

萃取塔的操作和萃取传质单元高度的测定实验

一、实验目的

1. 了解液-液萃取设备的一般结构和特点；
2. 掌握液-液萃取塔的操作方法；
3. 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。

二、实验原理

(一) 液-液萃取过程和设备的特点

分离液体混合物用的单元操作除蒸馏外，应用较广的就是萃取。它是利用液体各组分在溶剂中溶解度的差异，以分离液体混合物，其基本过程如图 1 所示。

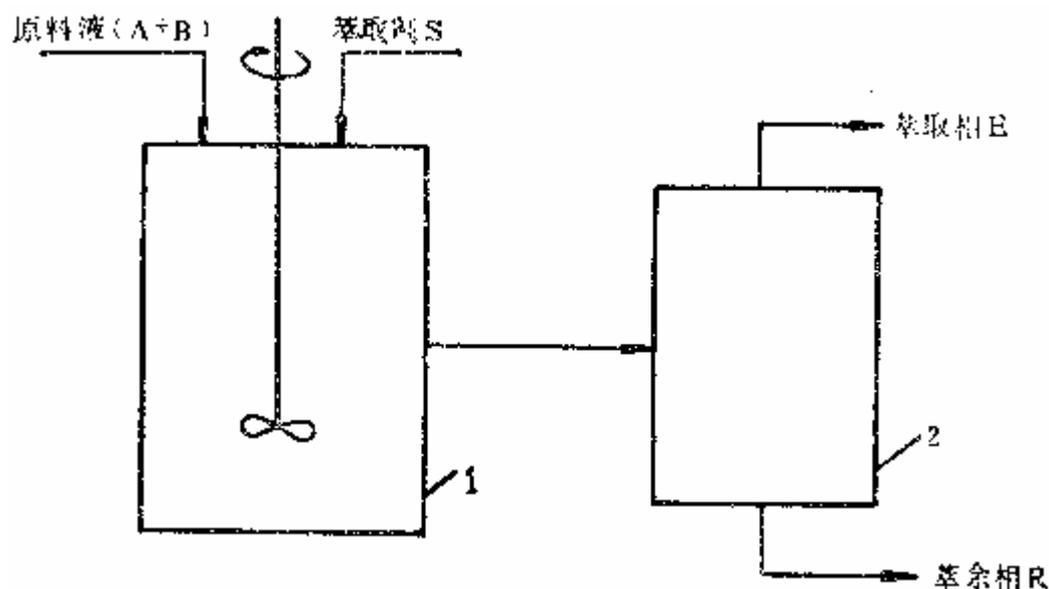


图 1 萃取过程原理图

原料液中含有溶质 A 和溶剂 B，为使 A 与 B 尽可能地分离完全，需选择一种溶剂，称为萃取剂 S，要求它对 A 的溶解能力要大，而与原溶剂（或称为稀释剂）B 的相互溶解度愈小愈好。萃取的第一步是使原料液与萃取剂在混合器中保持密切接触，溶质 A 将通过两液相间的界面由原料液向萃取剂中传递；在充分接触、传质之后，第二步是使两液相在分层器中因密度的差异而分为两层。其一以萃取剂 S 为主，并溶有较多的溶质，称为萃取相；另一以原溶剂 B 为主，还

含有未被萃取完的部分溶质，称为萃余相。若溶剂 S 和 B 为部分互溶，则萃取相中还含有 B，萃余相中亦含有 S。当萃取相和萃余相达到相平衡时，则称上图中的设备为一个理论级。

萃取相和萃余相都是均相混合液，为了得到产品 A，并回收溶剂 S 供循环使用，还需对它们作进一步的分离，通常是应用蒸馏；当溶质很难挥发时，也可用蒸发。

由上可知，为了分离液体混合物，萃取的过程比蒸馏要复杂，但在遇到以下情况时，直接用蒸馏却不一定经济合理。

1. 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。

2. 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”。

3. 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。

近年来，由于能源紧缺，能够节约热耗的萃取过程得到较快的发展；要求对资源能够充分（如湿法冶金使许多贫矿的开采和稀散金属的提取成为可行），和治理环境污染（如废水脱酚）等，也使得萃取的应用日益广泛。

液-液传质过程和气-液传质过程均属于相际传质过程，这两类传质过程既有相似之处，又有明显差别。在液液系统中，两相间的密度差较小，界面张力也不大，所以从过程进行的流体力学条件看，在液液接触过程中，能用于强化过程的惯性力不大，同时已分散的两相，分层分离能力也不高。因此，对于气-液相分离效率较高的设备，用于液-液传质就显得效率不高。为了提高液-液传质设备的效率，常常需要采用搅拌、脉动、振动等措施来补加能量。为使两相分离，需要分层段，以保证有足够的停留时间，让分散的液相凝聚。

（二）液-液萃取塔的操作

1. 分散相的选择

在萃取过程中,为了使两相密切接触,其中一相充满设备中的主要空间,并呈连续流动,称为连续相;另一相以液滴的形式,分散在连续相中,称为分散相。确定哪一相作为分散相,对设备的操作性能和传质效率会有显著影响。分散相的选择可通过实验室实验或工业中试验确定,也可以根据以下原则考虑:

(1) 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。

(2) 应充分考虑界面张力变化对传质面积的影响,对于正系统($\frac{d\sigma}{dx} > 0$),即系统的界面张力随溶质浓度增加而增加的系统,当溶质从液滴向连续相传递时,液滴的稳定性较差,容易破碎,而液膜的稳定性较好,液滴不易合并,所以形成的液滴平均直径较小,相际传质面积较大;当溶质从连续相向液滴传递时,情况刚好相反。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。

(3) 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。

(4) 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。

(5) 此外,从成本、安全考虑,应将成本高的、易燃、易爆的物料作为分散相。

2. 液滴的分散

液滴的尺寸大小,不仅关系到相际传质面积,而且影响传质系数和萃取塔的通量。在将分散相液体分散为液滴时,必须要充分考虑到这两方面的因素。

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:

$$a = \frac{6\phi_d}{d_p} \quad (1)$$

式(1)中

a ——萃取塔内单位体积液体所具有的相际传质面积， m^2/m^3 ；

φ_d ——分散相的滞液率；

d_p ——液滴平均直径， m 。

可见，相际接触面积与液滴直径成反比，液滴尺寸愈小，相际接触面积愈大，传质效率越高。

根据双膜理论，萃取过程的传质系数可表示为

$$K_G = \frac{1}{\frac{1}{k_c} + \frac{k_A}{k_d}} \quad (2)$$

式中 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。

通常，由于两相的密度差小，两相的相对运动速度也较小，因而液滴的滴外和滴内传质分系数也不大。

在萃取塔内，由于液滴与连续相的相对运动，界面上的摩擦力会诱导液滴内产生环流，而滴内环流的存在能显著地提高滴内传质分系数。当运动方向相反的流体质点在液滴表面上碰撞时，会引发界面骚动现象，这种现象能增强两相在液滴表面附近的湍动程度，减少传质阻力，提高滴外传质分系数。

一般情况下，液滴内的环流和界面骚动现象都与液滴直径大小有密切关系。较小的液滴，固然相际接触面积较大，有利于传质，但当液滴尺寸过小时，其滴内循环消失，液滴的行为趋于固体球，从而使传质系数下降，对传质不利。

另外，萃取塔内所允许的连续相极限速度（即液泛速度）与液滴的运动速度有关，而液滴的运动速度又与液滴的尺寸有关。一般较大的液滴，塔的泛点速度也较高，萃取塔允许有较大的通量；相反液滴较小，塔的泛点速度较低，萃取塔允许的通量也较小。

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。

3. 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。

4. 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。这一速度即称为再萃取塔的液泛速度。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。

5. 萃取塔的操作

萃取塔在开车时, 应首先在塔中注满连续相液体, 然后开启分散相阀门, 使两相液体在塔中接触传质, 分散相液滴必须凝聚后才能自塔内排出。因此, 当轻相作为分散相时, 应使分散相在塔顶分层段凝聚, 在两相界面维持适当高度后, 再开启分散相出口阀门, 使轻相液体从塔内排出。同时, 依靠重相出口的 U 形管自动调节界面高度。当重相作为分散相时, 则分散相液滴在塔底的分层段凝聚, 两相界面应维持在塔底分层段的某一位置上。

(三) 萃取塔传质单元高度

与精馏、吸收等气液传质过程类似, 在萃取过程的设计计算中, 一般将所需的塔板数或塔的传质高度分别用理论级(板)与板效率或传质单元数与传质单元高度来表示, 对于转盘塔、振动塔、填料塔等这类微分接触的传质设备, 通常多采用传质单元数与传质单元高度来计算

$$H = H_{od} N_{od} = H_{oc} N_{oc} \quad (3)$$

$$\text{其中 } H_{od} = \frac{G_d}{K_{da} A}, H_{oc} = \frac{G_c}{K_{ca} A} \quad (4)$$

$$N_{od} = \int_{x_2}^{x_1} \frac{dx}{x - x^*} \quad N_{oc} = \int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y - y^*} \quad (5)$$

式 (3) (4) (5) 中

H ——萃取塔的有效传质高度, m;

H_{od}, 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/kg ;

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 ;

A ——塔截面面积, m^2 。

在推导这些公式时,是认为两流体完全作平推式逆流流动,并没有考虑到实际存在的“返混”影响。返混是指在流体沿主流方向运动的同时,由于涡流、搅拌等原因,使一部分流体沿相反方向运动的现象。返混使得浓度较高处的流体为低浓度流体所稀释,低浓度流体也为高浓度流体所增浓,因而使传质的推动力减小。在萃取塔中轴向返混的影响较大,而且只要操作条件、设备结构、物性的变动较大,就应给予考虑并校正计算。萃取塔中分散相的液滴大小是不均匀的,小的液滴可为连续相所夹带而产生返混;即使不被夹带的较大液滴,也因大小不同而使通过塔的速度不同,也属于一种返混。连续相在流动中的回流、与器壁摩擦而造成的流速不匀等,也是返混的表现。这些在计算时都需考虑,但相关知识还

比较缺乏，往往要进行专门的试验。

对于稀溶液， N_{od} 或 N_{oc} 可用对数平均推动力法计算

$$\Delta X_m = \frac{(x_1 - x_1^*) - (x_2 - x_2^*)}{\ln \frac{x_1 - x_1^*}{x_2 - x_2^*}}, \quad \Delta Y_m = \frac{(y_1 - y_1^*) - (y_2 - y_2^*)}{\ln \frac{y_1 - y_1^*}{y_2 - y_2^*}} \quad (6)$$

$$N_{od} = \frac{x_1 - x_2}{\Delta X_m}, \quad N_{oc} = \frac{y_1 - y_2}{\Delta Y_m}$$

物系的相平衡关系可近似用直线关系来表示

$$y^* = mx, \quad \text{或} \quad x^* = \frac{y}{m} \quad (7)$$

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

$$G_d(x_1 - x_2) = G_c(y_1 - y_2) \quad (8)$$

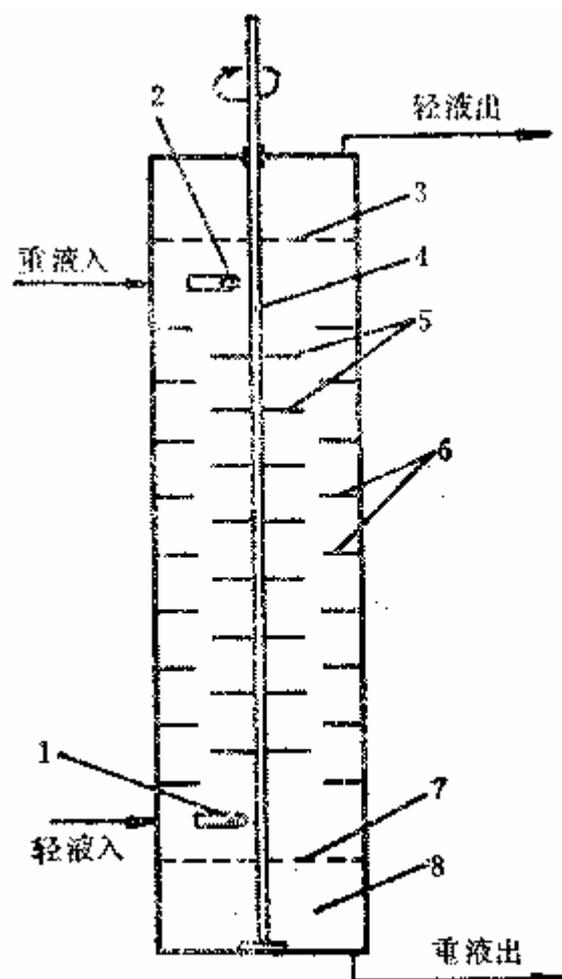
H_{od} 、 N_{od} 或 H_{oc} 、 N_{oc} 是萃取设计中两个重要的参数。其中， N_{od} 或 N_{oc} 是表示工艺上分离难易程度的参数， N_{od} 或 N_{oc} 大，说明物系难分离，需要较多的塔板数或较高的萃取高度； H_{od} 或 H_{oc} 是表示萃取设备传质性能优劣的参数，主要反映了设备结构、两相的物性、操作因素以及外加能量大小的影响。

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

$$H_{od} = \frac{H}{N_{od}} \quad \text{或} \quad H_{oc} = \frac{H}{N_{oc}} \quad (9)$$

(四) 萃取塔结构

本实验所用装置为转盘萃取塔，其结构示意图如下。



转盘萃取塔

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

图 2 转盘萃取塔结构示意图

在塔的内壁上从上到下装设一组等距离的固定环，塔的轴线上装设中心转轴，轴上固定着一组水平圆盘，每个转盘都位于两相邻固定环的正中间。操作时，转轴由电动机驱动，连带转盘旋转，使两液相也随着转动。两相液流中因而产生相当大的速度梯度和剪切应力，一方面使连续相产生旋涡运动，另一方面也促使分散相的液滴变形、破裂及合并，故能提高传质系数，更新及增大相界面积。固定环则起到抑制轴向返混的作用，使旋涡运动大致被限制在两固定环之间的区域。转盘和固定环都较薄而光滑，故液体中不至于有局部的高应力区，易于避免乳化现象的产生，有利于轻重液相的分离。

由于转盘能分散液体，故塔内无需另设喷洒器。只是对于大直径的塔，液体

宜顺着旋转方向从切线进口引入，以免冲击塔内已经建立起来的流动状况。塔的顶段和底段各装置一层固定的栅板，以使塔顶、底澄清区与转盘的影响相隔离。

转盘塔主要结构参数间的关系一般在下述范围内：

$$\text{塔径/转盘直径} = 1.5 \sim 2.5$$

$$\text{塔径/固定环开孔直径} = 1.3 \sim 1.6$$

$$\text{塔径/盘间距} = 2 \sim 8$$

最重要的操作参数和设计参数是转速。转速偏低，输入的机械能不足以克服界面张力，传质性能得不到明显的改善；转速偏高，不仅消耗的机械能量大，而且由于分散相的液滴很细，澄清很漫，使塔的生产能力会明显下降；转速过高，分散相将过于细小而乳化，塔的操作会被破坏。适宜的转速主要取决于物系的性质和转盘的大小，也与上述结构参数有关。重要的物性有界面张力、密度差和两液体的施米特准数等。显然，界面张力或密度差愈大，适宜的转速和所需的功率也愈大。

(五) 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 ，即可由式(6) (9) 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） 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。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：

$$N_{ben} = N_{OH} V_{OH} \div V_{油}$$

$$X = N_{ben} M_{ben} \div \rho_{油}$$

其中 N_{OH} ——NaOH 标准溶液的浓度，mol/ml；

V_{OH} ——分析消耗的 NaOH 溶液的平均体积，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；

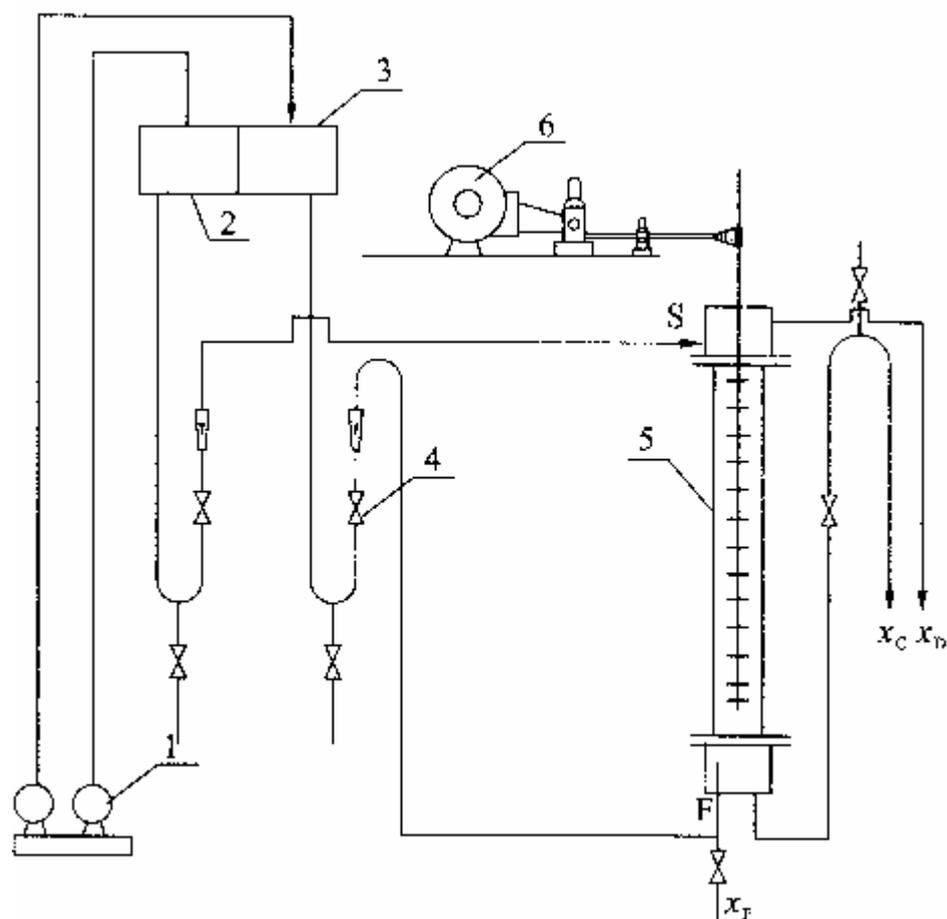
X ——分散相中溶质的质量分数。

测试数据经记录、处理（参见后面的数据记录表）后，

三、实验装置及流程

主要参数

塔体总高度 (H_T)	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 (D_T)	75 mm	D_R / D_T	0.507
转盘直径 (D_R)	38 mm	D_S / D_T	0.667
固定环直径 (D_S)	50 mm	Z_C / D_T	0.320
转盘间距 (Z_C)	24 mm	塔有效段总体积	$3025 \times 10^3 \text{mm}^3$



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

图 3 液-液萃取塔传质单元高度测定实验装置流程

四、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 $V_{校} = \sqrt{\frac{1000}{800}} V_{测}$ 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

五、实验数据记录

表一、液-液转盘萃取塔传质单元测定实验原始数据

连续相流量 G_c ____ L/h，分散相 G_d ____ L/h，萃取塔有效传质高度 H ____ m

序号	转盘 转速 N	分析 x_1 所消耗的 NaOH 标准溶液 (ml)				分析 x_2 所消耗的 NaOH 标准溶液 (ml)			
		1	2	3	平均	1	2	3	平均
1									
2									
3									
4									
5									

六、实验数据处理与讨论

表二、液-液转盘萃取塔传质单元测定实验处理数据

序号	N	x_1	x_2	y_1	N_{od}	H_{od}
1						
2						
3						
4						
5						

(1) 在直角坐标纸上作出 $H_{od} - N$ 的曲线图。

(2) 讨论随 N 的不同, H_{od} 的变化趋势, 并作出分析。

七、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“II”形管? “II”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?