

溶剂萃取新进展

主编 古国榜

副主编 曾振欧 张振民 黄少烈

暨南大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

溶剂萃取新进展/古国榜主编. —广州:暨南大学出版社,
1998. 12

ISBN 7-81029-760-0

I. 溶…

Ⅱ. 古…

Ⅲ. 溶剂萃取

Ⅳ. O658.2

暨南大学出版社出版发行

(广州石牌 邮编 510632)

责任编辑 陈云峰

广东省新华书店经销

华南理工大学印刷厂印刷

开本:850×1168 1/32 印张:10.25 字数:262千

1998年12月第1版 1998年12月第1次印刷

印数:1—1000册

定价:30.00元

'98 全国第四届溶剂萃取学术会议

顾问委员会委员

清华大学	汪家鼎	教授	院士
中科院化冶所	陈家镛	教授	院士
北京大学	徐光宪	教授	院士
中科院上海有机所	袁承业	研究员	院士
中科院原子能研究院	汪德熙	研究员	院士
国家自然科学基金委员会化学部	朱光美	教授	
华南理工大学	刘焕彬	教授	校长
北京大学	吴瑾光	教授	
清华大学	费维扬	教授	
中科院长春应化所	李德谦	研究员	

组织委员会委员

杨晓西 教授 陈列强 教授 林养素 教授 陈焕钦 教授
张振民 教授 曾振欧 教授 黄少烈 教授
秘书长:古国榜教授(兼)
副秘书长:朱建华博士 柳松博士 刘海洋博士

主办单位:中国化学会

承办单位:华南理工大学

资助单位:国家自然科学基金委员会

出版说明

本书为中国化学会主办、华南理工大学承办的'98 全国第四届溶剂萃取学术会议的论文集。这些论文比较全面地反映了我国近几年来溶剂萃取领域的研究硕果。溶剂萃取作为一门新的分离技术,由于具有可连续性操作、易于实现自动控制、分离效果好和能在常温下操作等特点,比传统的蒸馏法、结晶法、沉淀法和离子交换法更为优越,因而在工业上应用越来越广泛。可以预料随着萃取理论的发展和萃取技术的不断改进,萃取除了在湿法冶金方面继续广泛应用之外,还将在资源综合利用、环境保护、有机化工、生物化工和超细粉体材料制备等方面获得进一步的发展和应用,本论文集的出版岂有利于这些方面的探讨与交流。

编者

1998. 12

目 录

第一章 基础理论	(1)
脉冲筛板萃取柱传质性能的研究——表观	
传质单元高度	骆广生 李洪波 费维扬 汪家鼎 (1)
“分散-聚合”型脉冲筛板萃取柱两相流动特性的研究	
李洪波 骆广生 费维扬 汪家鼎	(9)
高粘溶剂液滴群传质特性的研究	于 杰 费维扬 (16)
“正丁醇-丁二酸-水”体系单液滴传质研究	
李天来 毛在砂 陈家镛	(23)
萃取过程中第三相形成的研究	
陆九芳 刘金晨 刘志平 于燕梅	(31)
正丁醇-间苯二酚-盐水物系的液液相平衡研究	
齐鸣斋 戴 杰	(38)
QH-1 型扁环在液化气胺萃取塔改造中的应用	
朱文耀 张月明 朱岳中 费维扬	(43)
转盘萃取塔(RDC)放大效应的研究	
万银坤 王运东 费维扬	(50)
石油亚砷-苯萃取砷(VI)的热力学研究	
杨延钊 杨永会 孙思修 李志萍 包伯荣	(58)
环烷酸锕-环烷酸钠/水/仲辛醇/正庚烷微乳体系的	
荧光光谱研究	
廖 华 施 鼎 闫文飞 周维金 吴瑾光 徐光宪	(64)

含氨基酸的酸性磷酸酯萃取有机相微结构研究	
..... 姚淑心 马 刚 王笃金 吴瑾光 (70)	
W/O 微乳液中水结构 FT-IR 及 ¹ H-NMR 研究	
..... 李 泉 翁诗甫 吴瑾光 (76)	
三正辛胺/无机酸萃取体系的界面性质的研究	
1. TOA · HCl-正庚烷-水三元体系中的有序聚集	
傅 洵 刘 欢 薛美玲 胡正水 王德宝 李德谦 (82)	
胺类萃取剂液-液体系界面性质研究——水相 pH 值、水相	
介质及温度对 N ₁₉₂₃ 界面吸附性能的影响	
..... 杨天林 杨永会 孙思修 (89)	
N ₅₀₁ 和 N ₁₉₂₃ · HCl 在煤油中的缔合	
..... 宋其圣 孙思修 韩 健 (96)	
界面活性剂-P ₅₀₇ -庚烷-Er(Ⅲ)的传质过程	
..... 陆 军 郑 重 李德谦 (101)	
DMHMP 萃取稀土元素萃取动力学行为的递变规律	
..... 孙都成 乐善堂 李德谦 (108)	
二(2,4,4-三甲基戊基)膦酸在中空纤维膜器中萃取镱、	
钬及传质研究..... 张凤君 马根祥 李德谦 (116)	
第二章 金属元素萃取	(125)
攀西矿湿法冶金中钽、铈分离工艺的新进展 ... 李德谦 (125)	
TBP 和 N,N-二丁基癸酰胺共萃取铀的研究	
..... 孙国新 韩景田 包伯荣 孙思修 (136)	
N,N,N',N'-四丁基丙二酰胺在正十二烷中	
萃取铀(Ⅵ)的研究	
..... 王友绍 刘鹏起 徐 坤 锁守丽 包伯荣 (142)	
N,N,N',N'-四己基丁二酰胺从硝酸介质中萃取铀、钽	
..... 王友绍 曲宝涵 崔文善 谭台哲 孙思修 (147)	

伯胺 N_{1923} 和 TOPO 协同萃取铀(VI)的研究	
杨永会 孙思修 杨延钊 邵 华 薛淑云 包伯荣 (154)	
环烷酸与吡啶酯协同萃取铜镍钴研究	
..... 包福毅 方 军 朱大和 何培炯 (162)	
溶剂萃取净化钴电解液	
..... 包福毅 朱大和 方 军 何培炯 (169)	
溶剂萃取分离镍钴铜新工艺	
..... 王瑞忠 陈 松 徐得鑫 (178)	
贵金属全萃取分离工艺的研究与开发	余建民
杨正芬 顾华祥 李琴仙 陈贻祥 张树峰 葛敬云 (187)	
从铯铷富集液中用 MNA 萃取分离回收铂、铯、铷 的新流程	
..... 古国榜 方贵霞 魏小兰 李 朴 董正卿 (199)	
MNA 从盐酸介质中萃取 $Pt(IV)$ 的研究	
..... 方贵霞 古国榜 魏小兰 李 朴 贾宝琼 (210)	
DBC 萃取法提金的生产实践	
..... 张树峰 王贵平 葛敬云 张金勇 (219)	
从铯铷氯化液中萃取分离金钯的试验研究	
..... 王贵平 张树峰 刘 林 (225)	
P_{204} 萃取在金川贵金属料液净化中的应用	
..... 王贵平 张树峰 葛敬云 张金勇 (233)	
第三章 有机物萃取	(238)
大环内酯类抗生素的中性络合萃取研究	
..... 李 洲 秦 峰 (238)	
用溶剂萃取法从残液中提取氯霉素中间体盐酸盐	
..... 廖史书 夏明芳 (247)	

用聚乙二醇-羟丙基淀粉双水相系统萃取谷胱甘肽	
——谷胱甘肽在双水相系统中的分配性质	
..... 林东强 梅乐和 朱自强	(255)
预分散溶剂萃取——利用胶质液体和胶质气体	
泡沫分离苯酚稀溶液的研究	
..... 陈 敏 王运东 徐丽莲 戴猷元	(262)
人工神经网络用于芳烃抽提过程优化操作的研究	
..... 温晓明 陈建娟 费维扬	(269)
电泳萃取技术用于萘酚绿 B 的回收	
..... 骆广生 江伟斌 朱慎林 戴猷元	(275)
液膜法萃取富马酸——液膜技术在苹果酸精制	
过程中的应用	
..... 沈力人 杨品钊 曾昭明 朱雅江	(282)
超临界 CO ₂ 从扁藻中萃取 EPA 和 DHA 的研究	
宋启煌 高红莲 张 穗 周家华 姚煜东 宁照斌	(292)
第四章 其 他	(302)
箱式混合澄清萃取器中最优化相比的选择	
..... 严纯华 廖春生 贾江涛 李标国	(302)
萃取塔滞液量的简便测量方法	
齐鸣斋 戴 杰	(308)
提取石油亚砷的新方法	
..... 张振民 梁福荣 古国榜 李艳莉	(312)

第一章

基础理论

脉冲筛板萃取柱传质性能的研究 ——表观传质单元高度

骆广生 李洪波 费维扬 汪家鼎
(清华大学化学工程系 北京 100084)

摘 要 本文在 $\Phi 150\text{mm}$ 的标准板脉冲筛板萃取柱中,以 30%TBP(煤油)- HNO_3 - H_2O 为实验体系,采用动态响应曲线法对萃取柱内传质性能进行了研究。利用动态曲线法所得到的传质性能参数和动态模型模拟计算出稳态浓度剖面和两相出口浓度,进而得出了表观传质单元高度和分散传质单元高度,并对它们进行了关联。该结果的得出为柱式萃取设备传质性能和放大设计的研究提供了基础。

关键词 脉冲筛板萃取柱 传质 动态响应曲线法

1. 前 言

柱式萃取设备为萃取分离中的主要设备之一。由于流体力学和传质行为极其复杂性,目前对于萃取柱的研究还很不充分,远未达到理想的放大设计的目的。

自从 Smoot 等^[1]用稳态浓度剖面法得到脉冲柱内“真实”传质单元高度, Miyauchi 等^[2]发展了扩散模型的近似解法,提出萃

取柱内表观传质单元高度应为“真实”传质单元高度和分散传质单元高度之和。本文作者^[6,7]应用动态响应曲线法对脉冲柱内传系数和轴向混合进行了估算,得出了柱式萃取设备“真实”传质单元高度的关系式。而对分散和表观传质单元高度仍采用 Miyauchi 等^[2]提出的计算式,该计算式对于不同的萃取柱和不同的体系均有一定的偏差。

本文则应用动态响应曲线法的估值参数值模拟计算出稳态浓度剖面 and 两相的出口浓度,进而得到了萃取柱分散传质单元高度和表观传质单元高度,并对分散单元高度进行了关联。

2. 实验设备及方法

实验设备为 $\Phi 150\text{mm}$ 有效高度 2m 的标准板脉冲筛板萃取柱。采用动态响应曲线法进行实验研究^[5]。实验体系为 30% TBP (煤油) — HNO_3 — H_2O 。

将基于扩散模型的动态方程作隐式差分,依据实验得到的动态响应曲线,结合 Marquart 法进行三参数寻优,得到萃取柱传质性能的参数 Pe_x , Pe_y 和 $(HTU)_\infty$ 。利用参数 Pe_x , Pe_y 和 $(HTU)_\infty$ 由差分方程组,便可求得稳态后水相和有机相的出口浓度。由此,得到分散传质单元高度和表观传质单元高度。

3. 实验结果和讨论

3.1 脉冲筛板萃取柱分散传质单元高度

图 1 为分散传质单元高度与操作条件的关系。由图 1 可以看出,分散传质单元高度随脉冲强度的增大而增大,但增加的幅度不大。随两相流速的增加,分散传质单元高度降低。特别随分散相流速的增加,分散传质单元高度明显降低。这主要是由于在本实验条

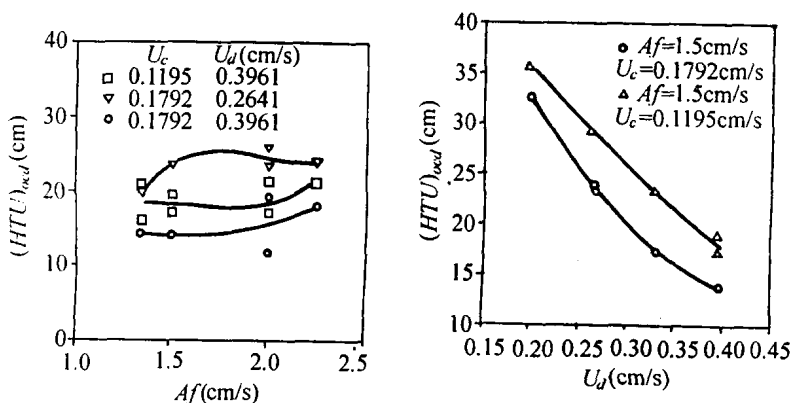


图1 分散传质单元高度与操作条件的关系

件范围内,随着脉冲强度的增加,虽然柱内的轴向混合有所增大,但柱内分散相存留分数也随之增大,从而有效地抑制了脉冲造成的连续相的返流。分散相流速的增加,存留分数迅速增加,从而大大抑制了连续相的轴相返混。正是由于分散相存留分数的增加,使得两相在柱内的流动更趋于均匀,保证轴向返混系数较小。

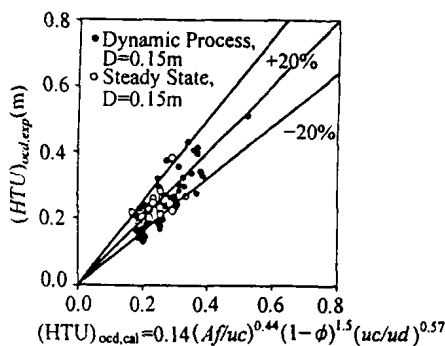


图2 半经验式计算结果与实验测值的比较

对分散传质单元高度的影响因素进行无因次分析,得到半经验关联式(1)。图2给出了计算值与实验值的比较。由图2可以看出计算值同实验值符合较好,90%的实验点落在 $\pm 20\%$ 的误差范围内,其中最大偏差为30%。图中稳态浓度剖面的结果也表明该关系式能很好地计算柱内分散单元高度。

$$(HTU)_{ocd} = 0.14 (Af/u_c)^{0.44} (1-\phi)^{1.5} (u_c/u_d)^{0.57} \quad (1)$$

3.2 脉冲筛板萃取柱表观传质单元高度

影响表观传质单元高度 $(HTU)_{ocp}$ 的因素相当复杂,体系物性,脉冲强度,柱结构和两相流速都对 $(HTU)_{ocp}$ 有明显的影响。

图3给出了表观传质单元高度 $(HTU)_{ocp}$ 随脉冲强度 Af 而变化的情况。由图看出,随着脉冲强度增加,表观传质单元高度降低,原因是脉冲强度增加,一方面增大传质比表面积,加快液滴表面的更新,从而降低了“真实”传质单元高度,另一方面,在分散相流速

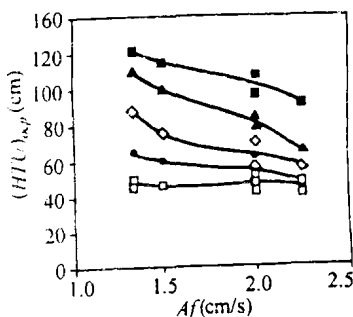


图3 脉冲强度对表观传质单元高度的影响

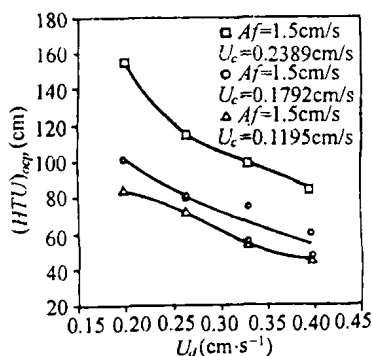


图4 操作条件对表观传质单元高度的影响

u_c : (▲) 0.2389 (■) 0.2389 (□) 0.1195 (◇) 0.1792 (○) 0.1792
 u_d : (▲) 0.3301 (■) 0.2641 (□) 0.2641 (◇) 0.3301 (○) 0.3961

较大时,大大增大了存留分数,抑制了连续相的轴相返混。使分散传质单元高度下降,从而使 $(HTU_3)_{ocp}$ 下降。

图 4 给出了表观传质单元高度 $(HTU)_{ocp}$ 随两相流速而变化的情况。结果表明,脉冲强度相同时,表观传质单元高度 $(HTU)_{ocp}$ 随连续相流速 u_c 的增大而增加,随分散相流速的增大而明显降低。表观传质单元高度 $(HTU)_{ocp}$ 随连续相流速 u_c 的增大而增加主要原因是“真实”传质单元高度 $(HTU)_{oc}$ 的增加。这从 $(HTU)_{oc}$ 的定义 $(HTU)_{oc} = \frac{u_c}{K_{oc}\alpha}$ 可以得到结论。表观传质单元高度 $(HTU)_{ocp}$ 随分散相流速的增大而明显降低的原因是 u_d 增加,存留分数增加,从而一方面增加了传质比表面积,降低了真实传质单元高度,另一方面抑制了连续相的轴相返混,降低分散传质单元高度。

根据 Miyauchi 等^[2]

提出的表观传质单元高度为“真实”传质单元高度和分散单元高度之和出发,我们应用本文作者得到的计算柱内“真实”传质单元高度的普适关系式和本文得出的脉冲筛板萃取柱内分散传质单元高度的关联式,对脉冲筛板萃取柱内的表观传质单元高度

进行计算,并与实验结果进行了比较,图 5 为比较结果,由图可以看出用这种方法计算得到的表观传质单元高度与实验值吻合得很好。该结果为柱式设备的放大设计提供了基础。

$$(HTU)_{ocp} = (HTU)_{oc} + (HTU)_{ocd}$$

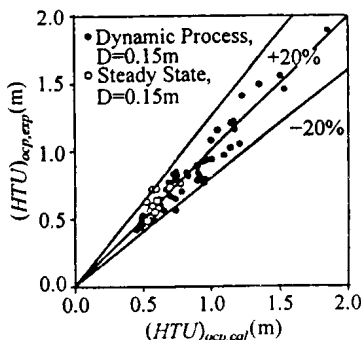


图 5 表观传质单元高度计算值与实验值的比较

$$= 25.8 \frac{u_c}{\phi(1-\phi)^{1.5}} + 0.14(Af/u_c)^{0.44}(1-\phi)^{1.5}(u_c/u_d)^{0.57} \quad (2)$$

4. 结 论

用动态响应曲线法由动态传质模型可模拟计算出稳态条件下两相的出口浓度,进而得到分散传质单元高度和表观传质单元高度。该方法得出的结果与稳态浓度剖面法的结果是一致的。

脉冲柱内分散传质单元高度随脉冲强度增加不大,随分散相流速的增大而迅速减小。它随操作条件变化的规律可用关联式(1)来关联:

$$(\text{HTU})_{\text{ocp}} = 0.14(Af/u_c)^{0.44}(1-\phi)^{1.5}(u_c/u_d)^{0.57} \quad (3)$$

表观传质单元高度随脉冲强度和分散相流速的增加而减小,而随连续相流速的增加而增加。对于本实验体系在 $\Phi 150\text{mm}$ 的标准板脉冲萃取柱内,表观传质单元高度可用下式来进行计算。计算结果表明,该关系式可以很好预测柱内的表观传质单元高度,该结果为脉冲柱的放大设计提供了基础。

$$\begin{aligned} (\text{HTU})_{\text{ocp}} &= (\text{HTU})_{\text{oc}} + (\text{HTU})_{\text{ocd}} \\ &= 25.8 \frac{u_c}{\phi(1-\phi)^{1.5}} + 0.14(Af/u_c)^{0.44}(1-\phi)^{1.5}(u_c/u_d)^{0.57} \end{aligned} \quad (4)$$

符号说明:

A	脉冲振幅(m)全振幅
a	传质比表面面积($\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$)
f	脉冲频率(s^{-1})
$(\text{HTU})_{\text{oc}}$	“真实”传质单元高度(m)
$(\text{HTU})_{\text{ocd}}$	分散传质单元高度(m)
$(\text{HTU})_{\text{ocp}}$	表观传质单元高度(m)
K_{oc}	基于连续相总传质系数($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)
Pe_x	连续相 Peclet 准数

Pe_c	分散相 Peclet 准数
u_c	连续相流速($m \cdot s^{-1}$)
u_d	分散相流速($m \cdot s^{-1}$)
ϕ	柱内总存留分数

参 考 文 献

1. Smoot, I. D., Babb, A. L., Ind. Eng. Chem Fund., 1962, 1:93
2. Miyaucher, T. and Vermeulen, T., T&EC Fundam., 1963, 2:113
3. 雷夏, 费维扬, 沈忠耀, 汪家鼎. 化工学报, 1982(4):368
4. 骆广生, 费维扬, 汪家鼎. 化工学报, 1994, 45(5):567
5. Luo G. S., Fei W. Y. and Wang J. D., Proc. of ISEC' 96, Vol. 2, Melbourne, Australia, 1996:1215

A study of Mass Transfer Characteristics in Pulsed Sieve Plate Extraction column -Apparent Height of Transfer Unit

Luo Guangshen Fei Weiyang Wang Jiadin Li Hongbo
(Department of Chemical Engineering, Tsinghua University
Beijing 100084, China)

Abstract The mass transfer characteristics in a pulsed sieve plate extraction of 150mm in diameter equipped with standard sieve plate cartridge were studied with water- HNO_3 -30%TBP (in kerosene) as a working system and heavy phase as the continuous phase. The stimulus-response method was used for data collection and for parameter estimation. Based on the dynamic mass transfer model and on the coefficients of mass transfer and axial mixing by the stimulus-response method, the concentration profile along the height of the column was predicted, then the apparent height of transfer unit

and dispersed height of transfer unit were calculated and correlated by empirical equations. The results are in good agreement with those evaluated by the steady concentration profile method.

Key words Pulse sive plate extraction column mass transfr stimu-
lus-response method

“分散-聚合”型脉冲筛板萃取柱 两相流动特性的研究

李洪波 骆广生 费维扬 汪家鼎

(清华大学化学工程系 北京 100084)

摘 要 本文在 $\Phi 150\text{mm}$ 的“分散-聚合”型脉冲筛板萃取柱中,以 30% TBP(煤油)- HNO_3 - H_2O 为实验体系,对萃取柱内存留分数进行了研究,讨论了两相流速及脉冲强度的影响,得到了流体力学的关联式。

关键词 脉冲筛板萃取柱 两相流 分散-聚合

1. 前 言

溶液萃取技术广泛应用于原子能,湿法冶金,石油化工,医药和废水处理等工业^[1,2]。脉冲筛板萃取柱是一种重要的逆流微分萃取设备,具有效率高,体积小,易于操作和控制,无运动部件,安全等优点。自本世纪 30 年代发明以来^[3],得到了广泛的应用。

有关柱式萃取设备已有的研究表明,分散相液滴在萃取柱内的不断分散,聚合,造成传质表面的不断更新,可以有效的提高萃取柱的传质效率。据此在脉冲筛板萃取柱标准板段内,每隔一定距离安装一促进分散相聚合的再分布板(亦称为聚合板),可能是一种提高传质效率的很好的方法。该种柱型称为“分散-聚合”型脉冲筛板萃取柱。前人^[4]在 $\phi 40\text{mm}$ 的“分散-聚合”板脉冲萃取柱内对流动特性和传质性能进行了研究,认为这种新型的脉冲筛板萃取柱与标准板脉冲柱相比,可提高柱子的处理能力 50% 左右,柱效率可提高 20%。在大柱径的条件下的流动特性和传质性能则有待于进一步研究。本文是在前人研究工作的基础上,研究 $\phi 150\text{mm}$ 的“分散-聚合”型脉冲筛板萃取柱的两相流动特性。