



液液萃取化工基础实验的绿色化改进及实践

熊 辉, 王华军, 龚跃法

(华中科技大学 化学与化工学院, 武汉 430074)

摘要: 液液萃取实验是化工原理课程体系的经典单元实验, 在化工实验教学中占有重要的地位, 同时该实验也是面向非化工专业本科生开放的化工基础实验。这样一个成熟的化工单元实验, 依然存在需要改进的地方, 特别是煤油的使用与处理带来的安全环境问题。探索用白油代替煤油进行萃取实验, 提出对经典化工实验的改进方案。该文结合华中科技大学应用化学和化学专业的相关实验教学实践, 把液液萃取实验优化成既安全又环保的化工基础实验。

关键词: 液液萃取; 苯甲酸; 白油; 化工基础实验; 绿色化

中图分类号: O6

文献标志码: A

DOI: 10.12179/1672-4550.20200542

Green Improvement Design and Practice for the Basic Experiment of Chemical Engineering in Liquid-Liquid Extraction

XIONG Hui, WANG Huajun, GONG Yuefa

(School of Chemistry and Chemical Engineering, Huazhong University of Science & Technology, Wuhan 430074, China)

Abstract: As a classic experimental method in the course system of chemical engineering principle, the liquid-liquid extraction experiment occupies an important position in the experimental teaching of chemical engineering. At the same time, this experiment is also a basic chemical experiment open to non-chemical undergraduates. Such a mature chemical experimental method still needs improvement, especially the safety and environmental problems caused by the use and treatment of kerosene. Exploring the use of white oil instead of kerosene in the extraction experiments, and a green improvement design was proposed for this classic chemical experiment. Combining the relevant experimental and practical results of the college's applied chemistry and chemistry majors, the liquid-liquid extraction experiment is further developed into a safe and environment-friendly basic chemical experiment.

Key words: liquid-liquid extraction; benzoic acid; white oil; basic experiment of chemical engineering; green practice

化工实验教学对锻炼学生动手和解决实际问题的能力是书本无法代替的, 也是培养学生实践能力和创新精神的重要手段^[1-2]。高水平实验教学才能支撑高质量人才培养, 这需要不断推进实验教学改革。而绿色化改革是实验室建设和实验教学工作的方向和目标, 培养具有绿色环保理念的高素质人才也是一流大学教学的重要任务^[3-4]。化工基础实验对化学相关专业的学生来说是工程实践教学的开始, 因为第一次使用化工单元设备进行操作, 与以前接触的化学实验过程完全不同, 如何在实验教学中引入创新和环保理念就显得非常重要。比如化工单元操作中液液萃取实验属于很经典的内容, 但仍存在改进的空间。原有物系为

水-煤油-苯甲酸体系: 苯甲酸为溶质, 水为萃取剂(连续相, 也是重相), 煤油为稀释剂(分散相, 也是轻相)^[5-6]。实验过程中存在的主要问题:

- 1) 分散相煤油是芳烃混合物, 气味刺鼻, 污染环境, 闪点低, 容易燃烧;
- 2) 煤油对泵的运行有很大的影响, 容易产生汽蚀, 长时间运转容易损坏, 运转时泵的噪音也很大;
- 3) 实验废液的后处理也是一个难题。

文献报道的液液萃取实验的改进主要是针对实验装置的技术优化^[7-9], 相关的实验改进还是建立在原有的煤油体系基础之上的。文献[10]在筛板萃取塔中引入气体搅动, 既能明显提高装置的

收稿日期: 2020-11-09; 修回日期: 2021-09-10

基金项目: 华中科技大学教学研究项目(2019028)。

作者简介: 熊辉(1974-), 男, 博士, 高级工程师, 主要从事化工实验教学。E-mail: xionghui@hust.edu.cn

传质效率,又能大幅提高装置处理能力。文献[11]在液-液系统中引入气相后,水油两相之间的传质效率显著增加。文献[12]采用向体系中鼓入空气的方法提高传质单元数,但过度的空气搅拌导致分散相过于分散和乳化,使得传质特性下降,甚至液泛。文献[13]比较了水-煤油萃取实验中苯甲酸浓度不同测定方法,采用高效液相色谱分析结果与滴定分析结果相比,准确度更高,物料衡算回收率达到95%以上。

采用其他体系代替煤油在液液萃取实验教学中的应用未见报道,其中两相体系的选择是该实验改进成功与否的主要指标,从实验原料源头上的改进也是提升学生的绿色环保理念和创新实践精神重要途径。本文通过比较不同油品对萃取实验结果的影响,考察泵在新体系下长期运行的可靠性,以期降低教学实验的环境污染和安全风险。

1 实验试剂与装置

1.1 实验试剂

实验试剂:去离子水、煤油(工业级,齐鲁石化公司)、食用油(市售大豆油)、白油(工业级5号,茂名石化公司)、苯甲酸(分析纯,上海国药)。

1.2 实验装置

萃取塔为桨叶式旋转萃取塔。塔身为硬质硼硅酸盐玻璃管,操作时的转速由仪表显示。在塔的下部和上部轻重两相的入口管分别在塔内向上或向下延伸约200 mm,形成两个分离段,轻重两相将在分离段内分离。萃取塔的有效高度 H 为轻相入口管管口到塔顶两相界面之间的距离。实验装置示意图如图1所示。设备参数:萃取塔塔径 $D=37$ mm;塔高=1 000 mm;塔的有效高度 $H=750$ mm。

2 实验步骤

实验以水为萃取剂,从煤油中萃取苯甲酸。水相为萃取相(重相),煤油相为萃余相(轻相)。煤油原料箱中的煤油经油泵及流量计计量后送到萃取塔底部,作为分散相向上流动,经塔顶分离段分离后由塔顶流出,返回煤油回收箱。水箱中的水经水泵及流量计计量后由塔顶进入,作为连续相向下流动至塔底经 π 形管流出。轻重两相在

塔内逆向流动传质,苯甲酸部分地从萃余相转移至萃取相。含有一定量苯甲酸的煤油从塔底连续进入塔内,水从塔顶连续进入塔内,在曲柄连杆机构驱动中心轴使桨叶以一定的频率和振幅作往复运动的条件下,水相和油相呈逆流在塔内充分接触,煤油中苯甲酸逐渐被萃取到水中去。在塔的进出口,萃取相、萃余相中苯甲酸的浓度用0.01 mol/L NaOH标准溶液中和滴定求得,水及煤油的入口流量均由转子流量计读出。实验中煤油中的苯甲酸质量分数保持在0.15%~0.22%,当系统达到平衡之后,取样分析水、煤油进出口处苯甲酸浓度。

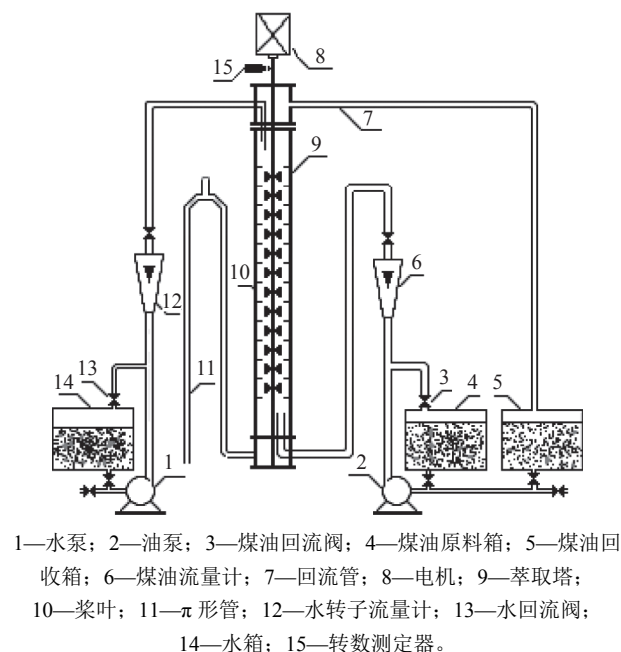


图1 实验装置示意图

3 结果与讨论

分别选取了煤油、食用油和白油作为轻相在两相流量一定时考察不同转速下的液液萃取实验的传质效果。萃取实验条件:水温25℃,水流量4.00 L/h,油流量6.00 L/h,NaOH溶液浓度0.01 mol/L;传质单元数为:

$$N_{OR} = (x_1 - x_2) / \Delta x_m$$

式中, $\Delta x_m = [(x_1 - x_1^*) - (x_2 - x_2^*)] / \ln[(x_1 - x_1^*) / (x_2 - x_2^*)]$, N_{OR} 为萃余相为基准的总传质单元数, x 为萃余相中溶质的浓度, x^* 为与相应萃取浓度成平衡的萃余相中溶质的浓度, x_1 、 x_2 分别表示两相进塔和出塔的萃余相浓度。实验结果如表1所示。

表1 煤油/食用油/白油萃取实验分析

实验用油	参数	桨叶转速/(rad·min ⁻¹)	
		100	200
煤油为分散相	原料 x_1	样品体积/mL	5.00
		NaOH用量/mL	9.20
		(g苯甲酸/kg煤油)	2.67
	塔顶轻相 x_2	样品体积/mL	5.00
		NaOH用量/mL	5.80
		(g苯甲酸/kg煤油)	1.69
	塔底重相 y_1	样品体积/mL	10.00
		NaOH用量/mL	0.30
		(g苯甲酸/kg水)	4.36×10^{-2}
	传质单元数	N_{OR}	0.468
食用油分散相	原料 x_1	样品体积/mL	5.00
		NaOH用量/mL	10.40
		(g苯甲酸/kg食用油)	3.02
	塔顶轻相 x_2	样品体积/mL	5.00
		NaOH用量/mL	6.90
		(g苯甲酸/kg食用油)	2.00
	塔底重相 y_1	样品体积/mL	10.00
		NaOH用量/mL	0.60
		(g苯甲酸/kg水)	8.70×10^{-2}
	传质单元数	N_{OR}	0.420
白油为分散相	原料 x_1	样品体积/mL	5.00
		NaOH用量/mL	6.80
		(g苯甲酸/kg白油)	1.98
	塔顶轻相 x_2	样品体积/mL	5.00
		NaOH用量/mL	5.60
		(g苯甲酸/kg白油)	1.63
	塔底重相 y_1	样品体积/mL	10.00
		NaOH用量/mL	0.40
		(g苯甲酸/kg水)	5.81×10^{-2}
	传质单元数	N_{OR}	0.199

使用煤油的萃取效果相对来说是最好的,因为苯甲酸在原料煤油中溶解度较大,萃取实验后油相中剩余的苯甲酸浓度相对也较低。食用油的萃取效果略差,油相中苯甲酸浓度较高;而且食用油容易附着在装置上或者管道中很难清洗,带来了新的环境卫生问题;使用一个学期后开始氧化变质,乳化现象明显,分层严重,堵塞管道,分散不均匀。白油没有煤油的流动性好,苯甲酸在其中的溶解度也不高,与食用油相比粘度低稳定性好,而且出口两相中苯甲酸浓度能维持在较低范围;同时白油对环境污染小,性质稳定,没有煤油易燃的安全隐患,也不残留煤油刺鼻的味道。传质单元数不高的原因可能是苯甲酸在白油中溶解度相对较小,导致进口

相苯甲酸浓度低,进出口相浓度差不大,这也会导致在实验操作中带来较大的误差。

4 结束语

液液萃取实验是本院应用化学专业本科生必修的,化学专业选修的化工基础实验内容之一,每年上半年本院应用化学专业开设48学时的化工基础实验,下半年本院化学专业开设32学时的化工基础实验。经过3年不同本科教学班的实验教学证明:液液萃取实验的改进是可靠易行的,虽然传质效果没有煤油好,但是实验绿色化方面的改进是值得实践推广的。

(下转第118页)