



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102772913 B

(45) 授权公告日 2014. 12. 24

(21) 申请号 201210245783. 0

CN 1683045 A, 2005. 10. 19,

(22) 申请日 2012. 07. 16

审查员 张帆

(73) 专利权人 中国科学院过程工程研究所  
地址 100190 北京市海淀区中关村北二条 1 号

(72) 发明人 黄焜 刘会洲

(74) 专利代理机构 北京品源专利代理有限公司  
11332

代理人 杨晞

(51) Int. Cl.

B01D 11/04 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101862549 A, 2010. 10. 20,

CN 1310034 A, 2001. 08. 29,

CN 1318422 A, 2001. 10. 24,

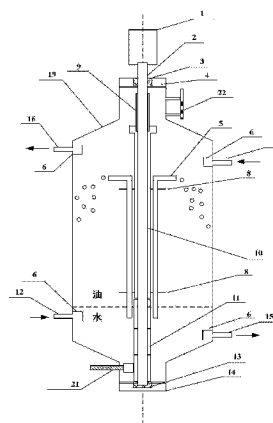
权利要求书4页 说明书11页 附图7页

(54) 发明名称

一种管束多通道相分散的柱式萃取装置及萃取方法

(57) 摘要

本发明涉及一种管束多通道相分散的柱式萃取装置,所述柱式萃取装置内安装主轴,主轴外部圆周上排布 2 个或至少 3 个与主轴平行的空心细管;所述空心细管一端为直管,另一端折成弯头;所述弯头的弯曲方向为安装轴的远离方向;主轴与电动机相连,当主轴转动,带动空心细管与主轴做同速运动。本发明所示柱式萃取装置解决了萃取过程中水、油两相体积比大时,体积较小的水相或油相难以采用传统的机械搅拌方式充分分散;而当水、油两相流量比大时,易乳化,导致萃取体系水、油两相澄清分离困难等难题。



1. 一种管束多通道相分散的柱式萃取装置,所述柱式萃取装置包括塔体 (19)、管束液相分散器、主轴 (2)、搅拌电动机 (1);

所述管束液相分散器,包括一束空心细管 (5)、薄片圆盘 (8) 和一个第一空心套筒 (10);各空心细管 (5) 通过薄片圆盘 (8) 与第一空心套筒 (10) 固定,主轴 (2) 穿过第一空心套筒 (10),并与第一空心套筒 (10) 在水平方向位置固定;

所述柱式萃取装置内安装主轴 (2),所述主轴 (2) 贯穿柱筒形空腔的上下两端,主轴 (2) 外部圆周上排布与主轴 (2) 平行的空心细管 (5),所述空心细管 (5) 一端为直管,另一端被折成弯头;所述弯头的弯曲方向为安装轴的远离方向;主轴 (2) 与搅拌电动机 (1) 相连,当主轴 (2) 转动,带动空心细管 (5) 与主轴 (2) 做同速运动;所述空心细管 (5) 的个数  $\geq 2$ 。

2. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在于,所述塔体 (19) 为两端收缩的圆柱筒形空腔结构,具有一个中心轴线;所述主轴 (2) 的轴线与塔体 (19) 的轴线重叠;主轴 (2) 与搅拌电动机 (1) 相连。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的柱式萃取装置,其特征在于,当主轴 (2) 旋转时,带动第一空心套筒 (10) 和空心细管 (5) 随主轴 (2) 做同速转动;

其中,所述空心细管 (5) 一端为直管,另一端被折成弯头,具有弯头部分和直管部分;所述空心细管 (5) 以主轴轴线为中心轴线,排布于主轴 (2) 外部的圆周上,并且空心细管 (5) 的直管部分与主轴平行;所述弯头部分的弯曲方向为轴线的远离方向。

4. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在于,所述管束液相分散器中,所述空心细管 (5) 的管内径为 3-5mm。

5. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在于,空心细管 (5) 的个数 4-20。

6. 如权利要求 5 所述的柱式萃取装置,其特征在于,空心细管 (5) 的个数 8。

7. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在于,所述薄片圆盘 (8) 的中心开有第一中心轴孔 (18),第一中心轴孔 (18) 的孔径与主轴直径相同;薄片圆盘 (8) 在以轴线为中心的圆周上开有一圈圆形通孔 (17),通孔 (17) 的直径与对应的空心细管 (5) 的外径相同;所述薄片圆盘 (8) 的数量  $\geq 2$ 。

8. 如权利要求 7 所述的柱式萃取装置,其特征在于,所述薄片圆盘 (8) 的数量为 2。

9. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在于,所述各空心细管 (5) 通过薄片圆盘 (8) 与第一空心套筒 (10) 固定的方式为:薄片圆盘 (8) 分别固定在第一空心套筒 (10) 的上下两端的外侧部;所述空心细管 (5) 的直管部分穿过薄片圆盘 (8) 上相应的通孔 (17),固定在薄片圆盘 (8) 上,空心细管 (5) 直管部分远离弯头部分的一端和靠近弯头部分的一端至少各有一个薄片圆盘 (8)。

10. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在于,空心细管 (5) 弯头的中心轴在水平方向上伸出薄片圆盘边缘 4-10mm。

11. 如权利要求 10 所述的柱式萃取装置,其特征在于,空心细管 (5) 弯头的中心轴在水平方向上伸出薄片圆盘边缘 4-6mm。

12. 如权利要求 11 所述的柱式萃取装置,其特征在于,空心细管 (5) 弯头的中心轴在水平方向上伸出薄片圆盘边缘 5mm。

13. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在于,所述薄片圆盘 (8) 与第一空心套

筒 (10) 的固定方式选自焊接、螺纹固定、铆钉固定中的任意 1 种。

14. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在於,空心细管 (5) 与薄片圆板 (8) 的固定方式选自螺纹固定、焊接、铆钉固定中的任意 1 种。

15. 如权利要求 14 所述的柱式萃取装置,其特征在於,空心细管 (5) 与薄片圆板 (8) 的固定方式为螺母固定。

16. 如权利要求 15 所述的柱式萃取装置,其特征在於,空心细管 (5) 与薄片圆板 (8) 的固定方式为用螺母夹紧固定。

17. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在於,所述主轴 (2) 与第一空心套筒 (10) 在水平方向上固定的方式为:第一空心套筒 (10) 的顶部焊接有空心圆板 (24),空心圆板 (24) 中心开第二中心轴空孔 (26),主轴 (2) 从第二中心轴空孔 (26) 通过,并通过键槽 (25) 和销键 (9) 与空心圆板 (24) 连接;

其中,所述键槽 (25) 开于空心圆板 (24) 上,所述销键 (9) 在主轴 (2) 上端位于塔体 (19) 空腔内部。

18. 如权利要求 17 所述的柱式萃取装置,其特征在於,所述键槽 (25) 开于空心圆板 (24) 上位于孔 (26) 两侧。

19. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在於,所述管束液相分散器下方设调节管束液相分散器位置的第二空心套管 (11),主轴 (2) 穿过第二空心套管 (11),所述第二空心套管 (11) 的数量  $\geq 1$ 。

20. 如权利要求 19 所述的柱式萃取装置,其特征在於,最下端的一个第二空心套管 (11) 的外壁加工螺纹,通过齿轮与螺杆传动机构 (21) 连接;

所述管束液相分散器的纵向位置通过调节第二空心套管 (11) 的数量粗调,通过转动螺杆传动机构 (21),调节最下端第二空心套管 (11) 的上下位置,对管束液相分散器的纵向位置进行连续微调。

21. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在於,所述塔体 (19) 上下部均设计有圆锥形收缩段,所述收缩段细口处分别连接有一段直径等于收缩段细口的空心圆柱型腔体。

22. 如权利要求 21 所述的柱式萃取装置,其特征在於,所述塔体 (19) 包括圆柱筒形塔体、扣于圆柱形塔体上的圆锥形收缩段和连接于圆锥形收缩段细口的空心圆柱型腔体;其中圆锥形收缩段的粗口直径与圆柱筒形塔体直径相同,空心圆柱型腔体的直径与圆锥形收缩段细口直径相同。

23. 如权利要求 22 所述的柱式萃取装置,其特征在於,所述上部空心圆柱外壁设液位计 (22)。

24. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在於,所述塔体 (19) 的材质为金属、玻璃或高分子材料中的任意 1 种,塔体内表面做防腐处理,塔体外表面设视窗口 (23)。

25. 如权利要求 24 所述的柱式萃取装置,其特征在於,所述柱式萃取装置为单级萃取装置、二级萃取装置或至少三级萃取装置;当萃取装置的级数  $\geq 2$  时,上一级柱式萃取装置的轻相出口 (16) 与下一级的轻相进口 (7) 相连,上一级柱式萃取装置的重相出口 (15) 与下一级的重相进口 (12) 相连。

26. 如权利要求 25 所述的柱式萃取装置,其特征在於,选用泵将重相从上一级的重相出口输送至下一级的重相入口。

27. 如权利要求 1 所述的柱式萃取装置,其特征在于,所述管束多通道相分散的柱式萃取装置中,塔体 (19) 为圆柱筒形空腔结构,上下部均设计有圆锥形收缩段;塔体两端的收缩段细口处分别焊接一段直径等于收缩段细口的空心圆柱;所述上段空心圆柱外壁设液位计 (22);

在塔体 (19) 的圆柱筒形塔体上部外壁两侧,靠近圆锥形收缩段粗口处,设轻相进口 (7) 和轻相出口 (16);在塔体 (19) 的圆柱筒形塔体下部外壁两侧靠近圆锥形收缩段粗口处,设重相进口 (12) 和重相出口 (15);所述轻相出口 (16) 位置稍高于轻相入口 (7),重相入口 (12) 位置稍高于重相出口 (15);在塔体 (19) 的圆柱筒形塔体内壁靠近轻相进口 (7)、轻相出口 (16)、重相进口 (12) 和重相出口 (15) 处,分别设导流槽 (6);

塔体 (19) 顶端设法兰密封端盖 (4),中心开孔 (20),主轴从孔 (20) 中穿过;塔体 (19) 底端设法兰密封端盖 (14),不开孔;

所述主轴 (2) 贯穿整个塔体 (19) 内部,上端穿过轴套 (3) 与位于塔顶的搅拌电动机 (1) 的转轴相连接,所述轴套 (3) 穿过塔顶法兰密封盘盖 (4) 的中心开孔 (20);主轴 (2) 下端与固定轴承 (13) 相连,固定轴承 (13) 固定在塔底法兰密封盖 (14) 上;

所述管束液相分散器由一束空心细管 (5)、两个薄片圆盘 (8) 和一个第一空心套管 (10) 三部分组成;所述空心细管 (5) 的管内径为 3-5mm,其一端折成弯头,另一端为直管,弯头与直管的夹角角度为  $90^{\circ}$ ;所述薄片圆盘 (8) 中心开第一中心轴空孔 (18),其孔径等于主轴;围绕薄片圆盘 (8) 的中心开有一圈圆形通孔 (17),通孔 (17) 直径与空心细管 (5) 的外径相同;所述两个薄片圆盘 (8) 分别焊接在第一空心套管 (10) 上下两端的外侧壁;空心细管 (5) 围绕第一空心套管 (10) 圆周布置,所有的空心细管 (5) 的直管部分靠近上端弯头的一端穿过一薄片圆盘 (8),用螺母夹紧固定在圆盘 (8) 上;所有的空心细管 (5) 的直管部分远离上端弯头的一端穿过另一薄片圆盘 (8),用螺母夹紧固定在圆盘 (8) 上;薄片圆盘 (8) 的直径比空心细管 (5) 的弯头长度小 5mm;

第一空心套管 (10) 的顶部焊接有一空心圆板 (24),其厚度为 3-5mm;所述空心圆板 (24) 中心开第二中心轴孔 (26),主轴 (2) 从第二中心轴孔 (26) 中穿过;在第二中心轴孔 (26) 两侧,分别对称开有键槽 (25);主轴上端位于塔体空腔内部装有两个金属销键 (9),金属销键 (9) 穿过空心圆板 (24) 的键槽 (25),可上下滑动;主轴 (2) 旋转时,金属销键 (9) 可带动第一空心套管 (10) 随主轴作同速旋转;

管束液相分散器下方设第二空心套管 (11),第二空心套管 (11) 的个数  $\geq 1$ ,主轴 (2) 穿过第二空心套管 (11);最下端第二空心套管 (11) 的外壁加工螺纹,用齿轮与螺杆传动机构 (21) 连接;所述螺杆传动机构 (21) 穿过塔体外壁,用密封垫圈密封,螺杆传动机构 (21) 转动时,可调节最下端空心套管 (11) 的上下位置;

所述管束液相分散器在塔体内的位置可由第二空心套管 (11) 的个数进行粗调,由最下端第二空心套管 (11) 的位置进行连续细调。

28. 一种萃取方法,其特征在于,所述方法使用如权利要求 1 ~ 27 之一所述的装置,具体包括如下步骤:

(1) 根据轻相和重相的体积,选择空心细管 (5) 的安装方向和数量,并对管束液相分散器的位置进行粗调;

(2) 轻相由轻相进口 (7) 泵入,重相由重相进口 (12) 泵入,两相在塔体空腔内形成稳定

的相界面；变动两相流体的流比，两相在塔体内部相界面的位置随之变动；

(3) 通过转动螺杆传动机构 (21)，对管束液相分散器在塔体内的具体位置进行细调，使得管束液相分散器的直管端穿过轻重两相的相界面，使空心细管 (5) 的弯头部分和直管部分分别浸没于两相中；

(4) 开启搅拌电动机 (1)，使主轴 (2) 旋转带动管束液相分散器旋转，调整电动机 (1) 的转速，使待分散液相从空心细管 (5) 的直管端口抽吸至空心细管 (5) 内部，并从空心细管 (5) 的弯头端口喷出而分散于另一相中；

(5) 保持搅拌电动机 (1) 处于开启状态，弯头喷出的液滴在连续相中运动，完成传质分配，最终在塔体内轻重两液相的相界面处完成聚并；

(6) 在保持塔体内轻重两相相界面清晰的情况下，连续向塔体内泵入轻相和重相，轻相由轻相出口 (16) 排出，重相由重相出口 (15) 排出，轻重两相在装置内做逆流流动，从而实现连续逆流萃取的目的。

29. 如权利要求 28 所述的萃取方法，其特征在于，步骤 (1) 所述选择空心细管 (5) 的安装方向和数量的选择为：塔体 (19) 内重相相体积和轻相相体积的比值越小，管束液相分散器中空心细管 (5) 的直管敞口向下的个数越多。

30. 如权利要求 29 所述的萃取方法，其特征在于，塔体 (19) 内重相相体积和轻相相体积的比值小于 1:10 时，管束液相分散器中空心细管 (5) 的直管敞口全部向下，并穿过两相相界面，浸没在重相中。

31. 如权利要求 29 所述的萃取方法，其特征在于，塔体 (19) 内重相相体积和轻相相体积的比值大于 10:1 时，管束液相分散器中空心细管 (5) 的直管敞口全部向上，并穿过两相相界面，浸没在轻相中。

32. 如权利要求 29 所述的萃取方法，其特征在于，塔体 (19) 内重相相体积和轻相相体积的比值在 1:10-10:1 之间时，管束液相分散器中空心细管 (5) 的直管敞口部分向上，部分向下，并穿过两相相界面，分别浸没在两相中。

33. 如权利要求 29 所述的萃取方法，其特征在于，步骤 (1) 所述对管束液相分散器的位置进行粗调通过增减管束液相分散器下方的第二空心套管 (11) 的个数实现。

## 一种管束多通道相分散的柱式萃取装置及萃取方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于化工分离中的萃取技术领域,涉及一种萃取装置及萃取方法,具体地,本发明涉及一种管束多通道相分散的柱式萃取装置及萃取。

### 背景技术

[0002] 萃取是一种高效的化工分离技术,是 21 世纪最有前途的绿色化工发展方向之一。作为化工分离学科的一个重要分支,萃取技术可根据分离对象和工艺要求选择适当的萃取体系和流程,具有选择性高,分离效果好,易于操作和适应性强等特点,因而被广泛应用于湿法冶金、石油化工、原子能化工、医药、环保、生物工程及新材料制备等领域。针对各种萃取体系及工艺方法研制开发新的萃取装备一直是研究的重点。

[0003] 传统液-液两相萃取装置的结构设计一般需要考虑两方面的工艺要求:既要有利于特定萃取体系水、油两液相充分混合,又要有利于两液相快速澄清相分离。根据其具体适用范围的不同,可分为三大类:混合澄清萃取槽、塔式或柱式萃取器、离心萃取器(《液液萃取过程和设备》,费维扬等,北京:原子能出版社,1993年)。

[0004] 混合澄清萃取槽采用逐级接触式萃取操作。水、油两相的混合和澄清分离有明显的阶段性,混合-澄清-再混合-再澄清……不断重复循环操作。当两相液流进行错流或逆流连续接触时,在每一级萃取槽内完成两相混合与澄清相分离两个步骤,级效率高。多级串联连续萃取操作时,级数可变,且操作弹性好。由于其设备结构简单,容易放大,可靠性高,是目前使用最多的萃取分离装置之一。混合澄清萃取槽一般由混合室和澄清室两部分组成。混合室中安装有搅拌装置或脉冲装置,目的是使互不相溶的两相液体充分混合,可将某一液相作为分散相分散到另一连续的液相中。搅拌过程可促进分散相液滴的破碎,加快液滴表面更新,扩大传质面积,从而加快被萃物质在分散相和连续相的两相界面间传质分配速度。两相流体在混合室内完成相间传质达到平衡后,进入澄清室进行相分离。澄清室的结构设计可以很灵活,一般采用平面展开方式,目的是为了获得较大的沉降面积,有利于分散相液滴在澄清室内尽快聚并成一新的连续相,利用两个宏观液相间密度差实现重力沉降相分离,因此澄清室的尺寸一般较混合室大很多。通常地,混合澄清萃取槽内混合和澄清这两个过程互相制约,难于同时兼顾。萃取时的混合过程需要较小的液滴及较大的湍流,而分离时的澄清过程则希望分散的液滴尽快聚并,流场需尽可能平稳。为了强化萃取过程传质,常常需要加强搅拌、加快两相传质,但这又造成后续澄清及相分离过程的压力,两者之间的矛盾始终没有得到根本解决。特别对于一些易乳化体系或粘度较大的体系,过度的搅拌混合导致两相澄清分离困难,在澄清室内来不及完成两相分离而产生相夹带损失等。为了解决这一问题,现有混合澄清萃取槽只能依靠尽量增加澄清室的沉降面积,延长澄清时间等,但这样做又造成占地面积过大,澄清室内溶剂滞存量过大,运行成本高等问题。

[0005] 塔式或柱式萃取器内两液相的混合和澄清分离分别在立柱塔体的中间段混合区和位于塔体顶端和底端的澄清区完成。相对于混合澄清萃取槽而言,其最大的优点在于空间利用率高,占地面积小,物料流动通量大,处理能力高,且可以实现密闭甚至带压操作。但

是,由于塔操作时两相的混合传质过程在垂直方向上进行,两相浓度从上到下连续变化,若流速控制不好,极易造成液泛或轴向返混,常常因相传质还未达到真正平衡或两相分离尚未彻底就排出塔外,降低了分离效率。因此,造成塔式或柱式萃取器的级效率较低,往往需要依靠增加塔或柱的高度来补偿使其尽量接近传质相平衡和实现两相澄清分离,对密度差小的两相体系或易乳化体系,其操作更加困难,当萃取过程中两相流比很高的情况更不适用。此外,当萃取塔外界输入能量(搅拌或脉冲)强化湍流时,虽有破碎液滴和强化传质的作用,但是若搅拌过度,也会使返混加剧。轴向返混对萃取塔的操作性能产生不利影响,不仅降低了传质推动力,而且降低了萃取塔的处理能力。据估计,对于一些大型的工业萃取塔,大约有 60-75% 的高度是用来补偿轴向混合的。塔式萃取器的扩大设计也比较复杂,操作和维修费用相对平面型混合澄清萃取槽较高。工业上使用萃取塔时,必须尽量提高萃取塔高度,设置专门的扩大端作为澄清区,以抑制轴向混合带来的不利影响。

[0006] 目前,无论是平面展开的混合澄清萃取槽还是立式萃取塔/萃取柱,多用于萃取化学反应动力学速度快,两相混合不易乳化、分相速度快的过程。随着过程工业的不断发展,特别是生物工程和生化制药工业的飞速发展,传统的液-液两相溶剂萃取设备已经远远不能适应新兴分离体系的应用要求。由于蛋白质等生物活性物质常常具有较高的表面活性,萃取过程极易引起乳化,造成两相混合后的相分离过程难于有效控制。采用离心萃取器以离心力代替重力强化相分离过程,虽然能解决一部分由于乳化导致的分相困难问题,但为了适应工业化大规模连续生产的要求,萃取过程常常要求在水、油两相相体积比或流量比差异较大的条件下操作。由于离心机内水油两相混合相接触的时间较短,大相比操作容易导致相分散困难,相的连续性难于控制,对于易乳化体系传质效率低;为了强化两相分离,离心机需在较高转速下操作,能耗大,处理量难于扩大;另外,离心萃取器的结构复杂,制造和设备维修费用较高。

[0007] 为解决易乳化萃取体系的混相传质和澄清分相这对矛盾,CN 1310034 公开了一种“轻相或重相分散低剪切自吸式搅拌萃取装置和操作方法”。该专利提出一种自吸式相分散搅拌器,由轴壁上带进料口的空心搅拌轴及固定安装于空心搅拌轴中部或底端的空心转鼓组成。空心搅拌轴和马达相连,马达驱动空心搅拌轴旋转,利用离心力产生负压,可在较低的转速下完成料液提升。空心转鼓为一侧壁上设有出料口的空心圆柱体,其腔体与空心搅拌轴的空腔相通。被吸入的液体可从出料口喷出。由于该搅拌器剪切力低,特别适用于易乳化体系的搅拌萃取。

[0008] 但 CN 1310034 所述的装置的搅拌器属单通道,相分散后两相传质达到饱和需要的时间较长。为此,CN 1318422 又提出一种“自吸式多通道相分散萃取装置”。在液相分散器(CN 1310034 中称为“空心转鼓”)的上方或下方固定安装一个或多个与空心转轴同心、敞口向上或向下的套筒,在空心转轴和内套筒之间形成内通道,内通道通过设在外套筒侧壁上的出料口和萃取罐内腔相通;内套筒和外套筒之间形成外通道,外通道通过设在外套筒侧壁上的出料口和萃取罐内腔相通。该自吸式多通道相分散装置的料液流量显著增大,传质效率提高。但该发明装置未考虑轻相和重相同时进出的连续化操作要求。自吸式搅拌器提升液体时,若轻重两相相体积比差异过大,过程难于有效控制,难于实现连续化操作。CN 101862549A 提出一种“大相比易乳化体系的无澄清室连续萃取装置”。其液相分散器由一系列中空的同轴圆筒组成,圆筒内壁上设置螺旋式导流板。该液相分散器可在较

低的转速下将某一液相以微小的颗粒均匀分散到另一液相中。因液相分散器旋转时剪切力低,不易造成两相液流较大的湍动,有效避免了通常的搅拌器搅拌过程剪切力不平衡、易发生乳化的现象,解决了传统搅拌方式难于充分分散小体积液相,大相比操作困难等难题。但该装置不适用水油两相在大流量比条件下的操作,且装置结构较复杂,制造困难,难于放大。

## 发明内容

[0009] 针对现有技术的不足,本发明的目的之一在于提供一种管束多通道相分散的柱式萃取装置,以解决萃取过程中水、油两相相体积比大时,体积较小的水相或油相难以采用传统的机械搅拌方式充分分散;而当水、油两相流量比大时,易乳化,导致萃取体系水、油两相澄清分离困难等难题。

[0010] 本发明所提供的管束多通道相分散的柱式萃取装置,所述柱式萃取装置内安装有主轴,主轴外部圆周上排布 2 个或至少 3 个与主轴平行的空心细管,例如主轴外部圆周上排布的空心细管的个数为 4 个、5 个、6 个、7 个、8 个、9 个、13 个、20 个等,所述空心细管一端为直管,另一端被折成弯头,所述弯头的弯曲方向为安装轴的远离方向;主轴与电动机相连,当主轴转动,带动空心细管与主轴做同速运动。

[0011] 本领域技术人员应该明了,当主轴转动,带动空心细管与主轴做同速运动时,为了保持转动的平稳,需要主轴外部排布的空心细管对称分布。

[0012] 优选地,所述管束多通道相分散的柱式萃取装置包括塔体 19、管束液相分散器、主轴 2 和搅拌电动机 1。

[0013] 其中,所述塔体 19 为两端收缩的圆柱筒形空腔结构,具有一个中心轴线;所述主轴 2 贯穿柱筒形空腔的上下两端,并且其轴线与塔体 19 的轴线重叠;主轴 2 与搅拌电动机 1 相连,可以在搅拌电动机 1 的带动下转动。

[0014] 优选地,所述管束液相分散器,包括一束空心细管 5、薄片圆盘 8 和一个第一空心套管 10。

[0015] 其中,所述空心细管 5 的管内径为 3-5mm,例如 3mm、3.1mm、3.6mm、4.3mm、4.8mm 等;空心细管 5 的个数优选  $\geq 2$ ,例如空心细管 5 的个数可以是 2、3、4、6、8、9、10、12、14、16、18、20 等,优选 4-20,进一步优选 8。

[0016] 在管束液相分散器中,各空心细管 5 通过薄片圆盘 8 与第一空心套筒 10 固定,固定方式为在薄片圆盘 8 上开孔,各空心细管 5 从孔中穿过,并固定于薄片圆盘 8 上;或者在薄片圆盘 8 上开缺口,空心细管 5 卡在缺口中,并固定于薄片圆盘 8 上,或者选用其他本领域技术人员能够想到的将各空心细管 5 通过薄片圆盘 8 与第一空心套筒 10 固定的方式。

[0017] 在管束液相分散器中,主轴 2 穿过第一空心套筒 10,并与第一空心套筒 10 在水平方向位置固定;当主轴 2 旋转时,带动第一空心套筒 10 和空心细管 5 随主轴 2 做同速转动。所述水平方向位置固定,即指在竖直方向上,第一空心套筒 10 和主轴 2 可以滑动,但水平方向距离不变。

[0018] 在管束液相分散器中,所述空心细管 5 一端为直管,另一端被折成弯头,具有弯头部分和直管部分;所述空心细管 5 以主轴轴线为中心轴线,排布于主轴 2 外部的圆周上,并且空心细管的直管部分与主轴平行;所述弯头部分的弯曲方向为轴线的远离方向。其中,所



述空心细管 5 在主轴 2 外部圆周上的排布可以是同一个圆周,也可以是不同的圆周,本发明不做具体限定,优选空心细管 5 排布于主轴 2 外部的同一个圆周上。

[0019] 在管束液相分散器中,各空心细管 5 通过薄片圆盘 8 与第一空心套筒 10 固定优选通过如下技术方案实现:

[0020] 首先,所述薄片圆盘 8 的中心开有第一中心轴孔 18,第一中心轴孔 18 的孔径与主轴直径相同;薄片圆盘 8 在以轴线为中心的圆周上开有一圈圆形通孔 17,通孔 17 的直径与对应的空心细管 5 的外径相同;所述薄片圆盘 8 的数量 $\geq 2$ ,例如可以是 2、3、4 等,优选 2;

[0021] 然后,将所述各空心细管 5 通过薄片圆盘 8 与第一空心套筒 10 固定,固定方式为:薄片圆盘 8 分别固定在第一空心套筒 10 的外侧壁;优选固定在第一空心套筒 10 的上下两端的外侧部;所述空心细管 5 的直管部分穿过薄片圆盘 8 上相应的孔 17,固定在薄片圆盘 8 上,空心细管 5 直管部分远离弯头部分的一端和靠近弯头部分的一端至少各有一个薄片圆盘 8;

[0022] 优选地,空心细管弯头的中心轴在水平方向上伸出薄片圆盘边缘 4-10mm,例如 4-7mm、5-9mm、4.3mm、6.7mm、9mm 等,优选 4-6mm,进一步优选 5mm。

[0023] 所述薄片圆盘 8 与第一空心套筒 10、空心细管 5 与薄片圆板 8 的固定方式的选择是本领域技术人员所熟知的技术,此处不再赘述。

[0024] 优选地,所述薄片圆盘 8 与第一空心套筒 10 的固定方式选自焊接、螺纹固定、铆钉固定中的任意 1 种,优选焊接方式固定。

[0025] 优选地,空心细管 5 与薄片圆板 8 的固定方式选自螺纹固定、焊接、铆钉固定中的任意 1 种,优选螺母固定,进一步优选用螺母夹紧固定。

[0026] 优选地,所述主轴 2 与第一空心套筒 10 在水平方向上固定的方式为:第一空心套筒 10 的顶部焊接有空心圆板 24,空心圆板 24 中心开第二中心轴孔 26,主轴 2 从第二中心轴孔 26 通过,并通过键槽 25 和销键 9 与空心圆板 24 连接;所述键槽 25 优选开于空心圆板 24 上,并进一步优选位于第二中心轴孔 26 两侧;所述销键 9 优选在主轴 2 上端位于塔体空腔内部。

[0027] 优选地,本发明所述管束液相分散器下方设调节管束液相分散器位置的第三空心套管 11,主轴 2 穿过第三空心套管 11,所述第三空心套管 11 的数量 $\geq 1$ ,例如 1、2、3、4、5 等。本发明可以通过调节第三空心套管 11 的数量对管束液相分散器的位置进行粗调。本发明对第三空心套管 11 的长度本发明不做限定,第三空心套管 11 的长度长,则数量就可以少些,第三空心套管 11 的长度和数量的选择都是公知常识,此处不再赘述。

[0028] 优选地,本发明在最下端的一个第三空心套管 11 的外壁加工螺纹,通过齿轮与螺杆传动机构 21 连接。本发明通过转动螺杆传动机构 21,调节最下端第三空心套管 11 的上下位置,对管束液相分散器的纵向位置进行连续微调。

[0029] 优选地,所述塔体 19 上下部均设计有圆锥形收缩段,所述收缩段细口处分别连接有一段直径等于收缩段细口的空心圆柱型腔体。塔体圆锥形收缩段的作用在于加速分散相液滴的聚并,控制相连续性,在连续化操作过程中可加速相澄清过程。

[0030] 优选地,所述塔体 19 包括圆柱筒形塔体、扣于圆柱形塔体上的圆锥形收缩段和连接于圆锥形收缩段细口的空心圆柱型腔体;其中圆锥形收缩段的粗口直径与圆柱筒形塔体直径相同,空心圆柱型腔体的直径与圆锥形收缩段细口直径相同。所述塔体 19 的圆柱筒形

塔体、圆锥形收缩段和空心圆柱型腔体的连接方式选自焊接、螺纹固定、铆钉固定中的任意 1 中,优选自螺纹固定和 / 或焊接。

[0031] 优选地,所述上部空心圆柱外壁设液位计 22,作用是观测塔体内液体的液面位置。

[0032] 优选地,所述塔体 19 的材质为金属、玻璃或高分子材料中的任意 1 种,塔体内表面做防腐处理,塔体外表面设视窗口 23。

[0033] 优选地,所述管束多通道液相分散的柱式萃取装置为单级萃取装置、二级萃取装置或至少三级萃取装置;当萃取装置的级数 $\geq 2$ 时,上一级柱式萃取装置的轻相出口 16 与下一级的轻相进口 7 相连,上一级柱式萃取装置的重相出口 15 与下一级的重相进口 12 相连;优选地,选用泵将重相从上一级的重相出口输送至下一级的重相入口。

[0034] 本发明所述“多通道”意指在柱式萃取装置中,分散相通过 2 个或至少 3 个的通道(即 2 个或至少 3 个的空心细管)分散到另一相中,完成萃取。

[0035] 优选地,本发明所述的管束多通道相分散的柱式萃取装置通过如下技术方案实现:

[0036] 所述管束多通道相分散的柱式萃取装置中,塔体 19 为圆柱筒形空腔结构,上下部均设计有圆锥形收缩段;塔体两端的收缩段细口处分别焊接一段直径等于收缩段细口的空心圆柱;所述上段空心圆柱外壁设液位计 22;

[0037] 优选地,在塔体 19 的圆柱筒形塔体上部外壁两侧,靠近圆锥形收缩段粗口处,设轻相进口 7 和轻相出口 16;在塔体 19 的圆柱筒形塔体下部外壁两侧靠近圆锥形收缩段粗口处,设重相进口 12 和重相出口 15;优选地,所述轻相出口 16 位置稍高于轻相入口 7,重相入口 12 位置稍高于重相出口 15;进一步优选地,在塔体 19 的圆柱筒形塔体内壁靠近轻相进口 7、轻相出口 16、重相进口 12 和重相出口 15 处,分别设导流槽 6;

[0038] 优选地,塔体 19 顶端设法兰密封端盖 4,中心开孔 20,主轴 2 从孔 20 中穿过;塔体 19 底端设法兰密封端盖 14,不开孔;

[0039] 优选地,所述主轴 2 贯穿整个塔体 19 内部,上端穿过轴套 3 与位于塔顶的搅拌电动机 1 的转轴相连接,所述轴套 3 穿过塔顶法兰密封盘盖 4 的中心开孔 20;主轴 2 下端与固定轴承 13 相连,轴承 13 固定在塔底法兰密封盖 14 上;

[0040] 优选地,所述管束液相分散器由一束空心细管 5、两个薄片圆盘 8 和一个第一空心套管 10 三部分组成;所述空心细管 5 的管内径为 3-5mm,其一端折成弯头,另一端为直管,优选弯头与直管的夹角角度为 90°;所述薄片圆盘 8 中心开孔 18,其孔径等于主轴;围绕薄片圆盘 8 的中心开有一圈圆形通孔 17,圆孔 17 直径与空心细管 5 的外径相同;所述两个薄片圆盘 8 分别焊接在第一空心套管 10 上下两端的外侧壁。空心细管 5 围绕第一空心套管 10 圆周布置,所有的空心细管 5 的直管部分靠近上端弯头的一端穿过一薄片圆盘 8,用螺母夹紧固定在圆盘 8 上;所有的空心细管 5 的直管部分远离上端弯头的一端穿过另一薄片圆盘 8,用螺母夹紧固定在圆盘 8 上;优选地,薄片圆盘 8 的直径比空心细管 5 的弯头长度小 5mm;

[0041] 优选地,第一空心套管 10 的顶部焊接有一空心圆板 24,其厚度为 3-5mm;所述空心圆板 24 中心开第二中心轴孔 26,主轴 2 从第二中心轴孔 26 中穿过;优选在第二中心轴孔 26 两侧,分别对称开有键槽 25;主轴上端位于塔体空腔内部装有两个金属销键 9,金属销键 9 穿过圆板 24 的键槽 25,可上下滑动;主轴 2 旋转时,金属销键 9 可带动空心套管 10 随主

轴作同速旋转；

[0042] 优选地，管束液相分散器下方设第二空心套管 11，空心套管 11 的个数 $\geq 1$ ，主轴 2 穿过第二空心套管 11；优选地，最下端第二空心套管 11 的外壁加工螺纹，用齿轮与螺杆传动机构 21 连接；所述螺杆传动机构 21 穿过塔体外壁，用密封垫圈密封，螺杆传动机构 21 转动时，可调节最下端第二空心套管 11 的上下位置；

[0043] 优选地，所述管束液相分散器在塔体内的位置可由第二空心套管 11 的个数进行粗调，由最下端第二空心套管 11 的位置进行连续细调。

[0044] 本发明的目的之二是提供一种萃取方法，包括如下步骤：

[0045] (1) 根据轻相和重相的体积，选择空心细管 5 的安装方向和数量，并对管束液相分散器的位置进行粗调；

[0046] (2) 轻相由轻相进口 7 泵入，重相由重相进口 12 泵入，两相在塔体空腔内形成稳定的相界面；变动两相流体的流比，两相在塔体内部相界面的位置随之变动；

[0047] (3) 通过转动螺杆传动机构 21，对管束液相分散器在塔体内的具体位置进行细调，使得管束液相分散器的直管端穿过轻重两相的相界面，使空心细管 5 的弯头部分和直管部分分别浸没于两相中；

[0048] (4) 开启搅拌电动机 1，使主轴 2 旋转带动管束液相分散器旋转，调整电动机 1 的转速，使待分散液相从空心细管 5 的直管端口抽吸至空心细管 5 内部，并从空心细管 5 的弯头端口喷出而分散于另一相中；

[0049] (5) 保持搅拌电动机 1 处于开启状态，弯头喷出的液滴在连续相中运动，完成传质分配，最终在塔体内轻重两液相的相界面处完成聚并；

[0050] (6) 在保持塔体内轻重两相相界面清晰的情况下，连续向塔体内泵入轻相和重相，轻相由轻相出口 16 排出，重相由重相出口 15 排出，轻重两相在装置内做逆流流动，从而实现连续逆流萃取的目的。

[0051] 优选地，步骤 1 所述选择空心细管 5 的安装方向和数量的选择为：塔体 19 内重相相体积和轻相相体积的比值越小，管束液相分散器中空心细管 5 的直管敞口向下的个数越多；

[0052] 优选地，塔体 19 内重相相体积和轻相相体积的比值小于 1:10 时，管束液相分散器中空心细管 5 的直管敞口全部向下，并穿过两相相界面，浸没在重相中。

[0053] 优选地，塔体 19 内重相相体积和轻相相体积的比值大于 10:1 时，管束液相分散器中空心细管 5 的直管敞口全部向上，并穿过两相相界面，浸没在轻相中。

[0054] 优选地，塔体 19 内重相相体积和轻相相体积的比值在 1:10-10:1 之间时，管束液相分散器中空心细管 5 的直管敞口部分向上，部分向下，并穿过两相相界面，分别浸没在两相中。

[0055] 本领域技术人员可以根据重相和轻相的体积比，选择空心细管 5 的直管敞口向上的数量和向下的数量，本发明优选当重相和轻相的体积比越小，管束液相分散器中空心细管 5 的直管敞口向下的个数越多；但本领域技术人员应该明了空心细管 5 的直管敞口向上的数量和向下的数量的选择并不限于上述的选择原则，可以根据实际情况进行选择。

[0056] 本发明所述塔体 19 内重相相体积和轻相相体积比的控制可以通过初始先向塔体 19 泵入一定比例的轻重相实现，也可以通过调节塔体 19 内轻重相的泵入流量实现，均为本

领域技术人员所熟知的专业知识,此处不再赘述。

[0057] 优选地,步骤 1 所述对管束液相分散器的位置进行粗调通过增减管束液相分散器下方的第二空心套管 11 的个数实现。

[0058] 作为优选技术方案,本发明所述管束多通道相分散的柱式萃取装置的操作方法,包括如下步骤:

[0059] 轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相进口 7 泵入,重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相进口 12 泵入,两相在塔体空腔内形成稳定的相界面。变动两相流体的流比,两相在塔体内部相界面的位置随之变动。通过增减管束液相分散器下方的第二空心套管 11 的个数、以及转动螺杆传动机构 21,可调节管束液相分散器在塔体内的具体位置,使得管束液相分散器的直管端穿过轻重两相的相界面,浸没于另一相中。

[0060] 当塔体内重相相体积远小于轻相相体积时(即重相体积:轻相体积小于 1:10),以重相为分散相。管束液相分散器的所有直管敞口端向下穿过两相相界面,浸没在重相中。

[0061] 当轻相相体积远小于重相相体积时(即重相体积:轻相体积大于 10:1),以轻相为分散相。管束液相分散器的所有直管敞口端向上穿过两相相界面,浸没在轻相中。

[0062] 当塔体内轻重两相的相体积相差不大时(即重相体积:轻相体积为 1:10-10:1),轻重两相分别同时在另一相中作为分散相,此时管束液相分散器中半数的空心细管直管敞口端向上穿过两相相界面浸没于轻相中,其余半数的空心细管直管敞口端向下穿过两相相界面浸没于重相中。

[0063] 开启位于塔体顶端的搅拌电动机 1,并调整电机转速,主轴 2 旋转带动管束液相分散器旋转。管束液相分散器旋转时,由于空心细管 5 内壁浸润液体的表面张力效应,加之管束液相分散器空心细管 5 折成弯头一端旋转产生的离心力,可使待分散液相从空心细管 5 的直管端口抽吸至空心细管 5 内部,并从空心细管 5 的弯头端口喷出而分散于另一相中。分散相的液滴大小与空心细管 5 的弯头端口孔径、管束液相分散器旋转速度、以及所分散液相的表面张力等因素有关。

[0064] 分散相的液滴颗粒在连续相中运动,完成传质分配,最终在塔体内轻重两液相的相界面处完成聚并。在保持塔体内轻重两相相界面清晰的情况下,连续向塔体内泵入轻相和重相,轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相出口 16 排出,重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相出口 15 排出。轻重两相在装置内做逆流流动,从而实现连续逆流萃取的目的。

[0065] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0066] 1、采用管束多通道液相分散器分散液体。管束多通道液相分散器旋转时,空心细管对液体的抽吸作用,可在较低的转速下,将待分散的某一液相以微小的颗粒均匀分散到另一液相中,不会对塔体内已经形成的轻重两液相的相界面发生扰动。液相分散器旋转时产生的剪切力低,不易造成两相流体连续区内液流较大的湍动,有效避免了通常的搅拌器搅拌过程剪切力不均衡、易发生乳化的现象。分散相以液体颗粒形式在连续相内运动,可获得较大的两相混合接触传质面积。同时,由于分散的液滴粒度均匀,相聚并速度快,有效避免了分散相的夹带损失。两相澄清速度快,相连续性容易控制。因此,特别适用于易乳化体系的萃取操作。

[0067] 2、所述管束多通道液相分散器在主轴上的位置可根据塔体内轻重两液相相界面的具体位置进行调节。通过增减管束液相分散器下方的空心套管个数、以及转动螺杆传动

机构等,可使管束液相分散器在主轴上的具体位置上下移动,使得管束液相分散器的直管端穿过轻重两相的相界面,浸没于拟分散的另一相中。由于液相分散器的位置上下可调,即使拟分散的某一液体相体积较小,也可将其抽吸并均匀分散到另一体积较大的连续液相中。解决了传统搅拌方式处理待分散液体体积较小时不易充分分散的难题。因此,特别适用于萃取装置内水、油两相相体积相差较大的萃取过程。

[0068] 3、塔体内两相的相接触传质是靠管束多通道液相分散器将一相分散到另一相中,与塔体内逆流流动的两液相的流量比无关,两相液流的流量相对大小仅对塔体内轻重两液相的相界面具体位置产生影响。因此,特别适合于两相液流流量差异大的萃取过程。

[0069] 4、所述管束多通道液相分散器可把轻相分散成小液滴进入重相,也可以把重相分散成液滴进入轻相。具体操作时,如果将管束液相分散器中的半数空心细管的直管端向上穿过两相相界面浸没于轻相中,其余半数空心细管的直管端向下穿过两相相界面浸没于重相中,甚至可实现轻重两相分别同时在另一相中作为分散相。

[0070] 5、本发明装置与传统的混合澄清槽相比,优点在于不设置专门的澄清室。塔体内轻重两液相有明显的相界面,两相间混合传质靠管束多通道液相分散器完成。另外,该装置塔体的上下部均设计有圆锥形收缩段,而收缩段细口处还分别焊接一段直径等于收缩段细口的空心圆柱。塔体圆锥形收缩段的作用在于加速分散相液滴的聚并,控制相连续性,在连续化操作过程中可加速相澄清过程。

[0071] 6、本发明装置结构简单,容易放大,适用于连续化操作,可多级串联,实现多级相接触、连续逆流萃取的目的。

#### 附图说明

[0072] 图1为当重相相体积与轻相相体积比小于1:10时,本发明所述管束多通道相分散的柱式萃取装置的结构示意图;

[0073] 图2为本发明所述管束多通道相分散器的主视图;

[0074] 图3为本发明所述管束多通道相分散器的第一空心套管10顶部空心圆板24的结构示意图;

[0075] 图4为本发明所述管束多通道相分散器的薄片圆盘8结构示意图;

[0076] 图5为本发明所述管束多通道相分散器的A-A剖面俯视图;

[0077] 图6为本发明所述塔体19结构示意图;

[0078] 图7为当重相相体积与轻相相体积比大于10:1时,本发明所述管束多通道相分散的柱式萃取装置的结构示意图;

[0079] 图8为当重相相体积与轻相相体积比在1:10-10:1之间时,本发明所述管束多通道相分散的柱式萃取装置的结构示意图;

[0080] 图9为本发明装置的三级串联组合示意图,用于轻相相体积远大于重相相体积情况下的萃取操作;

[0081] 其中,1- 搅拌电动机;2- 主轴;3- 轴套;4- 法兰密封端盖;5- 空心细管;6- 导流槽;7- 轻相进口;8- 薄片圆盘;9- 销键;10- 第一空心套管;11- 第二空心套管;12- 重相进口;13- 固定轴承;14- 塔底法兰密封端盖;15- 重相出口;16- 轻相出口;17- 通孔;18- 第一中心轴孔;19- 塔体;20- 孔;21- 螺杆传动机构;22- 液位计;23- 视窗口;24- 空心圆板;

25- 键槽 ;26- 第二中心轴孔。

### 具体实施方式

[0082] 为便于理解本发明,本发明列举实施例如下。本领域技术人员应该明了,所述实施例仅仅是帮助理解本发明,不应视为对本发明的具体限制。

[0083] 下面结合附图,对本发明装置的使用方法进行说明。

[0084] 1、进行单级萃取操作时,当轻相相体积远大于重相相体积时(即重相体积:轻相体积小于 1:10),以重相为分散相,管束液相分散器的所有直管敞口端向下穿过两相相界面,浸没在重相中。所述装置的结构如图 1 所示。

[0085] 萃取方法为:

[0086] 轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相进口 7 泵入,重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相进口 12 泵入,两相在塔体空腔内形成稳定的相界面。变动两相流体的流量比,两相在塔体内部相界面的位置随之变动。通过增减管束液相分散器下方的第二空心套管 11 的个数、以及转动螺杆传动机构 21,可调节管束液相分散器在塔体内的具体位置,使得管束液相分散器的所有直管敞口端向下穿过轻重两相的相界面,浸没在重相中。开启位于塔体顶端的搅拌电动机 1,并调整电机转速,主轴 2 旋转带动管束液相分散器旋转。管束液相分散器旋转时,由于空心细管 5 内壁浸润液体的表面张力效应,加之管束液相分散器旋转产生的离心力,可使待分散重相从空心细管 5 的直管端口抽吸至空心细管 5 内部,并从空心细管 5 的弯头端口喷出而分散于轻相中。分散的重相液滴颗粒在连续的轻相中运动,完成传质分配,最终沉降在塔体内轻重两液相的相界面处完成聚并。在保持塔体内轻重两相相界面清晰的情况下,连续向塔体内泵入轻相和重相,轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相出口 16 排出,重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相出口 15 排出。轻重两相在装置内做逆流流动,从而实现连续逆流萃取的目的。

[0087] 2、进行单级萃取操作时,当重相相体积远大于轻相相体积(即重相体积:轻相体积大于 10:1)时,以轻相为分散相,管束液相分散器的所有直管敞口端向上穿过两相相界面,浸没在轻相中。所述装置的结构如图 7 所示。

[0088] 轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相进口 7 泵入,重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相进口 12 泵入,两相在塔体空腔内形成稳定的相界面。变动两相流体的流比,两相在塔体内部相界面的位置随之变动。通过增减管束液相分散器下方的第二空心套管 11 的个数、以及转动螺杆传动机构 21,可调节管束液相分散器在塔体内的具体位置,使得管束液相分散器的所有直管敞口端向上穿过轻重两相的相界面,浸没在轻相中。开启位于塔体顶端的搅拌电动机 1,并调整电机转速,主轴 2 旋转带动管束液相分散器旋转。管束液相分散器旋转时,由于空心细管 5 内壁浸润液体的表面张力效应,加之管束液相分散器旋转产生的离心力,可使待分散轻相从空心细管 5 的直管端口抽吸至空心细管 5 内部,并从空心细管 5 的弯头端口喷出而分散于重相中。分散的轻相液滴颗粒在连续的重相中上升运动,完成传质分配,最终在塔体内轻重两液相的相界面处完成聚并。在保持塔体内轻重两相相界面清晰的情况下,连续向塔体内泵入轻相和重相,轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相出口 16 排出,重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相出口 15 排出。轻重两相在装置内做逆流流动,从而实现连续逆流萃取的目的。

[0089] 3、进行单级萃取操作时,当需要同时分散轻重两液相时,管束液相分散器的部分直管敞口端向上穿过两相相界面,部分直管敞口端向下穿过两相相界面,并浸没在相应的相中。所述装置的结构如图 8 所示。

[0090] 轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相进口 7 泵入,重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相进口 12 泵入,两相在塔体空腔内形成稳定的相界面。管束液相分散器中的半数直管敞口端向上穿过两相相界面浸没于轻相中,其余半数直管敞口段向下穿过两相相界面浸没于重相中。变动两相流体的流比,两相在塔体内部相界面的位置随之变动。通过增减管束液相分散器下方的第二空心套管 11 的个数、以及转动螺杆传动机构 21,可调节管束液相分散器在塔体内的具体位置。开启位于塔体顶端的搅拌电动机 1,并调整电机转速,主轴 2 旋转带动管束液相分散器旋转。管束液相分散器旋转时,由于空心细管 5 内壁浸润液体的表面张力效应,加之管束液相分散器旋转产生的离心力,可使轻相或重相分别抽吸并分别从反向布置的空心细管 5 的弯头端口喷出而分散于另一相中。分散的轻相液滴在连续的重相中上升运动,重相液滴在连续的轻相内沉降运动,完成传质分配,最终在塔体内轻重两液相的相界面处完成聚并。在保持塔体内轻重两相相界面清晰的情况下,连续向塔体内泵入轻相和重相,轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相出口 16 排出,重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相出口 15 排出。轻重两相在装置内做逆流流动,从而实现连续逆流萃取的目的。

[0091] 4、进行多级串联萃取操作时,如图 9 所示。轻相由位于圆柱筒形塔体上部的轻相进口 7 泵入,然后由位于圆柱筒形塔体上部的轻相出口 16 排出,并与下一级萃取装置的轻相进口 7 相连接;重相由位于圆柱筒形塔体下部的重相进口 12 泵入,然后由位于圆柱筒形塔体下部的重相出口 15 排出,并与下一级萃取装置的重相进口 12 相连接,中间用泵输送重相。两相在装置内做逆流流动,从而实现多级连续逆流萃取的目的。油水两相在装置内相界面稳定,其具体位置由两相逆流的流量比确定。

[0092] 实施例 1

[0093] 有机相为 50mM AOT/石油醚(bp.:90-120°C),水相为含 1mg/mL 的溶菌酶,0.05M 硼砂-盐酸(HCl)缓冲液,氯化钾盐浓度 0.1M, pH=9.0。塔体圆柱形空腔内径 80mm,高 100mm,塔体两端收缩段空腔高度各 20mm,管束液相分散器的空心细管内径 3mm,液相分散器总高 70mm,围绕主轴设置 8 个空心细管。采用水相为分散相,装置结构如图 1 所示。电机转速 600r/min。进行单级连续萃取操作,控制两相流比使塔体内有机相和水相体积比为 12:1。检测塔体下部重相出口 15 流出水相中溶菌酶的浓度,萃取率 90.8%。

[0094] 实施例 2

[0095] 有机相为 5.7wt% 三丁基氧化膦(TBPO)的乙酸丁酯溶液,水相为含 1mg/mL 的乳清蛋白,0.05M 的青霉素钾盐水溶液, pH=4.0。塔体及液相分散器的结构参数同实施例 1。采用有机相为分散相,装置结构如图 7 所示。电机转速 600r/min。进行单级连续萃取操作,控制两相流比使塔体内有机相和水相体积比为 1:20。检测塔体下部重相出口 15 流出水相中青霉素的含量,萃取率 92.5%。

[0096] 实施例 3

[0097] 有机相和水相同实施例 1。塔体及液相分散器的结构参数同实施例 1。采用轻重两相同时分散,装置结构如图 8 所示。电机转速 600r/min。进行单级连续萃取操作,两相在装置内逆流流动,控制两相流比使塔体内有机相和水相体积比为 1:1。检测塔体下部重相出

口 15 流出水相中溶菌酶的浓度, 萃取率 96.0%。

[0098] 实施例 4

[0099] 有机相和水相同实施例 1。单级萃取装置塔体及液相分散器的结构参数相同, 同实施例 1。每级萃取装置电机转速也相同, 固定 600r/min。采用水相为分散相, 进行三级串联连续萃取操作, 装置结构如图 9 所示。两相在装置内连续逆流, 控制两相流比使每级萃取装置内有机相和水相体积比为 15:1。检测最后一级萃取装置塔体下部重相出口 15 流出水相中溶菌酶的浓度, 萃取率 98.3%。

[0100] 实施例 5

[0101] 有机相和水相同实施例 1。塔体圆柱形空腔内径 80mm, 高 100mm, 塔体两端收缩段空腔高度各 20mm, 管束液相分散器的空心细管内径 5mm, 液相分散器总高 70mm, 围绕主轴设置 2 个空心细管, 空心细管的弯头与直管的夹角为 90°, 空心细管弯头的中心轴伸出薄片圆盘边缘 10mm, 空心细管通过 2 个薄片圆盘连接, 薄片圆盘分别位于空心细管直管的两端。采用轻重两相同时分散, 装置结构如图 8 所示。电机转速 600r/min。进行单级连续萃取操作, 控制两相流比使塔体内有机相和水相体积比为 10:1。检测塔体下部重相出口 15 流出水相中溶菌酶的浓度, 萃取率 92.2%。

[0102] 实施例 6

[0103] 有机相和水相同实施例 2。塔体圆柱形空腔内径 80mm, 高 100mm, 塔体两端收缩段空腔高度各 20mm, 管束液相分散器的空心细管内径 5mm, 液相分散器总高 70mm, 围绕主轴设置 10 个空心细管, 空心细管 5 的弯头与直管的夹角为 120°, 空心细管弯头的中心轴在水平方向上伸出薄片圆盘边缘 4mm, 空心细管通过 3 个薄片圆盘连接, 薄片圆盘分别位于空心细管直管的两端和中间。采用轻重两相同时分散, 装置结构如图 8 所示。电机转速 600r/min。进行单级连续萃取操作, 控制两相流比使塔体内有机相和水相体积比为 1:10.3。检测塔体下部重相出口 15 流出水相中青霉素的含量, 萃取率 93.1%。

[0104] 申请人声明, 本发明通过上述实施例来说明本发明的详细工艺设备和工艺流程, 但本发明并不局限于上述详细工艺设备和工艺流程, 即不意味着本发明必须依赖上述详细工艺设备和工艺流程才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了, 对本发明的任何改进, 对本发明产品各原料的等效替换及辅助成分的添加、具体方式的选择等, 均落在本发明的保护范围和公开范围之内。



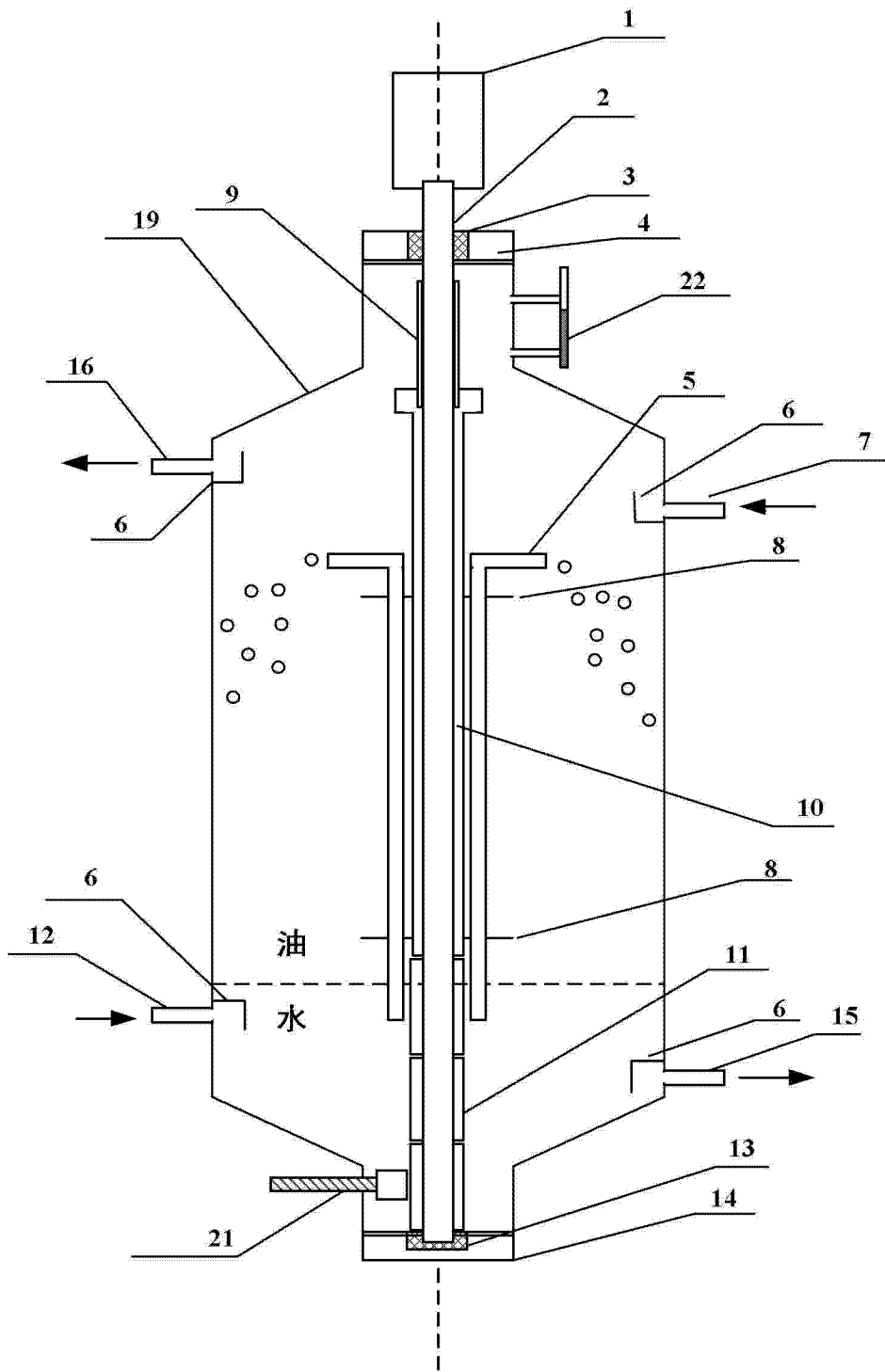


图 1

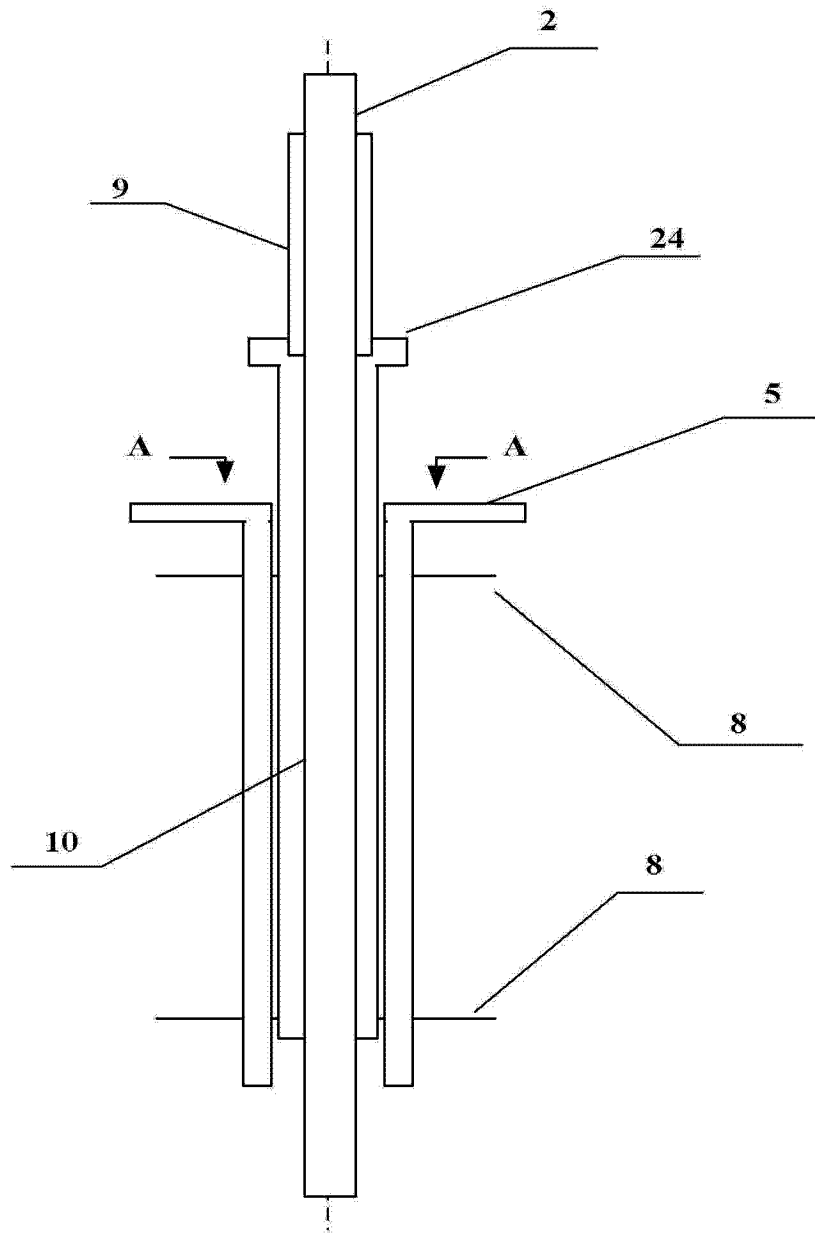


图 2

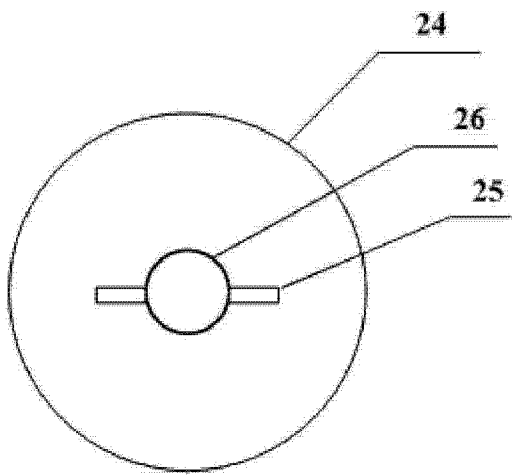


图 3

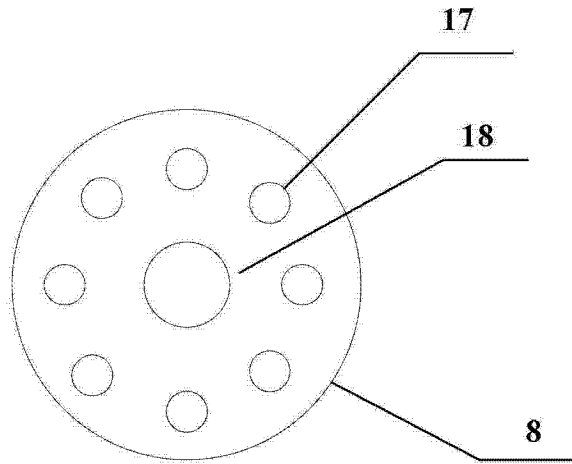


图 4

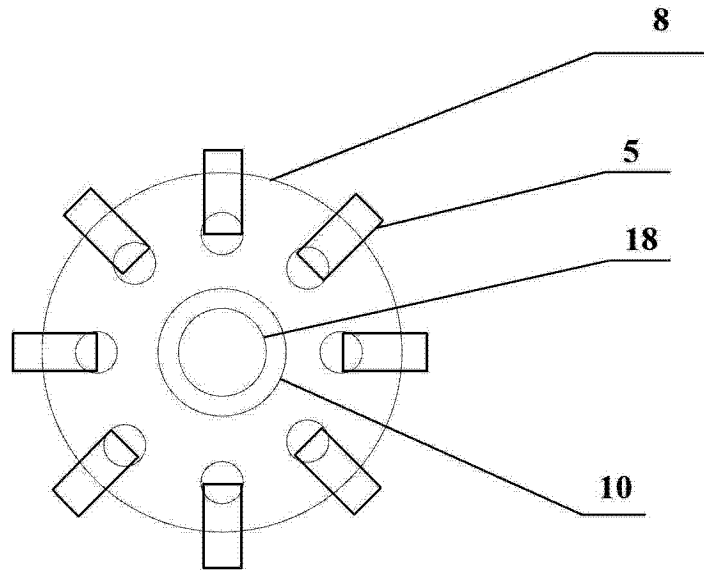


图 5

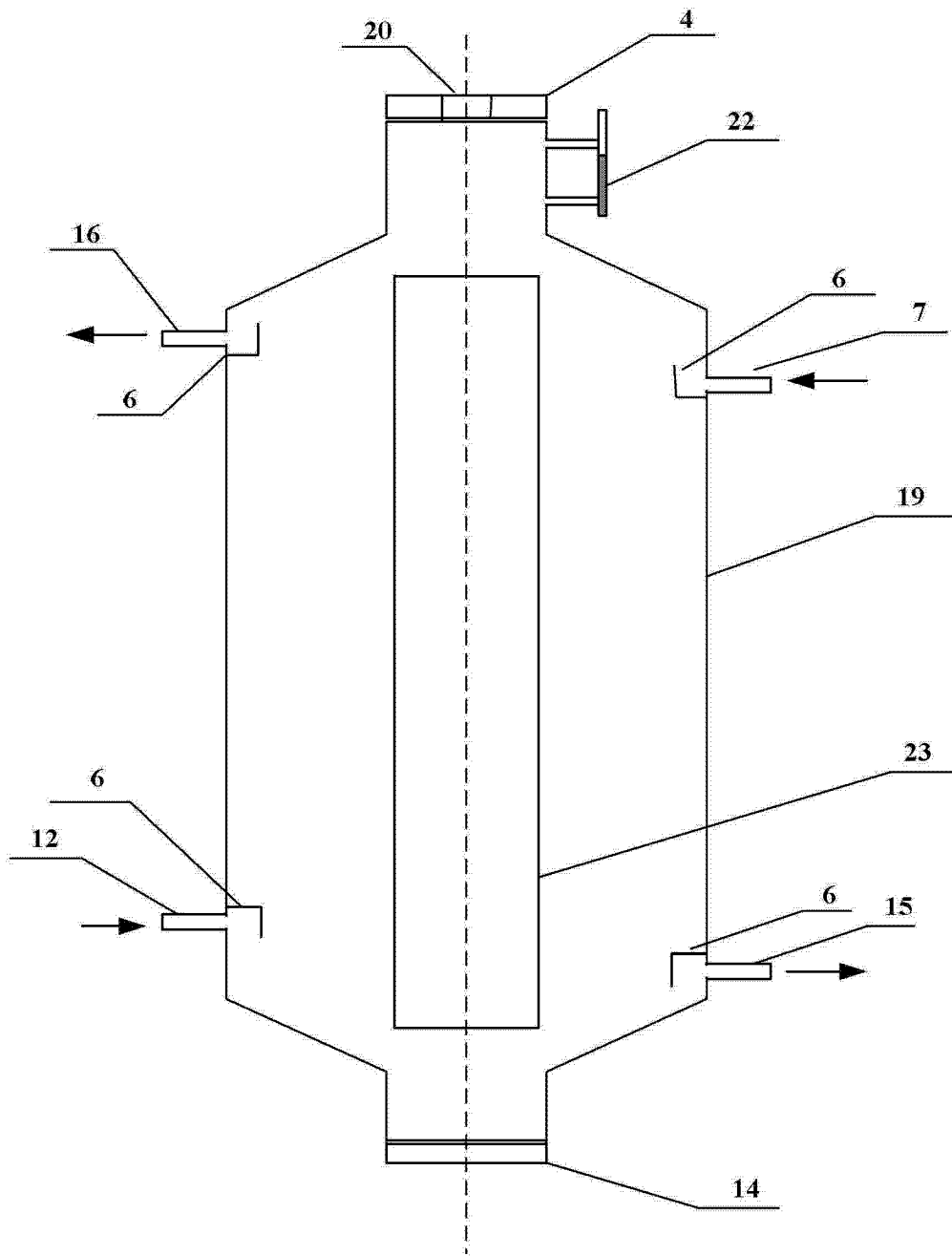


图 6

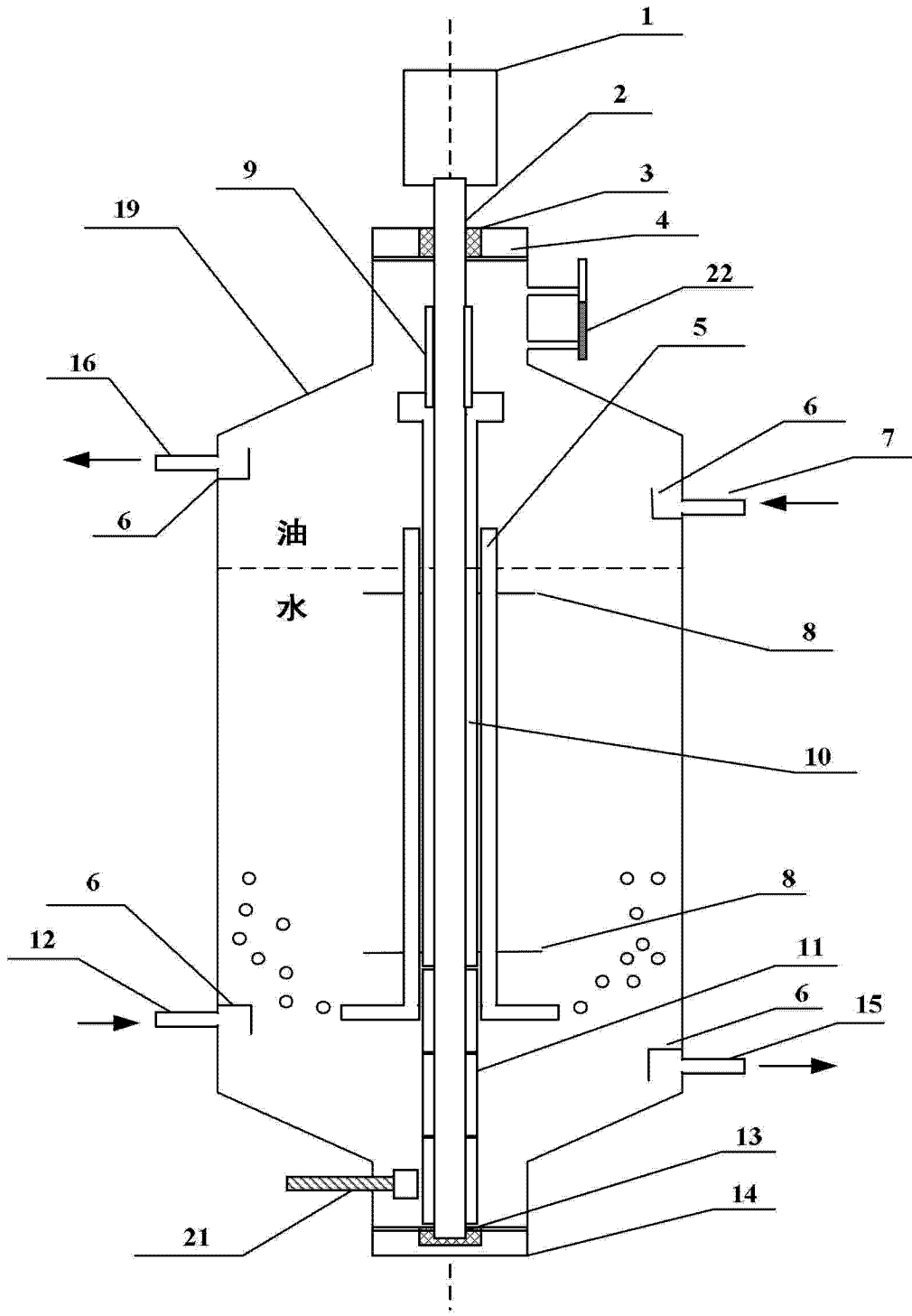


图 7

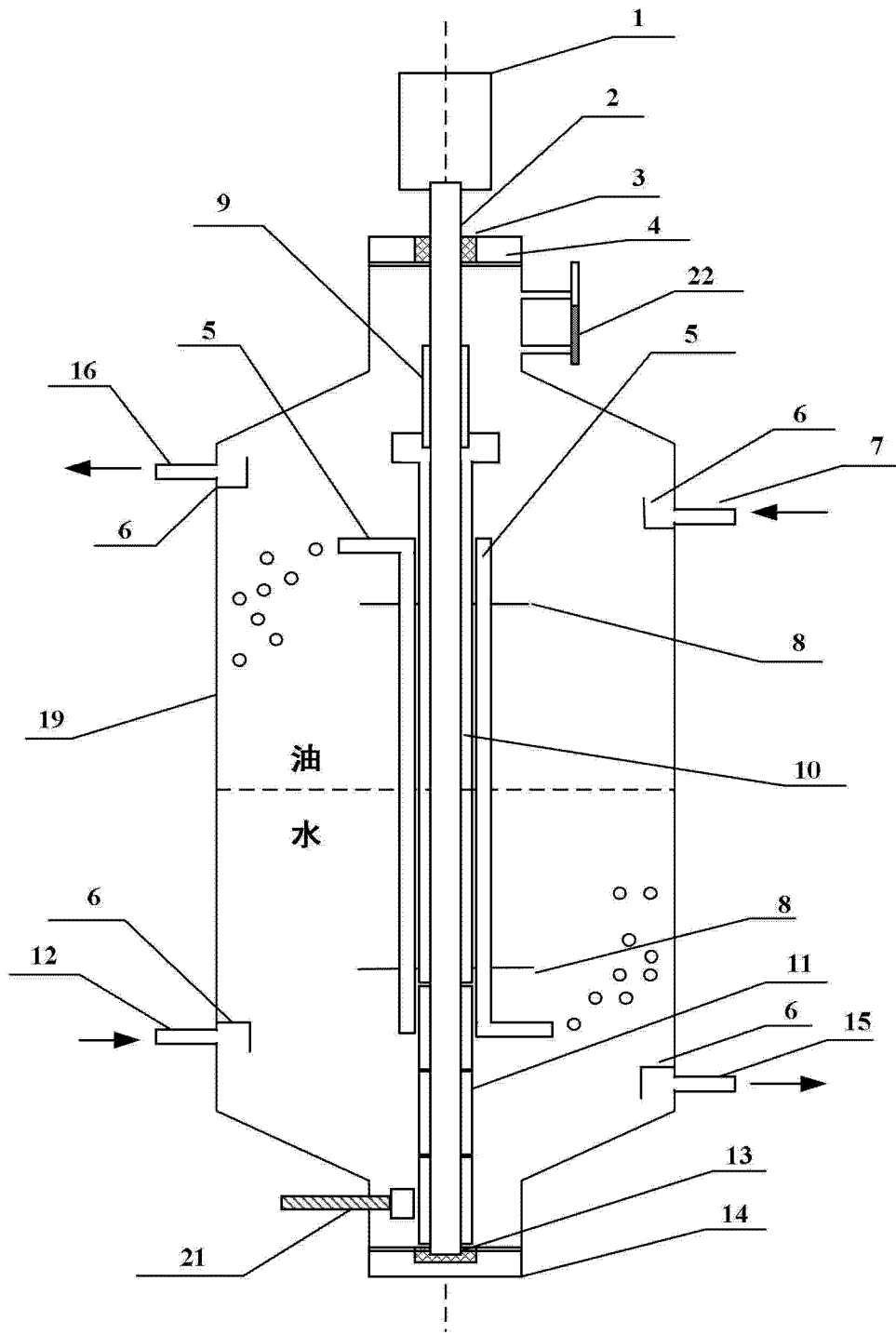


图 8

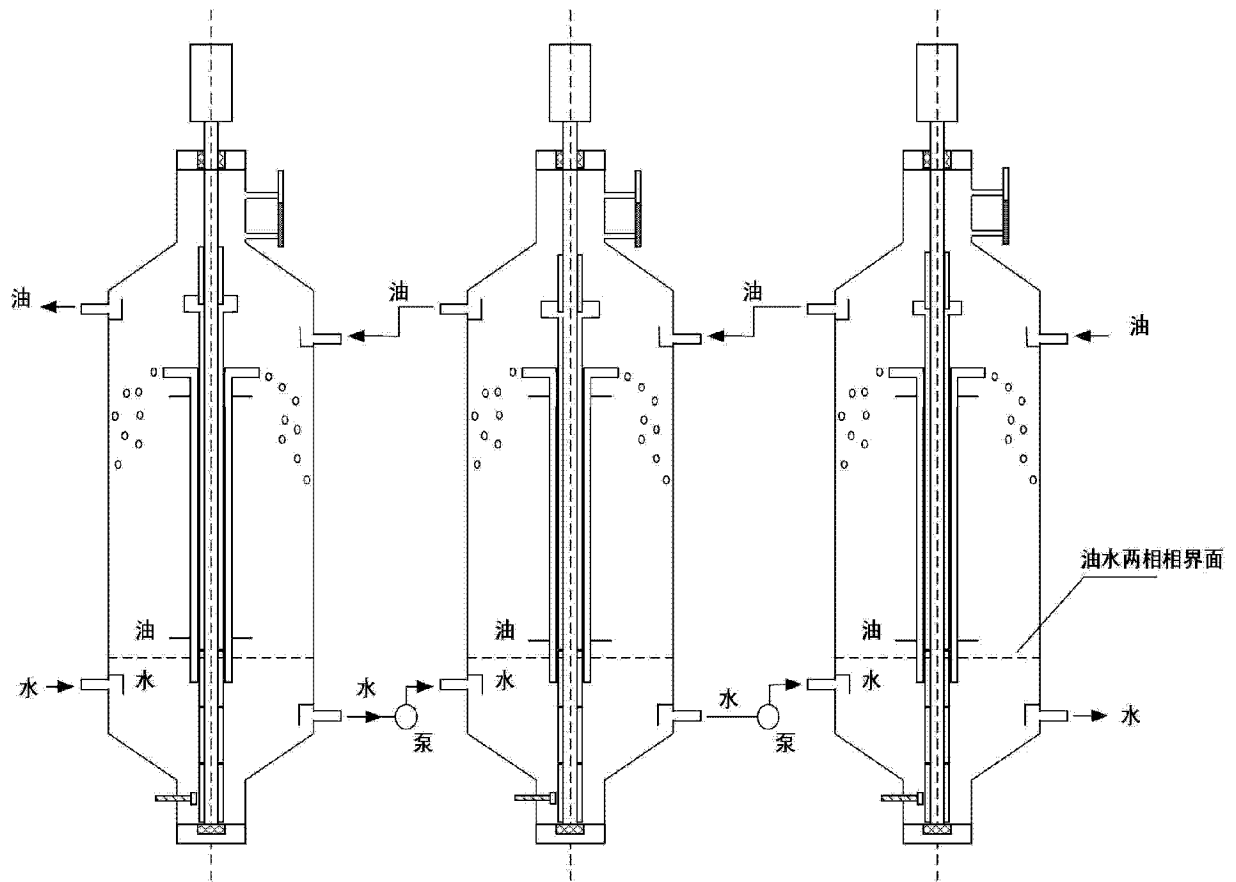


图 9