

Vákuumműveletek

Székely Edit

BME Kémiai és Környezeti
Folyamatmérnöki Tanszék

Tematika

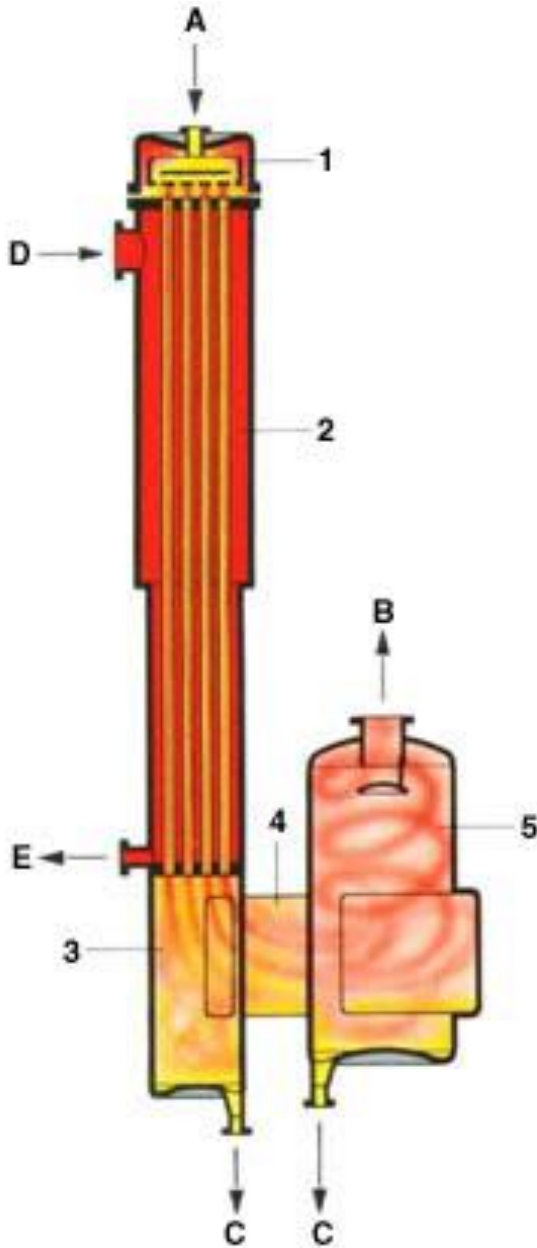
Műveletek vákuumban:

- Vákuumbepárlás
- Rövidutas desztilláció
- Molekuláris desztilláció
- Szublimáció
- Fagyasztva szárítás (jégszublimáció)

Vákuumbepárlás

- Vákuumban alacsonyabb a hőmérséklet.
- A hőre érzékeny anyagok nem károsodnak.
- Kisebb lehet a fűtőgőz nyomása.
- Kisebb a hőveszteség a környezet felé.
- Hőintegráció lehetősége.

Esőfilmes bepárló



A: Betáplálás

B: Pára

C: Bepárolt oldat

D: Fűtőgőz

E: Kondenzátum

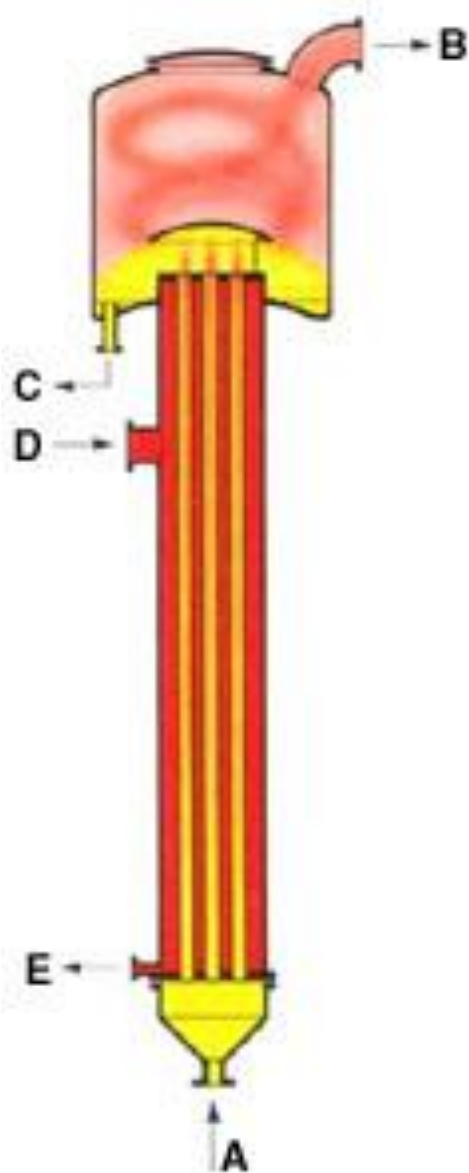
1: Fej

2: Csőköteges hőcserélő

3: Tömény oldat
leválasztó, alsó része

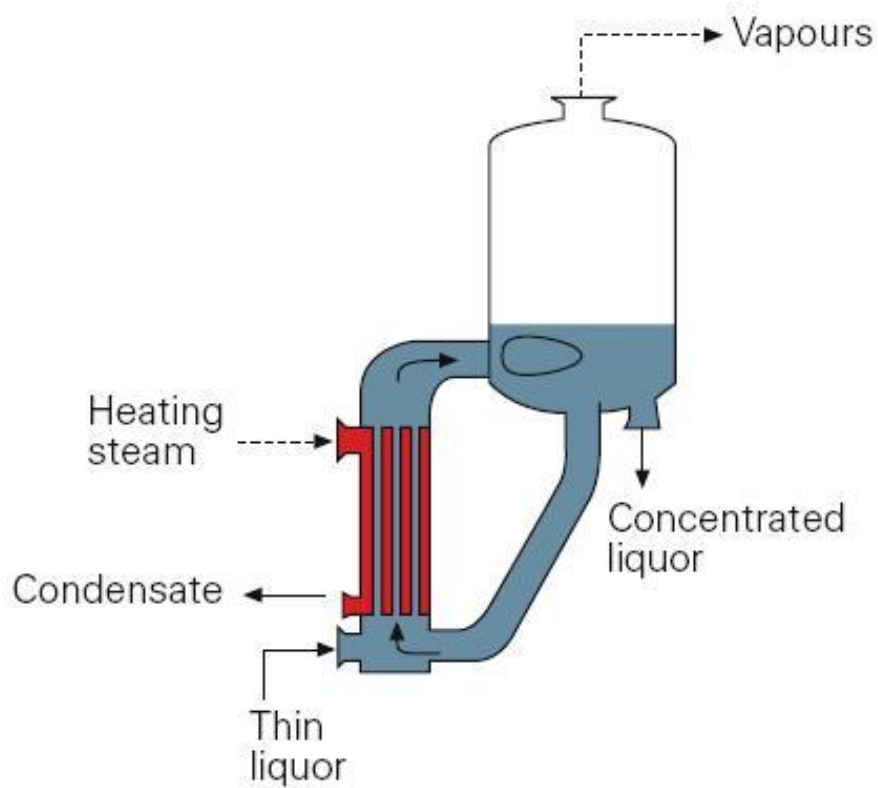
5: Pára-folyadék
elválasztó

Kúszófilmes bepárló

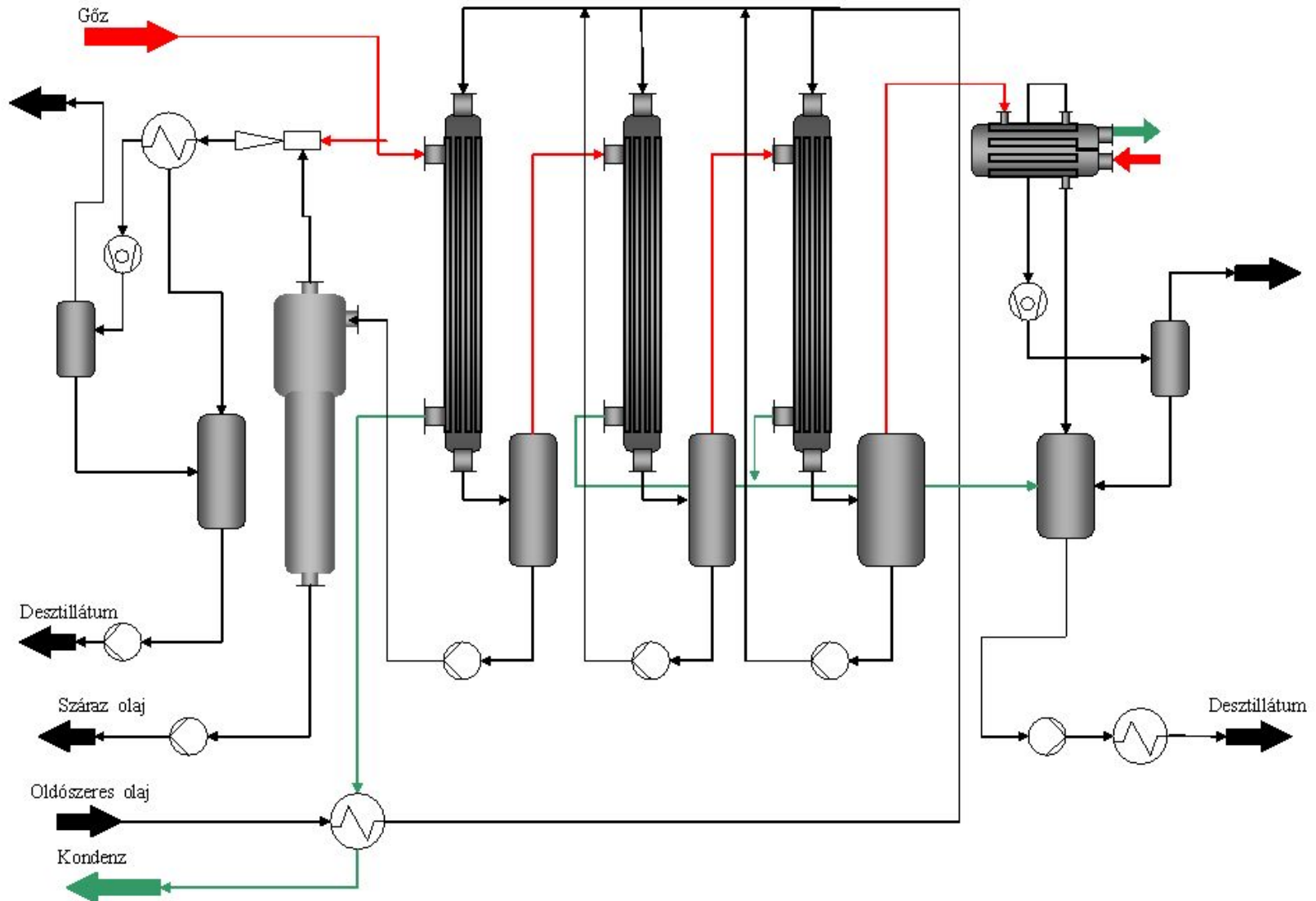


- A: Betáplálás
- B: Pára
- C: Bepárolt oldat
- D: Fűtőgőz
- E: Kondenzátum

Természetes keringésű külső fűtőkamrás bepárló

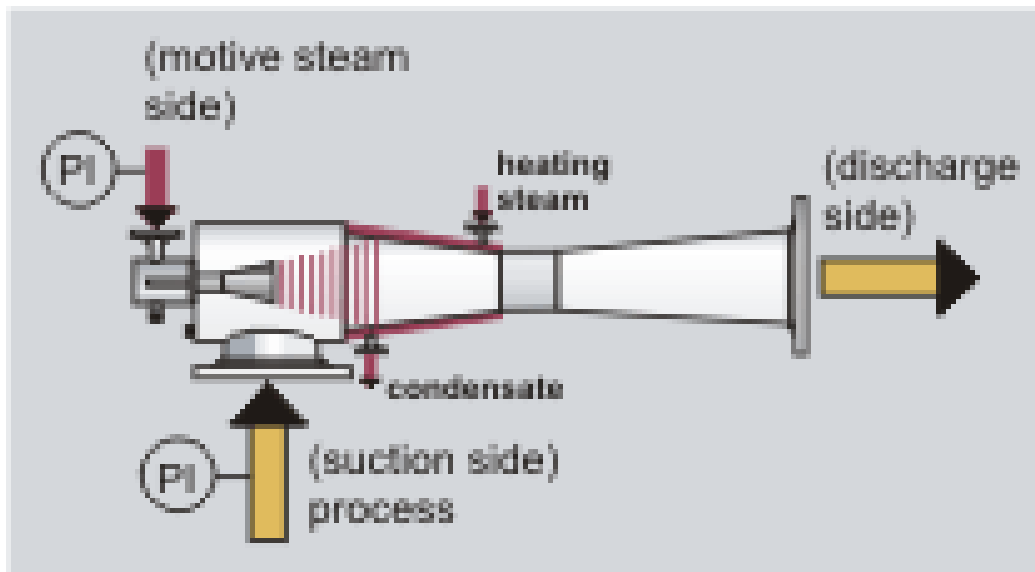


Bepárló-rendszer az étolajgyártásban



Vákuum bepárlás

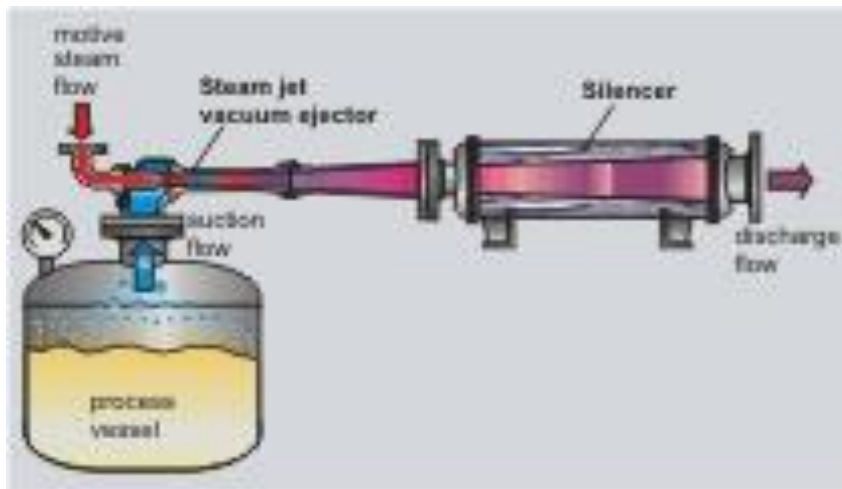
Gőzsugár-szivattyú



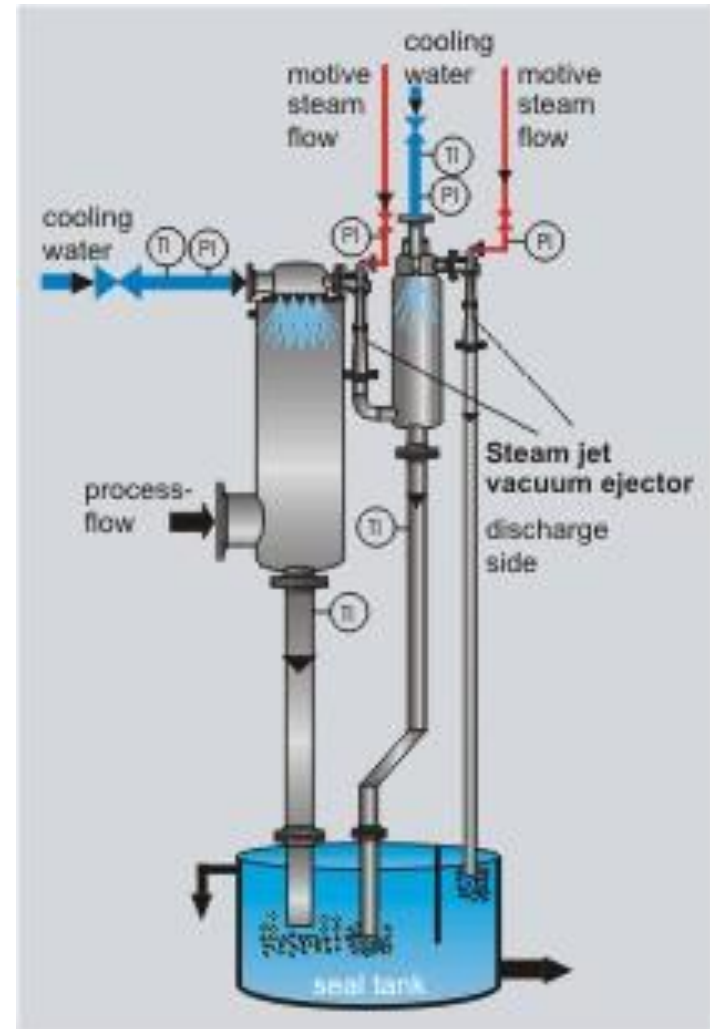
Steam jet vacuum ejector

Vákuum bepárlás

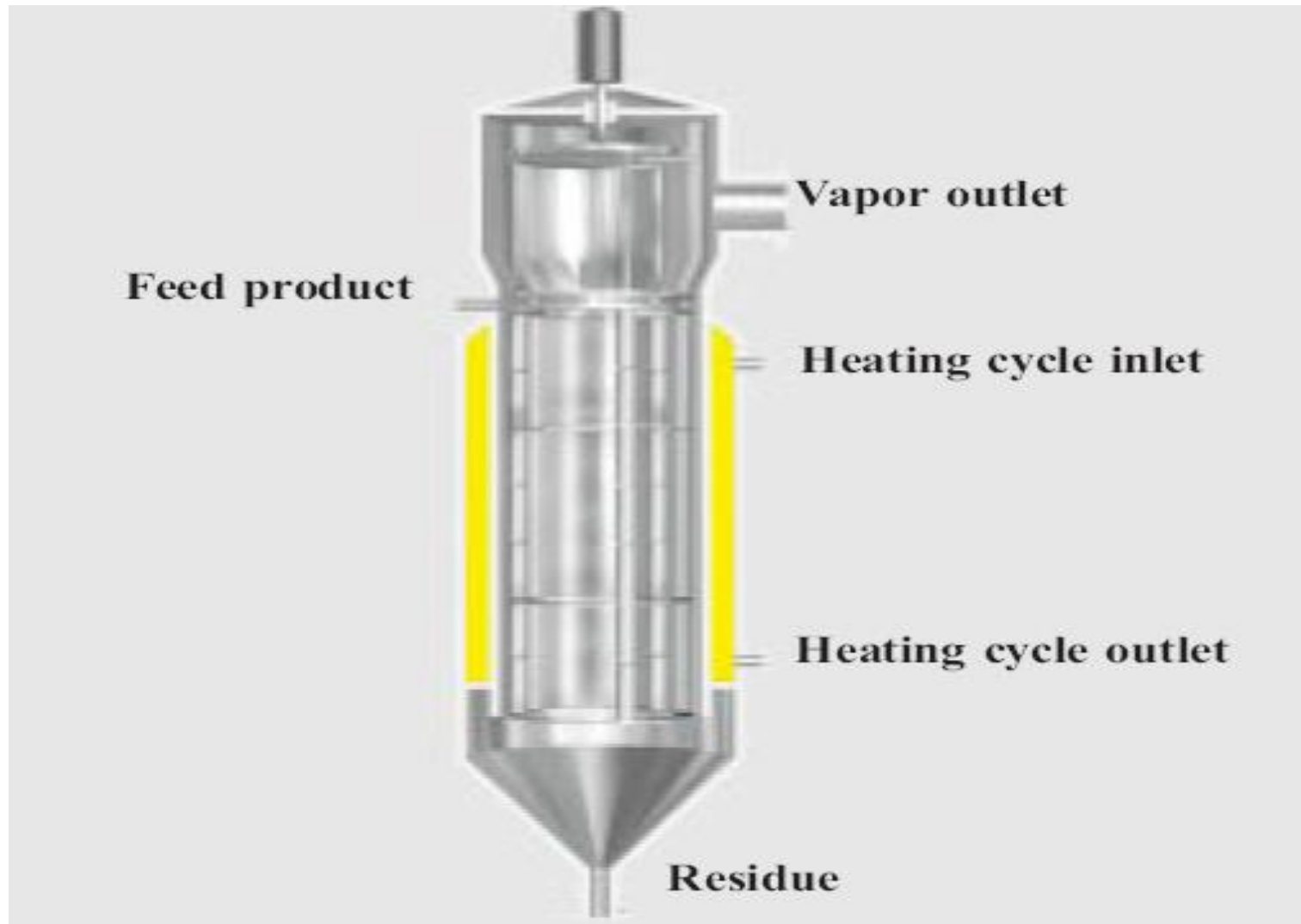
Gőzsugár-szivattyú



Steam jet vacuum pump



Kavarós filmbepárló



Kavarós filmbepárló (Luwa)

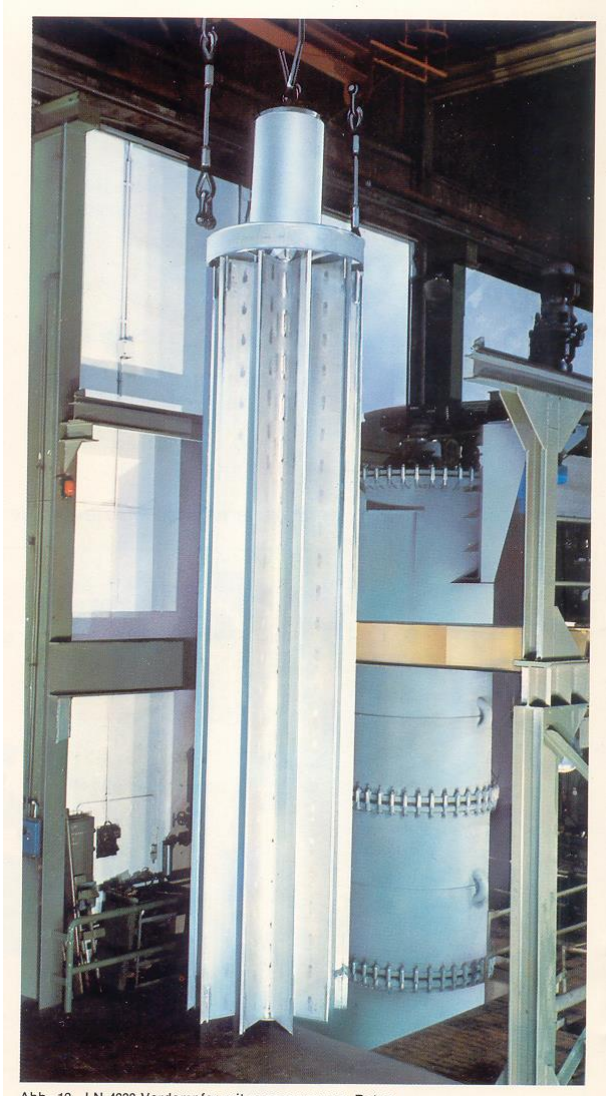
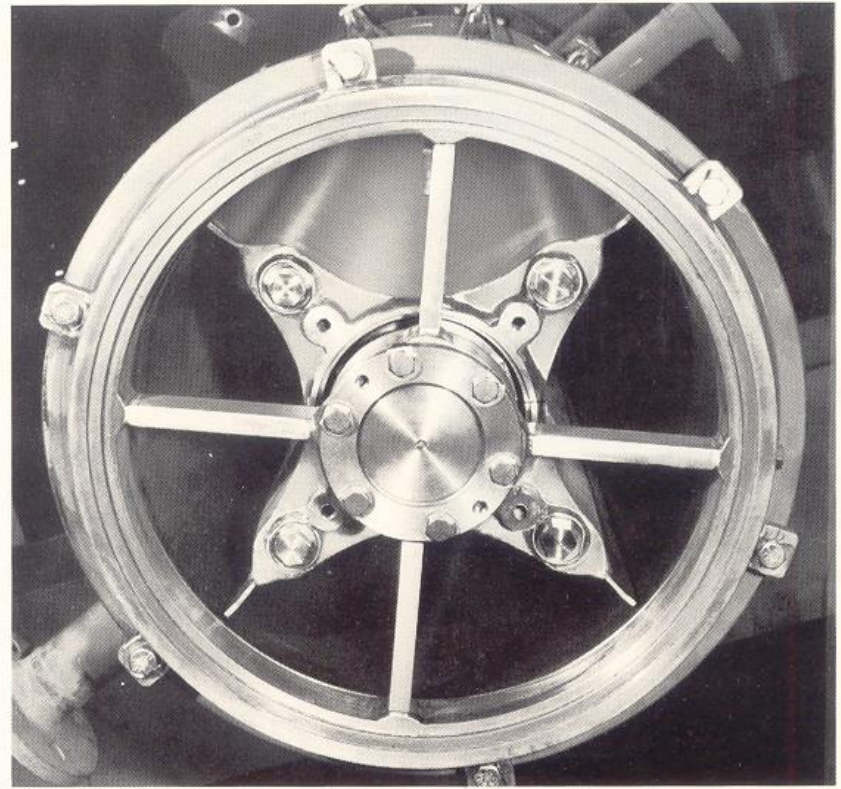
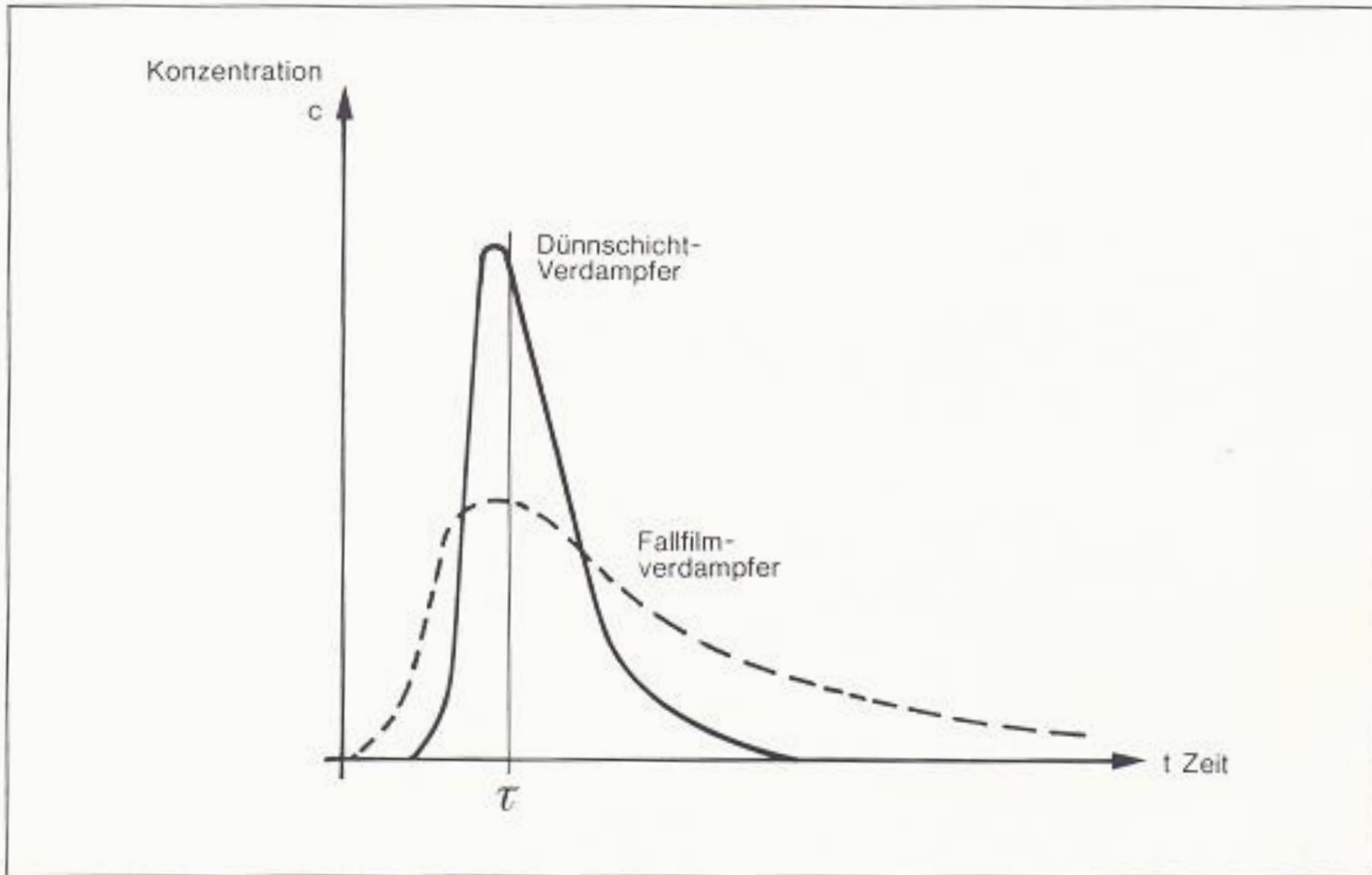


Abb. 12 LN-4000 Verdampfer mit auswechselbarem Beleg



Vákuum bepárlás

Tartózkodási-ideő eloszlás



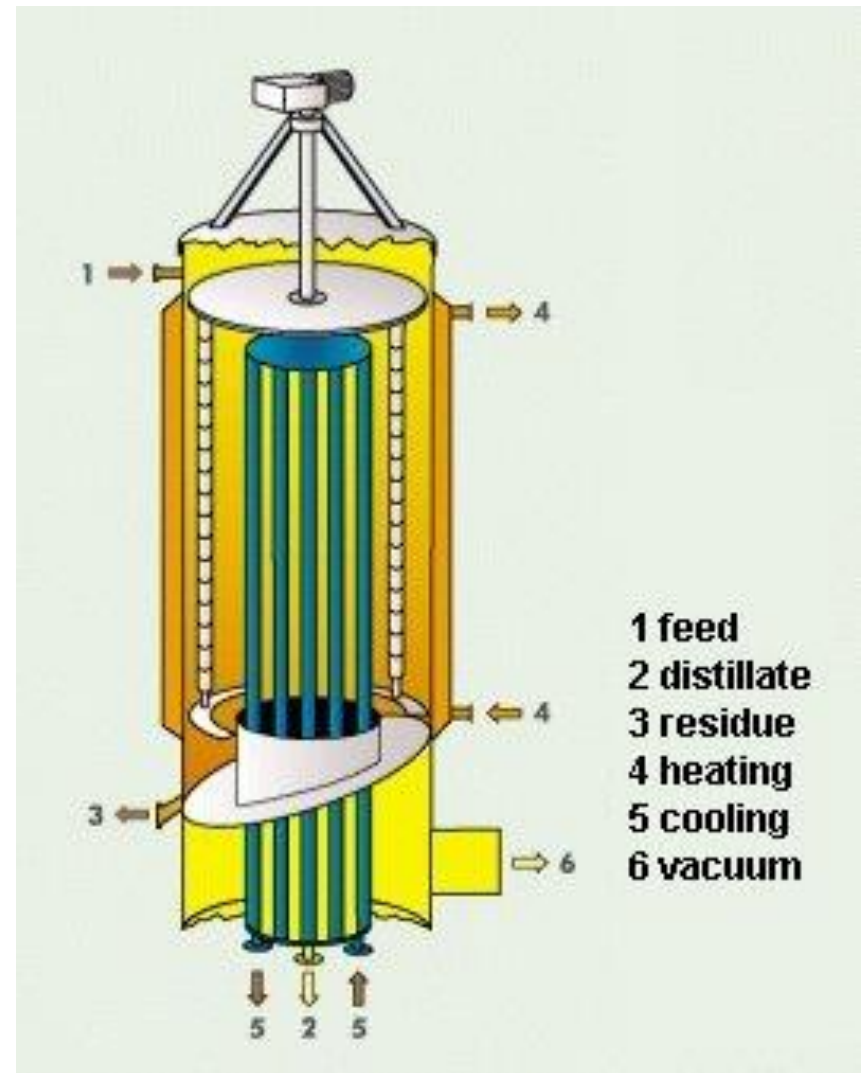
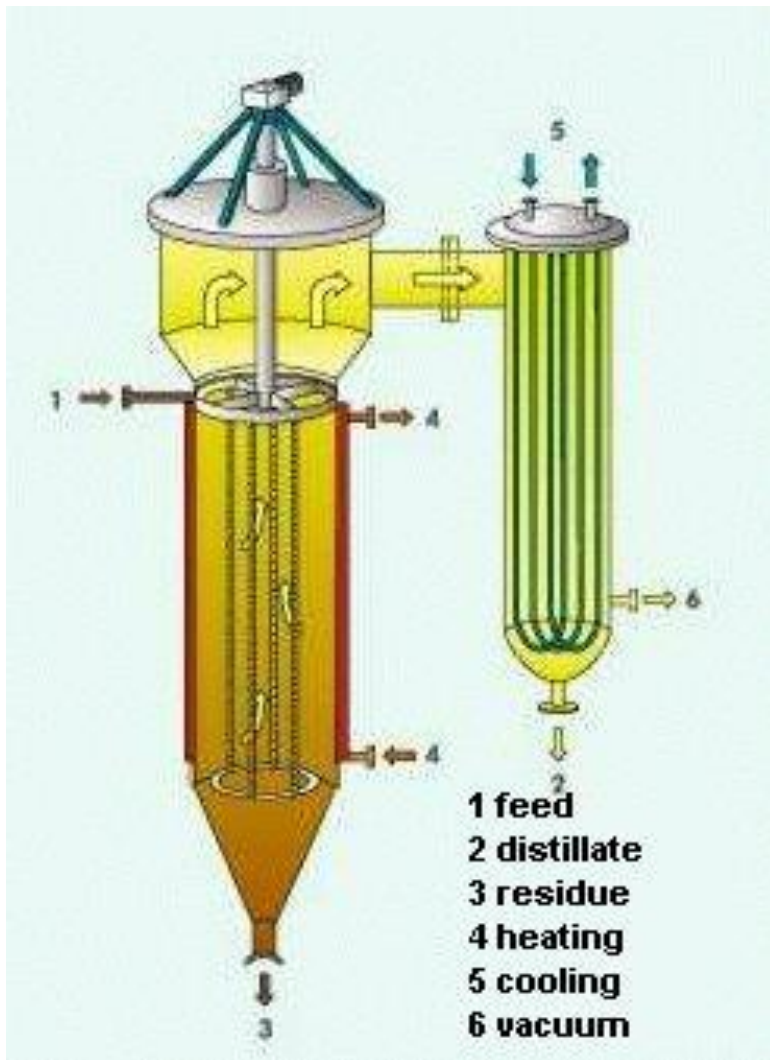
Kavarós filmbepárló (Sambay)



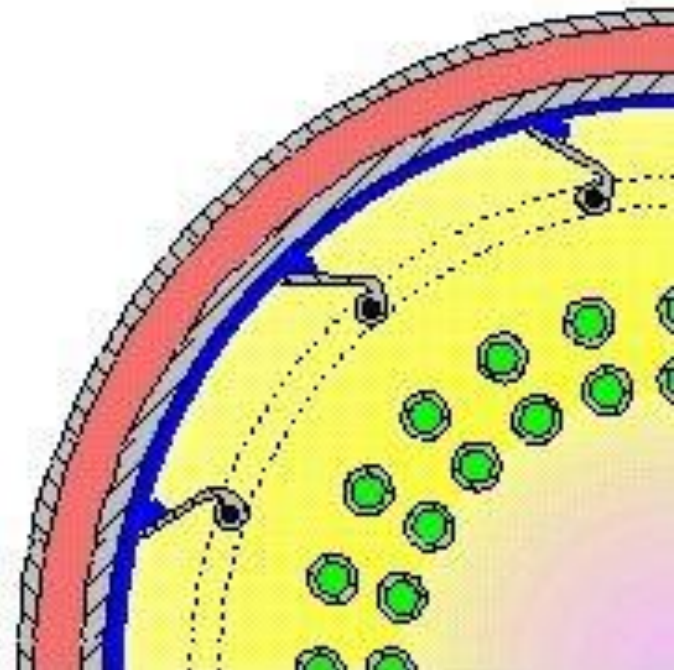
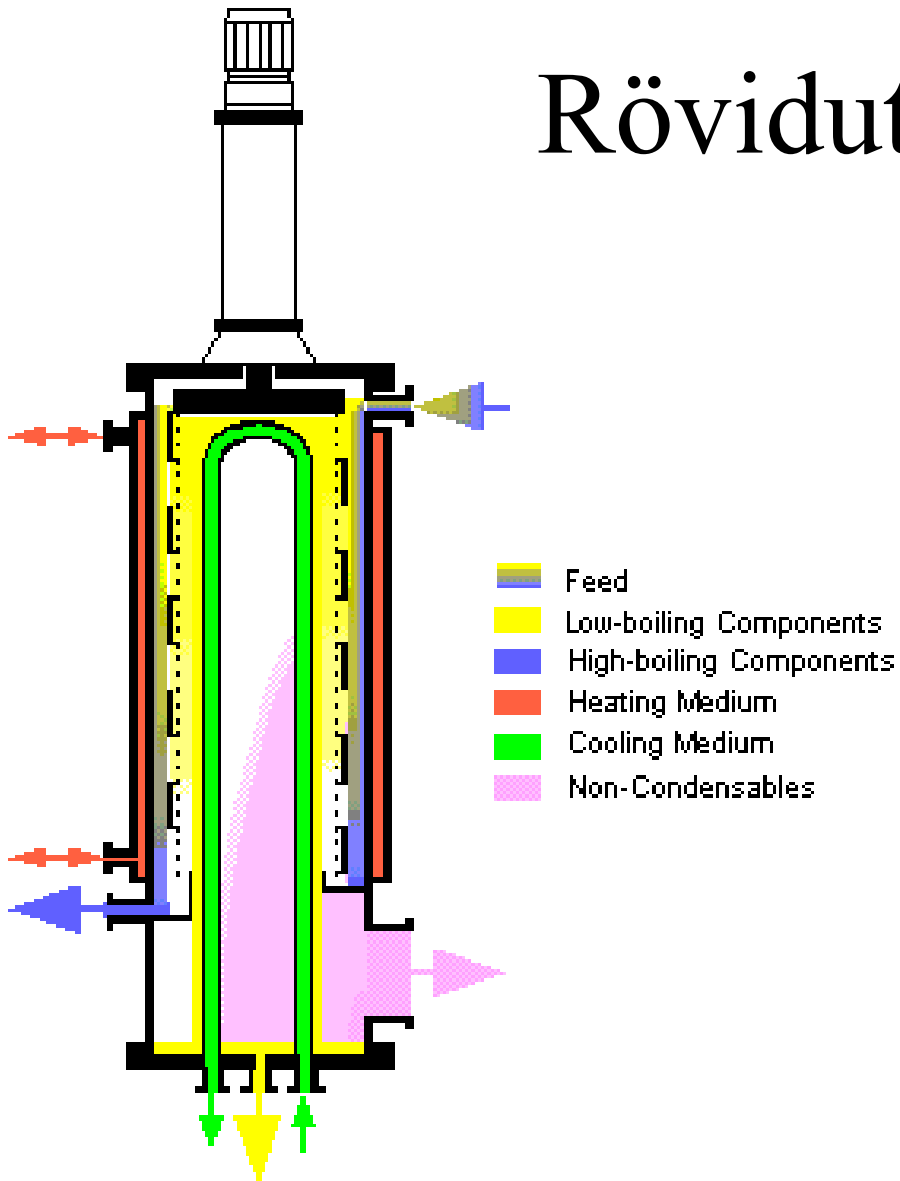
Rövidutas desztilláció

- Bepárlás: $P_{\min}=100 - 200 \text{ Pa}$
- Változtatás: belső kondenzátor
- Rövidutas desztilláció: $P=0,1 - 100 \text{ Pa}$

Rövidutas desztilláció



Rövidutas desztilláció



Scale up process steps:

Laboratory

- After computer simulation
- Borosilicate glass
- Visual observation
- Feasibility studies
- 0,02 m² evaporator surface
- 0,1-0,8 kg/h feed rate
- Computer aided



Pilot

- Stainless steel
- 0,06 m² evaporator surface
- Feed rate: 3-9 kg/h
- Often took over by manufacturer



Industrial:

- Residence time: maximum 20 s
- Evaporator surface: 50 m²
- 11,6 m high 2 m diameter
- 5000 kg/h capacity



Rövidutas desztilláció előnyei

- egységes film
- horizontális keverés
- kis filmvastagság (0,05-0,5 mm) → kis hold-up
- öntisztító
- kicsi a mechanikai kopás

Jellemző adatok

- elpárologtató felület: 0,3-50 m²
- becsült kapacitás: 30-5000 kg/h
- max. fajlagos kapacitás: 300 kg/m²h
- a készülék ára: 50000 EUR/ m²

Rövidutas desztilláció alkalmazása 1.

Gyógyszeriparban:

- savkloridok
- aminosav észterek
- glükóz származékok
- indolok
- szintetikus és természetes vitaminok
- terpén-észterek

Vegyiparban:

- alkoholok
- glikol-észterek
- növényvédő-szerek

Műanyagipar:

- szilikon olajok
- epoxigyanták
- izocianátok
- műanyag stabilizálók

Rövidutas desztilláció alkalmazása 2.

Élelmiszeripar:

- zsírsavak és származékai
- halolajok
- tokoferolok
- vaj
- paprikaolaj (oldószer-mentesítés)

Kozmetika ipar:

- gyapjúzsír tisztítás (lanolin)
- alga, moszatkivonat tisztítása

Molekuláris desztilláció

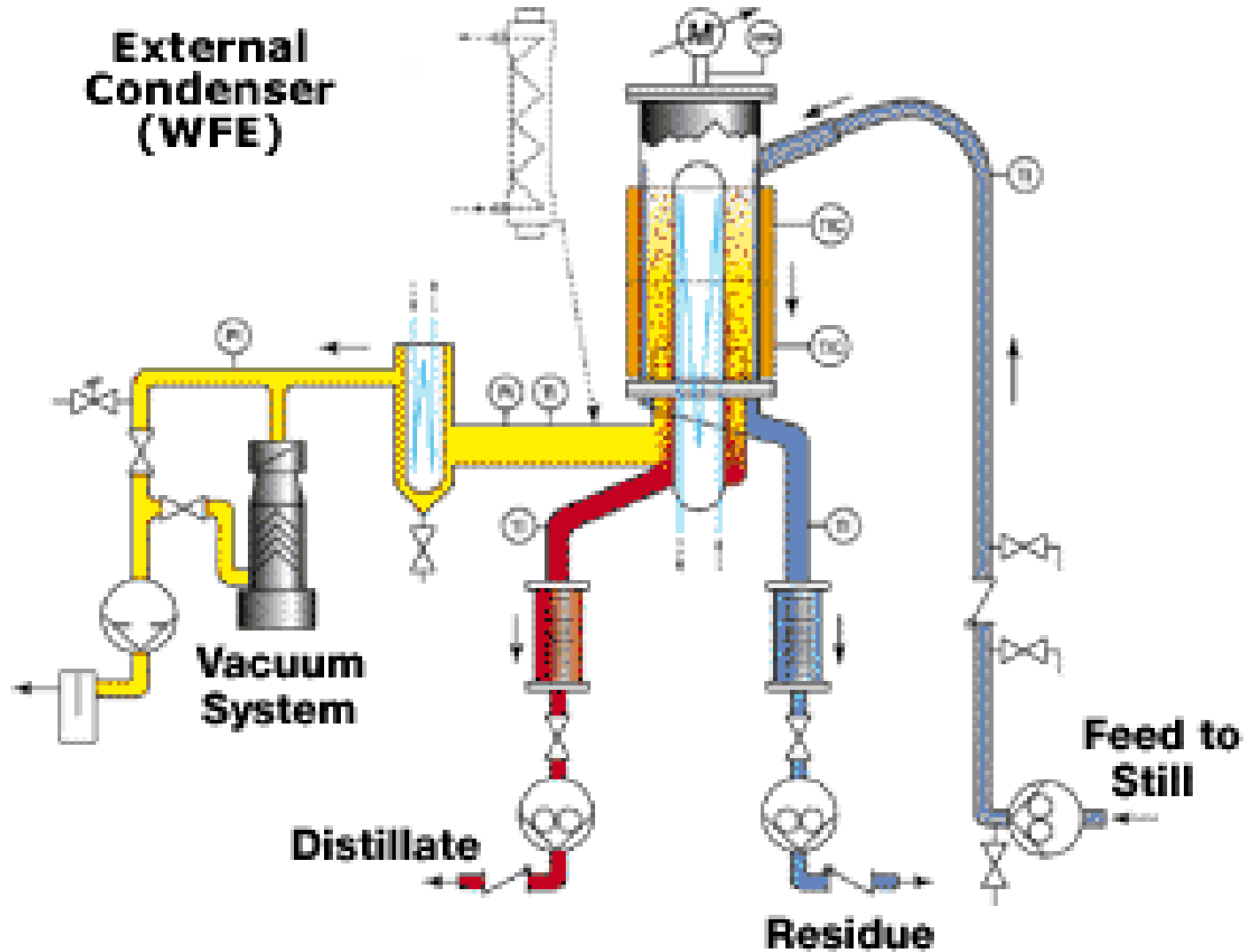
Brönsted és Hevesi (1924): Hg izotópok dúsítása

Burch (1928): ásványolajak elválasztása

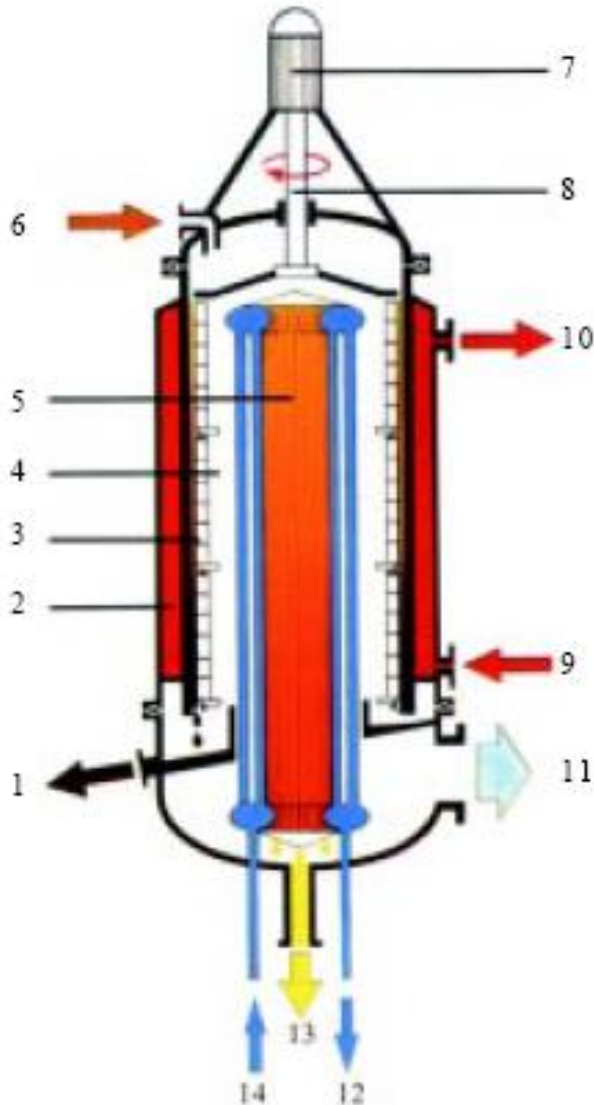
Alapelv:

- a desztillálandó anyagot nem forraljuk, hanem párologtatjuk
- a pároló felület és a kondenzáló felület között a molekulák nem ütköznek egymással ($p=10^{-1}-10^{-3}$ Pa)

A molekuláris desztilláció készüléke



A molekuláris desztilláció készüléke 2



- 1 Residue nozzle
- 2 Heating jacket
- 3 Roller wiper system
- 4 Vacuum chamber
- 5 Inner condenser
- 6 Feed nozzle
- 7 Motor
- 8 Shaft with distribution plate
- 9 Hot oil (in)
- 10 Hot oil (out)
- 11 Vacuum nozzle
- 12 Cooling media (out)
- 13 Destillate nozzle
- 14 Cooling media (in)

Molekuláris desztilláció alkalmazása

Étolaj feldolgozás

- zsírsavak elválasztása
- monogliceridek kinyerése
- vitaminok dúsítása
- színezékek elválasztása

Vákuumtechnika:

- vákuum olaj (ásványi- és szilikonolaj), vákuum zsír

Műanyagiparban:

- műanyaglágyítók (ftálsav-észterek)

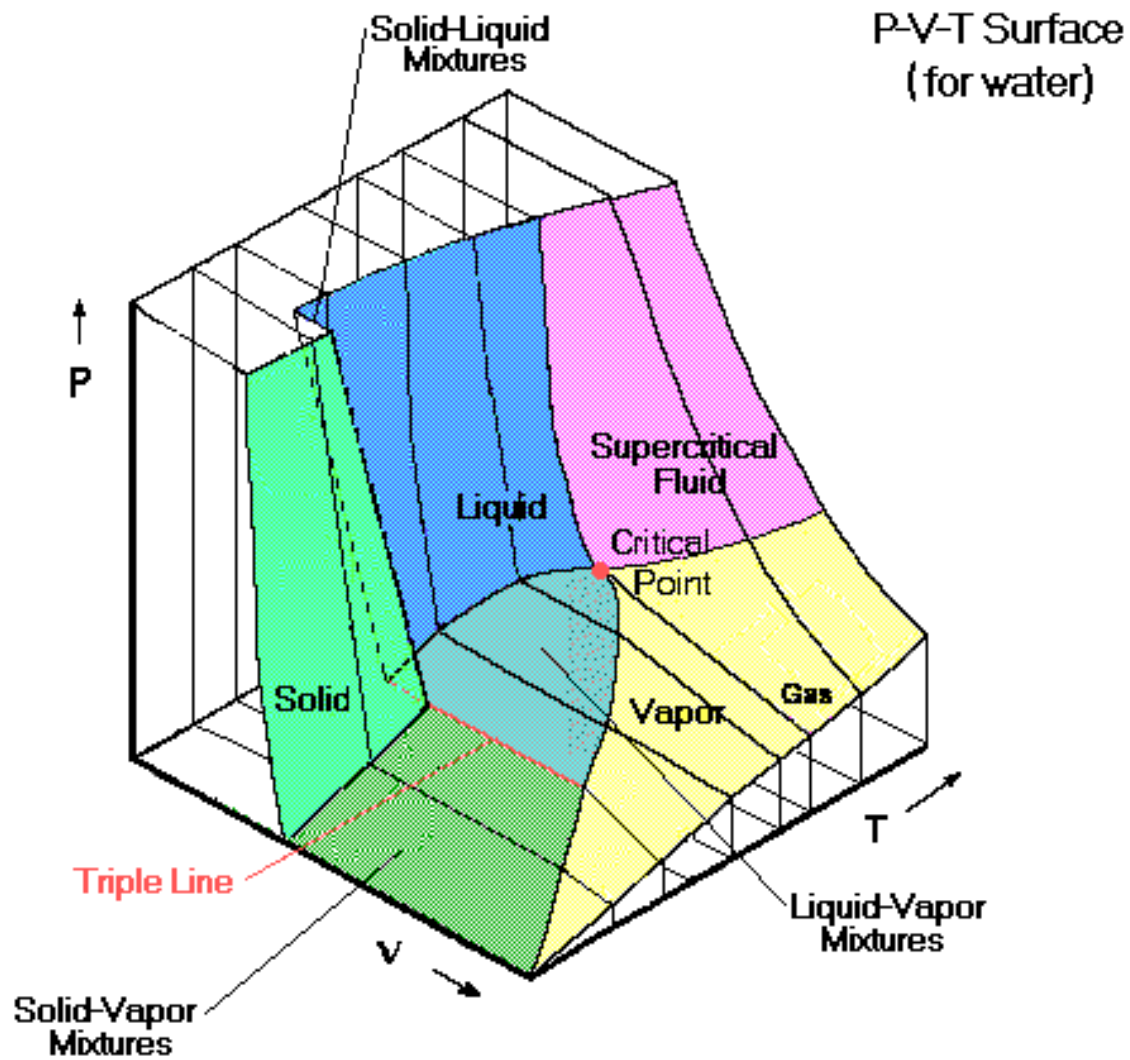
A bepárló és a desztilláló készülékek összehasonlítása

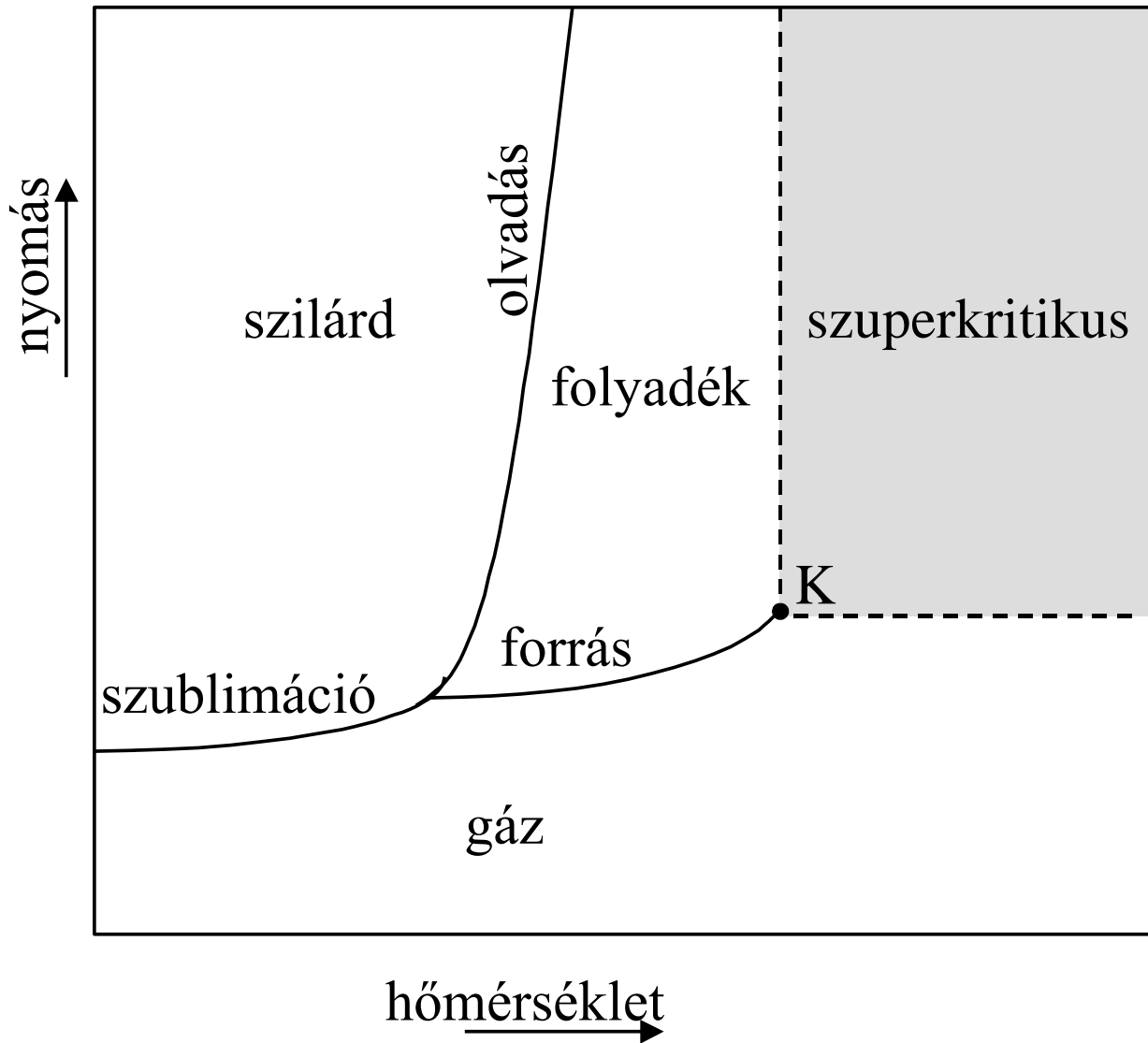
Művelet	Nyomás, P [Pa]	Tartózkodási idő, \bar{t} [s]	$P^* \bar{t}$
<i>Szakaszos deszt. (atmoszférikus)</i>	10^5	4000	$4 \cdot 10^8$
<i>Szakaszos deszt. (vákuum)</i>	$2,5 \cdot 10^3$	3000	$7,5 \cdot 10^6$
<i>Filmbepárló</i>	$2,5 \cdot 10^2$	25	$6,3 \cdot 10^3$
<i>Rövidutas deszt.</i>	0,1	10	1
<i>Molekuláris deszt.</i>	10^{-2}	1	10^{-2}

	Atm distillation	Vacuum distillation	Film evaporator	Short-path distillation	Molecular distillation
Operation					
Pressure (Pa)	10^5	10^3	10^2	0,1	10^{-2}
Residence time (s)	4000	3000	25	10	1
Use cases	Petroleum industry	Petroleum industry	Pharmaceutical Industry	Lanolin cleaning	Plastic softeners
	Laboratory	Laboratory	Oil production	Fish oil	Vacuum oil
	Industry	Industry	Food industry	Butter	Separation of fatty acids
		Heat sensitive materials	Chemical industry	Pepper oil	Separation of dyes
				Vitamins	
				Silicone oils	
				Alcohols	

Szublimáció

- Alternatív tisztító eljárás
- Előnyök:
 - Közvetlen elválasztás (nincs adalék)
 - Alacsony hőmérséklet
 - Nincs folyadék fázis
 - A kristályforma és méret szabályozható





Műveleti korlátok

Hátrányok:

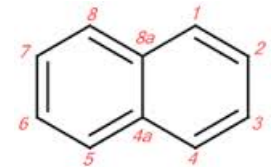
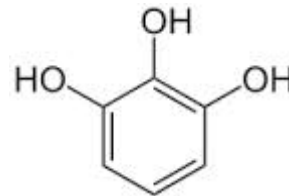
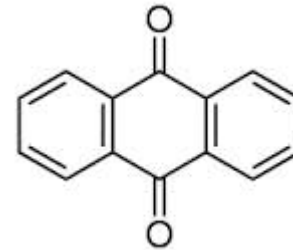
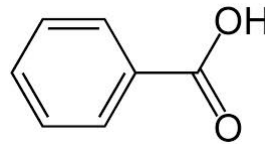
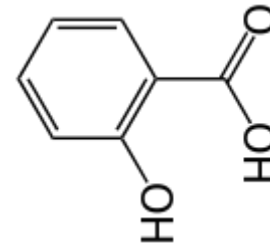
➤ $T_{\max} = 350 \text{ }^{\circ}\text{C}$

➤ $p_{\min} = 5\text{-}100 \text{ mbar}$

➤ nem szelektív elválasztás ($p_i \approx 0,01 P_s$)

Ipari példák

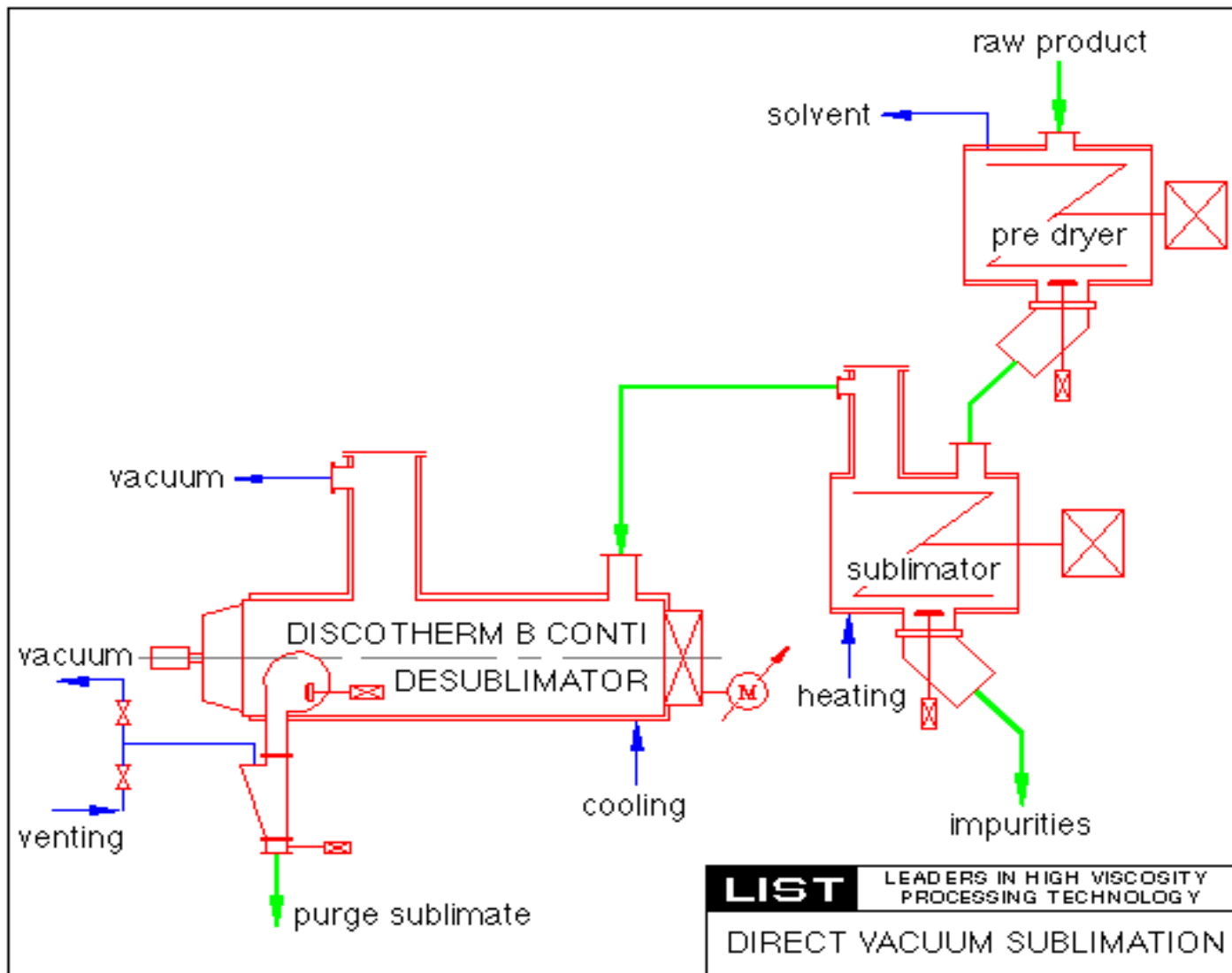
- szalicilsav
- benzoesav
- antrakinon
- naftalin
- pirogallol
- ammonium-klorid
- fémorganikus-vegyületek (komplexek)



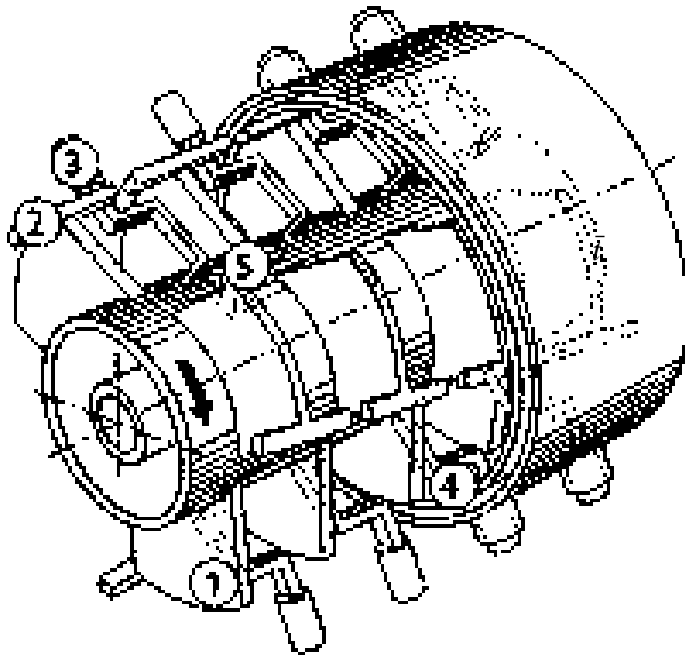
A szublimációs nyomás előállítása

- Vákuum- szublimáció
- Szublimáció inert közegben (parciális nyomás)

Folyamatos vákuum- szublimáció



Discotherm B szublimátor



$$V_{\text{töltet}} = 60-80\%$$

$$n = 10-30 \text{ 1/min}$$

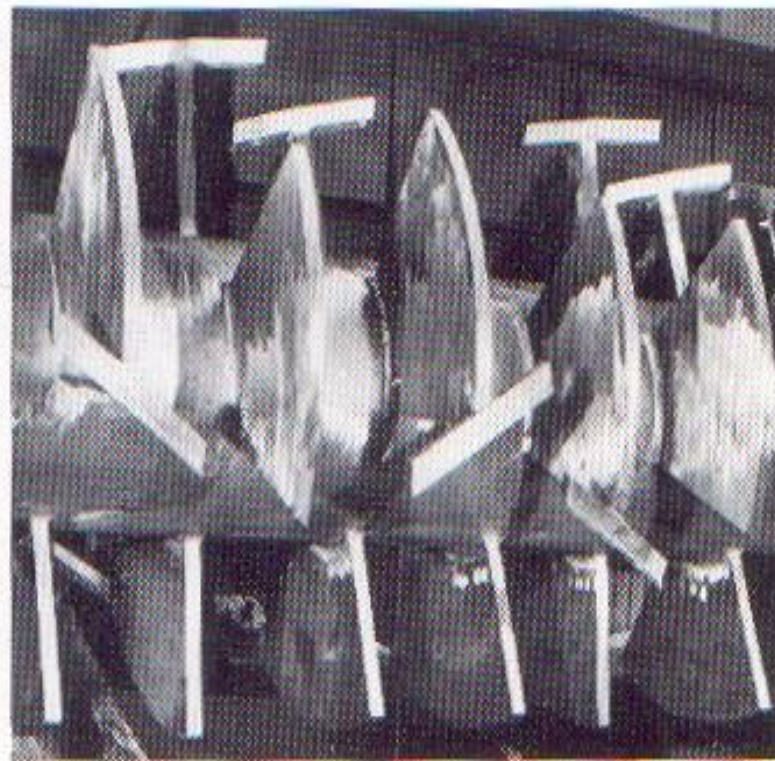
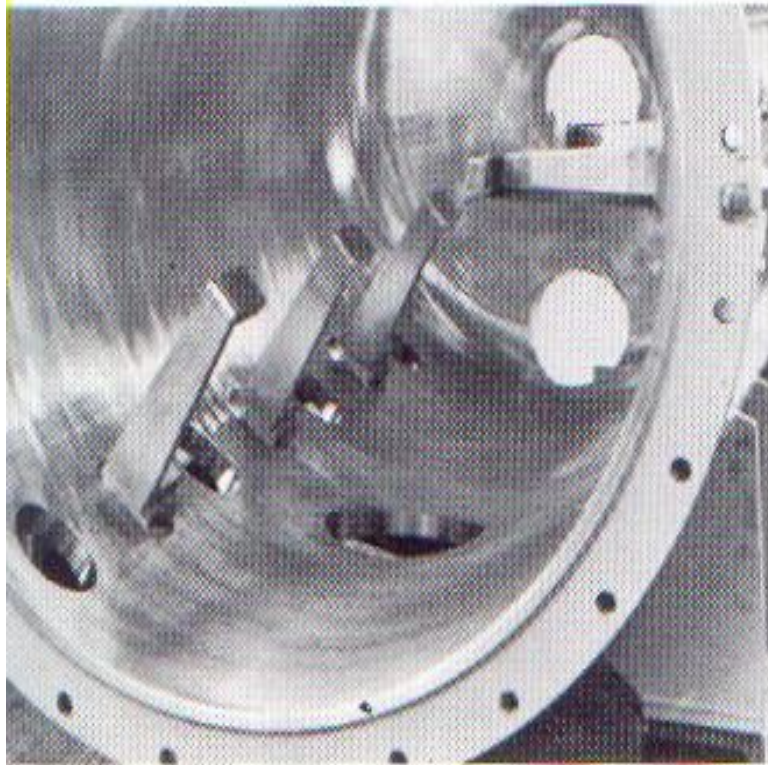
$$t_{\text{tart}} = 0,5-3 \text{ h}$$

Fajlagos kapacitás:

szublimátor: 5-20 kg/ m²h

deszublimátor: 10-40 kg/ m²h

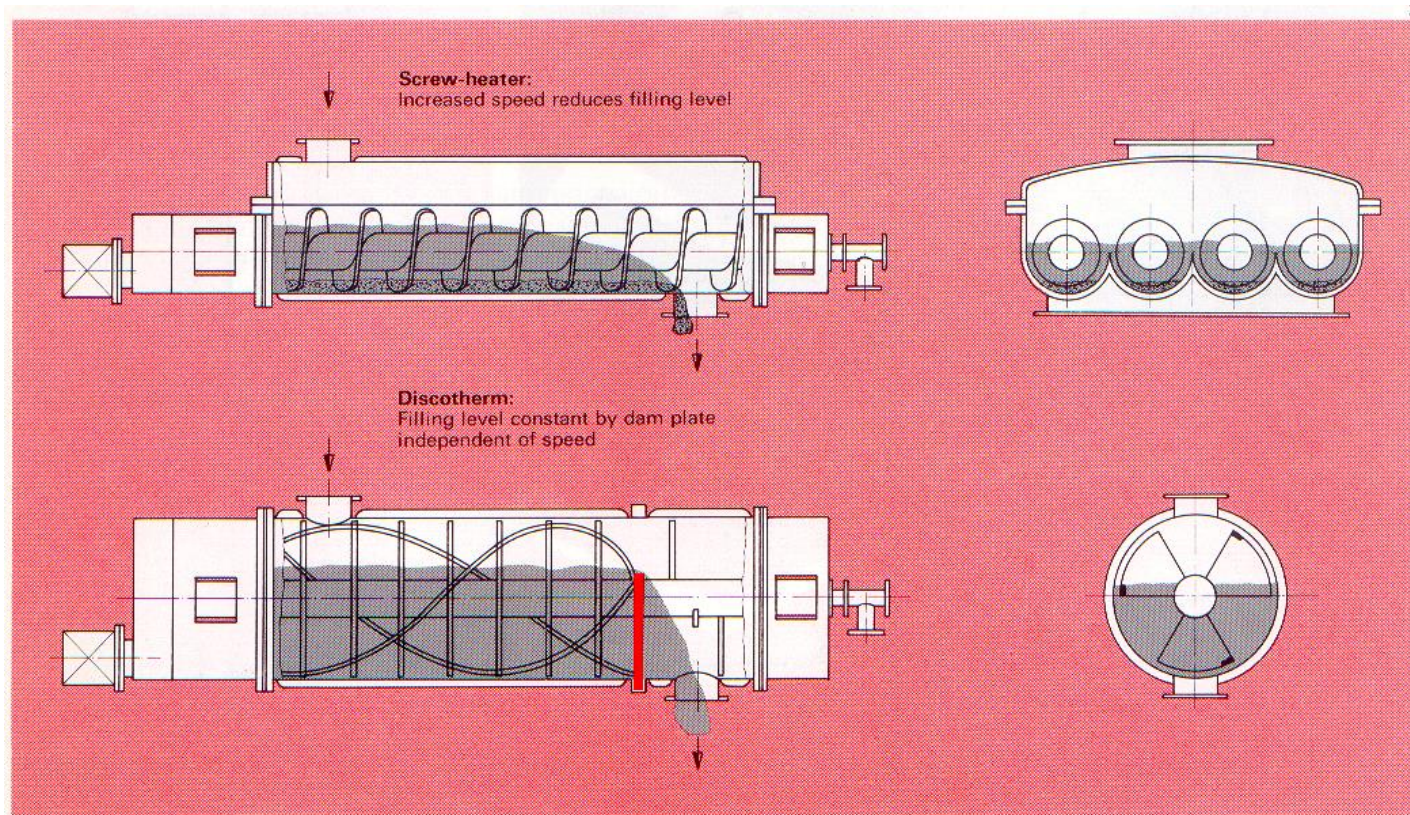
Keverő szerkezet



Inert közeges szublimáció

- Atmoszférikus nyomáson üzemel
- Szakaszos vagy folyamatos is lehetséges
- Termék parciális nyomása 1-10% → nagy mennyiségű inert gáz szükséges
- Sok a hozzáadott és elvont hő
- Nagy a készülék- térfogat
- A falon keresztüli hőátadás nagyon rossz
- A regenerált inert gázt hőcserélőben melegítik fel
- Rossz gáz- szilárd anyag hőátadás
- Apró tűkristályok keletkeznek

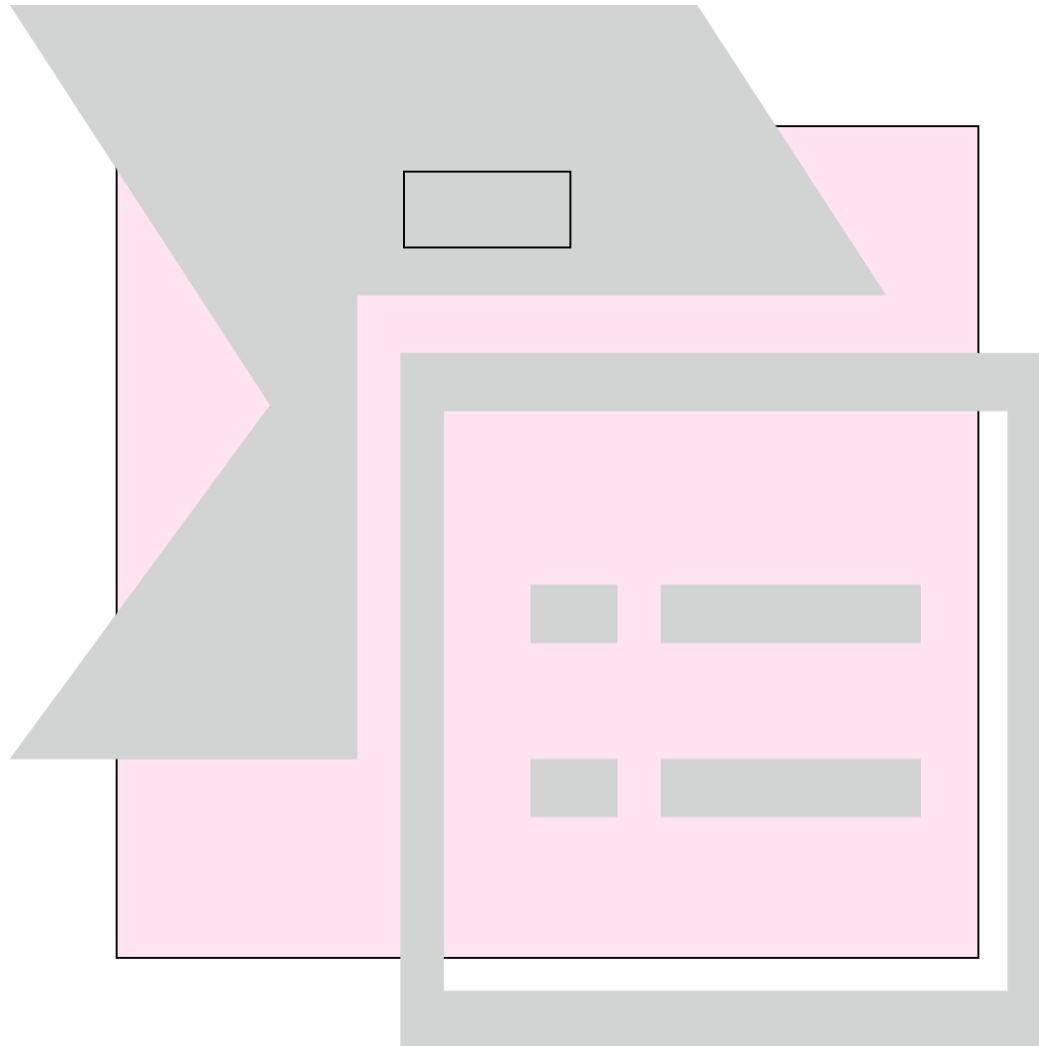
Inert közeges szublimáció



Liofilizálás v. jégszublimáció

- Altman, 1890
- II.világháború alatt fejlesztették ki
- Műveleti lépések
 - Fagyasztás
 - Elsődleges szárítás (szublimáció)
 - Másodlagos szárítás (deszorpció)

Liofilizálás v. jégszublimáció



Liofilizáció

Fagyasztás

- Lassú fagyasztva szárítás roncsolja az anyagot \longrightarrow gyorsan nagy ΔT hatására kell végezni.
- Hűtés: $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ alkohol
 $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ propán
- Apró kristályok keletkeznek, konzerválódik a harmadlagos szerkezet.
- Nagy felület, vékony réteg kialakítása.

Önfagyasztás

- Nagy vákuumban (5-25 Pa).
- Párolog az anyag \longrightarrow felforr \longrightarrow a visszamaradó anyag lefagy.
- Összetett kristálytani szerkezet, eutektikum keletkezik.
- Eutektikus pont alá kell hűteni.

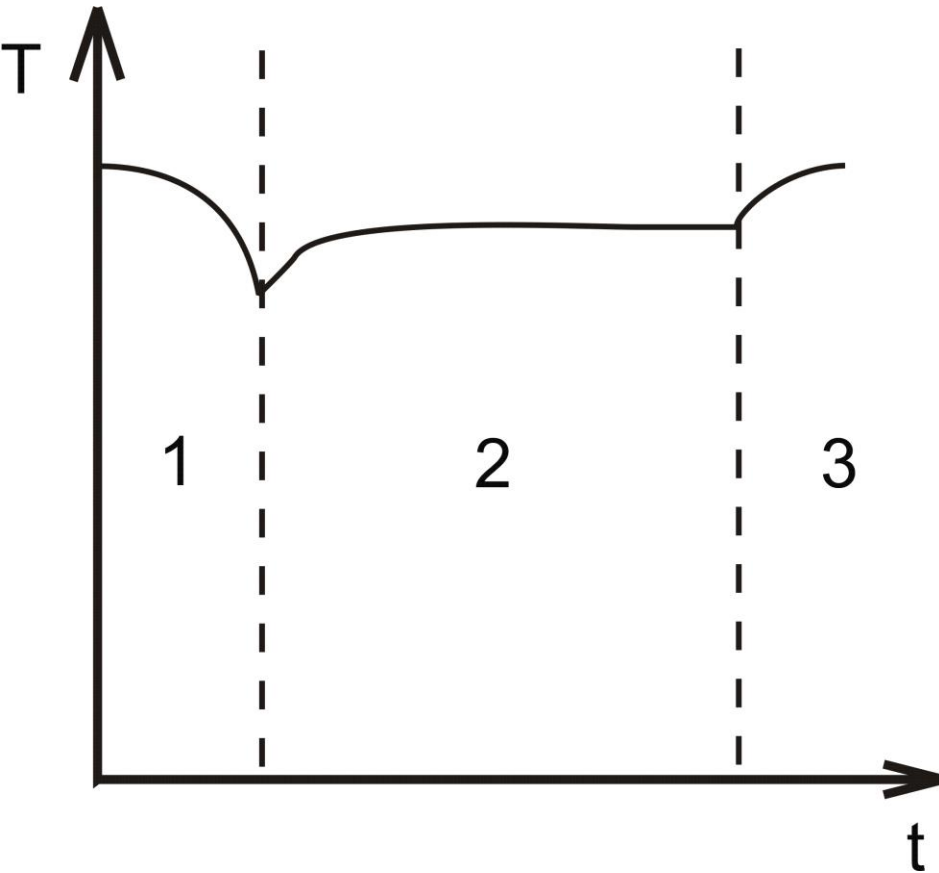
Elsődleges szárítás (szublimáció)

- Hőmérséklet (eutektikus olvadáspont alatt)
-20-(-30) °C
- Nyomás 5-25 Pa
- Hőközlés (víz szublimációs hő: 2840 kJ/kg)
 - hőszugárzás
 - hővezetés
 - mikrohullámú fűtés

Másodlagos szárítás (deszorpció)

- Kötött víz (5-20 %)
 - fizikai adszorpció
 - kémiai adszorpció
 - szerkezeti víz (kristályvíz)
- Hőmérséklet < 50 °C
- Nyomás
- Maradék nedvesség (termék függő)
 - Kávé: 3 %
 - antibiotikumok: 0,1 %

A folyamat diagramon



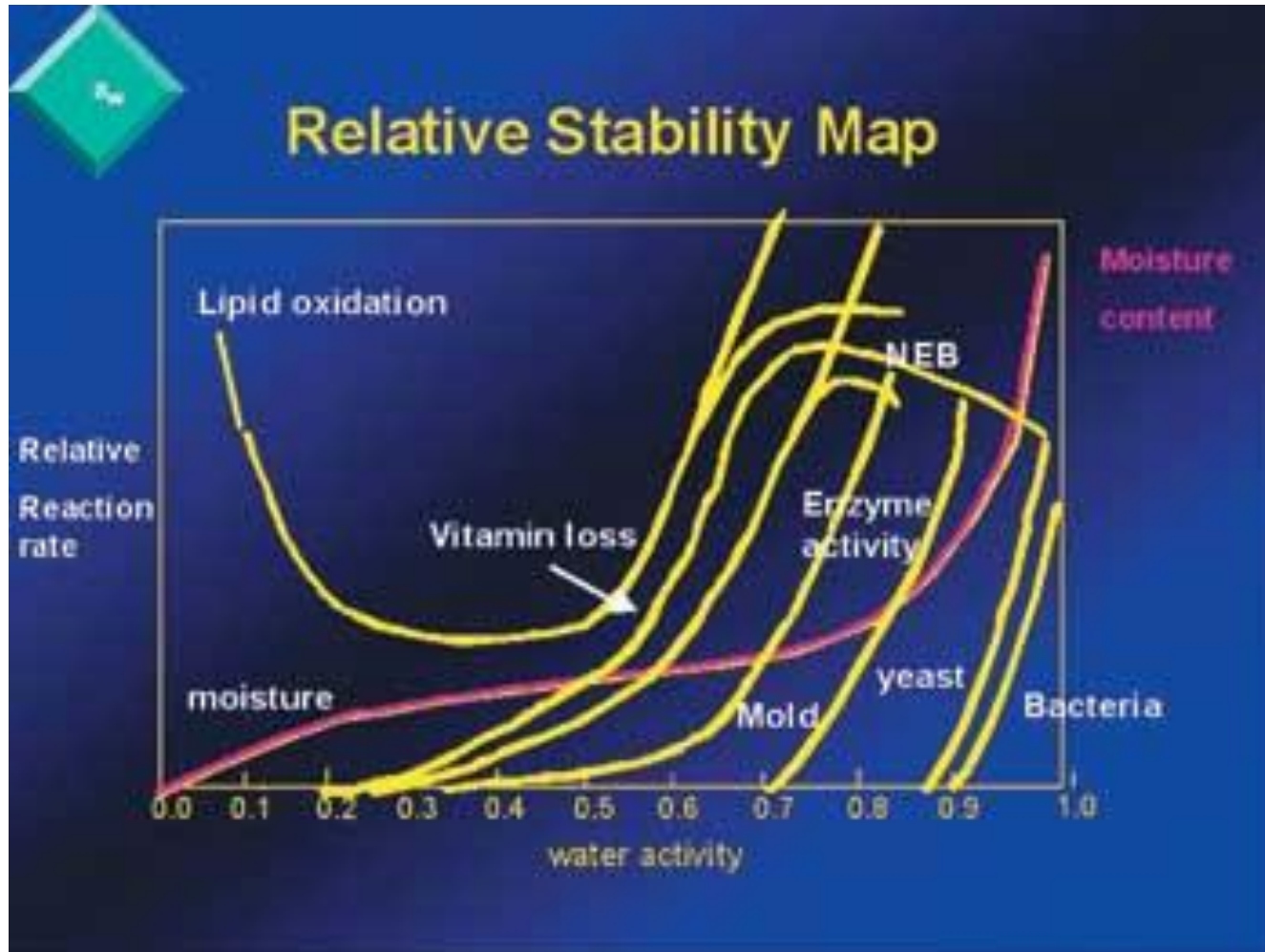
Magyarázat:

1. Hűl, mert fagyasztjuk
zárás, vákuum alá helyezés,
fagyasztás
2. Felmelegítés (állandó
szublimáció)
3. Csökkenő szublimáció, szabad
nedvesség elfogy, eléri a
végsőnedvesség tartalmat. (1-
5%)

Pára kifagyasztása

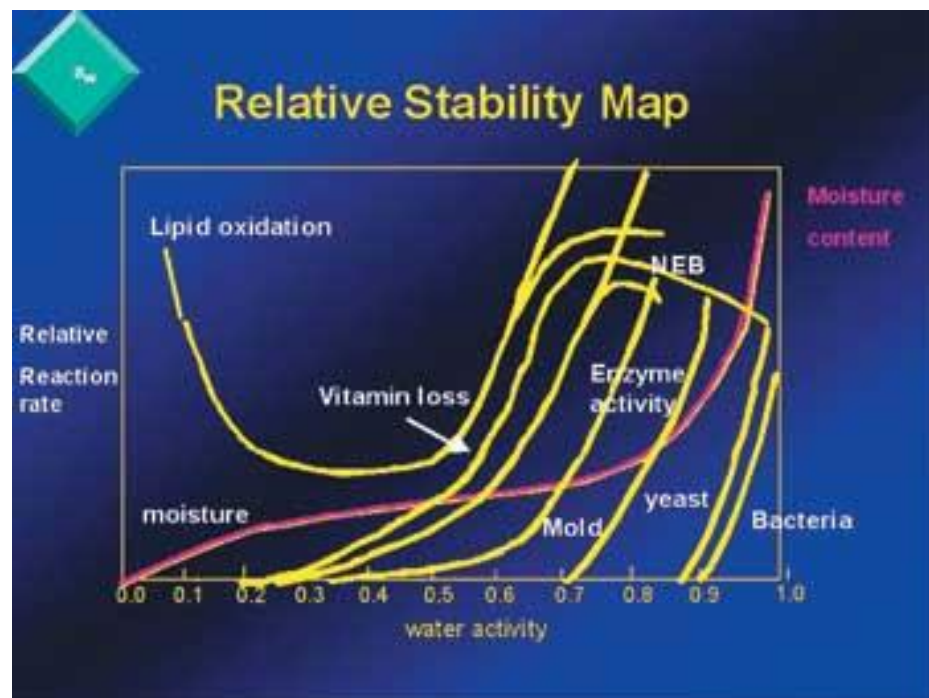
- Nagy térfogat (vízgőz: 1 Pa; 98110 m³/kg)
- Kifagyasztás
 - hőmérséklet: -50 °C
 - nyomás: 4 Pa
- Jégkamrák (párhuzamosan kötve)
- Kiolvasztás
 - meleg víz
 - vízgőz

Vízaktivitás hatása



Miért jó? I.

- Sterilizálás
- 0,7 alatt már alig nőnek a mikrobák, 0,6 alatt már abszolút nem nőnek.
- Enzimaktivitás csökken a vízaktivitással.
- Maillard, és más barnulási reakciók vizet igényelnek.
- Oxidatív reakcióknak kedvez a vízmentes közeg.



Miért jó? II.

- Megmarad az eredeti íz, fehérje, vitamin.
- A termék megtartja eredeti formáját, színét, állagát.
- A rehidratáció teljes és gyors.
- Tartós termék.
- Nincs szükség hűtve szállításra.
- Alacsony szállítási költség.
- Elhanyagolhatóan kicsi termékveszteség.
- Megbízható készülékek.

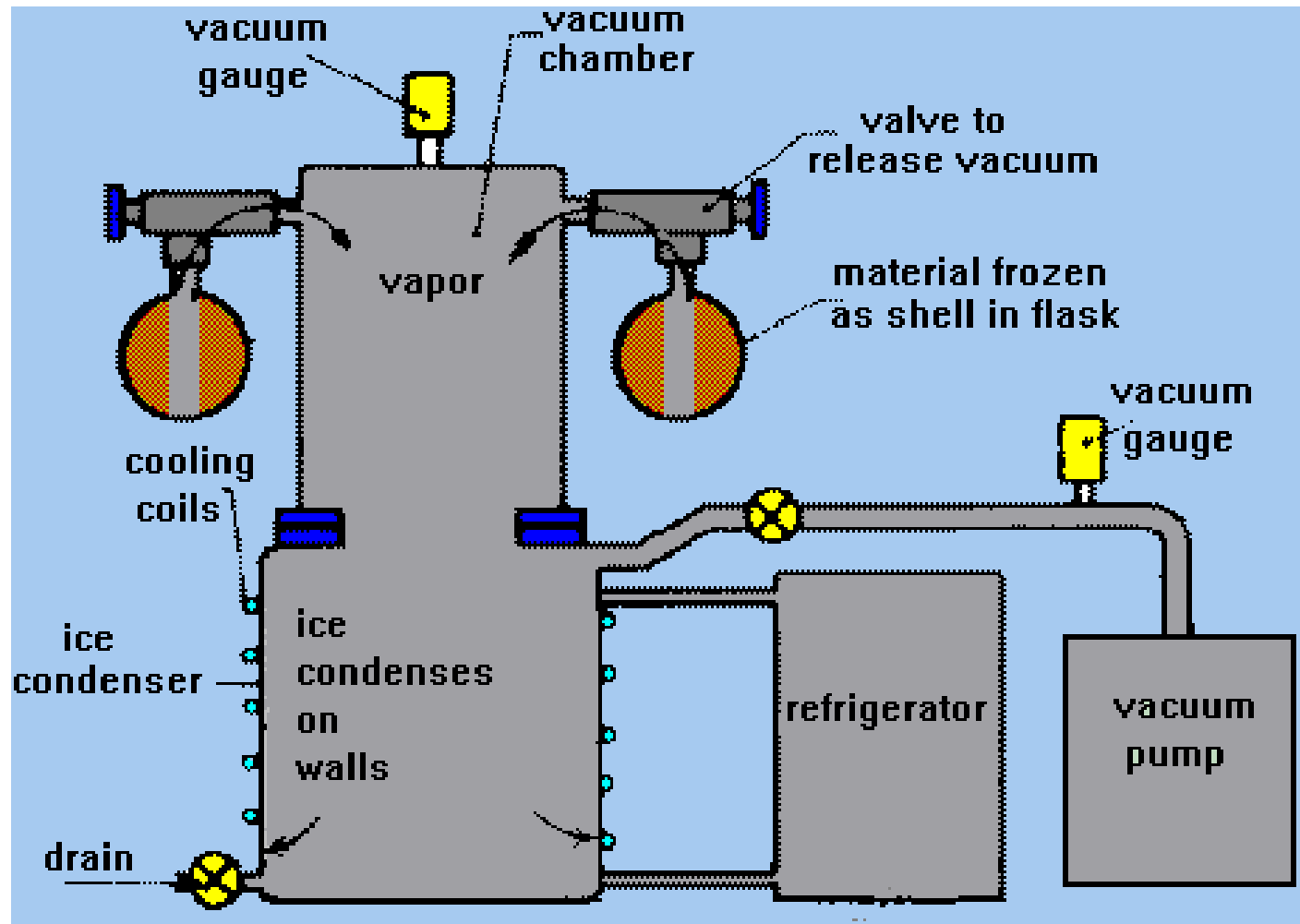
Hátrányok

- nagyon drága
- sok energiát igényel
- íz és állagváltozás lehetséges
- a víz eltávolítása nem 100%-os, 90-95%

Mire használják?

- Vérkészítmények előállítása
- Szervek átmeneti tárolása
- Anyatej
- Mikroorganizmusok tárolása
- Kávé
- Gyümölcsök, húskészítmények
- Gyógynövénykivonatok

Laboratóriumi liofilizáló készülék



Liofilizáló készülékek

RAY™ 75, 100, 125, 150



Liofilizáció

Kapacitás

	Ray™ 75	Ray™ 100	Ray™ 125	Ray™ 150
Effektív tálca felület (m ²)	68	91	114	136
Névleges szublimációs kapacitás (kg víz/24 óra)	160	200	250	300
Töltő (Input) kapacitás (kg/24 óra)	1780	2375	2965	3560
Termék (output) kapacitás (kg/24 óra)	275	370	460	550

Liofilizáló készülékek



Liofilizáló készülékek



1. Aluminum

tray

2. Filling station

3. Inlet airlock

4. Inlet elevator

5. Exit elevator

6. Exit airlock

7. Emptying

station

Continuous
Radiation Freeze
Drying Plant

Liofilizáló készülékek

