

液-液萃取与萃取设备

1. 液-液萃取

1.1 概述

液-液萃取-亦称溶剂萃取。

是在液体混合物中加入与其不完全相溶的液体为溶剂，造成第二相，利用原液体中的某些成分在两液相之间不同的分配关系将有效成分分离开。

这是一个液-液之间的传质过程。

溶剂萃取技术是一种主要的物质分离和纯化技术，在节约能源、提高资源利用率、解决环境污染等方面，具有独特的优点。

液-液萃取具有处理能力大、分离效果好、回收率高、可连续操作以及易于自动控制等特点。

在石油化工、湿法冶金、原子能工业、生化、环保、食品和医药工业等领域得到广泛的应用。

目前萃取技术的发展还依赖于实验室的研究，从中试规模摸索工艺条件，然后再放大到工业装置。

国外有专业生产萃取设备公司，提供可做实验的小型实验装置，以实验提供设计参数，给用户整套技术服务。

我国至今为止尚无一家专业制造萃取设备的企业，萃取设备仍依赖专业研究机构的特殊设计以应用于特定体系。

目前我们可提供萃取工艺技术方法及整套萃取装置的服务。

1.2 萃取应用场合

蒸馏与萃取的区别：

蒸馏：是利用混合液中各组分的挥发度不同来达到分离的目的；

萃取：是利用某组分在不同溶剂中溶解度的差异来达到分离的目的

液-液萃取主要用于以下几种情况：

- A. 溶液中各组分的沸点非常接近，即各组分的相对挥发度接近于 1，用蒸馏方法很不经济；
- B. 溶液中含有大量的低沸点的物质，或者低沸点组分的汽化潜热较大，用蒸馏方法回收时，需要消耗大量的热能；
- C. 溶液中某些组分形成恒沸物，用蒸馏方法难以分离；
- D. 溶液中要回收的组分，属于热敏性物质，蒸馏时容易分解、聚合或发生其他化学变化；
- E. 提取很稀溶液中有价物质，如提取液中的铀、麻黄草浸煮液中的麻黄素；
- F. 分离极难分离的金属，如锆与铪、钽与铌等。

1.3 影响萃取的主要因素

A. 溶剂的选择；

溶剂选择一般考虑以下因素：

(1). 溶剂的选择性：表征溶剂的分离能力，类似于蒸馏中的相对挥发度。

选择性系数等于 1，没有分离效果。选择性系数必须大于 1。

(2). 分配系数：分配系数与溶质浓度、温度有关。

(3). 萃取容量：萃取容量要大，可以减小溶剂的循环量。

- (4).溶剂的溶解度：溶剂的溶解度要小，以降低溶剂的损耗。
 (5).溶剂的物性：主要是密度与界面张力。需要有适当的密度差及界面张力。

B.萃取设备的选择

萃取过程实际上是一个相际平衡的过程。

- (1).将一相分散到另一相中，形成很大的相界面面积；
 (2).在分散相液滴和连续相接触时，发生传质，并使传质过程进行到接近平衡的程度；
 (3).分散相液滴的凝并。

在萃取过程中液滴的这种“分散-凝并-再分散”的过程，就使得“分散-传质-凝并”，“再分散-传质-凝并”过程不断地循环。

传质机理过程对萃取设备的性能具有重要的影响。

2.萃取设备的选择

2.1 萃取设备的分类

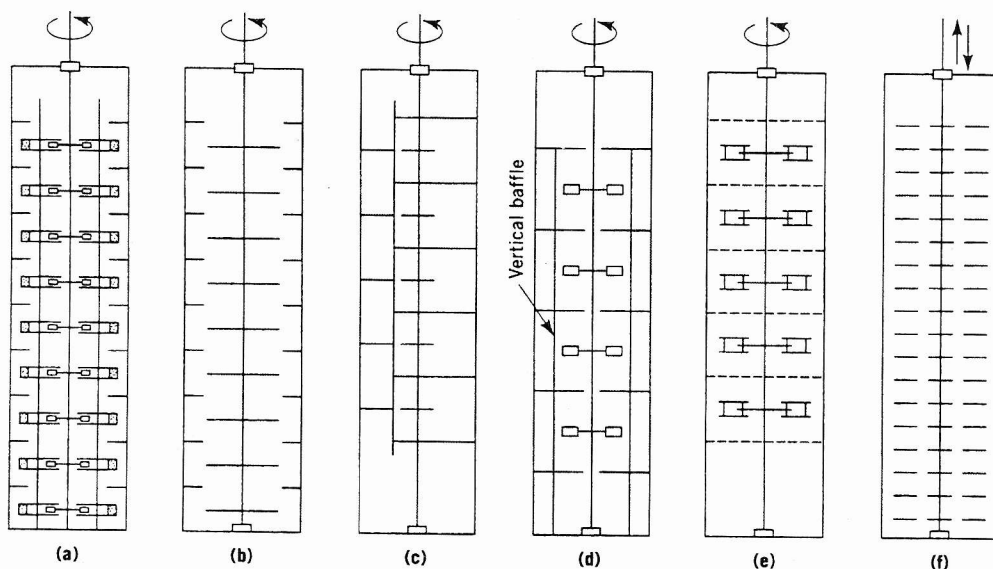
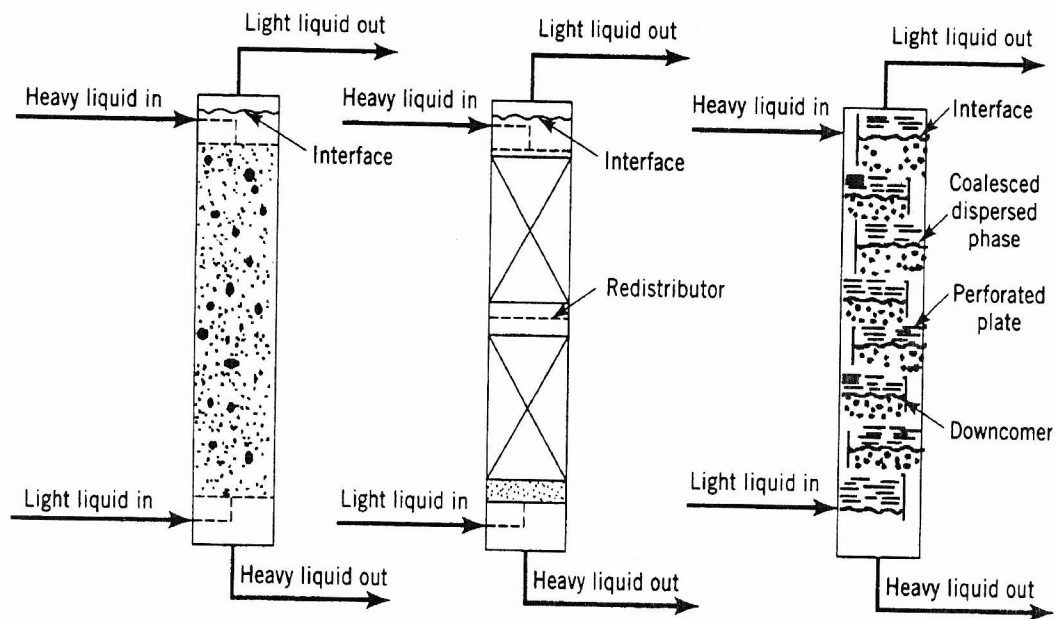
液-液传质设备可按照相分散及产生逆流流动的方式进行分类。



2.2 萃取设备的选择

对于一个液液萃取过程来说，选择合适的传质设备，是一件比较重要的工作，但也是比较困难的工作。

各种传质设备具有不同的特性，而且萃取过程及萃取系统中各种因素的影响也是错综复杂的。



设备的选型应考虑系统的性质和设计特性:

(1).系统所需要的理论级数:

为完成一定的分离要求, 萃取设备必须具有所需要的理论级数。

所需要的理论级数较少, 如 2-3 级, 一般无机械搅拌的设备可以选用, 如填料塔、筛板塔等。

所需要的理论级数较多, 如 5 级以上, 就必须选用具有外加能量的萃取设备, 如转盘塔、振动塔, 涡轮萃取塔。

当需要更多的理论级数时, 如稀土萃取过程往往需要几十级, 甚至几百级, 此时一般只能选用混合澄清器。

(2).处理量:

设备的处理量往往由生产任务所决定。

所要求的处理量大, 可选用转盘塔、筛板塔, 涡轮萃取塔;

处理量较小, 可选用填料塔, 脉冲筛板塔、脉冲填料塔等。

(3).停留时间:

在萃取操作中如果系统对停留时间有要求时,如抗菌素生产中,发酵液的萃取,往往要求在萃取设备中停留时间较短,此时可选用离心萃取器。

如果系统伴有较慢的化学反应,要求有足够的停留时间时,采用混合澄清器也是合适的。

(4).相比:

系指分散相和连续相的流量比,对于塔式萃取设备,为了产生较大的接触面积,通常将流量大的一相作为分散相。

相比过大,非搅拌型的塔不宜选用,而应该选用搅拌型的塔,如涡轮萃取塔;混合澄清器基本上不受相比大小的影响。

(5).系统的物理性质:

系统的物理性质对萃取设备的选择有密切的关系。

两相密度差大可选用塔式萃取器;反之应选用离心萃取器;

系统的界面张力大,粘度高,则应考虑有外加能量的萃取设备,以保证较大的接触面积;界面张力小,可选用填料塔,若系统具有腐蚀性的,则应优先考虑填料塔。

(6).设备与操作、维修费用:

选用萃取设备时,除需要考虑设备的制造费用外,还要考虑设备的操作和维修费用。包括设备内的物料存储量,尤其是溶剂的存储量、溶剂的回收费用及溶剂的损耗。

(7).设备的安装场地:

设备的安装场地应根据实际情况确定,场地面积有限应选用塔式设备;

若场地高度有限,则可考虑混合澄清器。

3.涡轮搅拌萃取塔

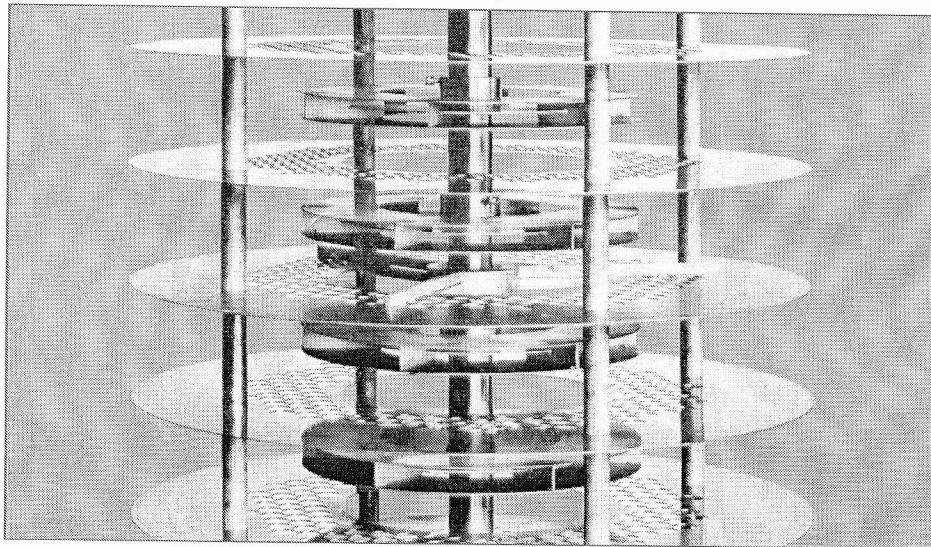
涡轮搅拌萃取塔是一种装有多孔板的机械搅拌型萃取设备。

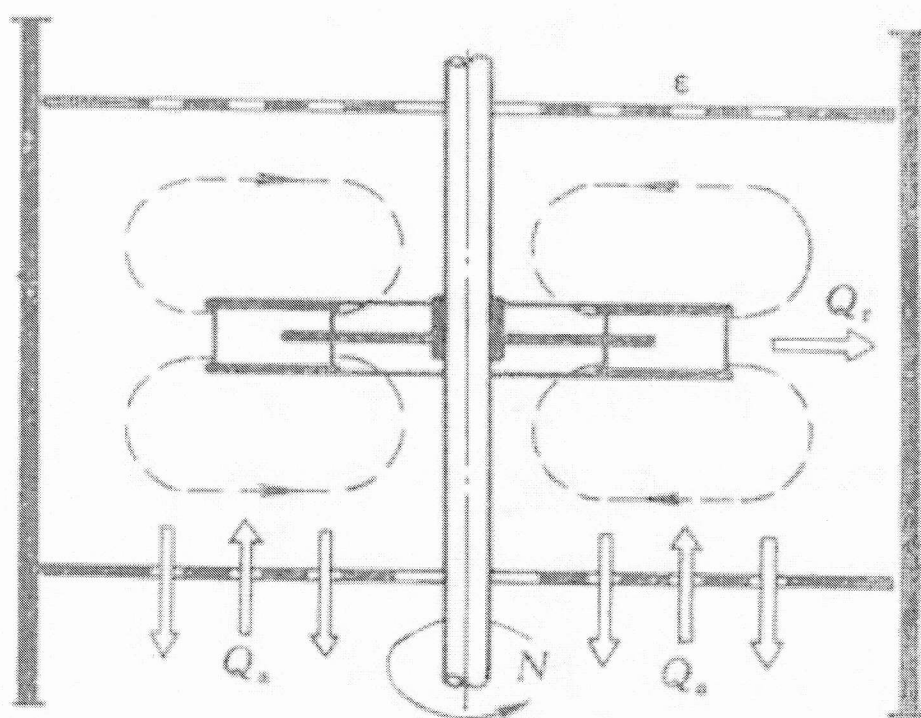
Kühni 塔是典型的涡轮萃取塔,也是目前应用最为成功的一种涡轮萃取塔,该塔于20世纪60年代由瑞士Kühni公司提出,70-80年代在欧洲得到广泛的工业应用。

涡轮塔的结构

搅拌室主要部件:

- 1.安装在中心轴上的涡轮混合器。
- 2.用于在垂直方向上隔开各个隔室的固定孔板。





涡轮混合器是一个双入口的径向流动叶轮，
以产生涡轮萃取塔隔室的特征流型。

涡轮搅拌萃取塔的优点：

- 1.级效率高；
- 2.相比大；
- 3.结构简单；
- 4.操作方便；
- 5.处理量大；
- 6.适应性强。

涡轮搅拌萃取塔已经在萃取工业中得到了广泛的应用。

世界上已经有超过 3000 个涡轮搅拌萃取塔用于实验室研究、工艺过程开发和工业生产，直径从 6cm 的小型实验塔，直至 5.4m 的工业塔。

涡轮萃取塔应用的工业领域有：

石油化工工业用于芳烃抽提和从原油馏分中萃取润滑油。

制药和化工工业中用于从水溶液萃取维生素，苷，生物碱及其他有机物；

从水溶液中萃取醋酸；回收和净化 N,N-二甲基苯甲酸胺、吡啶、二甲亚砜、二氯苯等溶剂。

萃取香草类化合物和从糖浆中萃取柠檬酸等。

湿法冶金工业用于从镍、钴中回收锌，从浸出液和粗磷酸液中回收铀。

环境工程废水处理工业用于从废水中萃取除酚和硝基苯等有机物，化纤生产废水除锌等。

涡轮萃取塔是液-液萃取中的重要设备；

适宜在分离要求较高的场合中使用；

结构简单、操作方便、处理量大、适应性强是涡轮萃取塔的特点；

目前受到普遍关注与应用。

4.研究成果

上海智华化工萃取技术有限公司技术人员有着长期从事萃取工艺及萃取装置研究的经验，先后研究过填料萃取塔、转盘塔、改进型转盘塔、偏心转盘塔、立式混合澄清塔、涡轮搅拌萃取塔等多种萃取设备，并取得许多成果。

目前国内已有几十台不同直径的萃取塔在石油化工、精细化工、医药工业中得到应用。

实验室萃取塔：

Φ100mm-300mm

处理量：10kg/h-200kg/h

工业萃取塔的设计规模：

Φ500mm-1.8m

处理量：500kg/h-16000kg/h

目前萃取技术的发展还依赖于实验室的研究，从中试规模摸索工艺条件，然后再放大到工业装置。

由于萃取系统涉及的领域范围之大，到目前为止还没有一套完整的设计方法可不依赖于实验数据进行放大的。

随着涡轮搅拌萃取塔的不断被应用，我们对该塔进行了大量的、逐步深入的研究：

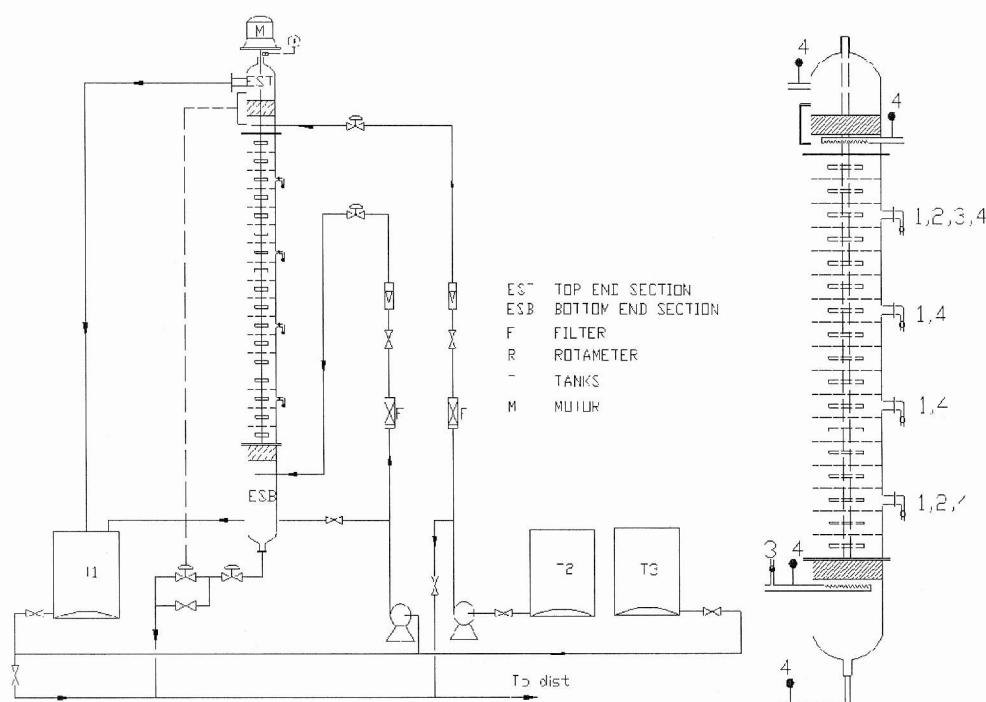
塔的几何结构；

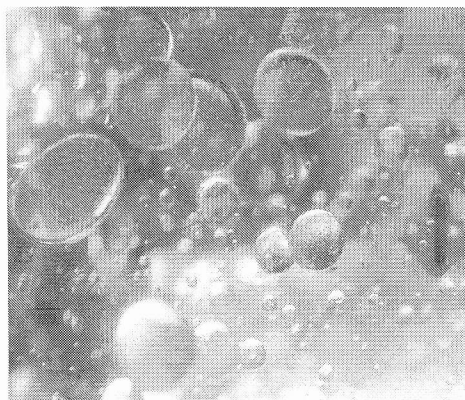
塔内的流体流动特性；

塔内液滴的传质特性。

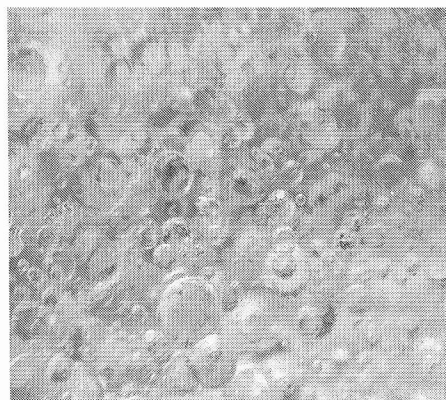
通过研究，掌握了涡轮搅拌萃取塔设计方法及塔内构件的几何尺寸参数。

建立了传质与返混的通用性数学模型，为工业装置的设计提供可靠的实验数据与数学模型。

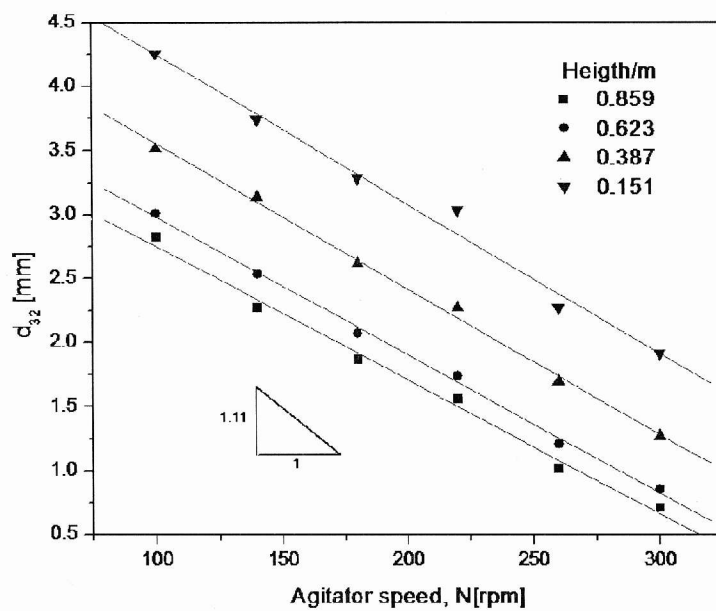




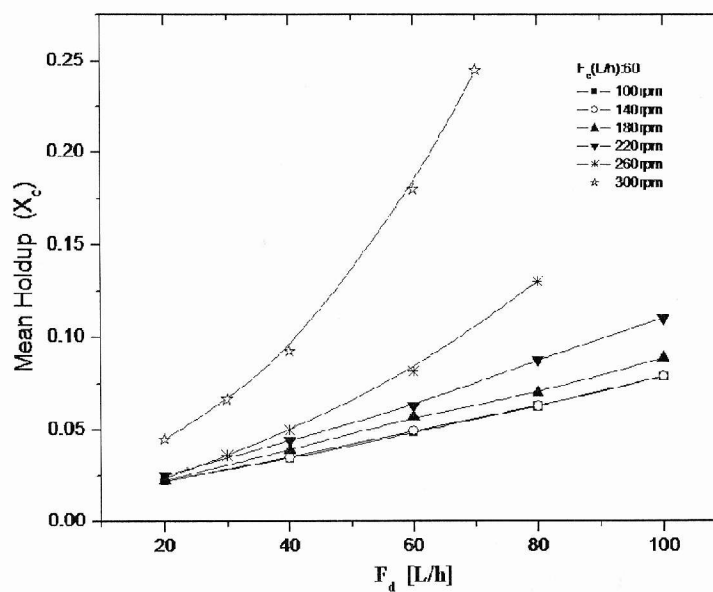
(a) N=180rpm



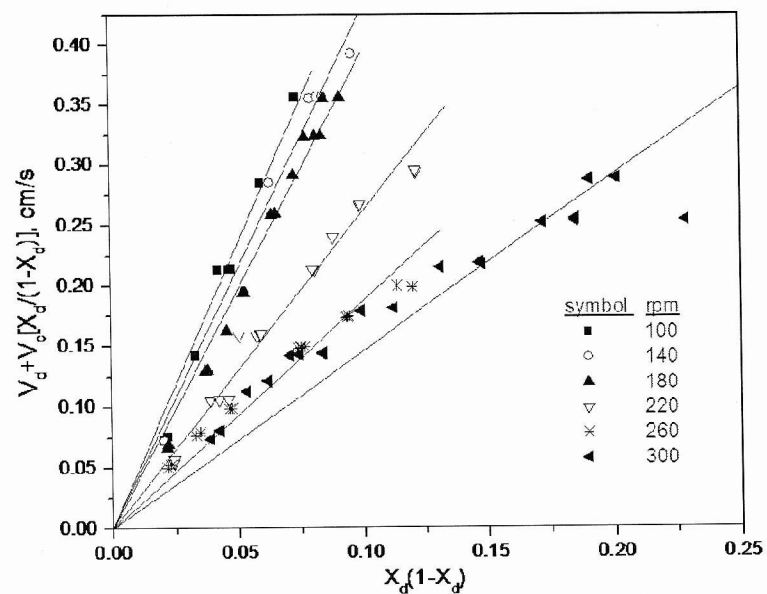
(b) N=260rpm



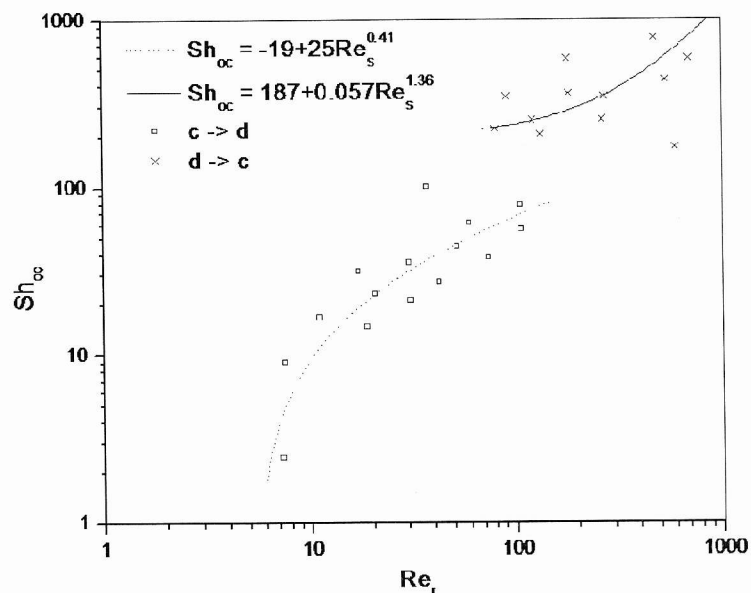
Sauter 直径随涡轮转速的变化



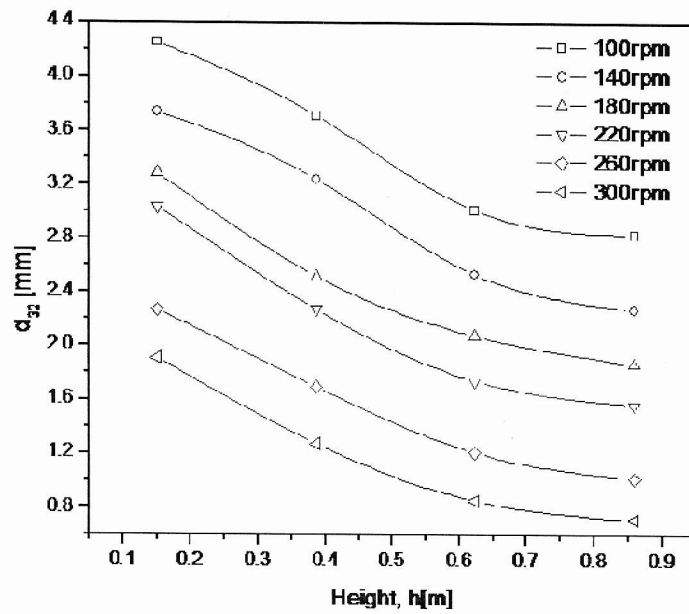
分散相流量对滞留量的影响



特征速度的估算

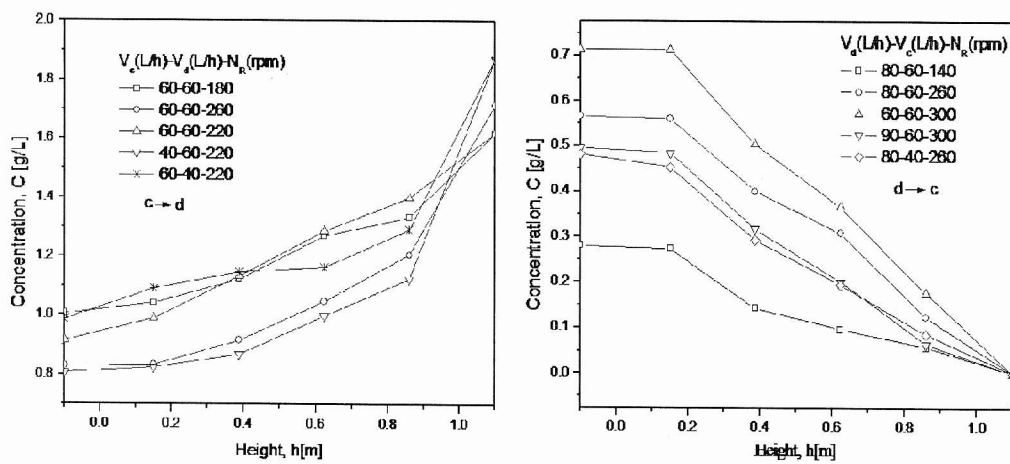


Sherwood 准数与 Reynolds 准数的关系



液滴随塔高分布

该图是塔有效段中液滴 Sauter 直径随塔高的分布。从图可清楚地看出液滴 Sauter 直径随塔高增加而变小；并且变化的趋势逐渐变弱。



溶质浓度随塔高的变化

萃取塔方面的部分研究论文:

- (1).倪信娣, 章寿华, 于筛成, 苏元复等. 糠醛-润滑油系统的流体力学和传质研究. 石油炼制【J】.1981, (2) 33-37
- (2).诸富根, 倪信娣, 于筛成, 苏元复等. 转盘塔与改进型转盘塔. 化学工程【J】.1983 (3) 1-7
- (3).F.G.Zhu, X.D.Ni, S.C.Yu, Y.F.Su., A MODIFIED ROTATING DISK CONTACTOR WITH WIRE MESH COALESCERS. ISEC' 83 SESSION TITLES. 1984 (80) 238. 115-123
- (4).S.H.ZHANG, S.C.YU, Y.F.SU., A Model Liq.-Liq.Extraction Column Performance-The Influence of Drop Size Distribution on Extraction Efficiency.Can.J.Chem.Eng. 1985,63(2), 212-226
- (5).于筛成, 倪信娣, 周永传等. 矩鞍形填料萃取塔的研究. 化工装备技术【J】.1985 (6) 1-8
- (6).毛向荣, 于筛成, 朱志华等. 涡轮搅拌萃取塔的模型研究. 化工装备技术【J】.2007, 28 (3): 23-28
- (7).于筛成, 毛向荣等. 机械搅拌类萃取塔.
专利号: ZL200620046646.4
授权日期 2007.10.17
- (8).于筛成, 朱志华等. 用于从合成革废水中回收二甲基甲酰胺的萃取装置.
专利号: 201020572408.3
授权日期: 2011.03.24



奖 状

石油工业优秀科技成果奖

二 等 奖

获奖项目 糠醛精制转盘塔技术

获奖单位 燕山石化总公司东方红炼油厂
石油化工科学研究院
北京石油设计院
华东化工学院
中国科学院化工冶金研究所

一九八五年



为表彰在促进科学技术
进步工作中做出重大贡献,
特颁发此证书, 以资鼓励。

奖励日期: 一九八五年

证书号: 63-Y-7-004-7

获奖项目: 糠醛精制转盘塔技术的研究

获奖者: 于筛成

奖励等级: 叁等

国家科学技术进步奖
评审委员会

萃取塔应用实例：

麻黄素生产-转盘塔、填料塔
紫杉醇生产-涡轮搅拌萃取塔
柠檬酸生产-转盘塔、涡轮搅拌萃取塔
香兰素生产-涡轮搅拌萃取塔
精细化工生产-涡轮搅拌萃取塔
含酚废水处理-涡轮搅拌萃取塔
丁酮肟盐酸盐-涡轮搅拌萃取塔
从废水中回收丙酸-涡轮搅拌萃取塔

部分工业化应用单位：

内蒙古通辽市爱民制药厂
内蒙古赤峰市赤峰制药厂
新疆制药厂
新疆和硕麻黄素厂
新疆巩留麻黄素厂
河南新乡有机化工厂
河南焦作鑫安有限公司
浙江嘉兴中华化工集团有限公司
上海酵母厂

部分工业化应用单位：

中石油吉化集团公司香兰素厂-2009
湖北新蓝天新材料股份有限公司-2010、2011
北京绿色金可生物技术股份有限公司-2011
江苏苏州久泰集团-2010
大连天源基化学有限公司-2011

可承担的工作：

根据用户要求，进行萃取工艺流程的设计与计算。

萃取设备的计算与设计。

萃取设备施工条件图的设计。

参加调试及对操作人员的培训。