

核化-1017

小型逆流液-液萃取器

中国科学院原子核科学委员会編輯委员会

文 献 編 輯 室 編 輯

內 容 簡 介

講述了一個實驗室規模的 20 級、多次接觸的、“料液不限”（“unlimited feed”）的逆流液-液萃取器的設計和操作。此設備主要由聚乙烯管联接的玻璃部件所構成，裝置在一鋼搖架（cradle）上，這一鋼搖架可繞其水平軸轉動。料液的貯槽是整个組體（assembly）的一個完整部分，組體以一定轉速旋轉，促使液體流向萃取器，并經萃取器而流出。利用這一萃取器可以方便地試驗和發展萃取體系，也可以通過此系統進行小規模的生產。用它也易于取得逐級的樣品和產品以供研究液-液體系各組分的萃取行為。

本文譯自美國原子能委員會報告 IS-309 “A Small Scale Countercurrent Liquid-Liquid Extractor” 由水胃翻譯。

注意：本書內部發行，允許有關人員個人購買和保存，
但請勿遺失

目 录

一、引言.....	(1)
二、设计和操作.....	(2)
三、其他部件.....	(9)
四、萃取器的装料，起动和调正.....	(12)
五、萃取器的应用.....	(14)
六、参考文献.....	(16)

引 言

对在实验室、中间工厂和大型生产中分离和提纯化合物的处理，逆流液-液萃取是一种已确定的很好的操作法。可是每一个新的萃取问题，都要求进行一定的研究，来确定对所要求的分离或提纯有影响的工作条件。对液-液体系各组分在单级中分配行为的初步研究，能得到有关萃取过程发展的基本数据。但是在以后发展实际液-液萃取过程的阶段中，一般亦需进行操作条件变量的试验，所用方法与过程中用于多级设备的相似。进行这些试验的设备，不仅有助于得出实验室或大型生产的条件，而且也有可能易于获得一些对了解萃取机理来说是基本的数据。本文详述了便于进行上述试验的小型、20级、多次接触的逆流萃取器。

近年来，将金属化合物通过液-液萃取以分离和提纯该金属的方法受到了相当的重視，并对其进行研究。曾对这样一些体系进行了多次研究，即在此体系中，水和有机液体作为极不相溶的溶剂，而在混合物中以化合物形式存在的两种或更多种金属在这两种溶剂间的分配各不相同。

本实验室^{*}采用本文提出的一般类型的设备，发展了一系列金属分离系统。但是本文叙述的萃取器，已比原先的设计有了若干改进。虽然这些工作基本上只限于以某些水溶液-有机物体系来研究分离金属，但看来本文所报道的设备完全有可能用于液-液萃取或溶剂萃取等更广阔的领域中去。

* 指作者所在的实验室，即美国原子能委员会在 Ames (美国 Iowa 州一地名) 的实验室，设于 Iowa 州立科学技术大学内。——译者注

设计和操作

这里报道的萃取器实质上是由若干给料系统、混合澄清器室、级间传送球管 (interslage transfer bulbs) 和联结管的有规则的组合体构成的, 这些都是玻璃制品, 但由聚乙烯或其他实际上是惰性的挠性管路联接, 组体各部件间的联结布置得可使两个液相逆流流动。这个萃取器组体 (见图 1) 装置在一个敞开结构的钢摇架上, 钢摇架实际上是由两块末端钢板和四段角铁连成。此摇架依靠轴承维持在水平位置, 轴承装在一个钢制框架上。由钢摇架和萃取器组在水平轴的转动来完成给料, 多级萃取和产品的取出。既然上述操作随着摇架旋转而反复进行, 故此萃取器可称作是“料液不限”。

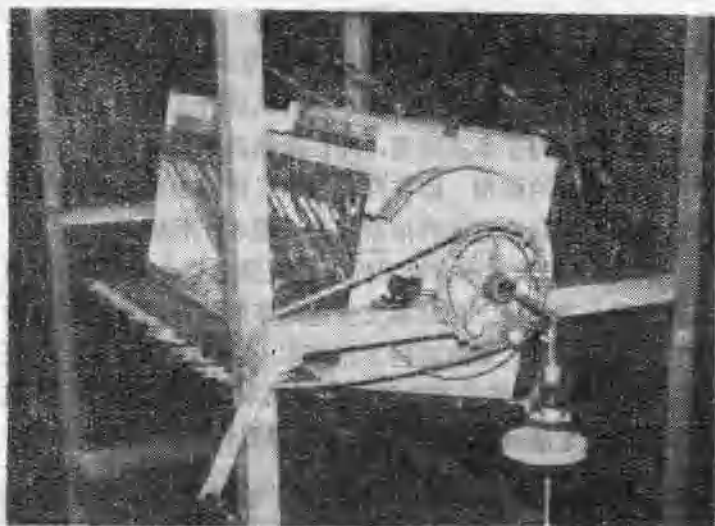


图 1 萃取器组体照片

型的。

对所需各级进行给料的料液贮槽沿摇架的旋转轴安装，它们是组体的部件。萃取器摇架两端的轴是空心的，配备了同心的玻璃管供萃取器的产品液输出，此管通过玻璃套筒与静止的接受器联接。在轴的两端之一装以链轮，通过一个手动曲柄操作的链传动使摇架产生转动。通过手柄的操作使萃取器的给料、混合及澄清，萃取器中各相的逆流流动和产品液的输出得以进行。

此实验室萃取器的性能相似于连续逆流垂直萃取塔的性能。Craig^[1]，Lathe和Ruthven^[2]，Von Metzsch^[3]，Verzele和Alderweireldt^[4]以及Wilhelm和Foos^[5, 6]的论文中提到的萃取器和本文所报道的有若干物理上的相似处。然而Craig和Lathe及Ruthven所发展的设备仅设计来在级中移去液相之一，所以这些萃取器（“料液有限”型的）实际上是单次进料，而不是连续进料的。这里所考虑的设备都有一个共同特点，即其操作依赖于每级中各相的混合、澄清和分流持续地重复进行。这些操作同时并反复地在各级进行，通过固定联系，使逐级流动有效地继续着。

在大部分上述萃取器中，是靠在澄清后由位于液-液界面上或界面附近的一个开口管移去轻相来达到两相分离目的的。既然重相体积实质上决定了澄清后界面的高度（或位置），因而也决定了移去轻相的那个开口的最佳位置。当萃取体系着手在设计的生产条件下工作时，互不相溶液相的各个部分在萃取器中进行逐级逆流接触，常可引起各部分浓度和体积显著的改变。当一个萃取过程趋近正常操作，任何上述体积的改变总是逐渐的。假如重相体积的改变会使界面位

置显著移动，那末必须使这里报道的萃取器中带走轻相的管子开口位置作相应的改变。本文报道的萃取器的设计可以调整开口的位置，因而这种萃取器对液-液萃取的研究和操作较之Craig, von Metzsch和Verzele及Alderweireldt等人的设备有更大的适应性，因为他们的设备不能作这种调整。同样，Lathe和Ruthven的萃取器虽然设计上完全不同，但也缺少较大的适应性。

此萃取器与本实验室^[6]在早期报道过的一种设备有两点主要差别：1) 可以很容易地从所有各级测得数据，而不是从间隔一级中取得；2) 加料器和供料槽很方便地装置在旋转组体上，而构成萃取器流动系统的一个完整部分。对于以往报道过的用某种有关原理操作的任何实验室萃取器的加料系统来说，后一特征看来也是一个明显的改进。

现设计与以往报道过的一种类似萃取器^[5]相比也有若干改进。此萃取器主要包括20个按次序接连排列的单元，每一单元相当于一级（如图2所示）。图2可以说明此萃取器的操作。假设互不相溶、重度不等的两个液相部分处于混合澄清器室M中。两种液体的混合是通过使它们在此室中迅速由一端向另一端流动达到的。这个单元沿水平方向绕其旋转轴振动（振动范围约在 $+20^\circ$ 到 -20° 之间，见图2），这就造成了一定的搅拌运动。适当混合之后，使室M保持在几乎是水平的位置让液相澄清。然后这个单元沿顺时针方向缓慢地转到约 90° ，这时混合澄清器室到达一垂直位置，轻液则从管L流出到级间传送球管T。这里应该指出，管L在室M内伸展的位置是可调节的，这就可以适应液-液界面上的液体分离。此单元进一步沿顺时针旋转到 180° 位置，则可使重

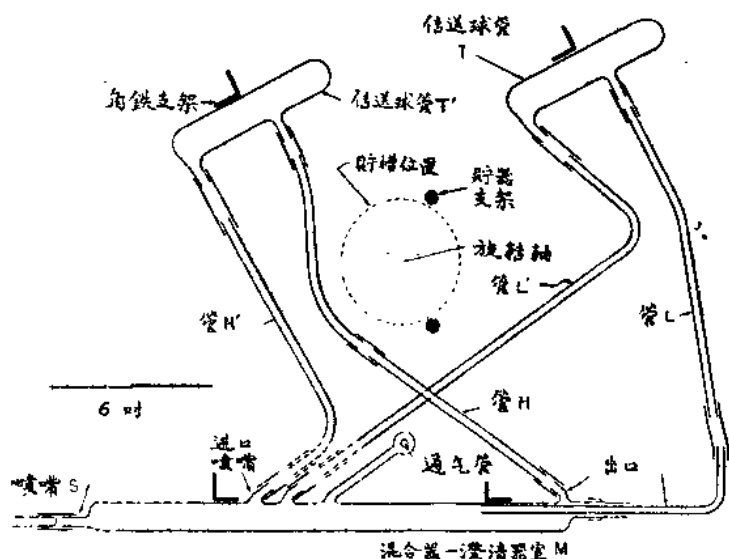


图2 单一级中各部件布置示意图

液相自M流经管H而到级间输送球管T'。在自开始位置顺时针转过 180° 的这一点，两相的一部分被分离开来，并处于它们各自的级间输送球管中。

图2中管H'和管L'的虚线段表示在完整的组体中，这些管子实际上并不连在图示的混合澄清器室的进口喷嘴上，而是连接到此室两旁之一的同样室的喷嘴上。此单元继续顺时针旋转使得分离的液体自输送球管流向组体中与室M并排的混合澄清器室M+1和M-1。这就完成了单级操作的一个循环。对于全部的组体，所有各级都同时进行着这种流动，因而，在连续操作期间进行每一次连续循环时，20级全都同时发生混合-澄清流动。其总结果是发生逆流流动，重相

和轻相液分别自萃取器相对两端各级流至固定的接受器。

萃取器的液体给料基本上是自动的，图 3 清楚地说明了此给料系统。这里混合澄清器室是以虚线表示的，为的是清楚地阐明加料器单元对萃取体系的布置。旋转轴、贮槽支架和贮槽也在同一位置（示于图 2）。在上述循环操作中所作的顺时针旋转到达接近或略大于 180° 时，来自圆形贮槽（图 3）的液体进入并充满带刻度的加料器 F。继续进行顺时针旋转使通至加料器管子中的多余液体返回到贮槽中。当旋转到液面正处在加料器 F 上部的扩大管段时，让组体发生短促的但是迅速的旋转运动，使得加料器的有刻度段处于一垂直位置。保持这个位置直到多余液体自加料器的有刻度段流掉。用这一方法，保存一定已计量体积的液体以传送至萃取器来完成循环。必须指出，刻度加料器中的回流管位置是可以调整的，它的位置可以决定自加料器流出的液体容积。

对于这种相似于垂直逆流萃取塔的萃取器来说，一般三个这样的加料器系统就够了。一个加料器在萃取器的一端引入有机溶剂，一个在另一端引入水洗滌液(aqueous scrub)，而第三个则在中部某个级引入料液。因此在萃取器操作的每个循环中，分别从三个贮槽取出一部分液体，同时传送至萃取器中选定的各级。反复循环的整个操作结果是，由于通过由贮槽不断供料维持逆流运动，最后连续获得了产品液。

为了保证循环中液相的正常流动，设备内要装置足够的通气管或排气口。混合澄清器室的通气管(如图 2 所示)，为一直径约为 20 毫米的球管，一侧有通气孔。刻度加料器的通气管仅仅是一根很长的弯曲管(如图 3 所示)，它的开口端弯曲得较厉害。贮槽的通气系统是四根这种管子的组合，每一

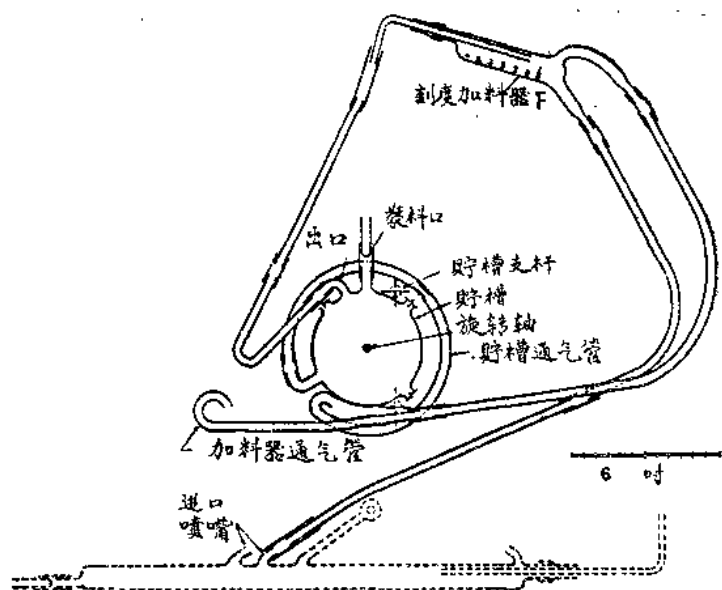


图3 加料器系统示意图

根差不多能绕槽一周。在这四根管子中部附近都有一个收缩段，来限制液体在通气系统中的流速。虽然在图3中表示出了这四根圆形通气管与贮槽相连的位置相对于圆筒轴来说相互间隔约 90° ，但图中只绘出了一根这种管子。图4是带有筒体、通气管、装料口和出口的贮槽的更详细的图。

这种萃取器工作时的流型是这样的，即仅仅在每个连续循环的一个级中，引入的一批液体都是单方向流动的，直到从最后一级排出为止。显然，既然在每一操作循环中两相作逆流流动，则轻相和重相部分并不接触。轻相的交替部分只是和重相的交替部分接触。然而，每一相是在它排出的途中

与另一相接触的。实际上这种萃取器相当于两个以前报道的萃取器^[6]的平行工作，而由一个级来完成。逐级分析的淨结果相当于一个逆流液-液萃取塔一系列级的全分析。

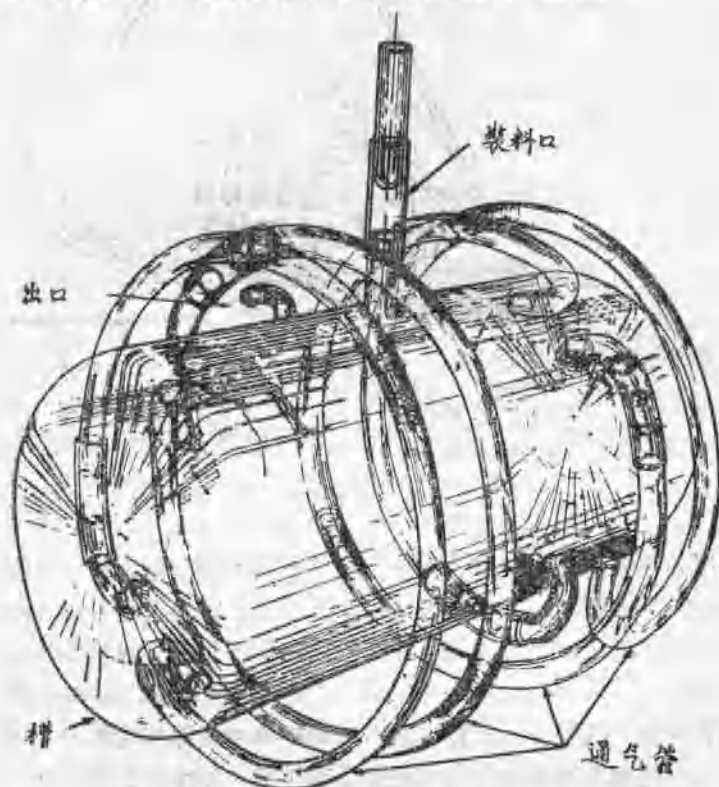


图4 加料器系统贮槽的详细透视图

选出了用于某种所希望的实验室规模的这种萃取器各部件的生产能力和尺寸。每一混合澄清器室可容纳每一循环两个液相共约60毫升进行混合，澄清及分离等操作。对于要求

生产能力大得多的萃取器，很容易作同样一般性的设计。更小规模的设备也可以建造，但是，当部件的尺寸小到表面张力限制了液体一定的流动，操作就不能令人满意。

以上所述这种萃取器每一混合澄清器室（参见图2）的主体长18吋，由直径为25毫米的玻璃管制成。传送球管长6.5吋，由30毫米直径的管子制成。所有的喷嘴和连接玻璃管（图2所示）都是8毫米的玻璃管，唯有混合澄清器室出口端13毫米的喷嘴和7毫米的插入管例外，它们是可调连结的零件。

图3所示给料系统的贮槽是直径约4.5吋、长9.5吋的圆筒，其操作容量约为2升液体。通到该槽的加料口和通气管都由10毫米管制成。刻度加料器（以毫升刻度）的主体是25毫米的、长5.5吋的玻璃管，所有烧结在加料器上的喷嘴均为10毫升玻璃管

其 他 部 件

支持玻璃萃取器组体的摇架（见图1）是由两块14吋×17吋、厚度为 $\frac{1}{4}$ 吋的放置于两端的钢板组成的，此钢板又通过四个长43吋、1吋×1吋的角钢焊接在一定位置。此四段角钢的相对位置及倾斜度见图2。用夹子将玻璃部件和角钢支架栓紧，并用塑料隔板防止玻璃和金属直接接触。另外有一段1吋角钢栓在两端的钢板上，用来支持刻度加料器（如图1）。图3中所示的两根贮器支杆是可移动的 $\frac{1}{2}$ 吋直径的钢棒，它们平行于旋转轴并由两端钢板支住。将贮槽捆扎在两根杆上。两端空心轴的内径为 $\frac{1}{2}$ 吋，由直径1吋的钢棒制成。摇架端板上有安装空心轴的套子，摇架又通过这些套子

被固定在萃取器全钢框架构件上的轴承（轴台）内。

这个钢框架（见图5）由2吋角钢构成，长53吋，宽34吋，装在四个4吋的小脚轮上。直立高度60吋。萃取器组体盖以一块 $\frac{3}{4}$ 吋厚的胶合板，装于框架顶上。为了便于贮槽装液，在贮槽装料口的上方胶合板上，钻有直径为1吋的孔。在摇架组体下部框架上，装有一不锈钢盘，以供清洗或有漏料时盛液用。

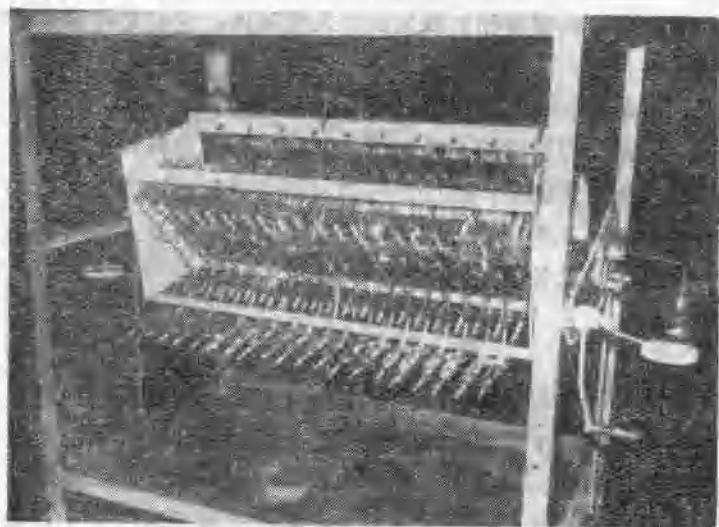


图5 表示萃取器框架的照片

在这种特殊萃取器的设计和建造中，其它方面的一些详细考虑都是为了便于它的操作。附有手柄的小链轮（见图1），是特制的大小为装在摇架一端轴上较大链轮的一半。在萃取过程中循环重复进行，手柄在一定的位置时液体的混合，澄清和流动一次次再现。小链轮轴的位置可以在钢框架

上调整，以便适当拉紧传动链。

将一块圆形板固定于轴承座上，并装在大链轮后面，在轮周附近钻了一些孔。装在链轮上的两个销了，可以插入孔内以固定摇架。因为该两销子间的距离为圆形板的9个半孔，则摇架的可固定位置的数目为圆形板孔数的二倍。在大链轮的背面和接近链条的一个小销，使得固定在框架上的转数器动作起来。

在使得萃取器作 360° 循环中，在不同位置应有振荡、静止、慢运动、中速运动和快速运动等动作。操作者可注视着设备并遵循一定的次序。然而在主动链附近摇架一端的钢板上栓有2吋宽的钢带，上面涂有颜色以便于操作。装在框架上的一指针伸到涂色带上，这一结合可使操作者知道下一步将进行何种操作。

如果每个混合澄清器室的两个进口喷嘴像图2所示是在同一平面上，则会发现在每室接近喷嘴处的管子、连接管和通气管过于拥挤。然而，混合澄清器室的实际结构是使这两个喷嘴相对于室的圆截面分隔约 20° 。这一安排不仅避免了拥挤，也使进口喷嘴方向更近于朝向它们各自的传送球管引出管的方向（见图5）。

聚乙烯管的连接一般可用些力把它接在比它略大的玻璃管上，如在接近水沸点的温度下安装则更容易。某些连接，特别是连接两个尺寸相差很大的玻璃管（如图2中所示的混合澄清器室的出口管末端），需将连接管预加工。方法之一是选用聚乙烯连接管的尺寸适用于待接的两个玻璃管中之较小者，将此聚乙烯管之一小段于沸水中加热，然后将此管强套在一已润滑的直径与待接玻璃管中较大者相同的钢管上，

冷却时，聚乙烯管保持该钢管的尺寸。将聚乙烯管在一定长度处截断，并用蒸汽喷嘴重热一下就可接得很好。用少量润滑剂，例如硅酮油（Silicone grease）就可适应聚乙烯管和玻璃管的可调节连接的需要。

萃取器的装料、起动和调整

使用这种萃取器和别种萃取器开始萃取工作要按照一定的计划进行。将要较详细地介绍这里所谈到的萃取器的系统工作步骤。假定萃取规程是使有机（轻）液自萃取器一端进入，水洗液自萃取器另一端引入，而料液（待分离的两种物料的溶液）从某个中间级加入。级间连接是使有机相和水相以逆流方式在萃取器中逐级流动。

所有混合澄清器室中的可调管子的开口端都安置于正好在估计的液-液界面水平之上，当这些室处于垂直位置时，在第一个循环中发生相的分离的情况。在作初步调整时，这些管的开口端要位于各级中两相计算的界面之上，而不应位于液-液界面之下。

其次是调整刻度加料器，将三种所需体积的液体送到萃取器。将三个加料器和待加料各级连接起来，三个贮槽都加入了不同料液。这样作时，要锁住摇架使加料器单元处于接近图3所表示的位置。将三个漏斗分别通过萃取器的胶合板盖板的孔，将其接长一直插到萃取器贮槽的装料口，液体就通过胶合盖板上的漏斗流入。槽的装液程度应小于大约80%的总体积，即液面位于不高于 $\frac{1}{4}$ 贮槽直径处。装液高过这个水平会引起对贮槽通气和液体流动的干扰。加料后将漏斗移去，并将装料口关上。

然后将萃取器摇架组顺时针转动约 45° ，这时混合澄清器室的位置仍处在旋转轴以下，从链轮端看来它与水平成 -45° 。将摇架与该室锁在这个位置上以进行预装料。

将喷嘴（见图2喷嘴S）的塞子去掉，就有等于每一操作循环中各级能处理的水相总容积的水洗涤液通过这些喷嘴进入各室。在有水洗涤液和料液的情况下工作的那些级，在这时接收的水洗涤液的体积相当于两种水溶液之和。然后将计划中每一循环中应进入萃取器大略体积的有机相引入每一混合澄清器室。将喷嘴的塞子塞上并将摇架沿顺时针转到相当于图2所示的位置。在摇架两端有受液烧杯（如图5所示），以接受萃取器流出液。现在，萃取器已装好了液体，准备开始进行第一次循环。

两相在所有20级中的混合，是由前述的振荡运动同时完成的。对很多系统来说，这种反复运动造成20到30秒时间的良好混合，就足以达到平衡分配条件。在混合操作结束的时候，任何在混合-澄清器室出口管中的液体应该流回，然后，这些室缓慢移动到图2所示接近水平的位置进行澄清。

当所有各级的澄清基本完成时，摇架作顺时针旋转（开始时很慢以避免再混合）约 90° ，使混合澄清器室达到垂直的位置。这时20个室中每一可调出口管开口端的位置都位于液-液界面之上约半吋处。在此循环中继续作下一个 90° 的顺时针旋转，每级中就有大量的有机相流出，这时水相也有流出。在作第三个 90° 的顺时针旋转时，给刻度加料器装液，然后按前面提到的步骤进行工作。另一个 90° 旋转使第一次循环完成。

在下一个循环的一定操作点，检查一下每一混合澄清器

室中可调出口管开口端的位置，如果需要即进行校正，以保证没有重相，即水相随同有机相流至下一级。当接近稳定条件时，这些出口管的开口端逐渐接近液-液界面（但总是维持于界面之上）。这一条件允许有少量有机相与水相一起进入下一级。从某一级流出的少量有机相是有规则流动的，即在下一循环中返回该级。因而，事实上有少量有机相发生返混现象，这一返混的量对每一级来说，是由循环中的分离位置处可调出口管对液-液界面的位置决定的。作为最后的调整，萃取器出口管开口端的安全位置在界面上约 3 毫米的位置。有机相的返混一般是很小的，但这对保证避免水相的返混是必要的，因为返混可使下一级显著地不能调整。这里应该指出，这种萃取器在操作中的各级任一相都没有旁路。

萃取器的应用

按上述方法给萃取器装料后，在萃取器的任一端出口液中明显地发现在中间某级加入的原料物料以前，需作许多次的循环操作。但在出口液达到这一点以后，在萃取器的该端，每一循环流出液中的产品量可能剧增。当循环继续进行，产品的量和纯度会趋向离开由萃取条件所决定的值。当反复操作进行到产品实际上不变的时候，系统即可看成在稳定工作。

因为本文报道的设备尺寸大约使每一加料器系统的贮槽可容纳 2 升液体，一般将贮槽装液一、二次即可在选定条件下供应液体足够使萃取系统达到实际上稳定的循环操作。但如果在循环进行中主要操作条件发生了变化（这在一个萃取过程的发展阶段是常见的），则需进一步对某些贮槽加料直