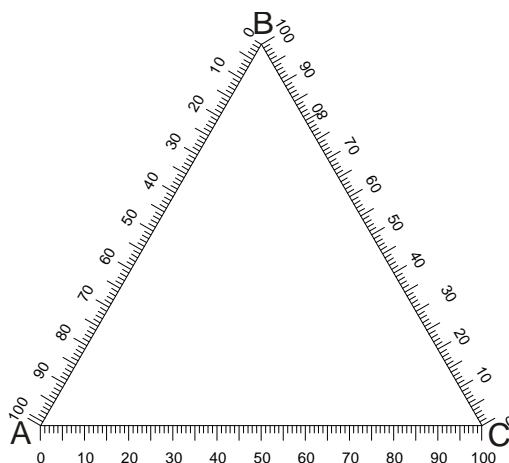


Wojciech Skrzypiński

## Stopień wyekstrahowania w układzie ciecz – ciecz

### 1. Wprowadzenie

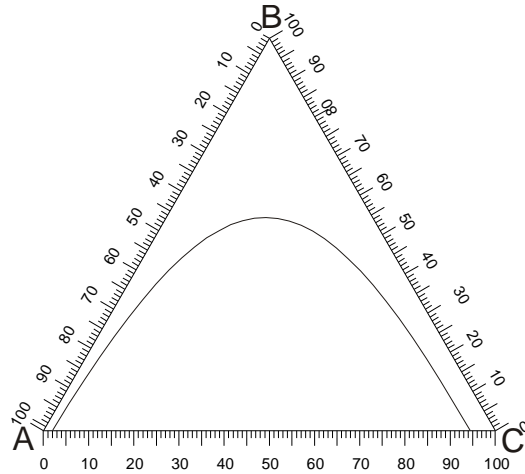
W najprostszym przypadku proces ekstrakcji polega na usuwaniu jednego ze składników ciekłej mieszaniny dwuskładnikowej za pomocą innej cieczy zwanej ekstrahentem. Zatem w układzie występują trzy składniki: ciecz A, w której rozpuszczony jest składnik ekstrahowany B oraz ekstrahent C. Z tego powodu wygodnie jest pokazywać taki układ na wykresie trójkątnym zwanym trójkątem Gibbsa.



Każdy wierzchołek trójkąta to czysta substancja A, B lub C. Każdy bok trójkąta to mieszanina dwuskładnikowa, np. na boku AB znajdują się mieszaniny składników A i B o różnych zawartościach obu tych substancji. Naprzeciw boku AB leży wierzchołek C, w którym stężenie substancji A i B wynosi zero. Natomiast na boku AB stężenie substancji C wynosi zero. Zatem można wywnioskować, że na każdym odcinku równoległym do boku AB położonym bliżej wierzchołka C będzie stała zawartość tego składnika, czyli współrzędne określające zawartość składnika C są równoległe do boku przeciwnego wierzchołkowi C. I analogicznie, współrzędne określające zawartość składnika B są równoległe do boku przeciwnego wierzchołkowi B oraz współrzędne określające zawartość składnika A są równoległe do boku przeciwnego wierzchołkowi A. Oznacza to, że wewnątrz trójkąta odpowiada mieszaninom trójskładnikowym.

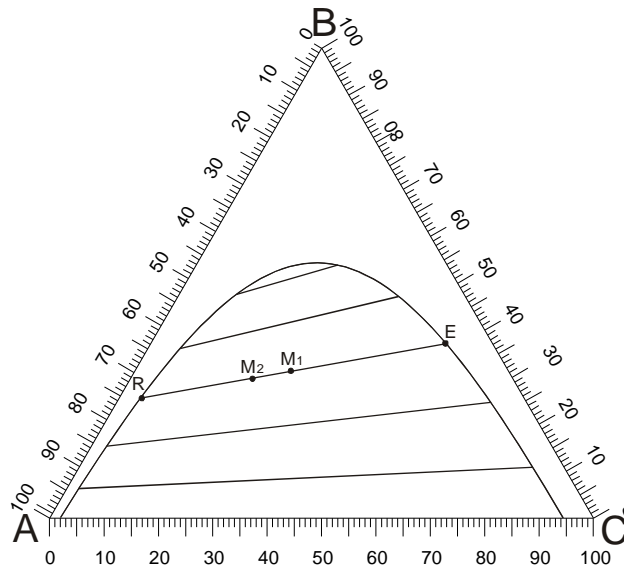
Aby można wykonać proces ekstrakcji cieczy A i C muszą wykazywać ograniczoną rozpuszczalność. Wzajemna rozpuszczalność tych składników zależy od zawartości trzeciego składnika B. W trójkącie Gibbsa tę wzajemną rozpuszczalność A i C

przedstawia się za pomocą linii rozpuszczalności, która dzieli wnętrze trójkąta na dwa obszary.



Nad linią rozpuszczalności jest obszar jednofazowy, co oznacza, że każdy punkt zaznaczony w tym obszarze odpowiada roztworowi jednofazowy. Pod linią rozpuszczalności znajduje się obszar dwufazowy, co oznacza, że każdy punkt umieszczony w tym obszarze odpowiada mieszaninie, która rozpada się na dwie oddzielne fazy.

Rozdział mieszaniny dwufazowej odbywa się zgodnie z przebiegiem tak zwanych cięciw równowagowych lub inaczej konod. Przykładowe konody zamieszczono na poniższym wykresie.



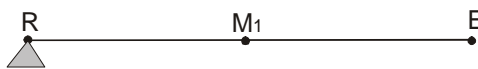
Jeśli na dowolnie wybranej konodzie zaznaczy się jakiś punkt przedstawiający mieszaninę dwufazową  $M_1$ , to ta mieszanina rozdzieli się na dwa roztwory o składach pokazanych przez punkty końcowe konody R i E. Jeśli na tej samej konodzie wybierze się inny punkt  $M_2$ , to i ta mieszanina rozdzieli się na takie same dwa roztwory, z tym, że ilości (masy) powstałych roztworów będą inne. Nasuwa się pytanie jak można obliczyć te ilości. Jedną z metod obliczeniowych jest wykorzystanie reguły słynnej dźwigni (*siła razy ramię, na którym jest przyłożona równa jest drugiej sile pomnożonej przez długość ramienia, na którym jest przyłożona*), której podlega każdy odcinek skonstruowany w trójkącie. Przedstawmy odcinek  $RM_1E$  i napiszmy dla niego regułę dźwigni.



Przez R oznaczmy masę roztworu R, a przez E masę roztworu E. Zatem iloczyn masy roztworu R [kg] i długości odcinka  $RM_1$  [mm] jest równy iloczynowi masy roztworu E [kg] i długości odcinka  $M_1E$  [mm], co zapiszemy wzorem:

$$R \overline{RM_1} = E \overline{EM_1}$$

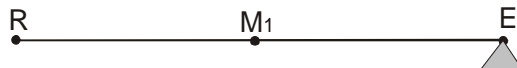
Jeśli dla tego samego odcinka napisać równanie wynikające z zastosowania dźwigni jednostronnej podpartej w punkcie R,



to otrzymuje się równanie:

$$E \overline{RE} = M \overline{RM_1}.$$

I wreszcie, jeśli napisze się równanie dla dźwigni jednostronnej podpartej w punkcie E,

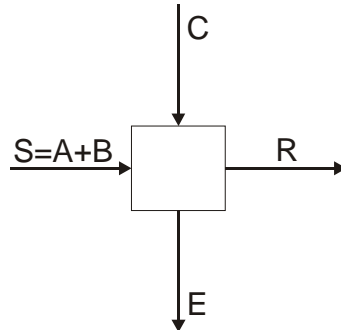


to otrzyma się zależność:

$$R \overline{RE} = M_1 \overline{EM_1}.$$

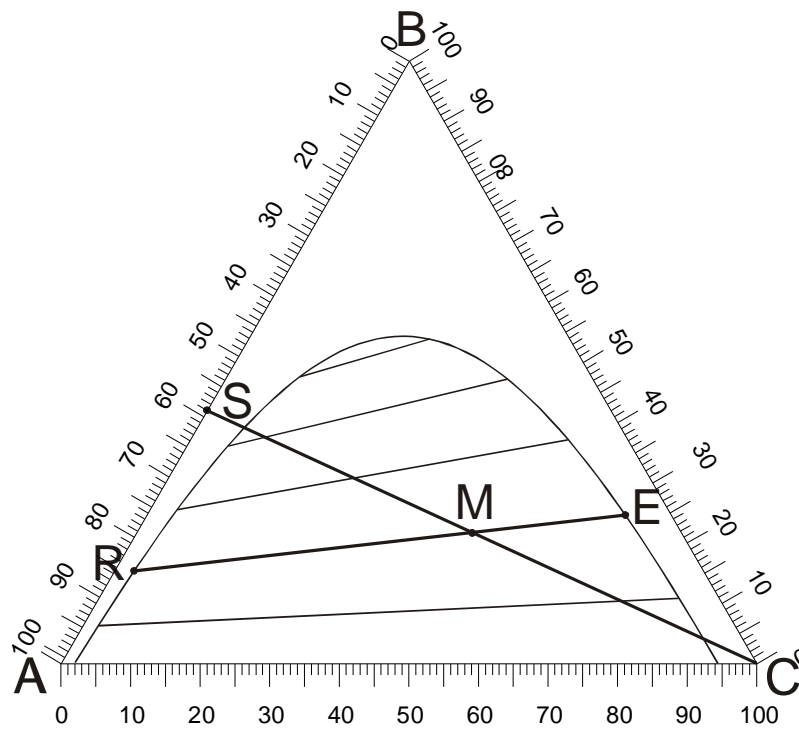
Masa roztworu  $M_1$  jest oczywiście sumą mas R i E.

Najprostszy proces ekstrakcji można pokazać schematycznie za pomocą poniższej ilustracji.



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

Przedstawmy ten proces na trójkącie Gibbsa.



Punkt S leży na boku trójkąta i przedstawia surowiec zawierający 42 % mas. składnika B oraz 58 % mas. składnika A. Jeśli do tego roztworu dodaje się stopniowo składnik C, to na wykresie oddalamy się po prostej SC od punktu S w kierunku wierzchołka C. Aby osiągnąć punkt M należy dodać taką ilość ekstrahenta C, jaka wynika z reguły dźwigni napisanej dla odcinka SMC. Mieszanina M rozdziela się na

dwie oddzielne fazy przedstawione punktami R i E. Jeśli chcemy znaleźć stężenia poszczególnych substancji w produktach R i E czy też mieszaninie M, to należy je odczytać z trójkąta kreśląc odpowiednie współrzędne równoległe do poszczególnych boków trójkąta.

Dla takiego najprostszego procesu ekstrakcji można także przedstawić równania bilansowe. Równanie bilansu ogólnego przybierze postać:

$$S + C = M = R + E.$$

Bilans masowy dla składnika A można zapisać w postaci:

$$S x_{AS} + C_{AC} = M x_{AM} = R x_{AR} + E x_{AE}$$

Bilans masowy dla składnika B sporządza się analogicznie:

$$S x_{BS} + C_{BC} = M x_{BM} = R x_{BR} + E x_{BE}$$

W równaniach tych iloczyny masy i ułamka masowego oznaczają masę składnika w danym punkcie umieszczonym na wykresie.

Korzystając z równań bilansowych można (nie używając reguły dźwigni) wyznaczyć masy produktów przekształcając powyższe równania do postaci:

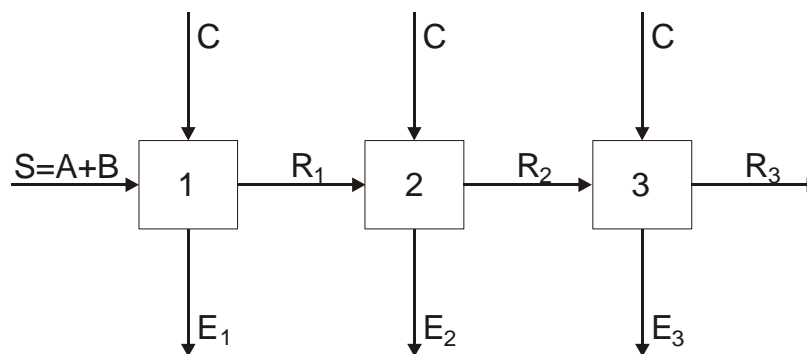
$$R = M \frac{x_{BE} - x_{BM}}{x_{BE} - x_{BR}} = (S + C) \frac{x_{BE} - x_{BM}}{x_{BE} - x_{BR}}$$

$$E = M \frac{x_{BM} - x_{BR}}{x_{BE} - x_{BR}} = (S + C) \frac{x_{BM} - x_{BR}}{x_{BE} - x_{BR}}$$

Do oceny procesu ekstrakcji za pomocą czystego ekstrahenta C można wykorzystać wielkość zwaną stopniem wyekstrahowania  $\Psi$ , którą można zdefiniować jako stosunek masy składnika ekstrahowanego B usuniętego w procesie do masy tego składnika zawartego w surowcu:

$$\Psi = \frac{S x_{BS} - R x_{BR}}{S x_{BS}}$$

Czasem może się zdarzyć, że stężenie składnika B w uzyskanym rafinacie jest za wysokie, to wówczas proces ekstrakcji można zwielokrotnić według schematu:



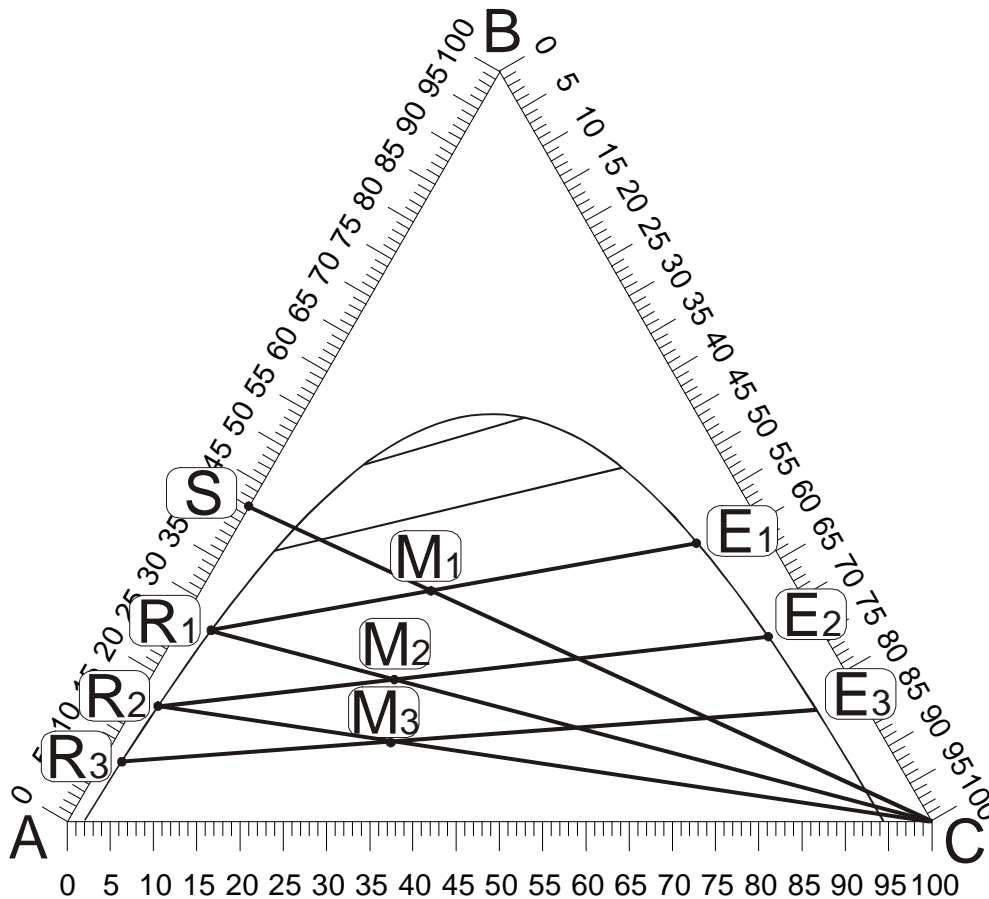
Proces taki nazywa się ekstrakcją wielostopniową krzyżową. Najczęściej masa ekstrahenta podawanego do każdego stopnia ekstrakcyjnego jest jednakowa, natomiast stopień wyekstrahowania dla całej baterii oblicza się ze wzoru:

$$\Psi = \frac{S x_{BS} - R_3 x_{BR3}}{S x_{BS}}$$

Można także obliczać stopień wyekstrahowania dla poszczególnych stopni baterii z zależności:

$$\Psi = \frac{R_{i-1} x_{B(i-1)} - R_i x_{BRi}}{R_{i-1} x_{B(i-1)}}$$

Proces ekstrakcji wielostopniowej krzyżowej można przedstawić na trójkącie Gibbsa i wówczas uzyskuje się możliwość obliczenia strumieni w poszczególnych stopniach i stężeń wszystkich składników we wszystkich strumieniach pojawiających się w baterii.

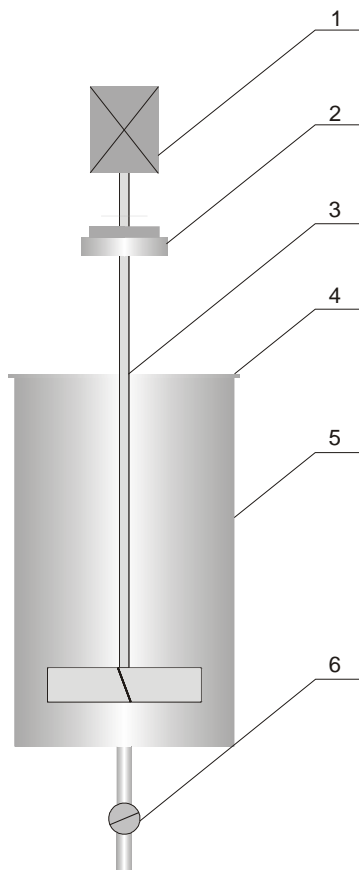


Pierwszy stopień ekstrakcji jest analogiczny jak w ekstrakcji jednostopniowej. W drugim stopniu zmienia się surowiec, zatem na wykresie łączymy punkt R1 z punktem C i zgodnie z regułą dźwigni obliczamy położenia punktu M2. W kolejnym stopniu procedura jest analogiczna.

## 2. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest wykonanie trójstopniowej ekstrakcji krzyżowej oraz określenie stopnia wyekstrahowania dla poszczególnych stopni i dla całej baterii.

## 3. Aparatura



Aparat ekstrakcyjny stanowi zbiornik ze stali kwasoodpornej 5 wyposażony w pokrywę 4, zawór spustowy 6, i mieszadło turbinowe 3. Mieszadło napędzane jest silnikiem elektrycznym 1 poprzez sprzęgło 2.

## 4. Metodyka pomiarów

W ćwiczeniu wykonuje się proces trójstopniowej ekstrakcji krzyżowej.

1. Należy przygotować dwuskładnikowy surowiec (roztwór acetonu **B** w toluenie **A**) o stężeniu i w ilości podanej przez prowadzącego (do przygotowania roztworu o zadanym stężeniu masowym można wykorzystać wagę lub zmierzyć objętości acetonu i toluenu (dla znanych gęstości).
2. Zmierzyć gęstość surowca.
3. Obliczyć masę (objętość) wody **C** jaką należy dodać, aby uzyskać mieszaninę przedstawioną na trójkącie Gibbsa punktem **M<sub>1</sub>** (położenie punktu wybiera prowadzący).
4. Surowiec i wodę wlać do ekstraktora. Całą zawartość aparatu miesza się przez około 10 minut, a następnie poddaje się rozdzieleniu faz przez okres, po którym uzyska się dwie klarowne fazy.
5. Za pomocą cylindrów miarowych zmierzyć objętość uzyskanych faz **R<sub>1</sub>** i **E<sub>1</sub>**.
6. Zmierzyć gęstość obu uzyskanych faz.

7. Rafinat  $R_1$  (roztwór acetonu w toluenie) zadać taką ilością wody  $C_2$ , aby na trójkącie Gibbsa uzyskać punkt  $M_2$ .
8. Wykonać punkty analogiczne do punktów 4, 5 i 6.
9. Wykonać punkty analogiczne do punktów 7, 4, 5 i 6.

## 5. Opracowanie wyników pomiarów

Sprawozdanie z wykonanego ćwiczenia powinno zawierać następujące elementy:

1. Dla każdego stopnia ekstrakcji sporządzić bilans masowy ogólny i bilans masowy składnika B (acetonu).
2. Dla każdego stopnia ekstrakcji obliczyć stopień wyekstrahowania  $\Psi_i$ .
3. Obliczyć stopień wyekstrahowania  $\Psi$  dla całej baterii trójstopniowej.
4. Na otrzymanym wykresie Gibbsa nanieść przebieg doświadczalny trójstopniowego procesu ekstrakcji krzyżowej.
5. Sformułować wnioski.
6. Dane eksperymentalne przedstawić w postaci tabeli.

Tabela wyników

		Stopień I	Stopień II	Stopień III
Surowiec	Objętość toluenu, $\text{cm}^3$			
	Masa toluenu, g			
	Objętość acetonu, $\text{cm}^3$			
	Masa acetonu, g			
	Stężenie acetonu, % mas.			
	Objętość surowca, $\text{cm}^3$			
	Gęstość surowca, $\text{kg/m}^3$			
Ekstrahent	Objętość wody, $\text{cm}^3$			
	Masa wody, g			
Rafinat	Objętość, $\text{cm}^3$			
	Gęstość, $\text{kg/m}^3$			
	Masa, g			
	Stężenie acetonu, % mas.			
Ekstrakt	Objętość, $\text{cm}^3$			
	Gęstość, $\text{kg/m}^3$			
	Masa, g			
	Stężenie acetonu, % mas.			

## 6. Literatura

Ziołkowski Z. „Ekstrakcja cieczy w przemyśle chemicznym”, WNT Warszawa 1980.