

超重力技术应用于萃取结晶回收碳酸钠的研究

潘红霞, 刘有智, 祁贵生, 王张卿

(中北大学山西省超重力化工工程技术研究中心, 山西 太原 030051)

摘要: 研发了一种将撞击流反应器和旋转填料床有机耦合所形成的一种新的反应器——撞击流旋转填料床 (IS-RPB), 并将 IS-RPB 应用于萃取结晶回收无机盐的实验研究中, 以饱和碳酸钠溶液-正丁醇体系为研究对象, 分别考察了超重力因子、正丁醇与碳酸钠溶液流量比、撞击初速度等因素对碳酸钠收率的影响。实验结果表明超重力因子为 98.80, 正丁醇与碳酸钠溶液体积流量比为 1:1, 撞击初速度为 8.85 m/s 时, 碳酸钠的收率最高达到 72.08%。

关键词: 撞击流旋转填料床; 萃取结晶; 碳酸钠; 正丁醇

中图分类号: TQ420.66

文献标识码: A

文章编号: 0253-4320(2010)11-0076-03

Study on extraction crystallization for recovery of sodium carbonate by high gravity technology

PAN Hong-xia, LIU You-zhi, QI Gui-sheng, WANG Zhang-qing

(Research Center of Shanxi Province for High Gravity Chemical Engineering and Technology, North University of China, Taiyuan 030051, China)

Abstract: A new reactor of impact flow rotating packed bed is presented, which is formed by the impinging stream reactor and rotation packed bed (IS-RPB). IS-RPB is applied to recovery inorganic salt with extraction crystallization process and with saturated sodium carbonate solution-butanol system as research object. The influence factors on the yield of sodium carbonate are investigated, which include high-gravity coefficient, the ratio of *n*-butanol and sodium carbonate, the initial velocity of impinging. The experimental result show that when the gravity factor is 98.80, the volume flow ratio of *n*-butanol to sodium carbonate solution is 1:1, the initial impinging velocity is 8.85 m/s, the yield of sodium carbonate can be up to 72.08%.

Key words: IS-RPB; extraction crystallization; sodium carbonate; *n*-butanol

萃取是指 2 个完全不相溶或部分不相溶的液相或溶液接触后, 一个液相中的溶质经过物理或化学作用转移到另一个液相或在两相中重新分配的过程, 属于分离和提纯物质的重要操作单元之一^[1]。萃取多用于分离一般精馏方法不能分离或很不经济的恒沸物、精馏过程中能耗很大的稀溶液、热敏性物质等。结晶是指由蒸汽从溶液或熔融物中析出固态晶体的操作。萃取结晶是通过向饱和盐水溶液中加入一种有机萃取剂, 利用该萃取剂与水的互溶性使盐结晶分离出来。Scott Lynn 等^[2]通过实验发现丙酮、2-丙醇、叔丁醇等有机溶剂能将硫酸钠或亚硫酸钠浓溶液中的水萃取出来, 从而使无机盐析出; Angel Carton 等^[3]研究了用三乙胺或二异丙胺萃取 Li₂SO₄ 或 LiF 饱和溶液中的水达到无机盐析出的效果, 王建成^[4]对 KCl 和 K₂SO₄ 溶液做了萃取结晶的研究。

撞击流 (Impinging Streams, IS) 是由前苏联学者 Elperin^[5] 于 1961 年首先提出; 但其应用可追溯到 20 世纪 50 年代初开发的 Koppers-Totzek 粉煤气化炉^[6]。撞击流最初是指通过 2 股气-固两相流高速

相向流动撞击, 在撞击瞬间达到极高的相间相对速度, 2 股高速两相流撞击的结果就形成了高度湍动、颗粒浓度最高的撞击区, 从而为强化热、质传递提供了极好的条件, 从而极大地强化相间传递^[7]。20 世纪 90 年代撞击流的应用开发有了突飞猛进的变化, 一度被应用于制取超细粉体、燃烧、干燥、固体颗粒的粉碎和研磨、吸收等方向, 并取得了很好的效果。旋转填料床 (RPB) 是 20 世纪 60 年代提出的一种强化气 (汽)-液体系传递过程的装置, 属于一种被人们所熟知的并且得到广泛研究和应用的超重力装置。其原理是在高速旋转产生的离心力场作用下采用极高的相对速度, 从而大大强化相间传递。

在撞击流反应器的作用下相向碰撞的液体形成一个较窄的高度湍动区, 然而在撞击面的外沿处其湍动速度明显减弱, 其传递率减小。IS-RPB 则可以使物料撞击以后以高速进入旋转填料床内, 通过转子后被旋转填料粉碎成为独立的液膜、液滴、液丝, 这些液体微元再聚并, 再分散, 并且这些过程是瞬间完成的并且混合完全均匀, 使得撞击以后没有完全混合的边缘部分能得到充分的混合。IS-RPB

收稿日期: 2010-06-22

基金项目: 中北大学青年科学基金资助项目 (2008)

作者简介: 潘红霞 (1983-), 女, 硕士生, baobei9840@163.com; 刘有智 (1958), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 长期从事超重力技术理论及应用研究, 通讯联系人, 0351-3921986, liuyz@nuc.edu.cn。

的独特混合机理能使液体微团在设备内达到微米级水平。同时它还具备了传质强度高、通过强度高、停留时间短等特点,在许多由传递过程控制的化工过程,如干燥、混合、吸收、解吸、萃取、精馏、乳化在内的单元操作,有广阔的应用前景^[8]。

1 实验原理及流程

影响 IS-RPB 微观混合效果的因素依据其显著性排序为:超重力因子、撞击角度、直径、浓度、流量、体积比、间距。直径和流量的作用效果即为撞击初速对于同一台撞击流旋转器撞击角度是不变的,因而本实验考察因子即为超重力因子和撞击初速度。为保证液-液两相间充分混合达到较好的传质效果,撞击初速度需控制在 5~20 m/s,超重力因子在 15~500^[8]。

1.1 实验原理

本实验用正丁醇萃取结晶饱和碳酸钠溶液,其原理是依据正丁醇与水分子有较强的相互作用,用正丁醇能将碳酸钠溶液中的水萃取出来,从而使碳酸钠从过饱和水溶液中结晶析出。

1.2 表征方法

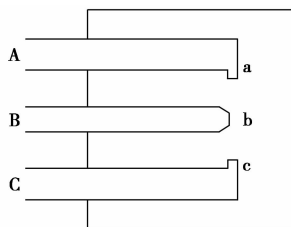
以碳酸钠的收率表征萃取结晶的效果,待结晶完成后,通过真空抽滤,干燥后称出晶体质量 W ,则碳酸钠的收率 η 可表示为:

$$\eta = W/W_0 \times 100\% \quad (1)$$

式中 W_0 为所取原碳酸钠饱和液中所含碳酸钠的质量。

1.3 工艺流程及实验方法

该实验中 IS-RPB 为实验主要设备,由于正丁醇萃取结晶碳酸钠溶液过程中,量的配比是 1 个很重要的参考因素^[9],实验中使用的是图 1 所示的撞击流-旋转填料床,实验时将会有等量的正丁醇和碳酸钠溶液从喷嘴 a 与喷嘴 c 喷出进行对撞,同时在喷嘴 b 将会有补偿正丁醇从侧向垂直喷出与 a、c 2 个喷嘴喷出的液体再次撞击混合,从而实现不同

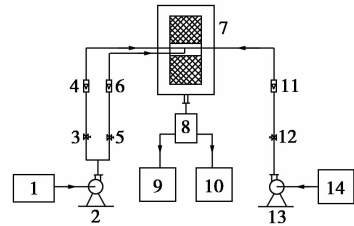


A、B—正丁醇进液口;C—碳酸钠溶液进液口;
a、b—正丁醇喷嘴;c—碳酸钠溶液喷嘴

图1 三喷嘴撞击流液体分布器结构图

配比下的萃取效果^[10]。

本实验 IS-RPB 装置的壳体外径 200 mm,丝网填料外径 160 mm,内径 70 mm,填料厚度 60 mm,转速 0~1 600 r/min,液体分布器喷嘴直径为 2 mm,进液管直径为 4 mm,撞击夹角为 180°,撞击间距 2 cm。实验以正丁醇为萃取剂萃取结晶碳酸钠溶液的流程图如图 2 所示。



1,9,10,14—储槽;2,13—离心泵;3,5,12—阀门;
4,6,11—流量计;7—IS-RPB;8—液-液分离器

图2 IS-RPB 萃取结晶碳酸钠溶液流程图

IS-RPB 萃取过程的混合阶段是连续的,其分相操作则是间歇性的。依据分离目的,可将萃余相回收或排放,萃取相则可以进行反萃取,从而达到萃取剂循环使用,以降低生产成本。

2 结果与讨论

2.1 超重力因子对收率的影响

调节超重力因子为 55.58、68.61、83.02、98.80、115.95、134.48 (即对应转子转速分别为 800、900、1 000、1 100、1 200、1 300 r/min),考察超重力因子对收率的影响,得到如图 3 所示的趋势图。

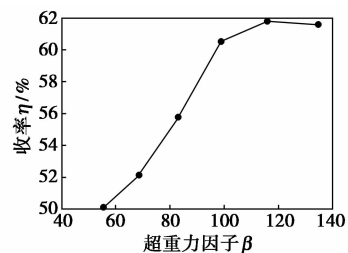


图3 超重力因子对收率的影响

由图 3 可知:随着超重力因子增大,转子转速的增加,收率逐渐增加,当超重力因子超过 98.80 (转速 1 100 r/min),收率增长缓慢。这主要是因为:液体在 IS-RPB 旋转中被填料多次切割,使液体反复经历破碎、重组。因而提高转速增加了填料的切割次数,提高了收率。但当转速超过 1 100 r/min 后,由于转子转速过大产生的离心加速度加大,液滴在填料床中的停留时间缩短,可能出现液液未充分

混合吸收就被甩出,从而导致收率不再明显随超重因子增加而增加了。在力求节能降耗并有比较高的收率的情况下,本实验选取超重因子为 98.80 时(即转子转速为 1 100 r/min)为最佳试验点。

2.2 正丁醇与碳酸钠溶液流量比对收率的影响

固定超重因子为 98.80 即转子转速为 1 100 r/min,撞击初速度为 7.08 m/s 即正丁醇、碳酸钠液体流量均为 80L/h,补偿正丁醇流量分别为 0、80、160、240、320 L/h,也即是正丁醇、碳酸钠溶液进液量之比分别为 1:1、2:1、3:1、4:1、5:1 的情况下,考察正丁醇、碳酸钠溶液进液量之比对收率的影响。

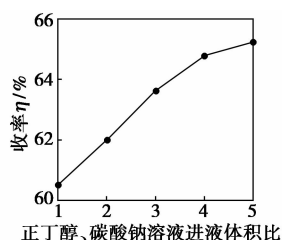


图4 正丁醇、碳酸钠溶液进液量之比对收率的影响

如图4所示,加入正丁醇是为了增大碳酸钠溶液的过饱和度,因而随着正丁醇与碳酸钠溶液的比的增大,体系里的正丁醇的量不断增加,导致碳酸钠溶液过饱和度越来越大,从而收率不断地增大,但是增加幅度很小。根据樊光友等^[9]研究的萃取结晶法回收碳酸钠的实验结果知:当正丁醇、碳酸钠溶液进料量体积配比从 1:1 增加到 5:1,其收率从 10% 增加到 90%。而本实验中正丁醇、碳酸钠溶液进液量之比对收率的影响不是很大,主要是因为本实验的主体设备所提供的良好的混合和高效的传质条件,使得在进液量为 1:1 的情况下就已经达到了普通实验装置的 3:1 的收率,实现了经济、高效、节能的效果。工业中可以依据萃取剂的价格来调节萃取剂和原料液的配比,以达到最佳经济效益。

2.3 撞击初速度对收率的影响

在固定超重因子为 98.80 即转子转速为 1 100 r/min,正丁醇、碳酸钠溶液进液量体积比为 1:1 的情况下,考察撞击初速度分别为 5.31、7.08、8.85、11.50、13.27 m/s 条件下撞击初速度对收率的影响。如图5所示。

由图5知:随着撞击初速度的增加,收率一直是呈逐渐增大的趋势。理论上认为撞击初速度的增大会导致进入旋转填料床内缘处的流体的速度增大,从而强化了填料内缘处的微观混合,提高了传质效

果,体现出了收率增大的现象。

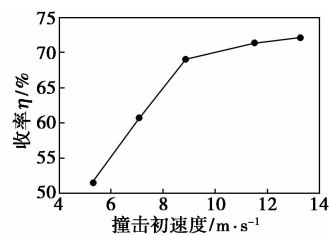


图5 撞击初速度对收率的影响

3 结论

(1)通过运用 IS-RPB 萃取结晶回收碳酸钠的实验,在节能降耗的同时达到了收率 72.08% 的不错的效果。证明了 IS-RPB 萃取结晶回收盐是可行的。

(2)实验中采用的是 IS-RPB 的单级萃取结晶,其收率还有待通过 IS-RPB 的多级萃取的研究以期提高,从而达到高收率的目的。

(3)IS-RPB 萃取过程的混合传质和分离是分开进行的,因而有效地控制了传统萃取设备的返混现象,从而展示了其工业化应用的良好前景。

参考文献

- [1] 陈敏恒,丛德滋,方图南,等. 化工原料[M]. 北京:化学工业出版社,2004.
- [2] Scott Lynn, Adriana L Schiozer, Wendy L Jaecksch. Recovery of anhydrous Na_2SO_4 from SO_2 -scrubbing liquor by extractive crystallization: Liquid-liquid equilibria for aqueous solutions of sodium carbonate, sulfate, and/or sulfite plus acetone, 2-propanol, or tert-butyl alcohol[J]. Ind Eng Chem Res, 1996, 35(11): 4236-4245.
- [3] Angel Carton, Silvia Bolado, Mar Marcos. Liquid-liquid equilibria or aqueous solutions of lithium sulfate or lithium formate and triethylamine or di isopropylamine [J]. J Chem Eng Data, 2000, 45: 260-264.
- [4] 王建成. 溶析结晶法分离水溶液中 KCl 的温度效应研究[J]. 山东轻工业学院学报, 1992, 6(4): 36-40.
- [5] Elperin I T. Transport Processes in Opposing Jets (Gas Suspension) [M]. Minsk: Science and Technol Press, 1972.
- [6] Pitt G J, Millward G R. Coal and Modern Coal Processing: An Introduction [M]. New York: Academic Press, 1979.
- [7] 伍沅. 撞击流: 原理·性质·应用 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2006.
- [8] 刘有智. 超重化工过程与技术 [M]. 北京: 国防工业出版社, 2009.
- [9] 樊光友, 刘有智, 祁贵生, 等. 萃取结晶法回收碳酸钠实验研究 [J]. 盐湖研究, 2009, 17(3): 44-47.
- [10] 王立达. 撞击流-旋转填料床制备乳化柴油的基础研究 [D]. 太原: 中北大学, 2006. ■