



Záverečná karta projektu

Názov projektu

Evidenčné číslo projektu

APVV-18-0232

Regenerácia iónových kvapalín používaných v separačných procesoch

Zodpovedný riešiteľ **doc. Ing. Elena Graczová, PhD.**

Príjemca

Slovenská technická univerzita v Bratislave - Fakulta chemickej a potravinárskej technológie

Názov pracoviska, na ktorom bol projekt riešený

Slovenská technická univerzita v Bratislave - Fakulta chemickej a potravinárskej technológie
Oddelenie chemického a biochemického inžinierstva

Názov a štát zahraničného pracoviska, ktoré spolupracovalo pri riešení

-

Udelené patenty/podané patentové prihlášky, vynálezy alebo úžitkové vzory, ktoré sú výsledkami projektu

-

Najvýznamnejšie publikácie (knihy, články, prednášky, správy a pod.) zhrňujúce výsledky projektu – uveďte aj publikácie prijaté do tlače

Publikácie v renomovaných časopisoch:

I. Oblasť: meranie fázových V-L rovnováh systémov obsahujúcich iónové kvapaliny (IK):

1) Graczová E., Pavol Steltenpohl P., (2022). VLE measurement of binary systems containing imidazolium ionic liquids and water or ethanol, Fluid Phase Equilibria, 556, 113400. <https://doi.org/10.1016/j.fluid.2022.113400>

2) Graczová E., Pavol Steltenpohl P., (2023). VLE measurement of binary systems containing 1-Butyl-3-methylimidazolium-based ionic liquids and ethanol or water. J Chem Thermodynamics (po 1. recenzii)

II. Oblasť: meranie fyzikálnych vlastností IK a systémov obsahujúcich IK:

3) Steltenpohl P., Graczová E., (2022). Binary mixtures containing imidazolium ionic liquids: properties measurement. Acta Chimica Slovaca, Vol. 15, No. 1, 2022, pp. 18—28, DOI: 10.2478/acs-2022-0003

4) Steltenpohl P., Holečkova A., Graczová E., (2022). Modeling of transport properties of binary mixtures including ionic liquids based on their experimental estimation. Acta Chimica Slovaca, Vol. 15, No. 1, 2022, pp. 123—130, DOI: 10.2478/acs-2022-0014

III. Oblasť: návrhové výpočty zariadení pre separáciu azeotropických systémov v prítomnosti IK

5) Graczová E., Šulgan B., & Steltenpohl P., (2020). tert-Butanol–water mixture separation by extractive distillation: Application of experimental data in process simulations. Separation and Purification Technology, 251, 116968. doi:10.1016/j.seppur.2020.116968

- 6) Graczová, E., Vavrušová, M., & Steltenpohl, P., (2020). Acetone–methanol mixture separation by extractive distillation using 1-allyl-3-methylimidazolium chloride. *Chemical Engineering Transactions*, 81, 457–462. doi:10.3303/CET2081077
- 7) Graczová E., Molnár D., Steltenpohl P., (2022). Separation of Methylcyclohexane–Toluene Mixture Using Imidazolium Ionic Liquids, *Chemical Engineering Transactions*, 94, 745-750. DOI:10.3303/CET2294124; ISBN 978-88-95608-93-8; ISSN 2283-9216
- 8) Graczová E., Molnár D., Steltenpohl P., Řehák K., (2023). Extraction of methylcyclohexane –toluene mixture using imidazolium ionic liquids. *Cleaner Chemical Engineering* 6, 100108. <https://doi.org/10.1016/j.clce.2023.100108>

Uplatnenie výsledkov projektu

- Namerané a publikované boli varné krivky dvojzložkových systémov obsahujúcich iónovú kvapalinu, vodu a etanol. Na rozdiel od bežne používaných metód, rovnovážne údaje boli namerané v širokom koncentračnom (teplotnom) rozsahu, čo umožňuje použiť tieto údaje nie len pre separačné účely (pre návrhy extrakčných destilačných kolón), ale aj pre regeneračné účely, kde musíme počítať s koncentráciou iónovej kvapaliny blízko 1.
- Otestovaná bola laboratórna vákuová filmová odparka pre regeneráciu, iónových kvapalín z ich vodných roztokov. Testovaných bolo sedem rôznych IK. Ukázalo sa, že použitie vákuovej filmovej odparky v procese regenerácie IK je sľubné. V prípade všetkých siedmich testovaných IK výsledná čistota iónových kvapalín pri tlaku 5 kPa a teplote 150 °C dosahovala 95 mol % (v dvoch prípadoch dokonca nad 98 mol%).
- Výsledky experimentálnych meraní fyzikálnych vlastností a fázových rovnôh IK-systémov umožňujú realizovať reálnejšie návrhy separačných zariadení pre delenie príslušných azeotropických systémov s použitím iónových kvapalín; výsledky získané z meraní v laboratórnej filmovej odparke poskytujú významné informácie o podmienkach, pri ktorých je potrebné realizovať regeneráciu IK.
- Na základe výsledkov získaných z energetických (a ekonomických) analýz procesov v ktorých boli použité iónové kvapaliny a klasické rozpúšťadlá, sa vo väčšine prípadov ukazuje náhrada klasických rozpúšťadiel s iónovými kvapalinami výhodná.

Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu v slovenskom jazyku (max. 20 riadkov)

- Ciele projektu plánované v experimentálnej a výpočtovej oblasti boli splnené.
- Namerané boli fyzikálne vlastnosti (hustoty a dynamické viskozity) osem čistých iónových kvapalín (IK) a ich zmesí s vodou (8 systémov) alebo etanolom (8 systémov) pri rôznych teplotách. Namerané boli varné krivky dvojzložkových systémov obsahujúcich iónovú kvapalinu a vodu (11 systémov), alebo etanol (9 systémov), terc-butanol (2 systémy), metanol (1 systém), acetón (1systém). Merania boli urobené v širokom koncentračnom rozsahu (do 70 až 80 mol% IK), čo bežnými metódami nie je možné realizovať.
 - Regenerácie iónovej kvapaliny v laboratórnych podmienkach bola otestovaná, pričom testovaných bolo 7 iónových kvapalín. Použitá bola laboratórna filmová odparka na ktorej bol skúmaný vplyv rôznych podmienok (teploty a tlaku) na deliaci účinok procesu regenerácie iónovej kvapaliny. Meranie v laboratórnej odparke bola realizované pri teplotách 90 až 150 °C a pri tlakoch 10 kPa, 5 kPa, prípadne aj nižších tlakoch. Výsledky meraní ukázali na reálnu možnosť použitia filmovej odparky pre regeneráciu IK.
 - Realizované boli návrhové výpočty extrakčných destilačných kolón alebo extraktorov na separáciu azeotropických zmesí v prítomnosti iónovej kvapaliny, pričom vo výpočtoch boli aplikované výsledky experimentálnych meraní fázových rovnôh; návrhy regenerácie IK vychádzali z experimentálnych výsledkov merania v laboratórnej filmovej odparke. Pre jednotlivé procesy separácie azeotropických systémov s iónovou kvapalinou boli vyhodnocované energetické nároky a porovnávané s procesmi v ktorých boli použité klasické rozpúšťadlá. Porovnania ukázali, že použitie väčšiny IK je výhodnejšie.

Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu v anglickom jazyku (max. 20 riadkov)

- All planned project goals were fulfilled both in the experimental and computational areas.
- Physical properties (density and dynamic viscosity) of eight pure ionic liquids (ILs) and their mixtures with water (8 systems) or ethanol (8 systems) were estimated at different

temperatures. Boiling curves of the binary systems containing ionic liquid and water (11 systems), ethanol (9 systems), tert-butanol (2 systems), methanol (1 system), or acetone (1 system) were measured. Measurements were made in a wide concentration range (up to 70 to 80 mol% of ILs), which is not possible with conventional VLE measurement methods.

- Regeneration of ionic liquids (7 individual ILs) was tested in laboratory conditions. The effect of experimental conditions (temperature and pressure) on the IL regeneration process efficiency was investigated in a laboratory film evaporator. The regeneration was carried out at temperatures from 90 °C to 150 °C and pressures of 10 kPa, 5 kPa, or even lower.

Results of this survey show real possibilities of using a film evaporator for the regeneration of ILs.

- Design calculations of extraction distillation columns or extractors for the separation of components forming azeotropic mixtures in the presence of ionic liquids were carried out. For this purpose, VLE or LLE description based on the obtained experimental data was used. Design calculations of IL regeneration reflected the experimental results obtained in a laboratory film evaporator. Based on the separation equipment design calculation, selected investment and operational costs were evaluated for individual ionic liquids and compared with those obtained with traditional solvents. The comparisons showed that the use of the majority of IL is more advantageous.