

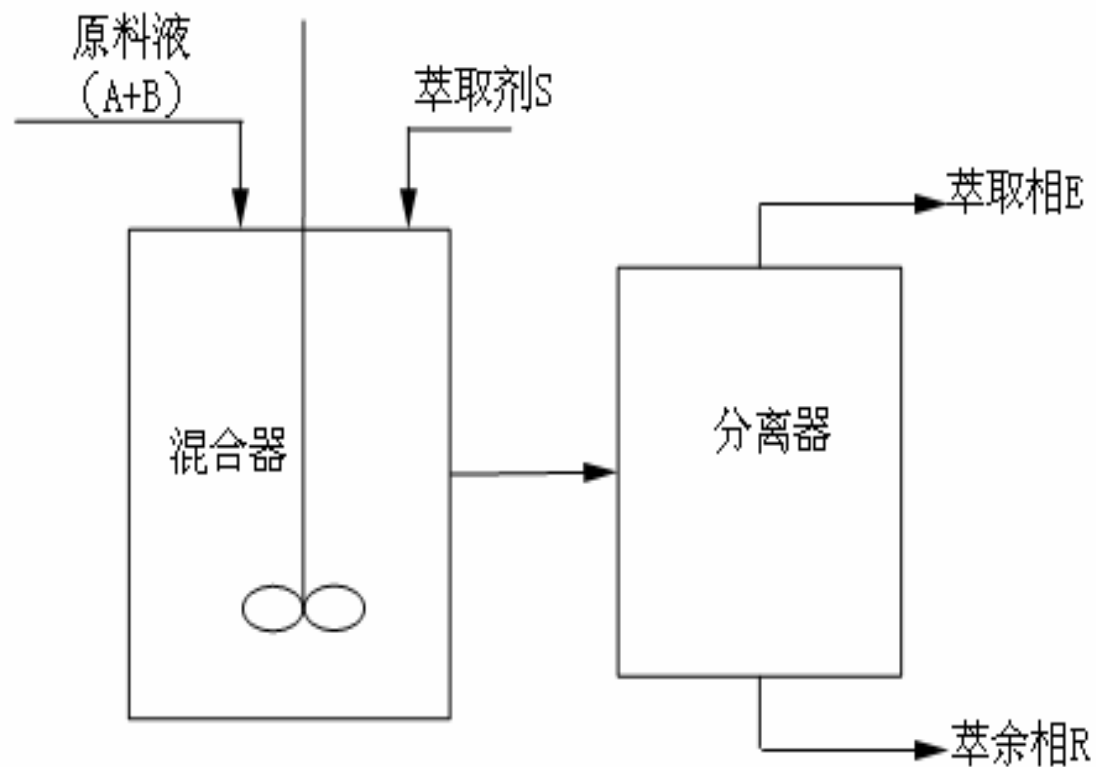


萃取塔的操作和萃取传质单元高度的测定实验

实验目的

- 了解液-液萃取设备的一般结构和特点；
- 掌握液-液萃取塔的操作方法；
- 学习和掌握液-液萃取塔传质单元高度的测定原理和方法，分析外加能量对液-液萃取塔传质单元高度及通量的影响。

液-液萃取过程



萃取过程的经济性

- 当溶质A的浓度很稀，特别是溶剂B为易挥发组分时，以蒸馏法回收A的单位热耗甚大。这时可用萃取先将A富集在萃取相，然后对萃取相进行蒸馏，因而使耗热量显著降低。例如稀苯酚水溶液回收苯酚，就应用先萃取后蒸馏的方法。
- 当溶液是恒沸物或所需分离的组分沸点相近时，一般的蒸馏方法不适用。除可以采用恒沸蒸馏或萃取蒸馏外，有些场合以应用先萃取再蒸馏的方法较为经济。例如，使重整油中的芳烃与未转化的烷烃分离就是如此——炼油工业中称这一萃取过程为“芳烃抽提”。
- 当需要提纯或分离的组分不耐热时，若直接用蒸馏，往往需要在高真空之下进行，而应用常温下操作的萃取过程，通常较为经济。

萃取塔的种类

- 喷淋塔
- 填料塔
- 筛板塔
- 混合澄清槽
- 转盘塔
- 往复振动塔
- 脉冲塔

萃取塔的操作

- 分散相的选择
- 液滴的分散
- 外加能量
- 萃取塔的液泛

分散相的选择

- 为了增加相际接触面积，一般可将流量大的一相作为分散相，但如果两相的流量相差很大，且选用的设备具有较大的轴向返混现象，则应将流量较小的一相作为分散相，以减少轴向返混。
- 应充分考虑界面张力变化对传质面积的影响。设计液-液传质设备或确定操作工艺时，根据系统性质正确选择作为分散相的液体，可在同样条件下获得较大的相际传质面积，从而强化过程的传质。
- 对于某些萃取设备，如填料塔和筛板塔等，连续相优先润湿填料或筛板是相当重要的。此时，宜将不易润湿填料或塔板的一相作为分散相。
- 分散相液滴在连续相中的相对沉降速度，与连续相的粘度有很大关系。为了减小塔径，提高两相分离的效果，应将粘度大的一相作为分散相。
- 此外，从成本、安全考虑，应将成本高、易燃、易爆的物料作为分散相。

液滴的分散

- 萃取塔内的相际传质面积取决于塔内分散相的滞液量和液滴尺寸两个因素，它们之间有如下关系：

$$\alpha = \frac{6\varphi_d}{d_p}$$

α ——萃取塔内单位体积液体所具有的相际传质面积， m^2/m^3 ；
 d ——分散相的滞液率； d_p ——液滴平均直径， m 。

液滴的分散

- 根据双膜理论，萃取过程的传质系数可表示

- k_c ——滴外传质分系数；
- k_d ——滴内传质分系数；
- k_A ——溶质的相分配系数。

$$K_G = \frac{1}{\frac{1}{k_c} + \frac{k_A}{k_d}}$$

- 液滴的分散也可以通过以下途径实现：
 - (1) 借助于喷嘴或孔板，如筛孔塔；
 - (2) 借助于塔内的填料，如各种填料塔；
 - (3) 借助于外加能量，如转盘塔、振动塔、脉动塔和离心萃取塔等。
- 液滴的尺寸除与物性有关外，主要取决于外加能量的大小。

外加能量

- 在液-液传质分离过程中引入外加能量，能促进液体分散，改善两相流动接触状况，这有利于过程传质，从而提高传质效率，降低萃取设备的高度。
- 但也要注意，若外加能量过大，将使设备内两相液体的轴向返混加剧，使过程传质推动力减小，从而使传质效率降低。还有，液滴分散过度，尺寸过小，其滴内循环将消失，也将影响传质效率。
- 因此，在确定外加能量时，应充分考虑利弊两方面的因素。对于具体的萃取过程，一般应通过实验确定适当的输入能量。

萃取塔的液泛

- 在连续逆流萃取操作中，萃取塔的通量（即单位时间内的通过量）取决于连续相的流速，其上限为最小的分散相液滴处于相对静止状态时的连续相速度。这一速度即称为萃取塔的液泛速度。在达到该流速时，萃取塔刚好处于液泛点。
- 在工业生产和实验研究中，萃取塔均应在低于液泛速度的条件下操作。通常，可靠的液泛数据是在中试设备中用实际物料实验测得。

萃取塔传质单元高度和传质单元数

$$H = H_{od} N_{od} = H_{oc} N_{oc}$$

$$H_{od} = \frac{G_d}{K_{da} A} \quad H_{oc} = \frac{G_c}{K_{ca} A}$$

$$N_{oc} = \int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y - y^*} \quad N_{od} = \int_{x_2}^{x_1} \frac{dx}{x - x^*}$$

- H ——萃取塔的有效传质高度，m；
- H_{od} 或 H_{oc} ——以分散相和连续相为基准的传质单元高度，m；
- N_{od} 、 N_{oc} ——以分散相和连续相为基准的传质单元数；
- K_{da} ——以分散相为基准的体积传质系数， $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot \text{s})$ ；
- K_{ca} ——以连续相为基准的体积传质系数， $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot \text{s})$ ；
- G_d 、 G_c ——分散相中和连续相中稀释剂的质量流量， kg/s ；
- x_1 、 x_2 ——分散相进、出萃取塔的质量比浓度， kg/kg ；
- y_1 、 y_2 ——连续相进、出萃取塔的质量比浓度， kg/kg ；
- x^* ——与连续相浓度 y 呈平衡的分散相浓度， kg/kg ；
- y^* ——与分散相浓度 x 呈平衡的连续相浓度， kg/kg ；

- 对于稀溶液，
 N_{od} 或 N_{oc} 可用对数平均推动力法计算

$$\Delta X_m = \frac{(x_1 - x_1^*) - (x_2 - x_2^*)}{\ln \frac{x_1 - x_1^*}{x_2 - x_2^*}}$$

$$\Delta Y_m = \frac{(y_1 - y_1^*) - (y_2 - y_2^*)}{\ln \frac{y_1 - y_1^*}{y_2 - y_2^*}}$$

$$N_{od} = \frac{x_1 - x_2}{\Delta X_m}$$

$$N_{oc} = \frac{y_1 - y_2}{\Delta Y_m}$$

- 物系的相平衡关系可近似用直线关系来表示

$$y^* = mx \quad \text{或} \quad x^* = \frac{y}{m}$$

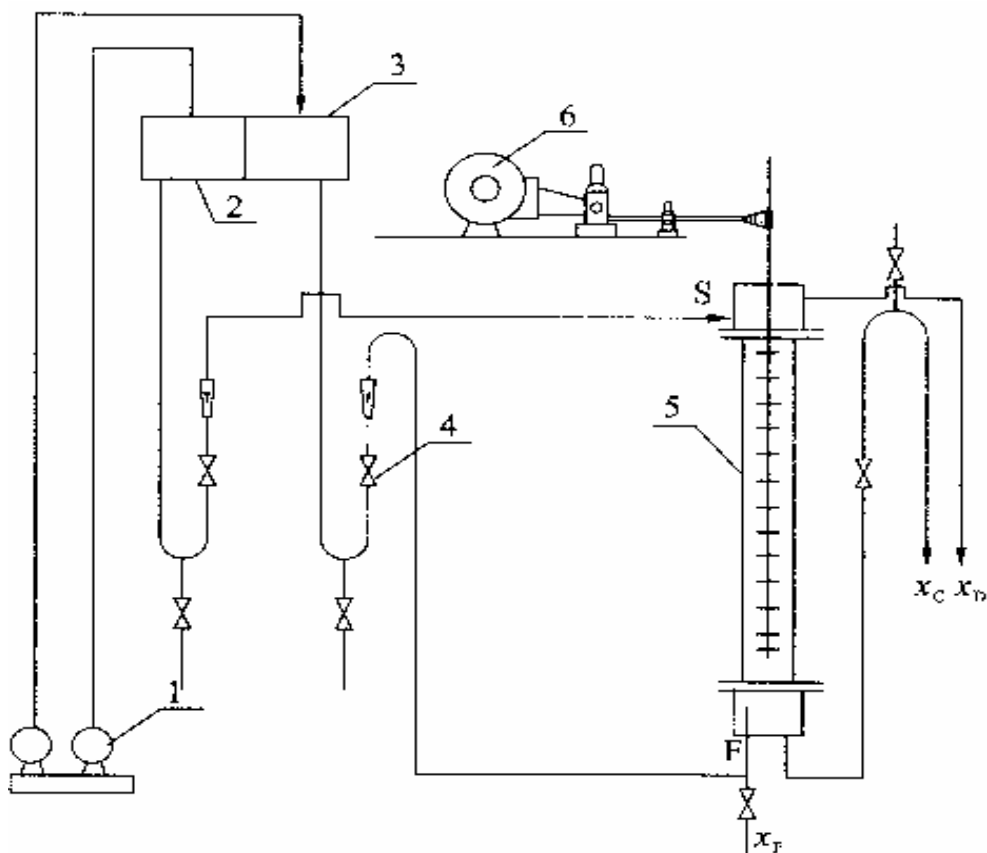
- 其中m为相平衡系数。
- y和x间的关系可由系统的物料衡算方程确定

$$G_d(x_1 - x_2) = G_c(y_1 - y_2)$$

- H_{od} 、 N_{od} 或 H_{oc} 、 N_{oc} 是萃取设计中两个重要的参数。其中， N_{od} 或 N_{oc} 是表示工艺上分离难易程度的参数， N_{od} 或 N_{oc} 大，说明物系难分离，需要较多的塔板数或较高的萃取高度； H_{od} 或 H_{oc} 是表示萃取设备传质性能优劣的参数，主要反映了设备结构、两相的物性、操作因素以及外加能量大小的影响。
- N_{od} 或 N_{oc} 可以方便地通过实验测定分散相和连续相的进、出口浓度而求得， H_{od} 或 H_{oc} 则可按照实验萃取塔的有效传质高度用下式计算

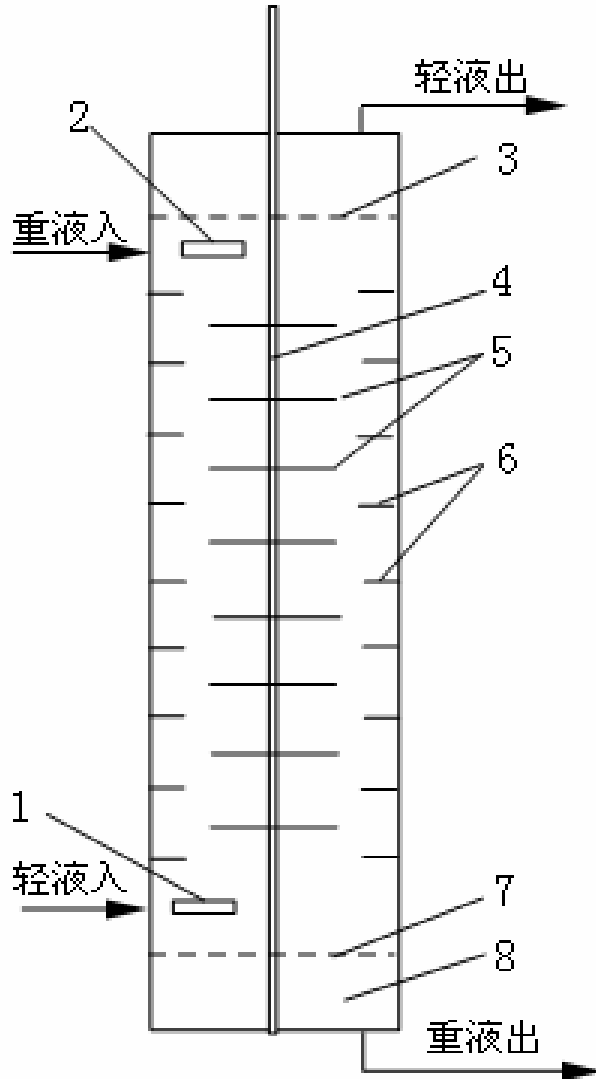
$$H_{od} = \frac{H}{N_{od}} \quad \text{或} \quad H_{oc} = \frac{H}{N_{oc}}$$

实验装置及流程



- 1-加料磁力泵；2-水槽；
- 3-煤油槽；
- 4-转子流量计；5-转盘萃取塔；6-转动电机

转盘萃取塔结构



主要参数

- 塔体总高度 (HT) 1357 mm
- 转盘数 30
- 有效段高度 (Z) 750 mm
- 转盘固定环厚度 1mm
- 塔体直径 (DT) 75 mm
- DR /DT 0.507
- 转盘直径 (DR) 38 mm
- DS /DT 0.667
- 固定环直径 (DS) 50 mm
- ZC /DT 0.320
- 转盘间距 (ZC) 24 mm
- 塔有效段总体积 $3025 \times 10^3 \text{ mm}^3$

1、2-液体的切线入口；3、7-栅板；4-转轴；5-转盘；6-定环；8-塔底澄清区

实验方案

- 实验中用水作萃取剂萃取煤油中的苯甲酸，操作相比（质量比）为1 : 1。在实验条件下，相平衡关系为 $y = 2.2x$
- 实验中，通过改变转盘的转速，从而调节外加能量的大小，测取一系列相应的分散相（油相）中苯甲酸的含量并通过物料衡算求得连续相（水相）的出口浓度 y_1 ，即可计算得到一系列的 N_{od} 和 H_{od} 。最后，将相应的 H_{od} 对转速作图，就得到 H_{od} 和外加能量之间的关系。
- 本实验需记录的数据有：连续相（水）流量 G_c ，分散相（煤油）流量 G_d ，转盘转速，分散相的进出口浓度 x_1 ， x_2 ，此外，还有萃取塔有效传质高度 H 等设备参数。

x_1, x_2 分析方法

- 流量用转子流量计测定，转速用仪表测定， x_1, x_2 采用酸碱中和滴定法用NaOH标准溶液标定，分析方法如下：
 - (1)收集约100ml左右的分散相（进出口分别收集）样品；
 - (2)用移液管移取25ml样品置于锥形瓶中，添加同样体积的去离子水，滴加3滴酚酞指示剂，轻轻摇匀；
 - (3)用标准NaOH溶液滴定至终点，达到终点时溶液呈淡粉红色，记录滴定管的初始和终了液位读数；
 - (4)如此重复分析3次，用平均的NaOH消耗量计算溶质的浓度。
- 计算公式如下：

$$N_{ben} = N_{OH} V_{OH} \div V_{油} \quad X = N_{ben} M_{ben} \div \rho_{油}$$

N_{OH} ——NaOH标准溶液的浓度，mol/ml； $V_{油}$ ——分散相（煤油）试样体积，此处为25ml； $\rho_{油}$ ——分散相（煤油）密度，800kg/m³； M_{ben} ——溶质（苯甲酸）的分子量，122.24； N_{ben} ——分析试样中溶质的浓度，mol/ml； X ——分散相中溶质的质量分数。

V_{OH} ——分析消耗的NaOH溶液的平均体积，ml；

实验步骤

- 1、将煤油配制成含苯甲酸的混合物（配制成饱和或接近饱和），然后把它倒入轻相贮料槽内；接通水管，将水送入贮料槽内。两槽用量以4/5为宜。
- 2、插上电源，按下“电源”开关，红色指示灯亮，说明电源已接通。
- 3、启动“直流调速”旋钮（必须从“0”启动）。调试时必须缓慢增加，转速在转速表上可见显示，在转速500转/分，观察其装置运行是否正常，如无明显振动，转速波动不大，无其它异常，数分钟后停止运行。
- 4、检查阀门和联接管路，关闭排空阀。
- 5、启动重相泵，让连续相充满塔体。然后确定其流量。
- 6、启动轻相泵，以质量比1：1确定轻相的流量并送入塔内。
- 对转子流量计的校正按 进行。
- 7、待分散相在塔顶凝聚一定厚度的液层后，再通过连续相出口管中 形管上的阀门开度来调节两相界面高度，操作中应维持上集液板中两相界面的恒定。
- 8、通过调节转速来控制外加能量的大小。转速不能大于800转。该设备上的直流调速器必须先关闭后再启动，否则无法启动，因该仪器设置0起动装置，在操作时转速逐步加大。
- 9、置换2~3倍有效体积即可进入测试阶段。
- 10、实验结束后，关闭电源，排放塔内积液。
- 注：磁力泵切不可空载运行

思考题

- 1、液-液萃取设备与气液传质设备的主要区别在哪里？
- 2、本实验中为什么不宜用水做分散相？倘若用水作为分散相，操作步骤又是怎样的？两相分层分离段应设在塔的哪一端？
- 3、相出口为什么要采用“U”形管？“U”形管的高度是怎样确定的？
- 4、在液-液萃取操作过程中，外加能量是否越大越有利？