69	988.38
5	989.38	988.92	988.48	988.42	988.42	988.15	987.88	987.59	987.30	986.99	986.68
6	987.78	987.31	986.86	986.80	986.80	986.53	986.25	985.95	985.65	985.34	985.02
7	986.24	985.75	985.30	985.22	985.22	984.94	984.65	984.36	984.05	983.73	983.40
8	984.73	984.23	983.78	983.68	983.68	983.40	983.10	982.79	982.48	982.15	981.82
9	983.27	982.75	982.30	982.18	982.18	981.89	981.58	981.26	980.94	980.60	980.26
10	981.85	981.30	980.85	980.71	980.71	980.41	980.09	979.76	979.43	979.08	978.73
11	980.46	979.89	979.42	979.27	979.27	978.95	978.63	978.29	977.94	977.59	977.22
12	979.10	978.50	978.00	977.86	977.86	977.53	977.18	976.83	976.47	976.11	975.73
13	977.76	977.13	976.60	976.48	976.48	976.12	975.76	975.40	975.02	974.64	974.25
14	976.44	975.78	975.24	975.13	975.13	974.75	974.35	973.97	973.58	973.19	972.78
15	975.13	974.44	973.88	973.77	973.77	973.33	972.94	972.55	972.15	971.74	971.32
16	973.83	973.11	972.54	972.42	972.42	971.95	971.54	971.13	970.71	970.29	969.85
17	972.54	971.77	971.18	971.05	971.05	970.56	970.14	969.71	969.28	968.83	968.38
18	971.24	970.44	970.02	969.60	969.60	969.11	968.73	968.29	967.83	967.37	966.90
19	969.93	969.09	968.66	968.22	968.22	967.77	967.31	966.85	966.38	965.90	965.41
20	968.61	967.73	967.28	966.82	966.82	966.35	965.88	965.41	964.91	964.41	963.91
21	967.27	966.35	965.88	965.40	965.40	964.91	964.42	963.92	963.42	962.90	962.38
22	965.90	964.94	964.44	963.96	963.96	963.45	962.94	962.43	961.90	961.37	960.83
23	964.51	963.51	963.01	962.49	962.49	961.97	961.44	960.90	960.36	959.81	959.26
24	963.09	962.05	961.53	961.00	961.00	960.45	959.91	959.35	958.79	958.23	957.66
25	961.63	960.56	960.02	959.46	959.46	958.91	958.34	957.77	957.19	956.61	956.02
26	960.14	959.03	958.47	957.90	957.90	957.32	956.74	956.16	955.56	954.96	954.36
27	958.61	957.44	956.89	956.30	956.30	955.71	955.11	954.51	953.90	953.28	952.66
28	957.05	955.86	955.27	954.66	954.66	954.05	953.44	952.82	952.20	951.57	950.93
29	955.44	954.22	953.61	952.99	952.99	952.36	951.73	951.10	950.46	949.82	949.17
30	953.78	952.54	951.91	951.27	951.27	950.63	949.99	949.34	948.69	948.03	947.37
31	952.09	950.82	950.17	949.52	949.52	948.87	948.21	947.55	946.88	946.21	945.53
32	950.36	949.05	948.39	947.73	947.73	947.06	946.39	945.72	945.04	944.35	943.67
33	948.58	947.25	946.58	945.90	945.90	945.22	944.54	943.85	943.16	942.47	941.77
34	946.77	945.41	944.73	944.04	944.04	943.35	942.65	941.95	941.25	940.54	939.83
35	944.92	943.54	942.84	942.14	942.14	941.44	940.73	940.02	939.31	938.59	937.87
36	943.03	941.63	940.92	940.21	940.21	939.49	938.78	938.06	937.33	936.61	935.88
37	941.11	940.00	939.68	938.96	938.96	938.24	937.52	936.80	936.06	935.33	934.59
38	939.15	938.43	937.71	936.98	936.98	936.25	935.51	934.78	934.04	933.30	932.55
39	937.16	936.43	935.70	934.96	934.96	934.22	933.48	932.74	931.99	931.24	930.49
40	935.15	934.41	933.66	932.92	932.92	932.17	931.42	930.67	929.91	929.16	928.40
41	933.10	932.35	931.60	930.85	930.85	929.34	928.58	927.82	927.06	926.29	925.52
42	931.03	930.28	929.52	928.76	928.76	927.24	926.47	925.70	924.93	924.16	923.38
43	928.94	928.18	927.41	926.65	926.65	925.11	924.34	923.56	922.79	922.01	921.22
44	926.82	926.06	925.29	924.52	924.52	922.96	922.19	921.41	920.62	919.84	919.05
45	924.69	923.92	923.14	922.36	922.36	920.80	920.02	919.23	918.44	917.65	916.86
46	922.53	921.76	920.98	920.19	920.19	918.62	917.83	917.04	916.25	915.45	914.65
47	920.37	919.58	918.80	917.99	917.99	916.43	915.64	914.84	914.04	913.24	912.44
48	918.18	917.39	916.60	915.81	915.81	914.22	913.42	912.62	911.82	911.01	910.21
49	915.98	915.19	914.40	913.60	913.60	912.00	911.20	910.39	909.59	908.78	907.96
50	913.77	912.98	912.18	911.38	911.38	909.77	908.96	908.15	907.34	906.53	905.71