Экстракция

Методические указания к выполнению лабораторной работы по предмету „Химическая техника“

Ключевые слова и понятия, которые необходимо знать при защите лабораторной работы

- Экстрагирование
- Выщелачивание
- Перколяция
- Экстрагент
- Закон распределения
- Экстракт
- Рафинат
- Периодическое экстрагирование
- Непрерывное экстрагирование
- Противоточное экстрагирование
- Перекрестное экстрагирование

Ключевые слова и понятия, которые необходимо знать при защите лабораторной работы

- Треугольные диаграммы и изображение процессов на них
- Прямоугольные диаграммы и изображение процессов на них
- Конструкции экстракторов
- Флорентина
- Сифон
- Сосуд Мариотта
- Монтежю
- Уравнение рабочей линии противоточного процесса
- Уравнение рабочей линии перекрестного процесса
- Коэффициент массопередачи
- Движущая сила процесса
- К.п.д. экстракционного процесса

Экстракция

- Экстракция (от лат. Extraho-извлекаю)

  процесс полного или частичного выделения из раствора или твердого вещества компонета с помощью избирательного (селективного) растворителя-экстрагента, в котором этот компонент обладает лучшей растворимостью.

Экстракция

- Процесс экстрагирования основан на свойстве веществ, обладающих разными концентрациями, при соприкосновении взаимно диффундировать друг в друга.
- Процесс экстрагирования, как диффузионный процесс, подчиняется всем закономерностям диффузионных процессов и законам массопередачи.

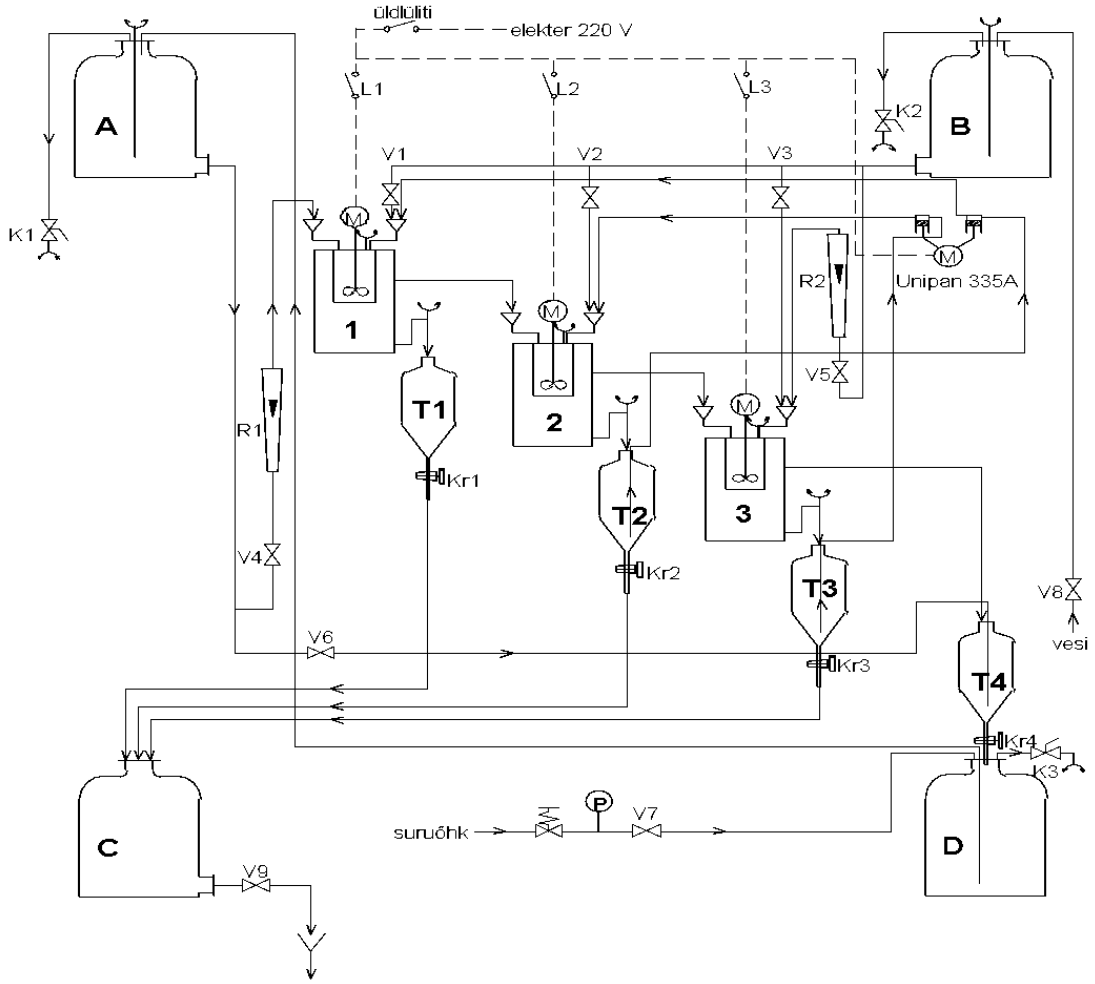
Процесс экстрагирования состоит из трех стадий:

1. Смешение исходной смеси веществ с растворителем - экстрагентом;
2. Разделение образовавшихся фаз путем использования любых методов разделения - отстаивания с последующей декантацией, центрифугированием, фильтрацией, добавлением веществ вызывающих расслоение (высаливание). В результате получают два продукта - экстракт и рафинад.
3. Удаление и регенерация растворителя из каждой образовавшейся фазы. Оно может осуществляется дистилляцией, ректификацией, сушкой, сублимацией и т.д.

Цель лабораторной работы:

- изучить принцип действия и устройство лабораторной экстракционной установки,
- провести экстрагирование модельной смеси при различных соотношениях потоков фаз в противоточном и/или перекрестном вариантах движения ,
- построить рабочие линии процесса для каждого режима,
- рассчитать значение коэффициента массопередачи и к.п.д. ступени и их зависимости от режима работы установки,
- сделать выводы из проведенной работы.

Схема экстракционной установки



Описание экстракционной установки

Лабораторная экстракционная установка представлена состоит из трех экстракторов (1,2,3) смесительно-отстойного типа с гравитационным разделением фаз и механическим перемешиванием, установленных в каскад.

В каждом экстракторе имеется внутренний объем с пропеллерной мешалкой, в который через воронки поступает разделяемая смесь и экстрагент.

Смесь интенсивно перемешиваются и образовавшаяся эмульсия через перфорированное днище под действием градиента уровней перетекает в объем отстойника, в котором происходит разделение эмульсии на легкую и тяжелую фазы.

Они отводятся из экстрактора по принципу флорентины - легкая фаза по верхнему трубопроводу, а тяжелая снизу через затвор постоянного уровня, препятствующего слив легкой фазы.

Описание экстракционной установки

Легкая фаза из сборника А через вентиль V4 и ротаметр R1 поступает в экстрактор 1, а из него перетекает в экстрактор 2 и затем в экстрактор 3 и, наконец, в воронку Т4, установленную на сборнике D - сборник рафинада.

Тяжелая фаза из сборника В через вентили V1, V2 и V3 при перекрестном варианте работы поступает в воронки каждого экстрактора и из них сливается в воронки Т1, Т2 и Т3.

Воронки снабжены шкалами, что позволяет с использованием секундомера определить расход жидкости, перекрыв краны Кr1, Кr2 и Кr3, а также отобрать пробы перед сливом экстракта в приемник С.

Шкалы воронок Т1 – Т3 должны быть предварительно откалиброваны при помощи мерного цилиндра.

Описание экстракционной установки

При противоточном режиме работы тяжелая фаза из сборника B через вентиль V5 и ротаметр R2 поступает в воронку экстрактора 3 и из него в Т3.

При закрытом Кr3 она начинает накапливаться в воронке Т3 и насосом Unipan 335A (правый цилиндр) перекачивается в приемную воронку экстрактора 2. Из него она сливается в воронку Т2 и при закрытом Кr2 начинает накапливаться в ней и тем же насосом (левый цилиндр) перекачивается в экстрактор 1.

Из экстрактора 1 экстракт через Т1 сливается в сборник С и далее через кран V9 сбрасывается в канализацию.

Описание экстракционной установки

Напорные сосуды А и В работают по принципу сосудов Мариотта, обеспечивая постоянство напора жидкости в системе. Это достигается тем, что часть жидкости, находящейся выше трубки сообщения с атмосферой, «подвешивается» вакуумом, который возникает в сосуде при потреблении из него жидкости. Поэтому отбор жидкости из сосуда обусловлен только высотой гидростатического столба ниже трубки сообщения с атмосферой и остается постоянным во время отбора выше расположенного объема и, следовательно, остается постоянным и ее расход.

Описание экстракционной установки

В нормально работающий сосуд Мариотта при отборе из него жидкости происходит непрерывный подсос воздуха - из трубки сообщения с атмосферой «пробулькивают» через жидкость пузырьки. Наполнение сосуда В тяжелой фазой (водой) производится из водопровода через вентиль V8. Предварительно необходимо сообщить сосуд с атмосферой, открыв клапан К2 (поднять рычаг К2 и установить его нормально к поверхности). По заполнении сосуда водой закрыть V8, а затем К2, прижав рычаг к поверхности.

Описание экстракционной установки

Наполнение сосуда А легкой фазой осуществляется из сосуда D по принципу монтежю. Для этого необходимо открыть клапан К1 (установить рычаг перпендикулярно поверхности щита), закрыть клапан К3, поставив его рычаг параллельно поверхности щита, и закрыть кран Кr4.

Затем подключить шланг сжатого воздуха к штуцеру редуктора, открыть кран на магистрали сжатого воздуха, включить при необходимости компрессор лаборатории.

Манометр у редуктора должен показывать давление 0,3-0,4 ати.

Открыть вентиль V7 и наблюдать передавливание жидкости из сборника D в приемник А.

Описание экстракционной установки

Внимание!

Нельзя из D передавливать всю жидкость, т.к. при этом при опорожнении сосуда D сжатый воздух попадет в сосуд A и создает в нем избыточное давление, которое начнет выбрасывать жидкость из A по трубке Мариотта в атмосферу.

Если подобное произойдет, надо немедленно открыть К3 - сбросить давление в сосуде и закрыть V7.

Это же следует сделать при завершении передавливания жидкости.

Затем закрыть клапан К1 и открыть кран Kr4.

Описание экстракционной установки

В настоящей лабораторной работе в качестве легкой фазы используется ламповое масло (углеводород), в котором растворена ледяная уксусная кислота с концентрацией 99% в количестве около 7 г/л.

Масло циркулирует в системе. В него по мере надобности добавляется экстрагируемая водой уксусная кислота. Она вводится в систему по расчету через Т4 перед передавливанием раствора из D в А.

Начальная концентрация исходного раствора устанавливается из пробы, сливаемой через V6 в Т4.

Для отбора пробы конец трубки вынимается из Т4.

Пуск установки

Порядок операций определяется состоянием установки к моменту пуска.

Если установка была ранее остановлена правильно, то в сосудах А и В имеется минимальный запас жидкости, в каждом экстракторе уровень тяжелой фазы находится на высоте 3-4 см от дна сосуда, а легкой фазы располагается под дном смесительной камеры.

Пуск установки

В этом случае:

1) через Т4 по указанию преподавателя (или расчету по данным предыдущих работ) вводится необходимое количество уксусной кислоты, подключается система сжатого воздуха, открывается К1, закрывается Кr4 и К3, открывается V7 и масло передавливается из D в А. Затем закрывается V7 и К1, открывается Кr4 и К3.
2) Открывается К2 и V8. По заполнении сосуда В водой V8 и К2 закрываются.
3) Через VI, V2 и V3 в каждый экстрактор подается легкая фаза в количестве, необходимом для подъема уровня легкой фазы до переливной трубки.
4) Открывается V4 и устанавливается по ротаметру R1 заданный расход легкой фазы. Наблюдают ее переток из экстрактора в экстрактор.
5) Включаются тумблер L1, L2 и L3 и общий выключатель.

Устанавливается режим работы установки:

А. Режим противотока.

Через вентиль V5 по ротаметру R2 устанавливается заданный расход тяжелой фазы.

Закрываются краны Kr2 и KrЗ и включаются насосы Unipan 335A.

Наблюдается перекачивание жидкости из Т3 в экстрактор 2 и из Т2 в экстрактор 1, при этом в Т2 и Т3 жидкость не должна накапливаться.

Вся поступающая жидкость должна перекачиваться.

Отбираются пробы легкой фазы перед экстрактором 1 - (x1) и после экстрактора 3 (xз), а также тяжелой фазы из экстрактора 1 - (y1).

При завершении режима выключается насос и закрывается V5.

В. Режим перекрестного тока

Необходимо помнить, что отбор проб должен осуществляться при установившемся, стационарном, режиме работы установки, когда все потоки стабилизированы во времени и не наблюдается изменения уровней фаз в экстракторах.

Для достижения динамического равновесия необходимо, чтобы через аппарат прошло 3х кратное количество (объем) каждой фазы.

B. Режим перекрестного тока

Закрываются краны Kr1, Kr2 и KrЗ, открываются последовательно VI, V2 и VЗ. Наблюдается поступление жидкости в Т1, Т2 и ТЗ. По секундомеру устанавливается ее расход при помощи шкал на воронках.

При установленном расходе открываются Kr1, Kr2 и KrЗ. Отбираются пробы легкой фазы (рафината) перед экстракторами и у воронки Т4 - (х1, х2, хз, х4) и тяжелой фазы (экстракта) после воронок Т1, Т2 и ТЗ -(у1, уг, уз)

(Возможно ограничиться определением только х1 х4, у1 у2, у3)

B. Режим перекрестного тока

При завершении работы закрывается вентиль V4, выключаются мешалки, начиная с первого экстрактора, объем легкой фазы доводится примерно до 50 мм по шкале путем подачи воды через вентили VI, V2 и V3. Затем закрываются все краны и установка отключается от энергопитания.

Если в экстракторах останется больший слой легкой фазы, то он может полностью вытеснить тяжелую фазу и попасть в емкость C, откуда ее придется улавливать и возвращать в D.

Анализ отобранных проб

Концентрация экстракта определяется титрованием 0,1 N NaOH по фенолфталеину.
Концентрация неводной фазы устанавливается методом обратного титрования. Для этого к точному количеству легкой фазы добавляют в избытке точное количество титрованного раствора NaOH, избыток которого оттитровывают 0,1 N HC1 по метилоранжу. В результате получают концентрации в г-экв/л, однако, в процессах экстракции обычно используют концентрации в

$$\frac{кг \cdot экстрагируемого \cdot вещества \cdot в \cdot фазе}{кг \cdot инертного \cdot вещества \cdot в \cdot фазе}$$

Анализ отобранных проб

Так как в настоящей работе концентрации в фазах весьма незначительны и их количество в процессе фактически не изменяется, то имеется возможность относить концентрации ко всей фазе, учитывая молекулярную массу CH3COOH и плотность легкой фазы 753 кг/м3. Плотность водной фазы принимается 1000 кг/м3.

По экспериментальным данным равновесие в системе масло - уксусная кислота – вода определяется значениями, приведенными в таблице 1.

Анализ отобранных проб

Таблица 1
Равновесие концентраций в системе масло – CH3COOH – H2O в г. экв/л

Масло x	**0,0433**	**0,0304**	**0,0277**	**0**
Вода y	**0,2844**	**0,135**	**0,0684**	**0**

Для перевода этих значений в кг/кг необходимо их умножить на M/ρ т.е. 0,0797 для масла и на 0,06 для водной фазы. В этом случае равновесная зависимость аппроксимируется уравнением

$$y = 365{,}7 \cdot x^{1{,}78}$$

Расчет процесса экстракции

Расчет процесса экстракции

Для упрощения расчетов считаем, что чистый экстрагент S и растворитель исходного раствора А взаимо нерастворимы и их количество на ступенях не изменяется. При выражении составов фаз в относительных концентрациях, отнесенных к 1 кг чистого растворителя, уравнение материального баланса по экстрагируемому компоненту В для установки при противотоке будет

$$A(\overline{X}_0 - \overline{X}_n) = S(\overline{Y}_1 - \overline{Y}_s)$$

где **A** - количество легкой фазы (исходного раствора),
S - количество тяжелой фазы (экстрагента),
X0 и **Xn** - концентрации компонента начальное и конечное в легкой фазе,
Y1 и **Ys** - конечная и начальная концентрация тяжелой фазы.

Расчет процесса экстракции

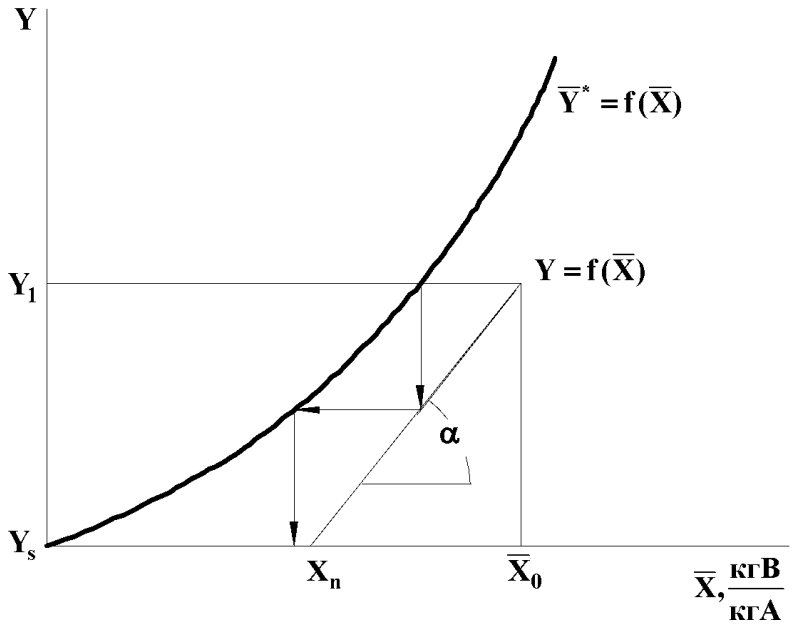
Откуда уравнение рабочей линии может быть записано

$$\overline{Y}_n = \frac{A}{S}(\overline{X}_{n-1} - X_0) + \overline{Y}_1$$

где **A** - количество легкой фазы (исходного раствора),
S - количество тяжелой фазы (экстрагента),
X0 и **Xn** - концентрации компонента начальное и конечное в легкой фазе,
Y1 и **Ys** - конечная и начальная концентрация тяжелой фазы.

Она изображается прямой с тангенсом угла наклона $tg\alpha = \frac{A}{S}$ и проходит через точки *a* ($\overline{X_0}, \overline{Y_1}$) в пределах от $\overline{X_0}$ до $\overline{X_n}$

Изображение процесса противоточной экстракций на диаграмме



Построение «ступенек» между $\overline{Y}^* = f(\overline{X})$ и $\overline{Y} = f(\overline{X})$ определяет число требуемых теоретически ступеней контакта фаз. А отношение этого числа к действительному числу ступеней в каскаде определяет к.п.д. ступени

$$\eta_{ст} = \frac{n}{n_д}$$

Расчет процесса экстракции

При перекрестном движении фаз и весовом соотношении фаз материальный баланс по распределяемому веществу для ступени имеет вид

$$b = \frac{S}{A}$$

$$A\overline{X}_0 = A\overline{X} + S\overline{Y}$$

Где $\overline{X}_0$ - исходная концентрация рафината

$\overline{X}$ - концентрация на ступени

$\overline{Y}$ - концентрация экстракта при достижении на ней равновесия.

Учитывая, что $\overline{Y} = m\overline{X}$, находим $\overline{X}_0 = \overline{X} + bm\overline{X}$

Следовательно, концентрация получаемого рафинада $\overline{X} = \frac{\overline{X}_0}{1 + bm}$

и концентрация экстракта $\overline{Y} = \frac{m\overline{X}_0}{1 + bm}$

Расчет процесса экстракции

Достигаемая степень извлечения распределяемого вещества на ступени

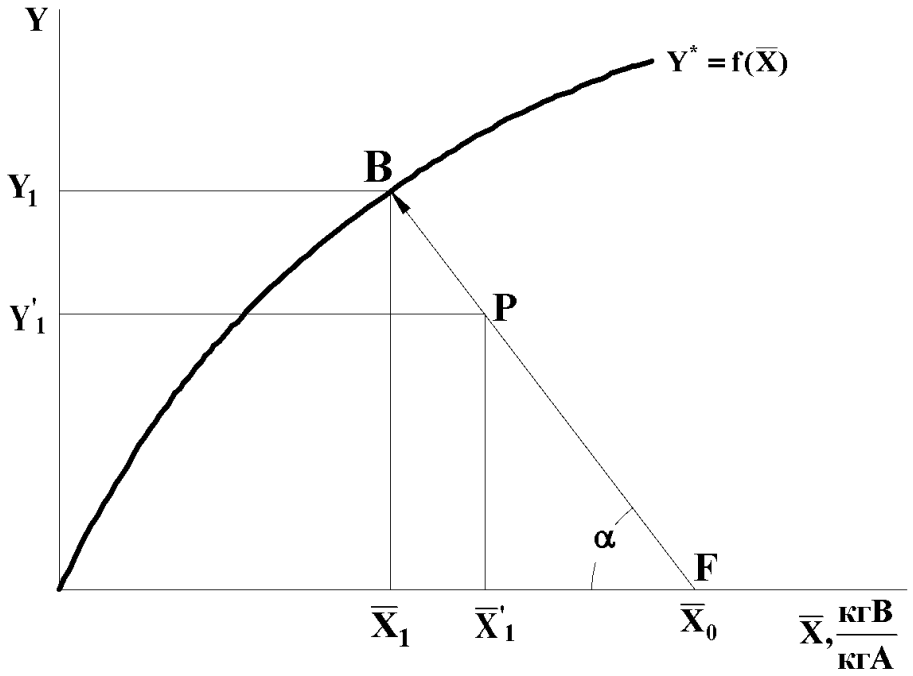
$$\varphi = \frac{S}{A}\frac{\overline{Y}}{\overline{X}_0} = \frac{bm}{1+bm} = \frac{\varepsilon}{1+\varepsilon}$$

где $\varepsilon = bm$ экстракционный фактор при достижении равновесия.

Уравнение рабочей линии для ступени имеет вид $\overline{Y} = -\frac{A}{S}\overline{X} + \frac{A}{S}\overline{X}_0$

Для ее построения на диаграмме $\overline{X} - \overline{Y}$ откладывают начальную точку **F** с координатами $\overline{X} = X_0$ и $\overline{Y} = 0$. Из нее проводят прямую под углом $tg\alpha = -\frac{A}{S}$ до пересечения с линией равновесия, если оно достигается на ступени, и получают концентрацию рафината, уходящего со ступени X_1 и экстракта Y_1.

Расчет процесса экстракции



Если равновесие не достигается из-за слабого перемешивания или кратковременности контакта, то концентрация экстракта будет меньше и достигнутое состояние будет отвечать точке ***P*** с координатами *(X` и Y`)*

Выполнив эти построения для всех ступеней установки в пределах изменения концентраций от $\mathbf{X} = \mathbf{X}_н = \mathbf{X}_0$ до $\mathbf{X} = \mathbf{X}_к$, имеем возможность оценить эффективность работы на каждой ступени отдельно, так и всей установки в целом.

Опорные знания

Ключевые слова и понятия, знание и использование которых необходимо при защите лабораторной работы

1. 1. Экстрагирование
2. Выщелачивание
3. Перколяция
4. Экстрагент
5. Закон распределения
6. Экстракт
7. Рафинат
8. Периодическое экстрагирование
9. Непрерывное экстрагирование
10. Противоточное экстрагирование
11. Перекрестное экстрагирование
12. Треугольные диаграммы и изображение процессов на них
13. Прямоугольные диаграммы и изображение процессов на них

Опорные знания

Ключевые слова и понятия, знание и использование которых необходимо при защите лабораторной работы

Конструкции экстракторов

- Флорентина
- Сифон
- Сосуд Мариотта
- Монтежю
- Уравнение рабочей линии противоточного процесса
- Уравнение рабочей линии перекрестного процесса
- Коэффициент массопередачи
- Движущая сила процесса
- К.п.д. экстракционного процесса