

Tommi Salander

Pienen kokoluokan spinning band - tislaukolonni

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Kemiantekniikka

Insinöörityö

3.3.2017

Tekijä(t) Otsikko	Tommi Salander Pienen kokoluokan spinning band -tislaukolonni
Sivumäärä Aika	23 sivua + 5 liitettä 3.3.2017
Tutkinto	Insinööri (AMK)
Koulutusohjelma	Kemiantekniikka
Suuntautumisvaihtoehto	
Ohjaaja(t)	Lehtori Timo Seuranen
<p>Opinnäytetyön aiheena oli Metropolian Leiritien yksikössä yli kymmenen vuotta käyttämättömänä seisoneen spinning band -tislaukolonnin huolto, käyttöönotto ja koeajaminen.</p> <p>Kirjallisuusosiossa esitettiin eri tislusprosesseja, tisluslaitteistoa sekä hieman eri tislusprosessien käyttösovelluksia teollisuudessa.</p> <p>Kirjallisuusosiossa käytiin läpi myös yleisesti spinning band -tislaukolonnin käyttömahdollisuuksia ja tutustuttiin lähemmin Metropolian omistamaan pienen kokoluokan laitteistoon.</p> <p>Kokeellisen osion päämääränä oli saada tislaukolonni sekä alipainelaitteisto käyttökuntoon ja jälleen oppilaitoksen koulutuskäyttöön.</p> <p>Spinning band -tislaukolonni on optimaalinen ja tarkka työväline monivaihetislauksiin. Kolonnin sisällä on tefloninen spiraali, joka pyörimällä parantaa höyryn ja nesteen kontaktia kolonnissa.</p> <p>Kokeellisen osion päämäärää ei saavutettu tämän insinöörityön aikana. Tisluslaitteisto oli kärsinyt niin pahoja vahinkoja, että niitä ei voitu korjata tässä insinöörityössä.</p>	
Avainsanat	spinning band -tislaukolonni, alipainetislus, monivaihetislus

Author(s) Title	Tommi Salander Small scale spinning band distillation column
Number of Pages Date	23 pages + 5 appendices 3 March 2017
Degree	Bachelor of Engineering
Degree Programme	Chemical Engineering
Specialisation option	
Instructor(s)	Timo Seuranen, Lecturer
<p>The purpose of this final year project was to maintain, to implement and to test run a spinning band distillation column, which has been unused for over 10 years in the Metropolia Leiritie unit.</p> <p>The literature part of the thesis presents different distillation processes, distillation units and a few possible uses of distillation processes in industry.</p> <p>During the literature part of the thesis, the possible uses of a spinning band distillation column was studied in general, and Metropolia's small-scale apparatus was explored.</p> <p>The main goal of the experimental part was the implementation of the spinning band apparatus and vacuum system so that it could be used for educational purposes in future.</p> <p>The spinning band distillation column is an optimal and accurate apparatus for batch distillation. Inside the column, there is a Teflon helix, which improves the vapor-liquid contact by spinning.</p> <p>The main goal of the experimental part was not achieved in this final year project. Distillation apparatus had suffered too much physical damage that it was not possible to repair it in this final year project.</p>	
Keywords	spinning band distillation column, vacuum distillation, batch distillation

Sisällys

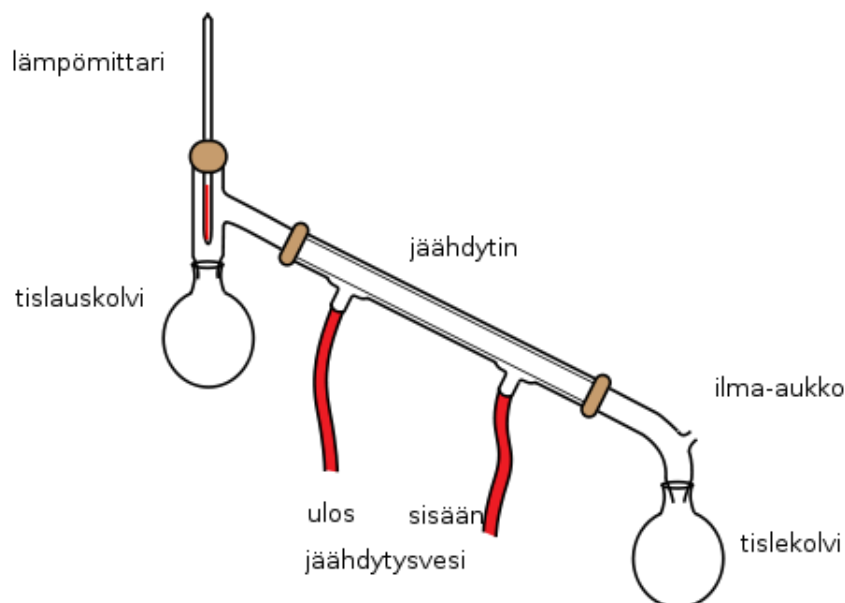
1	Johdanto	1
2	Tislaus	1
2.1	Panostislaus	2
2.2	Vesihöyry- ja vakuumitislaus	3
2.3	Atseotrooppitislaus	4
2.4	Uuttotislaus	5
2.5	Reaktiivinen tislaus	8
2.6	Hybridiprosessit	9
3	Tislauskolonnit	10
3.1	Pohjakolonne	11
3.2	Täytekappalekolonne	12
3.3	Spinning band -tislauskolonne	13
3.3.1	Spinning band -tislaus öljyteollisuudessa	14
3.3.2	Spinning band -tislauksen muita käyttökohteita	14
3.4	Metropolian spinning band -kolonne	15
4	Käyttöönotto	17
4.1	Tislauskolonnin käyttöönotto	17
4.2	Alipainelaitteiston käyttöönotto	20
5	Koeajo ja tulokset	20
5.1	Metanoli-vesitilaus	21
5.2	MIK ja etikkahapon tislaus	21
5.3	Koeajojen hyödyntäminen	23
6	Johtopäätökset	24
	Lähteet	25
	Liitteet	
	Liite 1. Syötteen kromatogrammi	
	Liite 2. Tisleen 1 kromatogrammi	
	Liite 3. Tisleen 2 kromatogrammi	
	Liite 4. Puhtaan MIK:n kromatogrammi	
	Liite 5. Puhtaan etikkahapon kromatogrammi	

1 Johdanto

Tämän insinööriyön tarkoitus on saada Metropolian Leiritien yksikössä sijaitseva harvinainen spinning band -tisluskolonne kunnostettua ja toimintakäyttöön. Tisluskolonnin lisäksi tarkoitus on saada tisluskolonnein kuuluva alipainelaitteisto käyttökuntoon. Kokonaisuutta on tarkoitus käyttää tulevaisuudessa koulutuksessa ja vaativimmissa insinööritöissä.

2 Tislaus

Tislaus on prosessi, jossa erotetaan toisiinsa liuenneita nesteitä kuumentamalla. Liuosta kuumentamalla saadaan haluttu aine kiehumaan ja höyrystymään, jolloin höyry siirtyy jäähdytysjärjestelmään ja sitä kautta nesteenä tislekolviin kuvan 1 mukaisesti. Tällöin saadaan kaksi erillistä nestettä, eri kolveihin. [1.]



Kuva 1. Tislauslaitteistoa havainnoillistava kuva. [2.]

Tislaus on tunnettu jo ilmiönä ensimmäisillä vuosisadoilla, mutta alkoholin löytyminen, joka on ensimmäinen tunnettu tislauksen tuote, tapahtui 1000- tai 1100-luvulla eteläisessä Italiassa. [3.]

Tislauksessa voidaan erottaa aineita, joiden kiehumispiste on eri, ja mitä suurempi ero kiehumispisteillä on, sitä helpommin aineet tislautuvat erilleen. Useamman nesteen seoksessa ensimmäisenä haihtuu se komponentti, jonka kiehumispiste on alin. Sen jälkeen nesteen lämpötila nousee korkeammalla kieuvan nesteen kiehumispisteeseen, kunnes kaikki erotettavat komponentit ovat erotettuina toisistaan. Tätä kutsutaan jakotislaukseksi eli fraktioivaksi tislaukseksi. [1; 4.]

Koska tislaus on erotusprosessi, kemiallista reaktiota ei tapahdu. Tislauksessa seoksesta höyrystetään helpommin haihtuva komponentti ja syntynyt höyry erotetaan lauhduttamalla. Tuotetta kutsutaan tisleeksi ja haihtumatonta osaa pohjatuotteeksi tai alitteeksi, mikäli kyseessä on jatkuvatoiminen tislaus. Prosessi kuluttaa runsaasti energiaa, mutta on yleisesti käytetty teollisuudessa. [1; 4.]

Tunnetuin tislausta hyödyntävä teollisuus on öljynjalostusteollisuus. Raakaöljy on monen sadan hiilivedyn sekoitus, josta saadaan tislaamalla muun muassa erilaisia kaasuöljyjä, kerosiinia ja bensiiniä. Muita tislausta hyödyntäviä teollisuuden aloja on typen, hapen ja muiden harvinaisten kaasujen valmistus ja puhdistus. [5.]

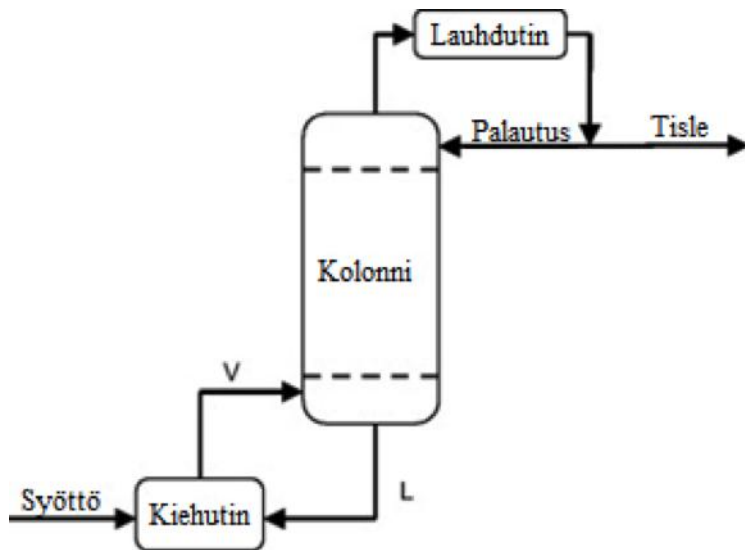
2.1 Panostislaus

Panostislauksen toimintaperiaate on sama kuin tislauksessa, ja se on ollut jo pitkään käytössä. Panostislaus on yksinkertaisin teollisuuden erotusoperaatioista kemiallisten seosten komponenttien erottamiseksi. Panostislaus on ollut jo pitkään laajasti käytetty ja tärkeä erotusoperaatio, ja sitä käytetään erityisesti, kun erotettavien materiaalien rakenne vaihtelee laaja-alaisesti, erotettavaa materiaalia on vähän, kun tislaustarve ei ole jatkuvaa tai kun päätuote sisältää vain vähän epäpuhtautta. [6; 7.]

Panostislauksessa höyrystetään nestettä ilman nesteen lisäämistä. Ensin haihtuvat keveimmät komponentit ja sen jälkeen raskaammat. Kiehumislämpötila nousee tislauksen edetessä. Panostislain sopii myös monikomponenttiseoksen jakamiseen fraktioihin. Riippuen fraktion puhtausvaatimuksista voidaan panostislauksessa ottaa talteen epäpuhtaita välijakeita, jotka tislataan seuraavassa panoksessa uudelleen. Tärkein ominaisuus panostislauksessa on sen joustavuus. Seoksesta toiseen

vaihtaminen käy helposti, palautusta ja läpikulkevan aineen määrää on helppo muuntaa eikä syötön ja tisleen suhdetta tarvitse säätää. [7; 8; 9.]

Panostislausta käytetään muun muassa hajusteiden, lääkkeiden, hienokemikaalien sekä erikoiskemikaalien valmistuksessa. Tavallinen panostislauslaitteisto sisältää kiehuttimen, kolonnin, lauhtuttimen ja kokoonpano on esitetty kuvassa 2. [7.]



Kuva 2. Panostislauslaitteiston tavallisin kokoonpano. [7, s. 3.]

2.2 Vesihöyry- ja vakuumitilaus

Toisiinsa liukenemattomia nesteitä sekoitettaessa keskenään, niin syntyneen epähomogeenisen, eli toisiinsa liukenemattoman nesteseoksen jokaisen komponentin höyrynpaine on sama kuin puhtaan aineen höyrynpaine, joka riippuu ainoastaan lämpötilasta ja kyseessä olevasta aineesta. Systemin kokonaishöyrynpaine on komponenttien höyrynpaineiden summa. Tämän takia epähomogeenisen nesteseoksen kiehumispiste on aina alhaisempi kuin minkään puhtaan komponentin kiehumispiste. [10.]

Tätä seikkaa käytetään hyväksi vesihöyrytislauksessa. Jos veteen liukenematonta nestettä sekoitetaan veden kanssa, voidaan syntynyt epähomogeeninen nesteseos tislata lämpötilassa, joka on aina alhaisempi kuin veden kiehumispiste kulloisessakin paineessa. Tällä tavoin voidaan tislata suhteellisen matalissa lämpötiloissa muun

muassa erilaisia vahoja, suurimolekyylisiä rasvahappoja ja eri öljyjakeita. Nesteseoksen yläpuolelle syntyneen höyryn koostumus määräytyy komponenttien höyrynpaineista. Kunkin komponentin osapaine höyryssä on sama kuin sen höyrynpaine. Höyryn koostumus mooliosuuksina saadaan selville jakamalla osapaineet kokonaispaineella. [10.]

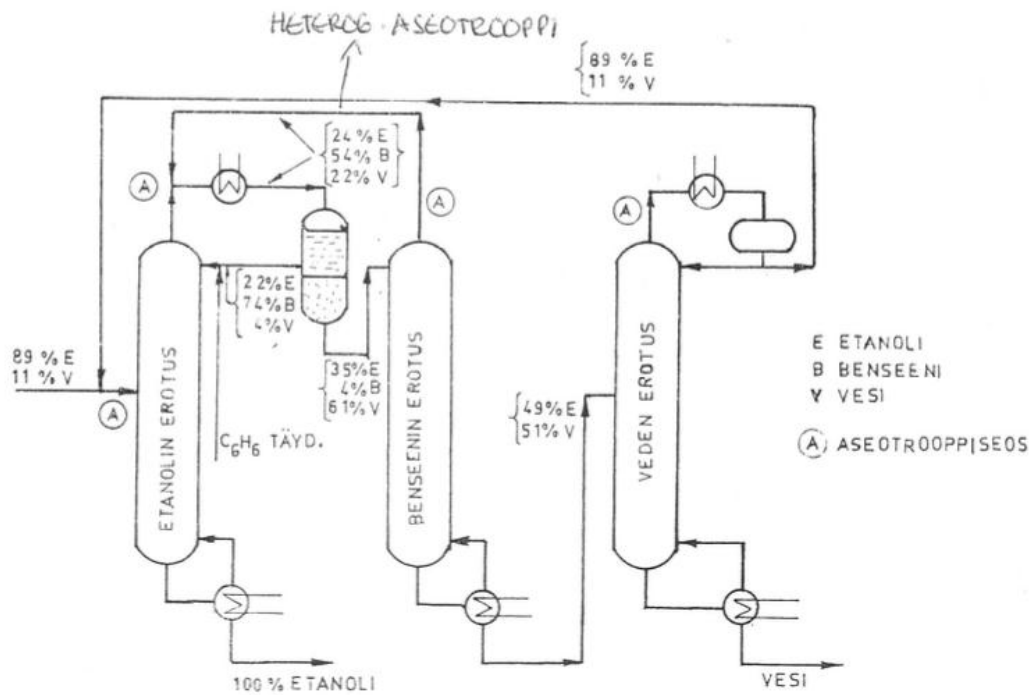
Vesihöyryn lisäys vastaa tisluspaineen alentamista, koska tislattavan aineen lämpötilasta riippuva osapaine on juuri vesihöyryn osapaineen verran tisluspainetta pienempi. Vesihöyryn asemasta voidaan käyttää mitä tahansa inerttiä kaasua. Sama tulos saavutetaan myös vakuimitislauksella, mikä tapahtuu kokonaispainetta alentamalla. Tällöin ei tarvita mitään lisäkomponentteja. Kun tislattava aine on vaikeasti haihtuvaa, joudutaan joissakin tapauksissa käyttämään sekä vesihöyryä että vakuumia. Vakuumikolonne on tavallisesti metallilangoista kudotulla pakkauksella tai täytekalvoilla varustettu kolonne. [10.]

2.3 Atseotrooppitislus

Atseotrooppipisteessä nesteellä ja kaasulla on täysin sama koostumus tietyssä vaiheessa tislusprosessia. Tämän takia atseotrooppisten seosten erottaminen perinteisen tislauksen avulla on hankalaa. Seokset voivat olla joko homogeenisiä tai heterogeenisiä. Heterogeeninen atseotrooppi muodostuu seoksesta, jonka komponentit eivät sekoitu täysin keskenään ja muodostavat atseotrooppipisteeseen sekoittuvuusalueelle. Homogeenisen atseotrooppiseoksen komponentit puolestaan ovat täysin sekoittuvia keskenään ja muodostavat atseotrooppipisteeseen sekoittuvuusalueen ulkopuolelle. [11.]

Atseotrooppinen panostislus perustuu tarkoituksellisesti lisättyyn kolmanteen komponenttiin, jonka tarkoitus on helpottaa erotusta. Tislattavien komponenttien seokseen lisätään aine, joka vaikuttaa alkuperäisten aineiden aktiivisuuskertoimiin siten, että erotus on mahdollinen. Lisäaine on haihtuvuudeltaan sellainen, että se poistuu tisleen mukana. Olisi myös toivottavaa, että se muodostaisi heterogeenisen atseotrooppisen seoksen tisleen kanssa. Tällöin kondensoitunut höyryfaasi erottuu kahdeksi nestefaasiksi, josta lisäaine on helppo erottaa. [11; 10.]

Esimerkkinä atseotrooppitislauksesta on kuvassa 3 esitetty 100-prosenttisen etanolin tuottaminen 89,4 mol-%:sta (= 95,6 m-%) etanoli-vesi-atseotrooppiseoksesta käyttämällä liuottimena bentseeniä. Bentseeni poistuu kolonnin huipulta ternäärisenä atseotrooppiseoksena (kiehumispiste 65 °C), joka sisältää lähes kaiken veden ja vain vähän etanolia. Puhdas absoluutoitu etanoli saadaan pohjatuotteena. Sykloheksaani on vielä parempi lisäaine etanolin absoluointiin. [10.]



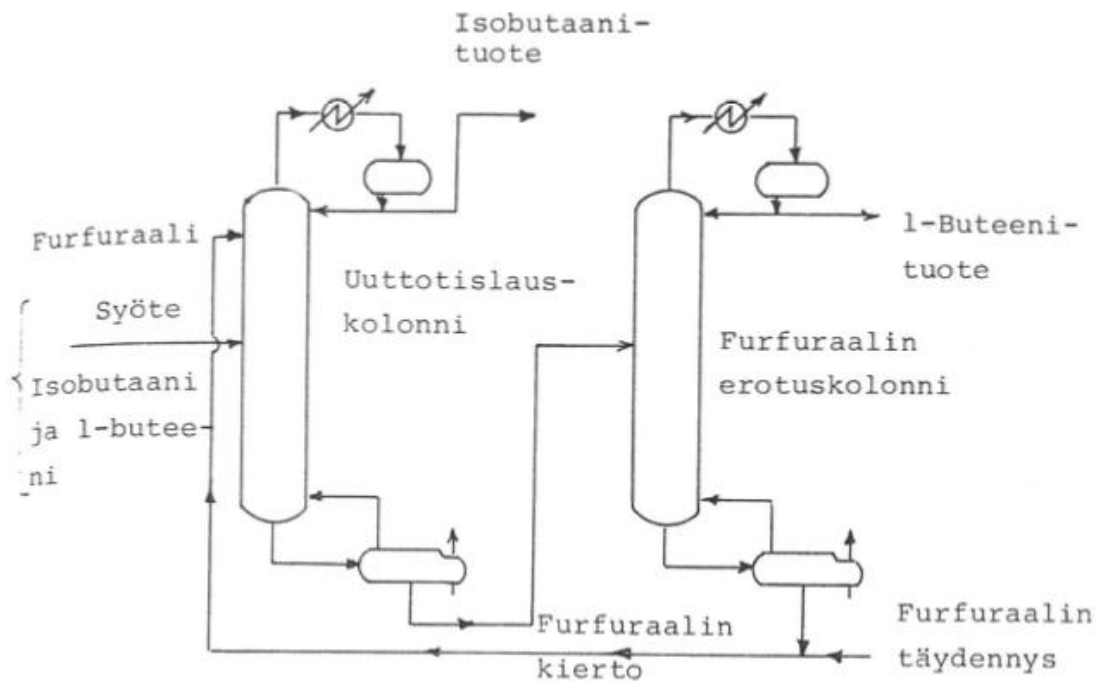
Kuva 3. 100-prosenttisen etanolin tuottaminen atseotrooppiseoksesta. [10, s. 19.]

2.4 Uttotislauus

Uttotislauusta käytetään prosesseissa, joissa alhaisen suhteellisen haihtuvuuden omaavien seosten erottaminen on mahdotonta normaalin tislauksen avulla joko muodostuneiden atseotrooppien tai komponenttien liian läheisten kiehumispisteiden takia. Kuten atseotrooppitislauksessa, myös uuttotislauksessa seokseen lisätään kolmatta ainetta. [7; 10.]

Kolmas aine on liuotin, ns. "erottava tekijä", joka kohottaa toisistaan erotettavien komponenttien suhteellista haihtuvuutta vaikuttamalla komponenttien

aktiivisuuskertoimeen. Liuottimen konsentraation on kolonnin jokaisella pohjalla olevassa nesteessä oltava riittävän suuri (n. 65–95 mol-%), ja se syötetään tämän vuoksi tavallisesti lähelle huippua, jotta tasapaino-olosuhteet saataisiin suotuisiksi koko kolonnissa. Liuotin poistuu pohjatuotteen mukana, ja se on erotettava pohjatuotteesta toisessa tislaukskolonnissa. Esimerkkinä on kuvassa 4 esitetty isobutaanin erotus 1-buteenissa käyttäen lisäaineena furfuraalia. [7; 10.]



Kuva 4. Isobutaanin erotus käyttäen furfuraalia. [10, s. 20.]

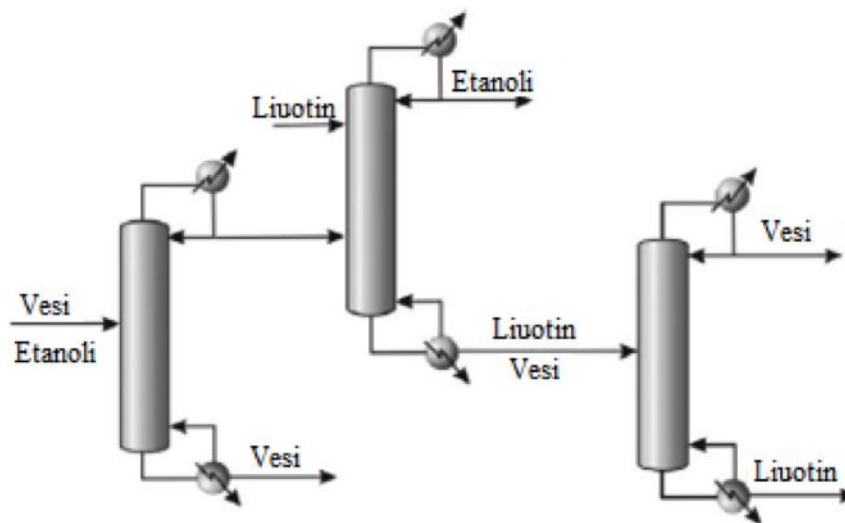
Panostoisissa uuttotislauksissa liuottimen lisääminen rajoittaa prosessissa syötön määrää, panostislaukslaitteiston kiehttimen pystyessä lämmittämään vain tietyn määrän ainetta tarvittavaan lämpötilaan. Tämän johdosta uuttavassa panostislauksessa tarvittavia kolonneja on useampi. Taloudellisesti on siis erittäin tärkeää löytää optimaalinen syöttömäärä. [7; 10.]

Uutena sovelluksena uuttavaan panostislaukseen on Pacheco-Basulton tutkimus bioetanolin tehokkaasta valmistuksesta uuttavan panostislauksen avulla. Tutkimuksessa tutkittiin puhtaan bioetanolin valmistusta etanoli-vesiseoksesta uuttavan

panostislauksen avulla käyttäen kahta erilaista liuotinta: etyleeniglykolia sekä ionista liuosta. [12.]

Puhtaan etanolin erottaminen etanoli-vesiseoksesta on mahdotonta, koska seos muodostaa atseotroopin. Pacheco-Basulton tutkimuksessa osoitetaan sekä simuloimalla että kokeellisesti uuttavan panostislauksen mahdollistavan täysin puhtaan etanolin erottamisen. Erotus on erityisen tehokasta käytettäessä liuottimena ionista liuosta, joka mahdollistaa atseotrooppisen seoksen nopeamman ja energiatehokkaamman erottamisen. Ionisten liuosten käyttäminen on kuitenkin tutkimuksen mukaan huomattavasti kalliimpia kuin esimerkiksi etyleeniglykolin käyttäminen. [12.]

Lopputuloksena Pacheco-Basulto-tutkimus toteaa sekä simuloitujen että kokeellisten tulosten osoittavan uuttavan panostislauksen mahdollistavan riittävän tehokkaan bioetanolin tuotannon kummallakin liuottimella. Lopputuloksessa kuitenkin painotetaan ionisten liuosten olevan vielä liian kalliita jatkuvaan teollisuuden käyttöön liuottimena. Tutkimuksessa käytetty panostislaukkelaitteisto on kuvassa 5. [12.]

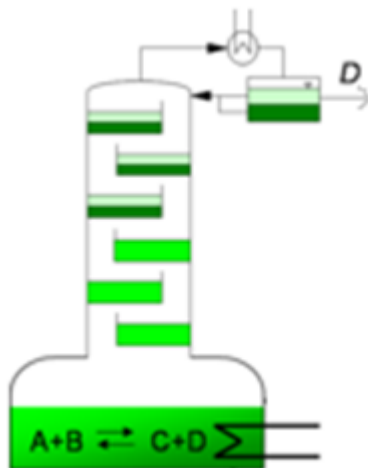


Kuva 5. Pacheco-Basulto tislaukslaitteisto. [12, s. 31.]

2.5 Reaktiivinen tislus

Kemiallinen reaktio ja erotusoperaatio tapahtuvat useissa kemianteollisuuden tuotantolaitoksissa erillisinä yksikköoperaatioina. Reaktiivinen tislus yhdistää tislauksen ja kemiallisen reaktion eli kaksi laajasti käytössä olevaa yksikköoperaatiota, jolloin prosessin käyttö- ja investointikustannukset vähenevät eikä erillistä erotusvaihetta enää tarvita. Reaktiivinen tislus ja sen sovellutukset ovat mahdollistaneet monia prosesseja, jotka eivät aikaisemmin olleet kannattavia. Reaktiivinen panostisluslaitteisto on esiteltynä kuvassa 6. [7; 13.]

Prosessin sopivuus reaktiiviseen tislaukseen on tutkittava tapauskohtaisesti lähtöaineiden ja tuotteiden kemiallisten ja fysikaalisten ominaisuuksien sekä reaktion termodynamiikan ja kinetiikan perusteella. Soveltuvat reaktiot rajoittuvat lähes kokonaan nestefaasireaktioihin, mutta myös katalyyttisiä reaktioita käytetään, jolloin operaation nimi on katalyyttinen reaktiivinen tislus. [13; 14.]



Kuva 6. Reaktiivinen panostisluslaitteisto. [7.]

Reaktiivisella tislauksella voidaan reaktion avulla helpottaa erotusta tai erotuksen avulla edistää reaktiota. Tämä on edullista tasapainoreaktioille, kuten esterihydrolyyseille tai esteröinneille. Yksi suurimmista saavutettavista hyödyistä reaktioiden kannalta on, kun tasapainoreaktioiden konversiota voidaan parantaa poistamalla jatkuvasti tuotteita reaktioalueelta, jolloin Le Châtelierin periaatteen mukaisesti lähtöaineista muodostuu lisää tuotteita reaktion tasapainon säilyttämiseksi.

Reaktiivisessa tislauksessa voidaan myös pienentää jäähdytystarvetta hyödyntämällä eksotermisten reaktioiden reaktiolämpöjä tislausvaiheessa. [13; 14.]

Toisaalta reaktiivisella tislauksella voidaan helpottaa vaativia tislusoperaatioita reaktion avulla. Erittäin hyödylliseksi reaktiivinen tilaus osoittautuu käsiteltäessä atseotrooppeja muodostavia seoksia. Joissain tapauksissa atseotroopit voidaan välttää kokonaan reagoimalla atseotrooppeja muodostavia aineita toisiksi tai muodostamalla muita matalampia minimikiehumispisteatseotrooppeja. Seoksen sisältämät epäpuhtaudet voidaan poistaa reaktioilla, mikäli ne haittaavat tilausta. Myös mikäli seoksen aineilla on toisiaan lähellä olevat kiehumispisteet tai haluttuja tuotteita on muuten hankala erottaa muista aineista, voidaan tilausta helpottaa reagoimalla näitä aineita paremmin haihtuviksi. Tällöin käytetään yleensä jonkinlaista kuljetinnestettä murtamaan atseotrooppiseoksia tai reagoimaan jonkin komponentin kanssa. Kuljetinnesteillä saadaan usein myös estettyä lämpötilan kasvaminen liian korkeaksi reaktiivisella alueella. [13; 14.]

2.6 Hybridiprosessit

Kahden eri yksikköprosessin muodostamaa yhdistelmäprosessia kutsutaan hybridiprosessiksi. Hybridiprosesseissa pyritään yhdistämään kahden eri yksikköprosessin hyviä puolia yhdeksi prosessiksi. Reaktiivisen panostislausprosessin mahdollistamat edut investointikustannusten pienentämisessä ja energiatehokkuudessa ovat kasvattaneet suuren kysynnän reaktiivisen panostislausprosessin sekä muiden panostislausprosessien sovellusten yhdistämiseksi hybridiprosesseiksi. [7; 15.]

Uusimmista reaktiivisen panostislausprosessin ja hybridiprosesseihin liittyvistä tutkimuksista yksi tärkeimpiä on Stegerin tutkimus. Stegerin tutkimuksessa selvitetään välisäiliön käytön kannattavuutta reaktiivisessa panostislausprosessissa. Mikäli välisäiliö ja tavallinen reaktiivinen panostislauslaitteisto yhdistettäisiin, saataisiin oikeanlaisella välisäiliön paikalla sekä tarvittavalla syöttömäärän valinnalla normaalia suurempia energiasäästöjä. Tutkimuksessa Steger totesi välisäiliöllisen reaktiivisen

panostislausprosessin olevan kannattava välisäiliön paikasta riippumatta. Johtopäätöksenä Steger esitti kemiallisen reaktion tapahtuvan välisäiliöllisessä reaktiivisessa panostislauslaitteistossa perinteisen reaktiivisen panostislauslaitteiston sijaan, jolloin kokonaisuudesta saadaan energiatehokkaampi. [15.]

3 Tislauskolonnit

Tislauksen erotus tapahtuu tislaukskolonnissa. Kolonnissa on erilaisia rakenteita kuten pohjia ja pakkauksia, jotka luovat tarvittavan faasien välisen kontaktipinta-alan aineensiiirtoa varten. Mitä suurempi kontaktipinta-ala saadaan faasien välille, sitä tehokkaampaa erotus on. [8; 10.]

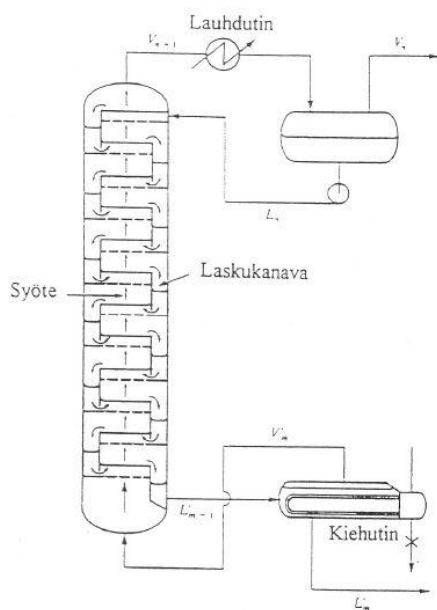
Kolonnein syöttö tulee usein keskivaiheille. Syöttökohdan yläpuolista osaa kutsutaan rikastus- tai väkevöintiosaksi, jossa kevyet komponentit rikastuvat höyryfaasiin, eli tisle puhdistuu. Syöttökohdan alapuolista osaa kutsutaan strippaus- tai haihdutusosaksi, jossa kevyet komponentit haihtuvat nestefaasista höyryyn, eli pohjatuote puhdistuu. [8, 10.]

Kolonnin yläosassa olevassa lauhduttimessa ylimmältä pohjalta lähtevä höyry nesteytyy joko osittain tai kokonaan, jolloin vastaavasti puhutaan osittais- tai kokonaislauhduksista. Näillä on periaatteellinen ero: osittaislauhduksella muodostaa itse yhden tasapainovaiheen, kokonaislauhduksella taas ei. Kolonnin alaosassa on kiehutin, jossa paine kolonnissa on suurin. Kolonnissa voi olla kattilakiehutin (engl. kettle), joka höyrystymisen lisäksi toimii tasapainovaiheena höyrystäen vain osan nestesyötöstä. [8; 10.]

Ylhäältä lauhduttimesta palautettava nestefaasi ja alhaalta kiehuttimesta lähtevä höyryfaasi synnyttävät tehokkaan vastavirtaprosessin. Kolonnin energiankulutus on verrannollinen kiehuttimessa synnytettyyn höyryvirtaan. Tämä virta palvelee kuitenkin useita vaiheita säästämällä energiaa ja investointeja. [8; 10.]

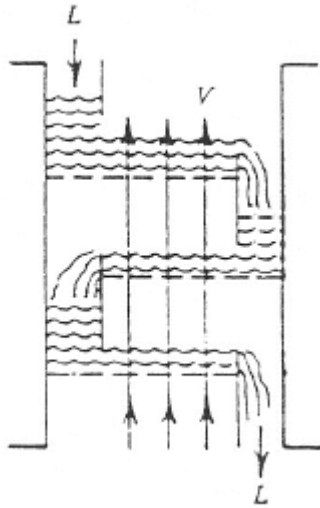
3.1 Pohjakolonne

Yleisin jatkuvatoiminen tislaukolonne on pohjakolonne. Pohjakolonnissa kaasu- ja nesteolomuodot erottuvat toisistaan selvästi jokaisen kontaktivaiheen, eli pohjan, välillä. Pohjan erilaisilla rakenteilla on pyritty kaasun tasaiseen jakautumiseen, jolloin faasit on tehokkaassa kontaktissa ja erottuminen nopeutuu. Suosituimpia pohjatyyppejä ovat seulapohja, kellopohja ja venttiilipohja. Pohjakolonnit voivat olla hyvinkin suuria, pohjaluku voi olla yli 100, jolloin kolonnin korkeus on useita kymmeniä metrejä ja halkaisija useita metrejä. Kuvassa 7 on esiteltynä välipohjakolonne. [10; 17.]



Kuva 7. Välipohjakolonne. [10, s. 3.]

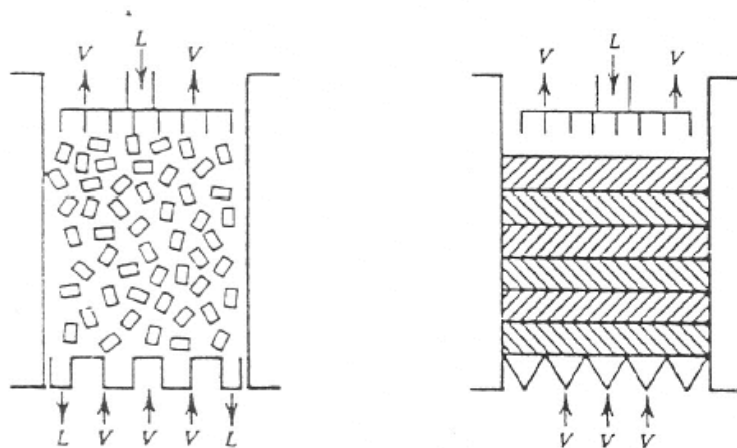
Pohjat toimivat yleisesti siten, että neste valuu kolonnissa alaspäin painovoiman vaikutuksesta ja höyry kulkeutuu ylöspäin lievän paine-eron vaikutuksesta. Höyry kulkee suoraan pohjan aukkojen läpi ja kohtaa pohjan poikki vaakasuoraan valuvan nesteen. Kuvassa 8 on esitelty pohjan toiminta ja vastavirtaperiaate. [10.]



Kuva 8. Pohjakolonnin vastavirtaperiaate pohjien välillä. [10, s. 4.]

3.2 Täytekappalekolonni

Pakkauksissa eli täytekappalekolonneissa kontakti tapahtuu täyteaineen pinnalla. Neste pyritään saamaan kulkemaan mahdollisimman tasaisesti pakkauksen pintaa pitkin, jolloin kontakti ylöspäin kulkevan höyryn kanssa tapahtuu täytekappaleiden välissä. Kuvassa 9 on täytekappalekolonnissa tapahtuva vastavirta periaate kuvattuna vasemmalla täytekappaleiden kanssa ja oikealla kennopakkauksessa. [8; 16.]



Kuva 9. Vastavirtaperiaate täytekappalekolonnissa. [10, s.4.]

3.3 Spinning band -tislaukolonni

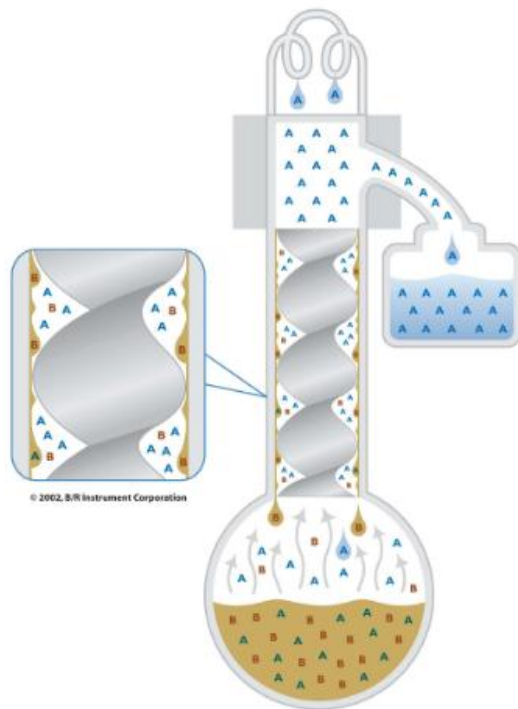
Spinning band -tislauk on panostislaustekniikka, jossa hyödynnetään kolonnissa pyörivää kierteistä nauhaa, jonka avulla saadaan luotua jopa 200 teoreettista pohjaa normaalissa ilmanpaineessa. Teoreettisen pohjan lukumäärällä tarkoitetaan kolonnissa tapahtuvien tiivistys- ja höyrystyskertojen lukumäärää. Pyörivä nauha on useimmiten valmistettu joko teflonista tai metallista. Tefloniset nauhat on tarkoitettu tislauksiin alle 225 °C:ssa ja metallisia nauhoja käytetään kuumemmissa tislauksissa, joissa tefloninen nauha kävisi liian pehmeäksi. [18; 19.]

Suuren teoreettisten pohjien määrän ansiosta spinning band -tislauk on ideaali komponenteille, jotka on muuten vaikea erottaa tislamalla, kuten lähes saman kiehumispisteen omaavia aineita. Tavallisimmissa laboratorioissa käytetyissä tislauksilaitteissa on useimmiten vain muutama teoreettinen pohja. Spinning band -laitteistolla voidaan teoreettisten pohjien ansiosta tehdä erotuksia jopa 0,5 °C:n tarkuudella. [18; 19.]

Tavalliseen täytekappalekolonniin verrattuna spinning band -tislauksessa tapahtuvat painehäviöt ovat lähes olemattomia kolonnin huipulta pohjaan asti. Sitä käytetään hyödyksi varsinkin komponenttien kanssa, jotka hajoavat helposti lämpötilaa nostettaessa. Spinning band -laitteiston hävikki on myös lähes olematon, toisin kuin täytekappalekolonneissa. [18; 19.]

Kuvassa 10 (sivulla 14) on esitelty tavallisen spinning band -tislauksilaitteen toimintamalli. Kaikissa tislauksissa on tarkoituksena erottaa alemman kiehumispisteen materiaali (kuvassa merkittynä A) korkeamman kiehumispisteen materiaalista (kuvassa merkittynä B). Spinning band -tislauk luo todella läheisen kontaktin höyryn ja lauhteen välille kolonnissa pyörittämällä kierteistä nauhaa. Lauhtunut materiaali B valuu kolonnin seiniä pitkin ja höyrynä ylöspäin kohoava materiaali A on kontaktissa lauhteeseen

ohuina kerroksina tuhansia kertoja minuutissa. Näin tuloksena on erittäin tehokas erotusprosessi lyhyessä tislaukolonnissa. [18.]



Kuva 10. Spinning band -tisluslaitteiston toimintaperiaate. [18.]

3.3.1 Spinning band -tislus öljyteollisuudessa

Suurimpia spinning band -tislauksen käyttäjiä on öljyteollisuus. Öljyteollisuudessa sitä käytetään useissa erotuksissa, joissa tarvitaan todella hyvää faktiointia. Raakaöljyä tislattaessa lämpötila ylittää 225 °C ja tämän takia usein käytetään ruostumattoman monel-teräksen nauhaa kolonnissa. Tisleen keräyksessä käytetään automaattista jakeiden kerääjää mukavuussyistä ja tyhjiön rikkomisen välttämiseksi. Jakeet kerätään talteen usein kolmessa tai neljässä erässä. Koko systeemin etuna on, että pieni määrä raakaöljyä voidaan tislata melko nopeasti ja vain yhtä kolonnia käyttämällä. [19.]

3.3.2 Spinning band -tislauksen muita käyttökohteita

Spinning band -tisluslaitteistoa käytetään myös laajasti erilaisten makujen ja tuoksujen teollisessa valmistuksessa. Esimerkiksi 2-metyyli-1-butanoli, jonka

kiehumispiste on 128 °C, on onnistuttu erottamaan 3-metyyli-1-butanolista, vaikka näiden aineiden kiehumispiste-ero on vain 0,5 °C. [19.]

Spinning bandia on myös käytetty standardien puhdistukseen säteilylaboratorioissa. Halpoja kemikaaleja tai standardeja on ajettu kolonnilla jopa kahden viikon ajan, jonka jälkeen 50–67 % lähtötilavuudesta on saatu kerättyä talteen ja puhdistettu erittäin kalliiksi tutkimusmateriaaleiksi. Tällöin saadaan puhtaampia aineita, kuin on kaupallisesti tarjolla. Puhdistettuja aineita säilytetään ja niiden avulla voidaan tutkia esimerkiksi hiilivetyjen hiukkasten hajoamista. [19.]

3.4 Metropolian spinning band -kolonni

Metropolian Leiritien yksikössä sijaitsee B/R Instrumentin 36/100 spinning band -tislaukskolonni (kuva 11), Metra Incorporatedin QuickVac-alipainelaitteisto sekä MKS Instrumentsin Type 250 controller. Tähän laitteistoon liittyy koko opinnäytetyön käyttöönottoprosessi.

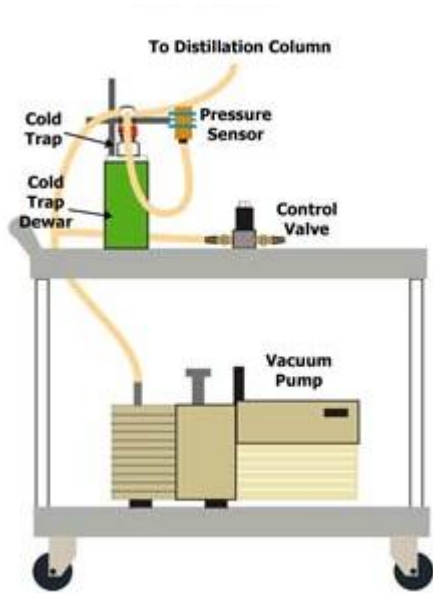
Tislaukskolonni on 90 cm pitkä ja 8 mm halkaisijaltaan. Kolonni pystyy luomaan jopa 200 teoreettista pohjaa. Erillisen alipainelaitteiston avulla kolonnilla voidaan vakuuimolosuhteissa ja jakeita voidaan ottaa talteen ilman vakuumin keskeyttämistä. [18.]



Kuva 11. Leiritien yksikön spinning band –tislaukolonni.

Tisluslaitteiston osia ovat keittoastia, kolonniosa, jonka sisällä on teflon-nauha, askelmoottori, palauteventtiili, solenoidi, pisaralaskuri, lämpöanturit keittoastiassa ja kolonnin yläpäässä, lauhdutin sekä jakeiden kerääjä, johon voidaan kerätä kahdeksaa eri jaetta saman ajon aikana.

Kolonniin kuuluu alipainelaitteisto (kuva 12), jota ohjataan MKS Instrumentsin ohjainyksiköllä. Alipainelaitteisto koostuu vakuumpumpusta, alipainesensorista, kylmäträpistä (coldtrap) sekä ohjausventtiilistä.



Kuva 12. Tislauskolonnin alipainelaitteiston kytkentäkaavio. [18.]

4 Käyttöönotto

Metropolian spinning band -laitteisto on ollut käyttämättä ainakin kymmenen vuotta. Laitteella on tehty insinööriyötä 2001, jonka jälkeen ilmeisesti laite on jätetty niille sijoilleen. Tämä hankaloitti käyttöönottoa huomattavasti. Myös edellinen laitetta käyttänyt lehtori on jo muutamia vuosia sitten poistunut talon palveluksesta, jolloin katosi paljon tietoa laitteen käytännöstä.

4.1 Tislauskolonnin käyttöönotto

Käyttöönotto suoritettiin insinööriyön tekijän ja lehtori Timo Seurasen toimesta ja käyttöönoton aikana oltiin useasti sähköpostitse yhteydessä B/R Instrumentin tekniseen tukeen Yhdysvaltoihin. Koko käyttöönottoprosessia varjosti edellisen käyttäjän siivoamatta jättäminen ja epämääräinen tavaraläjä. Letkut oli katkottu puukolla, ja tuntematon lasiesine oli hajotettu kolonnin alaosaan. Käyttöönotto aloitettiin vain tislauskolonnista ja jätettiin alipainelaitteiston käyttöönotto myöhemmäksi.

Alussa suoritettiin tislauslaitteiston sisään asennettuja testejä ja diagnooseja, joista selvisi, että askelmoottori, pisaralaskuri ja automaattinen palauteventtiili olivat epäkunnossa. Tekninen tuki ei osannut auttaa osien käyttöönotossa, joten

askelmoottorin ja pisaralaskuri päätettiin jättää tässä vaiheessa huomioitta, koska ne eivät ole oleellisia osia yksinkertaisen tislauksen suorittamisen kannalta.

Palauteventtiili näytti sisältä likaiselta kuvan 13 mukaisesti, eikä venttiili liikkunut solenoidin voimalla. Erillisen magneetin avulla saatiin venttiiliin kuitenkin liikkeelle. Ensiksi ajettiin tislauksella pelkällä asetonilla ja käytettiin venttiiliä manuaalisesti magneetilla, jotta venttiili olisi hieman puhdistunut käytössä. Tämä ei onnistunut, joten päätettiin ottaa pieni riski ja irrottaa palauteventtiili varovaisesti lasikannastaan (kuva 13, s. 18), jolloin huomattiin, että palauteventtiili oli myös hieman vääntynyt. Pitkän käyttämättömän jakson takia venttiili oli hieman jumissa, mutta irtosi vahingoittumatta ja vahingoittamatta kolonnia.



Kuva 13. Likaantunut palauteventtiili, joka on vielä tislaukskolonnissa kiinni.

Metropolian prosessilaboratorion varastosta löydettiin kahdessa osassa oleva kolonni, joka on ilmeisesti rikkoutunut edellisten käyttäjien aikana. Samalla löydettiin uuden veroinen palauteventtiili kiinnittyneenä rikkoutuneeseen lasikantaan.



Kuva 14. Likainen palauteventtiili irrotettuna kolonnista.

Likainen palauteventtiili saatiin korvattua uuden veroisella ja toimivalla venttiilillä. Tämän jälkeen palauteventtiili toimi kolonnissa ja tislausta voitiin tehdä onnistuneemmin. Askelmoottori (kuva 15) ja pisaralaskuri eivät ole välttämättömyyksiä tislauksen kannalta, joten nämä osat jätettiin tällä kertaa korjaamatta.

Kolonne ajettiin muutama otteeseen pelkällä asetonilla, jotta kolonne saatiin puhdistettua sisältä mahdollisista epäpuhtauksista. Tämä osoittautui hyväksi, koska jo kiehua vaiheessa alkoi keittoastiaan syntyä väriä jostain kolonnin sisältä. Ei ollut tiedossa tarkalleen, mitä aineita kolonnilla on tislattu aikanaan, joten asetonilla kiehutettiin kolonnissa muutaman tunnin ajan kaksi erillistä kertaa.



Kuva 15. Tislauskolonnin epäkuuntoinen askelmoottori.

4.2 Alipainelaitteiston käyttöönotto

Tislauskolonnin toimiessa siirryttiin alipainelaitteiston käyttöönottoon. Laitteistolle ei löytynyt tarkkaa kuvausta kytkennöistä eikä liitännöistä kolonnin suhteen ja edellisen käyttäjän jäljiltä oli vain puukolla katkottuja letkun pätkiä.

Käyttöönotto aloitettiin lisäämällä pumppuun öljyä ja liittämällä letkut tislauskolonniin kuvan 11 kaavion mukaisesti. Pumppu laitettiin käyntiin ja alipainetta saatiin syntymään, joten laitteisto toimi siltä osin. Alipainelaitteiston säätöä ei kuitenkaan saatu toimimaan ohjauslaitteella, koska alipaineventtiili ei reagoinut siihen mitenkään. Tämän alipainelaitteistoa ei päästy kokeilemaan tislauksen yhteydessä.

5 Koeajo ja tulokset

Tislauskolonnin toimiessa ulkoisesti oikein alettiin koeajamaan kolonnia tislauksulosten saamiseksi. Koeajoja suoritettiin kahdella eri tislauksprosessilla.

5.1 Metanoli-vesitislauus

Tislauskolonnin kunnostuksen jälkeen testattiin laitteen toimivuus tislaamalla metanoli-vesiseos. Seoksessa oli vettä 100 g ja metanolia 65 g, jolloin metanolin mooliosuus oli noin 0,25 ja taitekerroin 1,3406 nD. Kiehuminen alkoi 79 °C:ssa, jolloin kolonnin spiraalinauha alkoi pyörimään. Tulokset otettiin seitsemään jakseen taulukon 1 mukaisesti, jonka jälkeen jokaisesta katsottiin taitekerroin. Tulosten perusteella oli syytä olettaa, että tislauskolonni toimi ainakin tässä tapauksessa.

Taulukko 1. Metanoli-vesiseoksen tislauustulokset seitsemästä jakeesta.

Jae	Maksimi lämpötila (°C)	Taitekerroin (nD)	Viitteellinen metanoliolosuus (%)
1.	64	1,3275	> 94,4
2.	65,5	1,3314	> 80,1
3.	68	1,3342	> 71,5
4.	69,5	1,3352	> 65,1
5.	70	1,3370	> 56,1
6.	71	1,3396	50,9
7.	73,5	1,3403	45,1

5.2 MIK ja etikkahapon tislauus

Metanoli-vesiseoksen tislauksen jälkeen siirryttiin haasteellisempaan seokseen. Mukaan tislaukseen tuli myös opiskelija Juuso Aaltovirta, jonka oma opinnäytetyö sivusi myös aihetta. Seuraavan koeajon kemikaaleihin valittiin koulun kemikaalivarastosta kiehumispisteiden perusteella metyyli-isobutyyliketoni eli MIK (J.T. Baker $\geq 99,0$ %) sekä etikkahappo (J.T. Baker $\geq 99,7$ %). Kirjallisuuslähteistä riippuen näiden aineiden kiehumispisteiden ero on noin 1 °C, MIK:n kiehumispiste on n. 115,3–118 °C ja etikkahapon kiehumispiste on 118,1 °C. Seoksen koostumus oli 50 mol-% molempia aineita.

Tislaus suoritettiin normaalissa ilmanpaineessa, koska alipainelaitteistoa ei saatu toimitaan. Tislaus suoritettiin moneen otteeseen, mutta tuntemattomasta syystä kolonni lähti hyvin herkästi tulvimaan yli, jolloin tislauus jouduttiin keskeyttämään. Seosta

lämmitettiin ulkoisella kiehuksella, jotta tulvintaa voitaisiin hieman kontrolloida. Kaikesta huolimatta vain kaksi tislaukskertaa saatiin ajettua loppuun.

Seos lämmitettiin n. 118–119 °C:een, jolloin MIK alkoi haihtumaan rikastuen höyryfaasiin. Höyry nousi kolonnin läpi nostaen huipun lämpötilaa. Lämpötilan ollessa 100 °C kolonnin huipulla alkoi minuutin mittainen viipymäaika, jonka jälkeen palautusventtiili avautui määritetyn palautussuhteen (1:1) mukaisesti, eli palautusventtiili oli sekunnin auki ja sekunnin kiinni kerrallaan. Kun tislettä oli saatu sopivasti kerättyä talteen, analysoitiin näytteet kaasukromatografilla.

Kaasukromatografilla ajettiin ensimmäisenä MIK ja etikkahappo puhtaina aineina, jotta saatiin selville aineiden retentioajat. Retentioaika kertoo, kuinka kauan yhdisteen kukin aine kulkee laitteiston läpi. Tällöin yhdisteen eri aineet saadaan tunnistettua toisistaan. Liuottimena käytettiin dikloorimetaania.

Puhtaiden aineiden retentioaikojen selvittyä ajettiin tisleet sekä alkuperäinen tislauksaton seos dikloorimetaaniin liuotettuina. Näin ajojen retentioaikoja vertaamalla saatiin tunnistettua tisleissä ja syötössä olevien aineiden koostumus. Tämän lisäksi saatiin laskettua kaasukromatografian piirtämistä kromatogrammeista syötteen ja kahden tisle-erän MIK:n ja etikkahapon suhde toisiinsa nähden piikkien pinta-alojen avulla. Taulukossa 2 on esiteltynä näytteiden MIK:n ja etikkahapon suhdetta. Kaasukromatografilla suoritettujen ajojen tulokset ovat liitteissä 1, 2, 3, 4 ja 5.

Taulukko 2. Syötteen ja tisleiden suhteet laskettuina.

	Syöte	Tisle 1	Tisle 2
MIK (%)	83,7	84,9	85,7
Etikkahappo (%)	16,3	15,1	14,3
yht. (%)	100,0	100,0	100,0

Tuloksista voidaan nähdä, että tisleissä MIK:n määrä ei ole noussut kuin 1,2–2 prosenttiyksikköä. Tätä voidaan pitää huonona tuloksena ja todeta, että tislauks on epäonnistunut.

5.3 Koeajojen hyödyntäminen

Suoritettujen koeajojen tulosten myötä voitiin olettaa, että tislauskolonnissa on jotain viallista. Lehtori Timo Seurasen kanssa päätettiin purkaa tislauskolonnin niin pieniin osiin, kun kolonni saadaan ilman sen rikkoutumista.

Kolonnin irrotettiin kaapistaan, jolloin päästiin tarkastelemaan kolonnia varovaisesti eripuolilta. Kolonnin alaosassa oli nähtävissä tummumaa (kuva 16), jota ei saisi kolonnissa olla. Samaista tummumaa oli nähty varastosta löytyneen katkenneen kolonnin sisäpinnalla. Kromattu pinta hieman esti näkemästä kolonnin sisälle kunnolla, mutta kolonnia kääntelemällä oli kuultavissa lasiputken sisällä olevasta tai olevista irtoesineistä, joita siellä ei pitäisi olla. Alaosasta oli myös nähtävissä, että kolonnista oli jotain lasiosia hajonnut sisältä. Nämä kaikki on luultavasti seurausta liian kovasta kuumentamisesta kolonnilla.

Näiden vikojen löytymisen jälkeen todettiin, että kolonnia ei voi korjata ilman kalliita varaosia laitevalmistajalta tilattuna. Tätä ei lähdetty tekemään tähän insinööriyöhön.



Kuva 16. Kolonniosa irrotettuna kaapistaan.

6 Johtopäätökset

Tämän insinööriyön tarkoituksena oli saada Metropolian Leiritien yksikön spinning band -tisluslaitteisto toimimaan ja koulutuskäyttöön. Tisluslaitteisto alipainepumppuineen on ollut käyttämättömänä yli kymmenen vuotta, mikä toi käyttöönottoon hienoisia ongelmia. Myös edellisten käyttäjien laiminlyönnit vaikeuttivat käyttöönottoa.

Tisluslaitteisto saatiin koottua ja ulkoisesti näyttämään toimivalta. Myös alipainelaitteisto saatiin toimimaan. Mielestäni tässä suhteessa insinööriyöni on suhteellisen hyvin onnistunut. Tämä insinööriyö antaa hyvää pohjaa koululle, mikäli laitteisto halutaan saada koulutuskäyttöön. Lehtori Seurasella on myös jatkon kannalta tärkeää tietoa, jota voi hyödyntää, mikäli laitteisto halutaan saada täysin kuntoon ja koulutuskäyttöön. Valitettavasti laitteisto oli niin pahasti fyysisesti viallinen, että sitä ei voitu saada täysin kuntoon tämän insinööriyön puitteissa.

Seuraavan insinööriyöntekijälle tai koulun henkilökunnalle tämä insinööriyö antaa hyvää pohjaa laitteen kuntoon saamista varten. Sähköinsinöörien pitäisi tutkia alipainelaitteiston ohjainta ja miettiä keinoja sen kuntoon saamiseksi. Hieman suuremmalla rahallisella panostuksella saataisiin tarvittavat varaosat kolonniin ja tämän jälkeen samat koeajot voitaisiin ajaa uudestaan. Uskon, että näiden toimenpiteiden jälkeen tisluskolonne olisi koulutuskäyttökelpoinen.

Lähteet

- 1 Organic Chemistry at CU Boulder,
<http://orgchem.colorado.edu/Technique/Procedures/Distillation/Distillation.html>,
luettu 29.1.2016.
- 2 Tislauslaitteisto,
<https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/7/77/Tislauslaitteisto.svg/280px-Tislauslaitteisto.svg.png>, luettu 29.1.2016.
- 3 Liebmann A.J., History of distillation,
<http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ed033p166>, luettu 29.1.2016.
- 4 Distillation, <http://www.chem.umass.edu/~samal/269/distill.pdf>, luettu 29.1.2016.
- 5 Anonyymi, The essential chemical industry online,
<http://www.essentialchemicalindustry.org/processes/distillation.html>, luettu
29.1.2016.
- 6 Diwekar, U., Batch distillation: Simulation, optimal design and control, 2. Painos,
CRC Press, Boca Raton 2011.
- 7 Mörö, N., Panostislauksen viimeaikainen kehitys, Kandidaatintyö, Aalto-yliopisto,
Kemian tekniikan korkeakoulu, Espoo 2013.
- 8 Hart, D. R., Batch distillation, Teoksessa Distillation: Design, toim. Kister, H. Z.,
McGraw-Hill, Inc., New York 1992.
- 9 Toribio, I. M. D., Vacuum batch distillation of vinylcyclohexane from synthesis
product, Insinööriyö, Metropolia Ammattikorkeakoulu, Kemianteekniikka, Vantaa
2001.
- 10 Männynsalo, J., Laitinen, T., Aineensiirtoprosessit, kurssimateriaali, Metropolia
AMK, 2013 ja 2015.
- 11 Düssel, R., Stichlmair, J. Separation of azeotropic mixtures by batch distillation
using an entrainer. Computers and Chemical Engineering. 1995. Vol. 19:1.
- 12 Pacheco-Basulto, J.Á., Hernández-Mcconville, D., Barroso-Muñoz, F.O., Her-
nández, S., Segovia-Hernández, J.G., Castro-Montoya, A.J. and Bonilla-
Petricolet, A., Purification of bioethanol using extractive batch distillation: Simula-

- tion and experimental studies. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*. 2012. Vol. 61.
- 13 Cameron, T., *Reaktiiviset erotusmenetelmät biopohjaisten polttoaineiden ja kemikaalien tuotannossa*, Kandidaatintyö, Aalto-yliopisto, Kemian tekniikan koulutusohjelma, Espoo 2013.
 - 14 William L. Luyben, Cheng-Ching Yu, *Reactive Distillation Design and Control*, John Wiley & Sons Inc., Yhdysvallat 2008.
 - 15 Stéger, C., Lukács, T., Rév, E., Meyer, M. and Lelkes, Z. A generic feasibility study of batch reactive distillation in hybrid configurations. *AIChE Journal*. 2009. Vol. 55:5. s. 1185-1199.
 - 16 Honkanen, E., *Nykyaikaiset erotuskolonniin pakkaukset, pohjat ja muut sisäiset laitteet*, Kandidaatintyö, Aalto-yliopisto, Kemian tekniikan koulutusohjelma, Espoo 2012.
 - 17 Pihkala, Juhani 2011, Juvenes Print, Tampere. *Prosessitekniikka: Prosessiteollisuuden yksikkö- ja tuotantoprosessit*.
 - 18 Spinning Band Distillation, <https://www.brinstrument.com/fractional-distillation/spinning-band-distillation.html>, luettu 28.2.2017.
 - 19 Anonyymi, 2001, B/R Instrument Corp. *Analytical Applications of Spinning Band Stills*.

Syötteen kromatogrammi

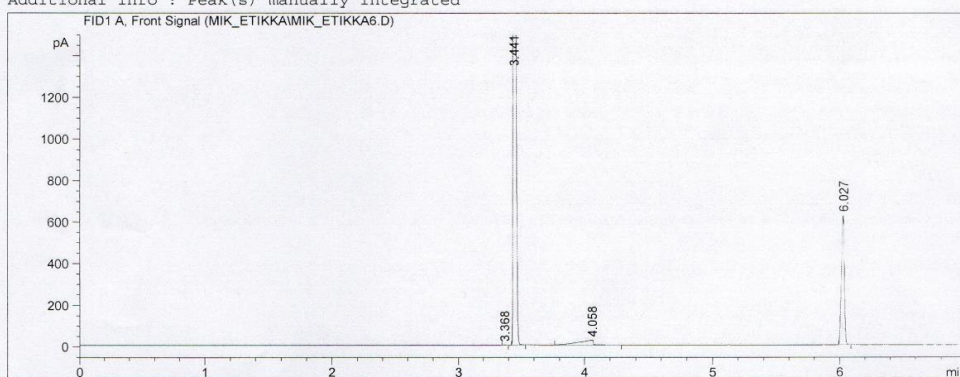
Data File C:\CHEM32\1\DATA\MIK_ETIKKA\MIK_ETIKKA6.D
Sample Name: Syöte

```

=====
Acq. Operator   : SYSTEM                      Seq. Line :    1
Acq. Instrument : 7890A                      Location  : Vial 101
Injection Date  : 4/29/2016 1:09:25 PM      Inj       :    1
                                                Inj Volume: 1 µl
                                                Actual Inj Volume: 0.5 µl

Different Inj Volume from Sequence !

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\MIK_ETIKKA.M
Last changed   : 4/25/2016 2:35:43 PM by SYSTEM
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\MIK_ETIKKA.M
Last changed   : 4/29/2016 1:34:55 PM by SYSTEM
                (modified after loading)
Additional Info : Peak(s) manually integrated
    
```



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Do not use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	3.368	BB	0.0156	1.61593	1.62082	0.02297
2	3.441	BB S	0.0189	5806.32031	4558.81006	82.52461
3	4.058	BB	0.1087	204.59096	23.93720	2.90783
4	6.027	BB	0.0261	1021.80664	623.84637	14.52283
5	11.107	BB	0.0168	1.53133	1.40050	0.02176

	Retentioaika (min)
Etikkahappo	4.058
MIK	6.027

Totals : 7035.86518 5209.61494

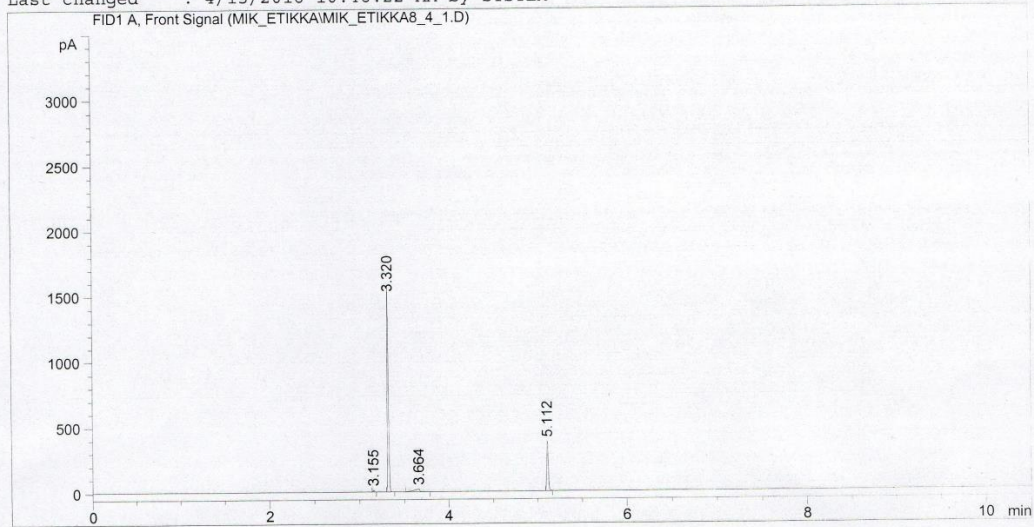
*** End of Report ***

Tisleen 1 kromatogrammi

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MIK_ETIKKA\MIK_ETIKKA8_4_1.D
Sample Name: Tisle 1

```

=====
Acq. Operator   : SYSTEM                      Seq. Line :    1
Acq. Instrument : 7890A                      Location  : Vial 103
Injection Date  : 4/15/2016 12:03:02 PM      Inj       :    1
                                                Inj Volume: 1 µl
Different Inj Volume from Sequence !      Actual Inj Volume : 0.1 µl
Sequence File   : C:\CHEM32\1\SEQUENCE\MIK_ETIKKA_4.S
Method          : C:\CHEM32\1\METHODS\MIK_ETIKKA.M
Last changed    : 4/15/2016 10:46:22 AM by SYSTEM
=====
  
```



Area Percent Report

```

Sorted By      :      Signal
Multiplier     :      1.0000
Dilution       :      1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
  
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	3.155	BB	0.0153	12.52531	12.97615	0.60543
2	3.320	BB S	0.0158	1504.68494	1492.72668	72.73167
3	3.664	BB	0.0556	83.56792	18.90901	4.03941
4	5.112	BB	0.0196	468.03864	375.08063	22.62349

	Retentoaika (min)
Etikkahappo	3.664
MIK	5.112

Totals : 2068.81680 1899.69248

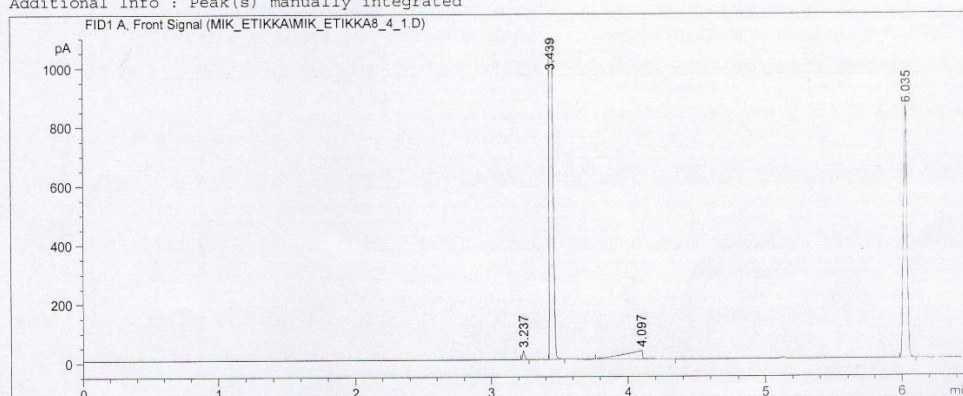
*** End of Report ***

Tisleen 2 kromatogrammi

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MIK_ETIKKA\MIK_ETIKKA8_4_1.D
Sample Name: Tislee

```

=====
Acq. Operator   : SYSTEM                      Seq. Line :    1
Acq. Instrument : 7890A                      Location  : Vial 101
Injection Date  : 4/25/2016 2:37:52 PM      Inj       :    1
                                           Inj Volume: 1 µl
Different Inj Volume from Sequence ! Actual Inj Volume : 0.5 µl
Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\MIK_ETIKKA.M
Last changed   : 4/25/2016 2:35:43 PM by SYSTEM
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\MIK_ETIKKA.M
Last changed   : 4/25/2016 3:20:02 PM by SYSTEM
               (modified after loading)
Additional Info : Peak(s) manually integrated
    
```



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier    : 1.0000
Dilution      : 1.0000
Do not use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	3.237	BB	0.0168	31.46812	28.72582	0.45232
2	3.439	BB S	0.0176	5068.54150	4352.34619	72.85517
3	4.097	BB	0.1163	266.36606	28.44411	3.82874
4	6.035	BB	0.0308	1590.63428	849.92780	22.86376

	Retentioaika (min)
Etikkahappo	4.097
MIK	6.035

Totals : 6957.00996 5259.44392

*** End of Report ***

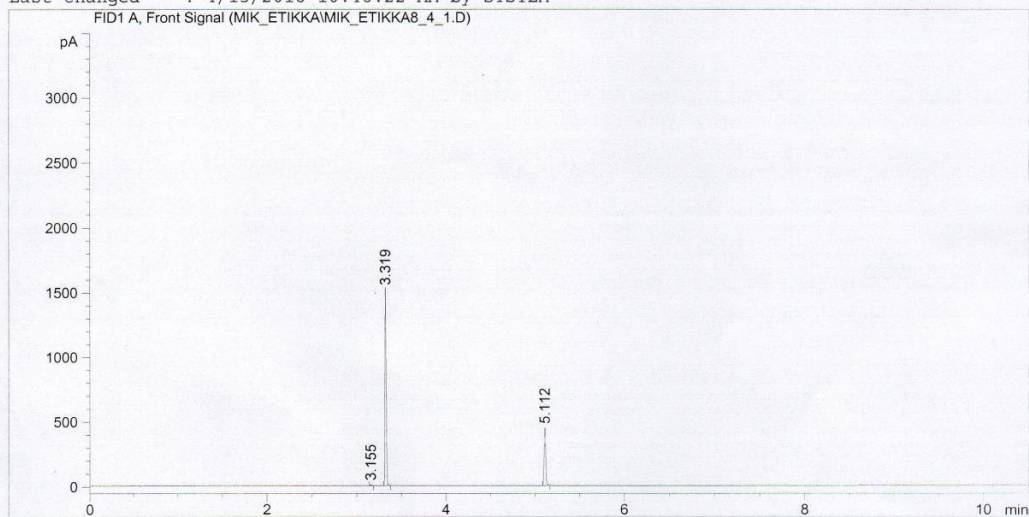
Puhtaan MIK:n kromatogrammi

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MIK_ETIKKA\MIK_ETIKKA8_4_1.D
Sample Name: Puhdas MIK

```

=====
Acq. Operator   : SYSTEM                      Seq. Line :    1
Acq. Instrument : 7890A                      Location  : Vial 101
Injection Date  : 4/15/2016 1:22:29 PM      Inj       :    1
                                           Inj Volume: 1 µl
Different Inj Volume from Sequence !      Actual Inj Volume : 0.1 µl
Sequence File   : C:\CHEM32\1\SEQUENCE\MIK_ETIKKA_1.S
Method          : C:\CHEM32\1\METHODS\MIK_ETIKKA.M
Last changed    : 4/15/2016 10:46:22 AM by SYSTEM
=====

```



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      :      Signal
Multiplier     :      1.0000
Dilution       :      1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
=====

```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	3.155	BB	0.0153	9.92129	10.19874	0.48388
2	3.319	BB	0.0154	1477.80530	1516.22583	72.07505
3	5.112	BB	0.0198	562.64362	443.17795	27.44107

Totals : 2050.37020 1969.60252

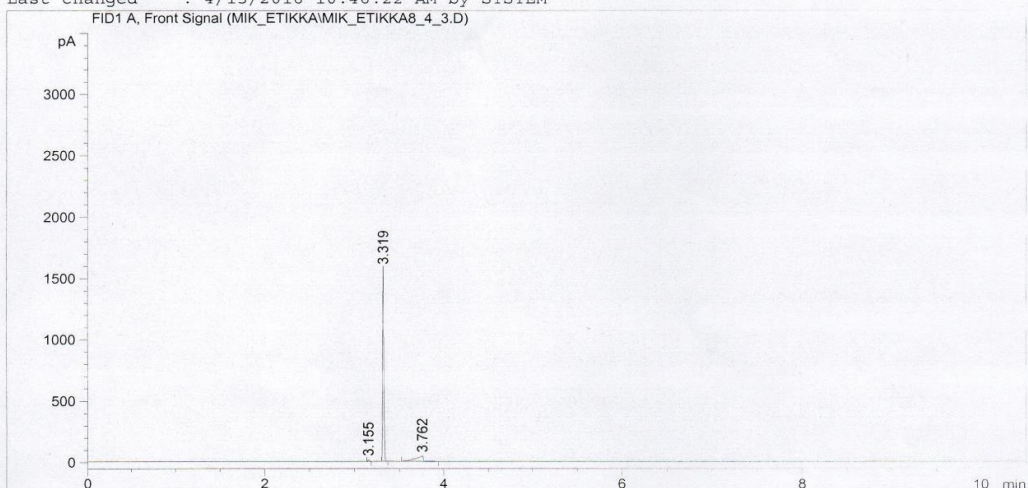
*** End of Report ***

Puhtaan etikkahapon kromatogrammi

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MIK_ETIKKA\MIK_ETIKKA8_4_3.D
 Sample Name: Puhdas etikkahappo

```

=====
Acq. Operator   : SYSTEM                      Seq. Line :    1
Acq. Instrument : 7890A                      Location  : Vial 102
Injection Date  : 4/15/2016 11:32:39 AM      Inj       :    1
                                                Inj Volume: 1 µl
                                                Actual Inj Volume: 0.1 µl
Different Inj Volume from Sequence !
Sequence File   : C:\CHEM32\1\SEQUENCE\MIK_ETIKKA_3.S
Method          : C:\CHEM32\1\METHODS\MIK_ETIKKA.M
Last changed    : 4/15/2016 10:46:22 AM by SYSTEM
    
```



Area Percent Report

```

Sorted By      :      Signal
Multiplier     :      1.0000
Dilution       :      1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	3.155	BB	0.0155	12.24594	12.46322	0.66891
2	3.319	BB	0.0155	1546.66638	1574.33386	84.48298
3	3.762	BB	0.0782	271.83090	42.76778	14.84812

Totals : 1830.74323 1629.56486

*** End of Report ***