[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl[6]
B01D 11/04
C02F 1/26

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96198114.8

[43]公开日 1998 年 12 月 9 日

[11] 公开号 CN 1201400A

[22]申请日 96.8.12

[30]优先权

[32]95.9.18 [33]US[31]08/529,589

[86]国际申请 PCT/US96/12997 96.8.12

[87]国际公布 WO97/10886 英 97.3.27

[85]进入国家阶段日期 98.5.6

[71]申请人 科克(西普拉斯)有限公司

地址 美国堪萨斯州

[72]发明人 蒂莫西·L·霍姆斯

克莱德·C·科普兰

[74]专利代理机构 柳沈知识产权律师事务所

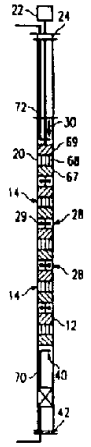
代理人 巫肖南

权利要求书 5 页 说明书 10 页 附图页数 5 页

[54]发明名称 搅拌填充萃取柱

[57]摘要

公开了使用固定在其减震区（14）中的板类结构化填料（20）的搅拌填充萃取柱（12）。该结构化填料（20）分成彼此成一角度取向的波纹束。每个减震区（14）具有彼此相对旋转的多层（67、68、69）结构化填料（20）以便进一步增强其中通过的液体的分布从而导致改进沿其边缘的密封。



权　利　要　求　书

1.一种适用于其中液体流动的逆流液－液萃取体系，所述的体系包括:

基本上垂直的柱，其具有通过其中的中心轴并包括一系列轴向交错横放的减震和混合区;

搅拌装置，放置在每个所述混合区内用于将非垂直轴向力作用于其中流动液体上;

安装在所说减震区和所说的混合区之间的结构化填料；和

安装在所述减震区内的所述结构化填料，其包括至少一层一般是面对面放置用于促进其间液体流动的波纹接触板。

2.权利要求 1 中所述的体系，其中用彼此相对倾斜的相对波纹并以相对于所述柱的垂直轴成一角度放置所述的波纹板。

3.权利要求 2 中所述的体系，其中所述的波纹板放置在所述的减震区内，所述的波纹以相对于所述柱的轴约 45 度的角度取向。

4.权利要求 1 中所述的体系，其中所述板的所述波纹是由约 1/4 英寸－ 3 英寸的高度形成的。

5.权利要求 1 中所述的体系，其中用一般光滑表面的光洁度形成所述的波纹板。

6.权利要求 1 中所述的体系，其中所述的片是由金属形成的。

7.权利要求 6 中所述的体系，其中所述的金属片是由基本上光滑的、基本上连续的表面形成的。

8.权利要求 1 中所述的体系，其中所述的片是由包括聚四氟乙烯和聚丙烯的一类工程塑料形成的。

9.权利要求 1 中所述的体系，其中将至少两个轴向堆积的填料层横向地放置在至少一个所述的减震区内。

10.权利要求 9 中所述的体系，其中将至少两个轴向堆积的填料层放置在每个所述柱的所述减震区内。

11.权利要求 9 和 10 中所述的体系，其中第 2 层填料相对于所述两个轴向堆积层的第 1 层填料旋转90 度以便增强所述填料层和所述柱之间的边缘密封性从而限制其周围液体的旁路。

12.权利要求 11 中所述的体系，其中将第 3 层填料提供和固定到相邻所

述的第 2 层填料上并且相对其旋转 90 度以便进一步限制其周围液体的旁路。

13.权利要求 1 中所述的体系，其中所述的结构化填料包括由金属形成的波纹板和用彼此相对倾斜的相对波纹并以相对于所述柱的轴成约 45 度角放置。

14.权利要求 1 中所述的体系，其中所述的搅拌装置包括安装在所述普通垂直可旋转传动轴上的浆叶，该传动轴通过所述的结构化填料放置在所述的柱内。

15.权利要求 14 中所述的体系，其中所述的浆叶包括四个对称放置在所述传动轴周围的径向式浆叶。

16.权利要求 1 中所述的体系，其中所述的柱适用于一个第一重液体和一个第二轻液体的逆流流动，将一个分散进另一个液体中。

17.权利要求 1 中所述的体系，其中所述的暴露于所述液体的结构化填料和所述搅拌装置的那些区及所述的柱包括塑料表面。

18.一种逆流液－液萃取的方法，包括下面步骤:

提供基本上垂直的柱，其具有一系列轴向交错横放的适用于其中液体流动的减震和混合区;

提供所述的混合区，将至少一个搅拌器把非垂直的轴向力作用于通过其中流动的液体;

提供波纹板类的结构化填料，所述的填料包括至少一层一般为面对面放置的波纹接触板;

将所述的结构化填料安装在所述的减震区内；和

使第一和第二液体流过所述的柱。

19.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤: 用彼此相对倾斜的相对波纹并以相对于所述柱的垂直轴成一角度，放置所述的波纹板。

20.权利要求 19 中所述的方法，其还包括下面步骤: 将所述的波纹板放置在所述的减震区内，所述的波纹以相对于所述柱的轴约 45 度的角度取向。

21.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤: 形成约 1/4 英寸－ 3 英寸高的所述板的所述波纹。

22.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤: 形成具有一般光滑表面光洁度的所述波纹板。

23.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤: 由金属形成所述的

板。

24.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤：由包括聚四氟乙烯和聚丙烯的一类工程塑料形成所述的板。

25.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤：将至少两个轴向堆积的填料层安装在至少一个所述的减震区内。

26.权利要求 25 中所述的方法，其还包括下面步骤：将至少两个轴向堆积的填料层安装在每个所述减震区内。

27.权利要求 25 和 26 中所述的方法，其还包括下面步骤：第 2 层填料相对于所述两个轴向堆积层的第 1 层填料旋转90度以便增强所述填料层和所述柱之间的边缘密封从而限制其周围液体的旁路。

28.权利要求 27 中所述的方法，其还包括下面步骤：在所述的第 2 层相邻位置提供第 3 层填料并以相对其旋转 90 度的角度将所述的第 3 层填料固定到所述的第 2 层填料上，以便进一步限制其周围液体的旁路。

29.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤：提供具有桨叶的所述搅拌器。

30.权利要求 29 中所述的方法，其还包括下面步骤：在所述层填料中形成孔，提供普通垂直可旋转的、放置在所述柱内的传动轴，该传动轴通过所述的层的所述孔中并将桨叶安装在所述传动轴上。

31.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤：以轻相和重相提供所述的液体以便使一液体逆流流过另一液体。

32.权利要求 31 中所述的方法，其还包括下面步骤：将所述的轻相液体分散在逆流流动的连续重相液体中。

33.权利要求 31 中所述的方法，其还包括下面步骤：将所述的重相液体分散在逆流流动的连续轻相液体中。

34.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤：提供具有塑料表面的所述结构化填料。

35.权利要求 18 中所述的方法，其还包括下面步骤：将塑料表面提供给与所述液体接触的所述搅拌器和所述柱的表面。

36.一种用于第一重相液体和第二轻相液体在基本上垂直柱中逆流流动液－液萃取的方法，该柱用一系列轴向交错横放的减震和混合区构成，所述方法包括下面步骤：

将至少一个搅拌器提供给所述的混合区以便将非垂直的轴向力作用于所述的液体;

在所述的减震区内将至少一层一般为面对面放置的波纹接触板提供给波纹板类的结构化填料;

将所述的结构化填料安装在所述的减震区内; 和

使第 1 和第 2 液体流过所述的柱。

37.权利要求 36 中所述的方法, 其还包括下面步骤: 将所述的轻相液体分散在逆流流动的连续重相液体中。

38.权利要求 36 中所述的方法, 其还包括下面步骤: 将所述的重相液体分散在逆流流动的连续轻相液体中。

39.权利要求 36 中所述的方法, 其还包括下面步骤: 将塑料表面提供给与所述液体接触的所述搅拌器和柱的表面。

40.权利要求 36 中所述的方法, 其还包括下面步骤: 形成具有一般光滑表面光洁度的所述波纹板。

41.权利要求 36 中所述的方法, 其还包括下面步骤: 由金属形成所述的板。

42.权利要求 36 中所述的方法, 其还包括下面步骤: 将至少两个轴向堆积的填料层安装在至少一个所述的减震区内。

43.权利要求 42 中所述的方法, 其还包括下面步骤: 将所述的两个轴向堆积层中的所述的第 2 层填料相对于所述的第 1 层填料旋转 90 度, 以便增强所述填料层和所述柱之间的边缘密封性从而限制其周围的液体旁路。

44.权利要求 43 中所述的方法, 其还包括下面步骤: 安装相邻于所述的第 2 层填料的第 3 层填料并在与所述的第 2 层旋转 90 度的位置固定所述的第 3 层填料上, 以便进一步限制其周围液体的旁路。

45.一种用于第 1 重相液体和第 2 轻相液体在基本上垂直柱中逆流流动液-液萃取的方法, 该柱用一系列轴向交错横放的减震和混合区构成, 所述方法包括下面步骤:

使所述的第 1 和第 2 液体逆流流过所述的用于其中搅拌的混合区;

使所述的第 1 和第 2 液体逆流流过放置在所述减震区中的结构化波纹填料, 所述的填料包括一般面对面放置在所述减震区内的接触板;

从所述柱的上部收集所述的轻相液体; 和

从所述柱的下部收集所述的重相液体。

46.权利要求 45 中所述的方法，其还包括下面步骤：将所述的轻相液体分散在逆流流动的连续重相液体中。

47.权利要求 46 中所述的方法，其还包括下面步骤：将所述的重相液体分散在逆流流动的连续轻相液体中。

48.权利要求 45 中所述的方法，其还包括下面步骤：将塑料表面提供给与所述液体接触的所述搅拌器和柱的表面。

49.权利要求 45 中所述的方法，其还包括下面步骤：使所述的第 1 和第 2 液体在具有一般光滑表面光洁度的波纹板之间流动。

50.权利要求 45 中所述的方法，其还包括下面步骤：使所述的第 1 和第 2 液体流过至少两个在至少一个所述减震区内的轴向堆积的填料层。

51.权利要求 50 中所述的方法，其还包括下面步骤：将所述的第 2 层填料相对于所述两个轴向堆积层的第 1 层填料旋转 90 度，以便增强所述填料层和所述柱之间的边缘密封性从而限制其周围的液体旁路。

52.权利要求 51 中所述的方法，其还包括下面步骤：安装相邻于所述的第 2 层填料的第 3 层填料并在与所述的第 2 层旋转 90 度的位置固定所述的第 3 层填料上，以便进一步限制其周围液体的旁路。

说　明　书

搅拌填充萃取柱

发明背景

本发明涉及化学工艺塔，更具体地说，涉及装有结构化填料的搅拌萃取柱。

现有技术

在液－液接触技术中，非常需要使用有效改进在工艺塔中发生的传质的方法和装置。这通常借助逆流液体萃取体系来完成。这些体系的液体连续和逆流地流过一个或多个室，该室可以具有特殊设计的安装在其中的装置。这类装置可以包括：用于影响液体物理性质(例如液滴大小)的搅拌器和起阻碍液体直接流动作用的塔填料。填料也提供了更好的较轻漂洗液体和较重沉降液体之间的接触，并提供了更好更高效力的接触方式。

通常这样构造液－液工艺塔以便使重液体从塔的上部向下流动和轻液体从塔的下部向上升。已经发现：在现有技术的液－液接触区提供能起有效传质或液－液接触作用的装置和方法是合乎要求的，由此用最小压力降低通过给定的最小尺寸的区域可以完成液体的接触。在液－液萃取操作中，高效率和低压力降低是重要的设计标准。用于液－液接触的足够的表面积对于降低或消除存在于上升较轻液体中的重液体夹带这一基本功能是必需的。最一般地，在搅拌萃取体系的柱或减震区中需要结构化的填料排列以便在水平和垂直的两个面均具有足够的表面积致使重组份馏份向下流，并允许较轻液体最小阻力向上通过填料来进行漂洗。用这样的装置，分别在该塔的底部和顶部回收进料的重组份和轻组份。

被动液－液塔(无机械搅拌)通常包括很多提供混溶和互补设计的堆积层。在 US5185106 中叙述、说明和讨论了这样的设计。在这样的被动柱中，每个层利用流体的速度和动能进行消除上升液体相中重液体夹带及通过轻液体和重液体接触的双重功能，从而完成充分分离或将液体萃取成所需组份。相反地，在提供多轻相通过填充层的水平和垂直面的现有技术中已经这样使用了倾斜的波纹片或板以便保证较轻液体的流动和其分布在该片内并防止该较轻液体通过该层某些区而不是其它区的不良分布或沟流。在该方法中，仅

利用柱和施加在其中起作用的能量是有效力的。

对这种塔的结构化填料还有建议，现有技术的倾斜波纹接触板的结构构型已经加有用于液体通过的孔。由这样的孔形成湍流从而保证了轻相和重相的密切接触。需要保证的是：上升的轻相起相接触和在靠近垂直位置(在该位置上升相接近或离开通道孔)内液体不夹带的双重功能。用该方法，降低上升或下降相的不良分布。此外，现有技术最重要的是在经济制造的构型中提供了用于液－液接触的上述方法和装置。这样的考虑对于有效控制成本是需要的。

相反地，倾斜波纹板提供了仅一种用于逆流液－液相互作用的方法和装置。用这样的填料排列，在或靠近于柱顶部引入并从底部抽出的液体与在或靠近于柱底部引入并从顶部抽出的分离液体有效地接触。这样方法和装置的关键特征是保证了第一和第二液体实现所需程度的彼此接触致使以设计的速率进行预定的质量或能量传递。根据其是否有外部驱动的动力，该内部结构可以是主动或被动的。然而，对于使用主动体系要有理由。

一个现有技术的认识是：被动的填充柱与主动柱相比具有差的结果。问题之一是导致液体间接触非常少的沟流。另一个问题是分散在第 2 连续液体相中的第 1 液体相液滴的大小。通过搅拌器体系，第 1 液滴的大小可以变得极细并且保持分散在第 2 液体中很长时间。一个主动萃取柱的例子是示于 US2493265 中的 Scheibel 型萃取装置。该参考文献中所述发明的一个方面包括装有混合区的基本上垂直的柱或室，其中安装了一个或多个搅拌器以便促进液体之间的密切接触，致使它们之间平衡接触。在该混合室的上面或下面是减震区，其中安装有纤维状填料，优选是自支撑型，例如一卷管状的编织线网层。如在 Scheibel 的专利所述，在减震区中的填料使液体的环形运动停止并允许它们分离。这样，在下层填料中，较重的液体降落下来并向下逆流地流向和通过较轻的漂洗液流。类似地，在上层填料中，较轻液体的漂洗液流逆流地流向和通过较重的下降液流。搅拌器安装在贯穿该柱的中心轴上并且该轴用任何合适的装置例如马达来旋转。其它的逆流萃取柱设计叙述和说明于美国专利 2070382 、 3032403 和 4855113 中。最近的 Scheibel 专利设计描述和说明于 US2850362 中。在该体系中，再一次描述和说明了垂直贯穿整个减震区的自支撑线网筛。

具有结构化填料的搅拌萃取柱的概念并不是新的，例如见 L. Steiner 和 S.

Hartland 在引入本文作为参考的 1980 年 12 月的 CEP(60 页)中所述的柱。可是，在研制和试验这些设计方面暴露了很多问题。一个问题是在填料附近“液体旁路”。由于这或其它原因，这样体系的工业应用受到限制。

液－液接触体系与气－液接触体系是明显不同的，尽管这两个体系都可以使用结构化填料。在气－液接触体系中，液体相润湿填料并且传质是由在填料表面上由那里流过连续气相的液体相提供的。在搅拌萃取柱中，第 1 液体相以液滴形式分散在第 2 连续相中。如上所述，该液滴通过搅拌可以变得极细并且非常理想的是使该分散相液滴在整个柱中都保持分散。从这一操作参数看，不使上述液－液体系的填料被分散相润湿是有利的。人们熟知的是：对于保持有机相分散，金属表面比聚四氟乙烯表面更有效，后者对保持含水相分散更有效。在搅拌填充体系内填料的功能主要是提供限制或“路障”以便增加每单位体积逆流连续相的分散相液滴数。通过增加分散相滞留量，可以实现改进的传质。可是，如果滞留量太大，该流动可以降低到这样一个点，在该点液滴一个与另一个相撞从而形成连续相。这一条件被称之为液泛。然后液泛变成最终条件，在该点下，塔性能的效率下降并且可以达到流速不再增加。由于这一限制，在搅拌填充体系中考虑液滴大小(这可以通过搅拌器设计有效地控制)和分散相的滞留量(这是由结构化填料、水力直径设计有效设定的)是很重要的。

因此，有利的是：通过用有效设计和在其减震区有效放置结构化填料以便改进其中的液－液萃取效率的改进搅拌萃取柱提供了优于现有技术的方法和装置。本发明体系提供了这样的方法和装置，该体系提供了以这样构型放置波纹板的结构化排列，致使在液－液萃取塔的轴向错流横向减震区中有效地提供了有效液－液萃取部件。本发明通过利用大的用于结构化填料的卷曲高度和大量的彼此之间相对旋转的层状填料单元，还提供了水力直径有效性方面的改进。

发明概述

本发明涉及搅拌萃取柱，更具体地说，本发明的一个方面涉及逆流液－液萃取体系，其包括基本上垂直的柱，其具有贯穿的中心轴并其中包括一系列轴性错流横向减震和混合区。搅拌装置放置在每个混合区内用于将非垂直的轴性力作用于流动于其中的液体。将结构化填料安装在该减震区内和混合区之间，并且安装在减震区内的结构化填料包括至少一层通常以面对面关系

放置的波纹接触板以便促进其间液体的流动。

在另一方面，上述本发明包括装有相反的彼此相对倾斜并相对于柱垂直轴有一角度的波纹板。该放置在减震区的波纹板具有相对于柱轴约45度取向的波纹。该板的波纹可以具有约1/2英寸高度并且通常具有光滑的表面光洁度。在一个实施方案中，该板是薄片状的并且由金属形成。在另一个实施方案中，该板或者由一种工程塑料(包括聚四氟乙烯和聚丙烯)形成或者用其涂覆。

在本发明的又一个方面，上述本发明包括至少二个横向放置在每个减震区内的轴向填料层。优选在该填料上安装至少一个第2层填料，其相对于第1层填料旋转约90度，以便增强所说填料和所说柱之间的边缘密封。在又一个实施方案中，邻近第2层填料处提供第3层填料，并且如果多于3层，那么相对于其旋转约90度，以此类推。

在本发明的另一个方面，本发明涉及在具有一系列轴向错流横向减震和混合区的基本上垂直的柱中进行这类逆流液－液萃取的方法。该方法包括下面步骤：向该混合区提供至少一个用于将非垂直的轴性力作用于液体和提供结构化填料的波纹变型。然后将该结构化的填料安装在减震区内并且通常面对面地将该具有至少一层波纹接触板的结构化填料放置在所说的减震区内。该方法还可以包括下面这些步骤：放置具有相对彼此倾斜并相对于该柱垂直轴成一角度的波纹的波纹金属片。

附图简述

为了更全面地理解本发明和为了理解其目的和优点，可以参考下面的描述及附图，其中：

图1是说明根据本发明原理的搅拌萃取体系的整套装置的图解立面简图；

图2是图解说明根据本发明原理建造的搅拌填充柱的侧面立面剖面简图；

图3A是说明用图1体系在甲苯和水之间的丙酮分布的图解表示；

图3B是图1体系每米理论塔板数对用于第1结构化填料尺寸的搅拌器桨叶RPM的曲线图；

图4是图1体系每米理论塔板数对用于第2结构化填料尺寸的RPM的曲线图；

图 5 是说明每米最大理论塔板数对用于图 3 和图 4 的两种不同结构化填料尺寸总流量的 Stichlmair 型曲线图；和

图 6 是图 3 和图 4 结构化填料的体积效率对从连续相到分散相传质的总流量的关系图；

图 7 根据本发明原理的图 2 结构化填料部件的放大部分部件分解透视图。

发明详述

首先参考图 1，其说明了根据本发明原理构成的一个搅拌填充柱体系实施方案的简图。该体系 10 包括：由其中很多减震区 14 和混合区 16 构成的柱 12 。合在一起，该柱 12 部件提供了逆流液－液萃取体系，其具有位于沿中心轴 26 的传动轴 18 。该传动轴 18 由放置在每个混合区内的浆叶构成，其用于将非垂直的轴向力作用于在其中流动的液体上。每个减震区 14 还包括安装在其中的结构化填料 20，在混合区 16 之间具有结构化填料，该结构化填料包括至少一层面对面放置的波纹接触板用来促进其间液体的流动，如下面详细叙述的。

应该指出的是：图 1 是表示简单体系的示意图，用来说明本发明的原理。该示意图本身是中试装置操作图，但可由本领域技术人员将其等价应用于和转化成工业体系。

还参考图 1，可变速驱动马达 22 固定在柱 12 的顶部 24 处，用来给混合区 16 提供动力。驱动马达 22 使柱 12 的轴 26 向下延伸的传动轴 18 旋转。浆叶 28 安装在混合区 16 中以便当液体逆流通过其中时由该传动轴 18 形成其中液体的搅拌。设计其搅拌以便降低分散进另一连续相液体中的液体相液滴的大小。这样将垂直叶片 29 装配到浆叶 28 上以便产生非垂直轴性力的搅拌。叶片 29 等的搅拌已经说明在这样的部件中产生了极细的分散液滴形状。

第 1 或较重液体 30 在邻近柱 12 的储蓄池或桶 32 中提供，并用泵 34 泵送到所说柱的顶部 24 。图示的流量测定体系用来监测液体流速。液体 30 被泵 34 通过输送管 38 输送进入柱 12 的顶部 24，同时将较轻液体 40 泵送进柱 12 的底部 42 。较轻液体 40，本文中为有机溶剂形式，在桶或储蓄池 44 中提供，并通过泵 46 泵送通过管线 48 进入柱 12 的底部 42 。也示出了流量校准测定体系 49 。当较重液体 30 向下通过搅拌填充萃取柱 12 时，其从底部 42 输送通过卸出管线 50 进入本文中作为桶 52 表示出的储蓄池中。可以使用

泵 54 来将液体 30 压进桶 52，该液体 30 通常被称之为含水底流或残液 56。同样，较轻有机溶剂 40 向上通过柱 12 并且从顶部 24 送出通过卸出管线 60 通过放气口 62 后进入本文中作为桶 64 表示的储蓄池中，在该处其作为有机溢流或萃取物 66 存储。如化学工艺塔技术中常用的，将网状垫聚结器(未示出)用于该中试装置试验。

现在参考图 2，其说明了图 1 具有其上放置有可变速驱动马达 22 的柱 12。在该特定的侧面立面横截面图中，更详细地表示了减震区 14。每个减震区 14 在 3 个特殊层中含有结构化填料 20。每个减震区 14 中的结构化填料 20 是由面对第 1 方向的波纹填料的第 1 底层 67 和放置在其上的取向为第 2 方向的波纹填料的第 2 层 68 组成的。下面更详细地描述层 67 和 68 的取向。第 3 填料层 69 放置在第 2 层 68 上，该第 3 层 69 也相对于第 2 层 68 旋转。在该具体的图中，塔 12 的底部 42 被表示为由足以提供有机溶剂分配器 70 长的轴构成。该分配器 70 将较轻液体 40 向上分配通过柱 12，同时含水进料分配器 72 被放置在柱 12 的上面区域用来向下分配较重液体 30。已经将特定体系设计用于本发明的分析中，作为使用具有相对较小直径(约 3 英寸)柱中试装置试验的一部分。下面叙述其它试验参数和结果。

还参考图 2，本发明的一个方面是在减震区 14 中使用波纹金属填料。在优选的实施方案中，减震区 14 的层 67、68 和 69 彼此旋转 90 度并且是由光滑的不可渗透的波纹金属结构化填料形成的。将该填料构型用于本发明中从而代替 US2493265 的 Scheibel 网型萃取装置的网状填料。发现在该部件试验期间，这一代替使得以体积效率获得的工艺能力增加了 6 倍，这如果不比现有技术设计高的话，也与其不相上下。

使用本发明的试验

用标准丙酮－水－甲苯体系进行中试装置萃取柱试验以便说明示于图 2 中类型的搅拌填充萃取柱的性能。两个评价的萃取柱是按照如 US2493265 所示的原始 Scheibel 网状柱(下文中称之为“Scheibel 网状柱”)用上述更高波纹能力结构化填料代替该网状区仿制的。在 3 英寸直径的萃取柱中使用本文中所述的有效高度均为 30 英寸的两个填料，它含有 4 个实际塔板。用一般用于 3 英寸直径 Scheibel 网状柱中的标准 4 －桨叶径向式汽轮机提供搅拌。进行从连续含水相到分散有机相(c － d)和从分散有机相到连续含水相(d － c)的两个丙酮传质试验，但仅提供了(c － d)传质数据的详细分析。

该试验用光滑表面的、卷曲尺寸为 3/8 英寸和 1/2 英寸的未穿孔卷曲结构化填料进行。较小的卷曲尺寸是因为比工业柱小的柱直径所造成的。对于较大的工业柱，该卷曲尺寸优选增加到 3 英寸。在用 3/8 英寸卷曲的试验中，考虑的混合进料和溶剂的流速为 10 - 50$m^3/(m^2hr)$，使用的搅拌器速度为 300 - 1750rpm 。每米最大的理论塔板数在 10$m^3/(m^2hr)$时的 3.83 塔数/米 - 20$m^3/(m^2hr)$时的最大 5.91 塔数/米的范围，在混合流量为 49.89$m^3/(m^2hr)$在较高的处理速度下降低到 2.11 塔数/米。最大体积效率(在最佳 rpm 下)从混合流量为 10$m^3/(m^2hr)$下的 38.3HR^{-1} 增加到 40$m^3/(m^2hr)$下的最大值 186.8HR^{-1}，然后其降低到 49.89$m^3/(m^2hr)$下的 106HR^{-1}。

在用 1/2 英寸卷曲填料的试验中，考虑的混合物料通过量的流速为 10.58 - 41.01$m^3/(m^2hr)$，使用的搅拌器速度为 450 - 1700rpm。每米最大的理论塔板数在 10.58$m^3/(m^2hr)$时的 5.2 塔数/米 - 20.48$m^3/(m^2hr)$时的 7.14 塔数/米的范围，在混合物料通过置为 49.89$m^3/(m^2hr)$下将较高的处理速度降低到 2.74 塔数/小时。最大体积效率从 10.58$m^3/(m^2hr)$时的 55.5HR^{-1} 增加到 30.73$m^3/(m^2hr)$时的 154.6HR^{-1}，然后其降低到 41.01$m^3/(m^2hr)$时的 112.4HR^{-1}。

通过用 3/8 英寸和卷曲结构化的填料代替原始的 Scheibel 网状柱中的网，混合处理速度从 10$m^3/(m^2hr)$增加到 40$m^3/(m^2hr)$，体积效率超过 150HR^{-1}。该数据表明能力增加了 6 倍并具有极好的体积效率。

进行上述试验以便(1)评价具有 3/8 英寸结构化填料的 3 英寸直径搅拌填充柱在室温处理条件下对标准丙酮 - 水 - 甲苯体系的性能，和(2)评价具有 1/2 英寸结构化填料的 3 英寸直径搅拌填充柱在室温处理条件下对标准丙酮 - 水 - 甲苯体系的性能。

现在参考图 3A，可以看到在室温下丙酮在试剂级甲苯和水(水蒸气冷凝物)相之间的平衡分布。通过用 1 升园底烧杯进行摇动试验得到这些数据。通过气相色谱测定得到的残液和萃取相的组成。

如上所述，图 1 说明了萃取中试装置的简图，从该装置获取本文中提供的数据。该中试装置包括 3 英寸直径的、安装在混合区 16 中可变速桨叶 28 的搅拌柱，计量提供的进料 30 和溶剂 40，和用于有机萃取溢流 66 和残液底流 56 的收集体系。在所有情况下，有机甲苯相分散在连续含水相中，所以液 - 液界面位于该萃取柱的顶部。

在图 3B、4、5 和 6 中可以看到试验的搅拌柱 12 的具体几何图形。用

于3/8英寸卷曲柱的填料是从以商标名Gempak^R(Glitsch, Inc.的注册商标)销售的结构化填料制造的。该Gempak元件被制造成4-3/4英寸厚，3英寸外径并且通过其中心钻有1/4英寸轴向孔用来接受通过其中的传动轴18(见图7)。用于1/2英寸卷曲Gempak^{R}柱的填料是从平片金属元件(无杆、眼或孔)通过将3个Gempak^R 的1.5英寸厚 × 3英寸直径盘焊接在一起从而形成4.5英寸长(高)的元件来制造的。在焊接前每个盘与相邻的盘旋转90度。再有，通过每个完工元件的中心轴向地钻有一个1/4英寸直径的孔用来通过搅拌器传动轴18。

中试装置试验结果示于图3B、4、5和6中。从在图3A上画出的操作线作图确定理论塔板数。由于在该研究范围中水和甲苯的相互溶解度非常小，所以使用重量比单位的图3A上的操作线可以假定是直线。在所有试验中，有机溶剂与含水进料的体积理论比是1.5。因此，对于该试验的操作线几乎是与平衡线平行的并且得到的萃取因子接近于单位1。在这些情况下，HETS(理论塔板的等效高度)和HTU(传递单位的高度)基本上相等。

体积效率是单位为 $m^3/(m^2hr)$的总流量和每米理论塔板数的乘积。因此，体积效率的单位是 HR^{-1}(小时$^{-1}$)并且与需要进行给定萃取操作的柱体积成反比。

对于3/8英寸和1/2英寸卷曲搅拌填充柱，每米理论塔板数对rpm的曲线分别示于图3B和4中。在$10m^3/(m^2hr)$混合处理速率下，最佳rpm是泛液rpm的50 - 70 %。然而，在较高的处理速率下，最佳rpm(每米最高理论塔板数)是泛液点rpm的5 %。

最大每米理论塔板数对混合处理速率(总流量)的 Stichlmair 型曲线示于图5中。对于3/8英寸和1/2英寸两个卷曲搅拌填充(AP)柱，均在约20 $m^3/(m^2hr)$处出现最大的每米理论塔板数。

体积效率对总流量示于图6中。对于3/8英寸和1/2英寸两个卷曲搅拌填充柱，均在约40 $m^3/(m^2hr)$处出现最大体积效率。

现在参考图7，其表明了放置在塔12减震区14内在层67、68和69中的本发明优选实施方案的放大部件分解透视图，其相应于图2的描述。各层67、68和69总的表示为层100。例如，在多个填料层100的部件中提供了结构化填料20。每个层100的填料20包括多个波纹片102，其波纹设置在相对于塔轴18的一个角度并且面对面地彼此成角度地取向。在转让于Glitsch, Inc.的US4842778中也说明了多少有些类似的结构化填料排列。为了

使通过其中液体的定向横向分散和充分分布，多个层彼此旋转约 90 度取向，如用剖视线 111 表示的。如用线 111 表示的各层间的旋转关系不仅提供了均匀的液体分布而且还增强了其部件相对于柱 12 园壁的密封性。该层间的旋转关系不仅提供了均匀的液体分布和改进了该部件相对于柱 12 园壁的密封，而且还提高了在所述柱减震区中分散相的滞留量。例如，单层波纹片 102 沿着其可以更精确切割尺寸的端部 110，对圆的内柱壁 104 密封最好。由于改进了填料 20 与内柱壁 104 之间的装配，所以大大降低了填料层 100 周围的“液体旁路”。通过将波纹片 102 的旋转层 68 放置在层 67 上，一层的最小密封面积通过下一层得到补偿。如上所述，该增强的密封性是由于可以加工片 102 端部 110 的尺寸从而比波纹片 102 的侧面 113 更紧密地与壁 104 配合。由于这种更好的密封，所以使得在填料 20 周围分散相的旁路最小。

还参考图 7，将多个填料层 100 的每一个制造成具有在其中形成的中心孔 199。层 100 的孔 199 适用于接受通过其中的传动轴 18 以便允许使浆叶 28 的部件在相邻的混合区 16 中和使其旋转。如上所述，用这种方法，可以搅拌其中流动的液体。在本发明的一个实施方案中，用塑料例如聚丙烯、Teflon(Dupont 的商标名)或 Kymar(Pennwalt Corp.的商标名)涂覆浆叶 28、叶片 29、轴 18、填料层 100 和塔 12 的内壁 104。实际上，填料层和其它部件，例如浆叶叶片 29 可以由这样的塑料制成。这样的塑料涂层可以通过浸渍涂覆，等来涂覆并且当使用本发明将含水液体分散进连续有机液体中时是最有用的，因为含水液体在金属上凝结。

由此已经说明了本发明提供了改进的具有增强性能的搅拌萃取柱，但具体地，图 1、2 和 7(现在一起参考)说明了逆流液－液萃取体系 10，它包括基本上垂直的柱 12，其具有通过其中的中心轴 18，并且其中包括一系列轴向交错的横向减震区 14 和混合区 16。浆叶 28 中的搅拌装置放置在每个混合区 16 内用来将非垂直的轴向力作用于其中流动的液体上。将至少一层结构化填料 20 安装在每个减震区 14 内及该混合区 16 和安装在所述减震区的所说结构化填料之间，所述的减震区包括至少一层一般是面对面放置以便促进其间液体流动的波纹接触板或片 102。

如所示的，放置在减震区内的波纹片 102 可以具有相对于柱 12 轴 18 约 45 度取向的波纹。片 102 的波纹可以形成约 1/4 英寸－3 英寸的高度，这取决于柱 12 的尺寸，并且如上所述，一般可以具有光滑的表面光洁度，或者该

片可以包括孔。在本发明的一个实施方案中，该片 102 是薄片状的并且由金属形成的。如上所述，该片 102 也可以由塑料形成或用其涂覆。在本发明的另一个方面，上述发明的优选实施方案包括至少二个横向放置在每个减震区 14 内的填料 20 的轴向层 100 。在特定的常规应用中预计要用五层或更多层。在具体实施方案中，填料相对于第一层填料旋转 90 度以便增强所述填料和柱 12 内壁 104 之间的边缘密封性。

由此，从上面所述，相信本发明的操作和结构是显而易见的了。尽管所示或所描述的方法和装置是优选的，但它会有各种变化并且在不脱离如下面权利要求书所限定的精神和范围下可以进行改进。

说 明 书 附 图

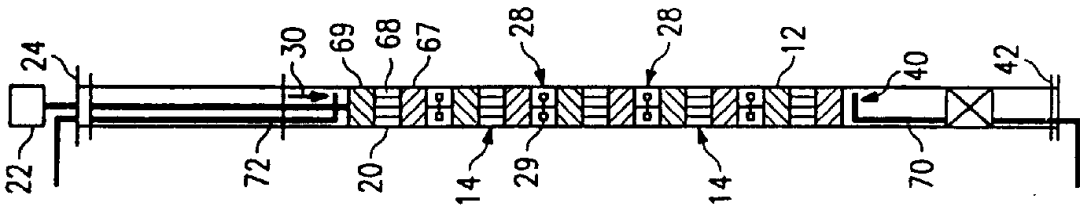

24
30
69
68
67
28
28
12
40
42
22
72
20
14
29
14
70

图 2

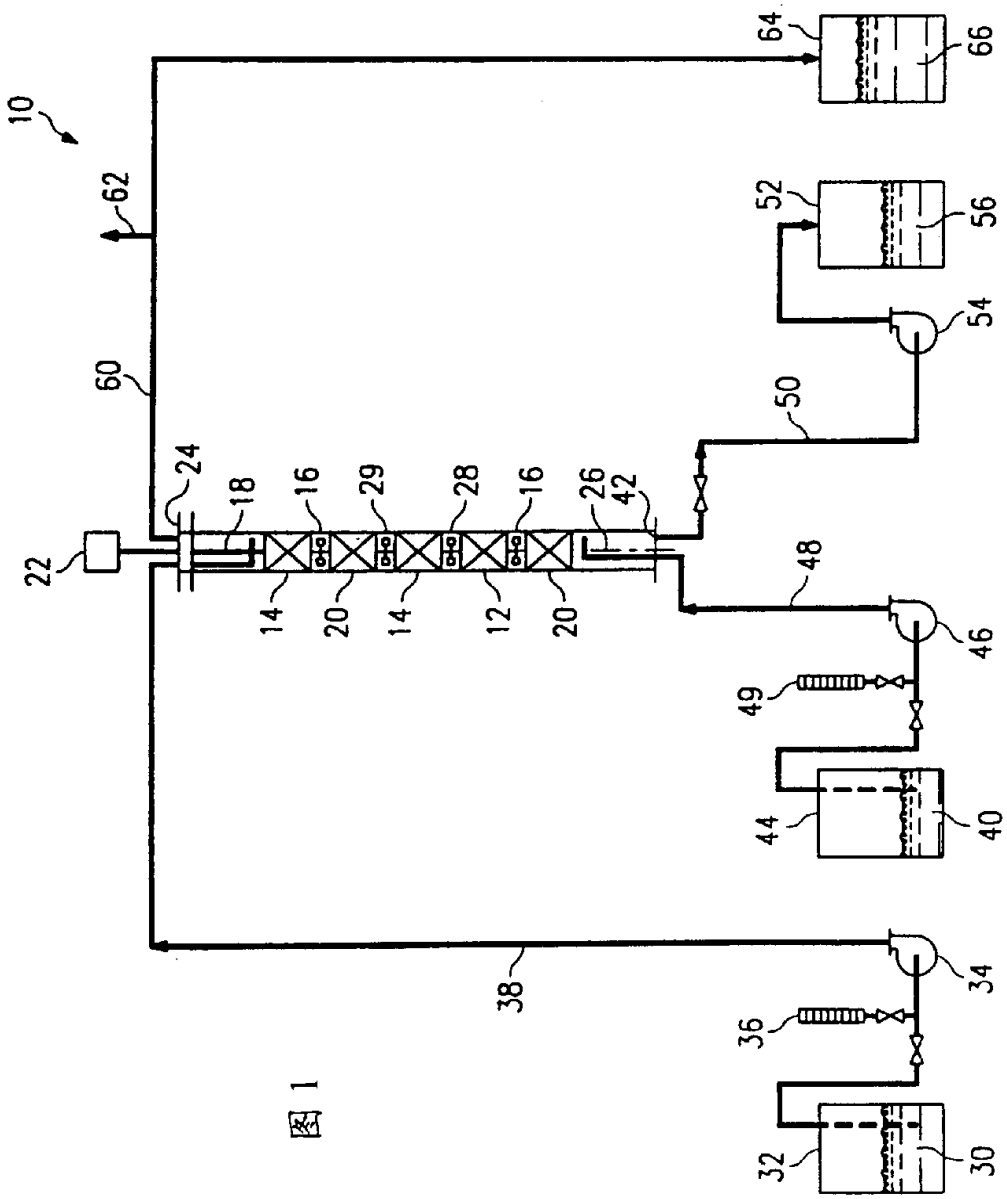

10
62
60
64
66
52
56
54
50
24
18
16
29
28
16
26
42
22
48
14
20
14
12
20
46
49
44
40
38
34
36
32
30

图 1

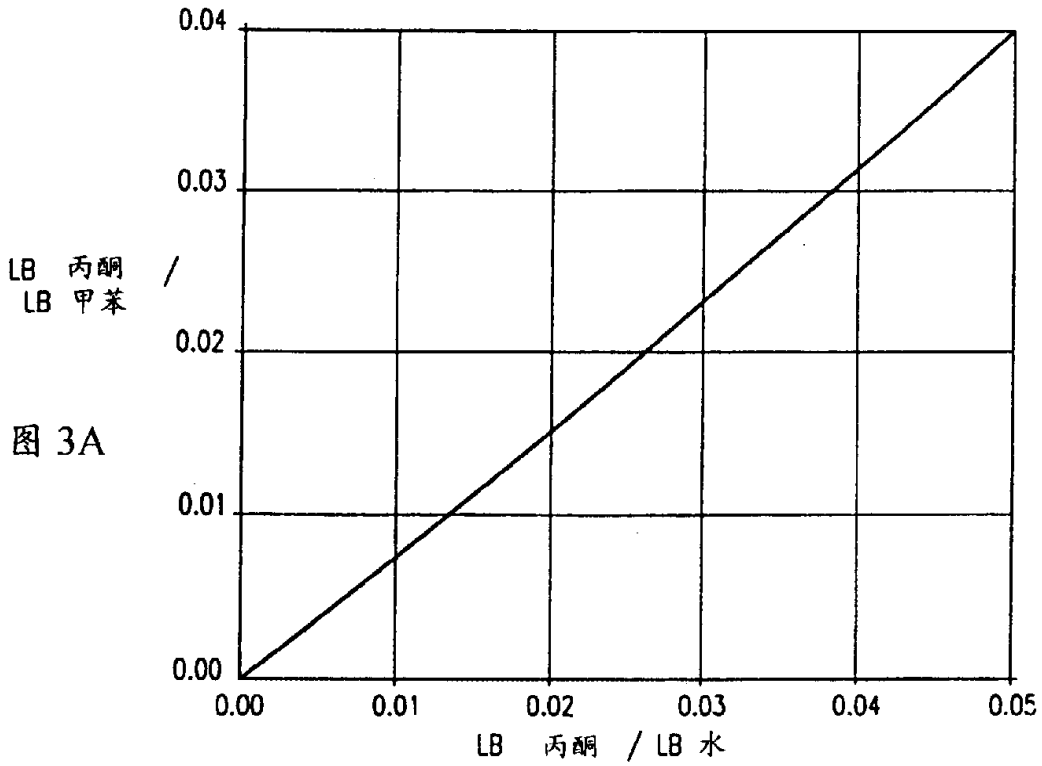

0.04
0.03
0.02
0.01
0.00
LB 丙酮 / LB 甲苯
0.00
0.01
0.02
0.03
0.04
0.05
LB 丙酮 / LB 水

图 3A

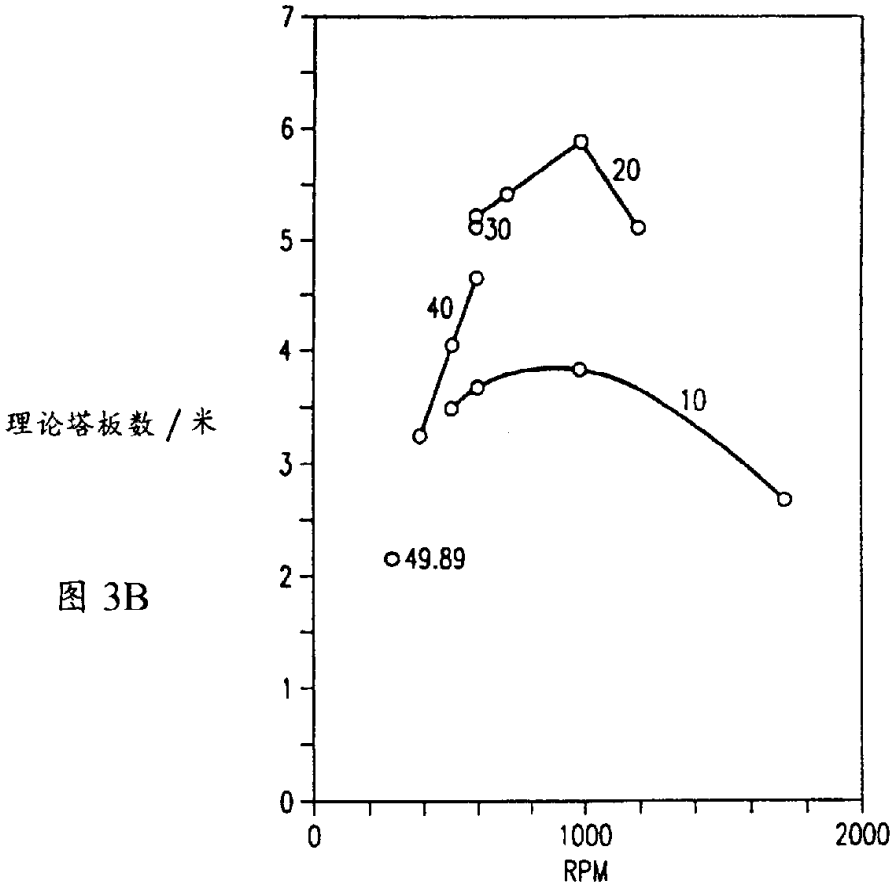

理论塔板数 / 米
7
6
5
4
3
2
1
0
20
30
40
10
49.89
0
1000
2000
RPM

图 3B

理论塔板数 / 米

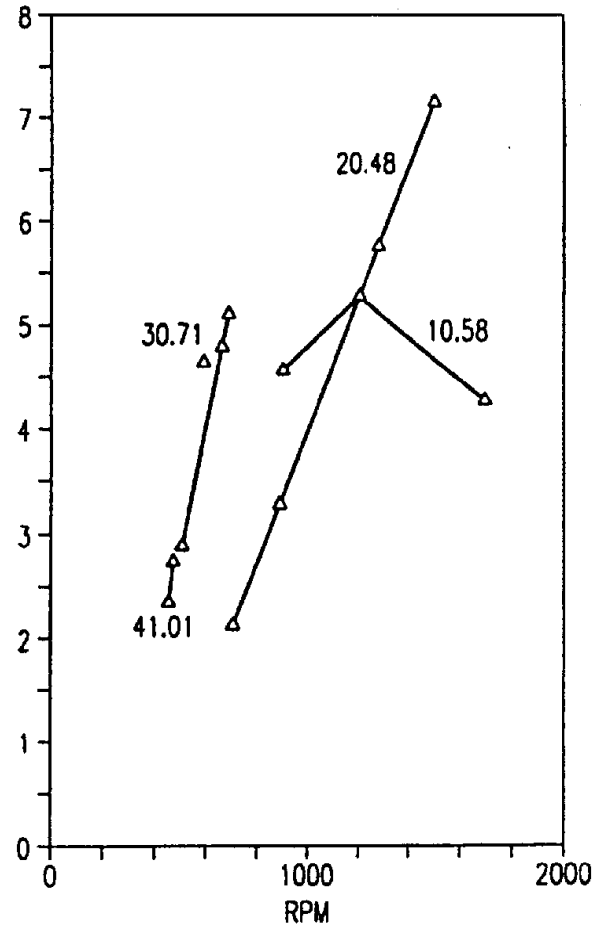


图 4

最大理论塔板数/ 米

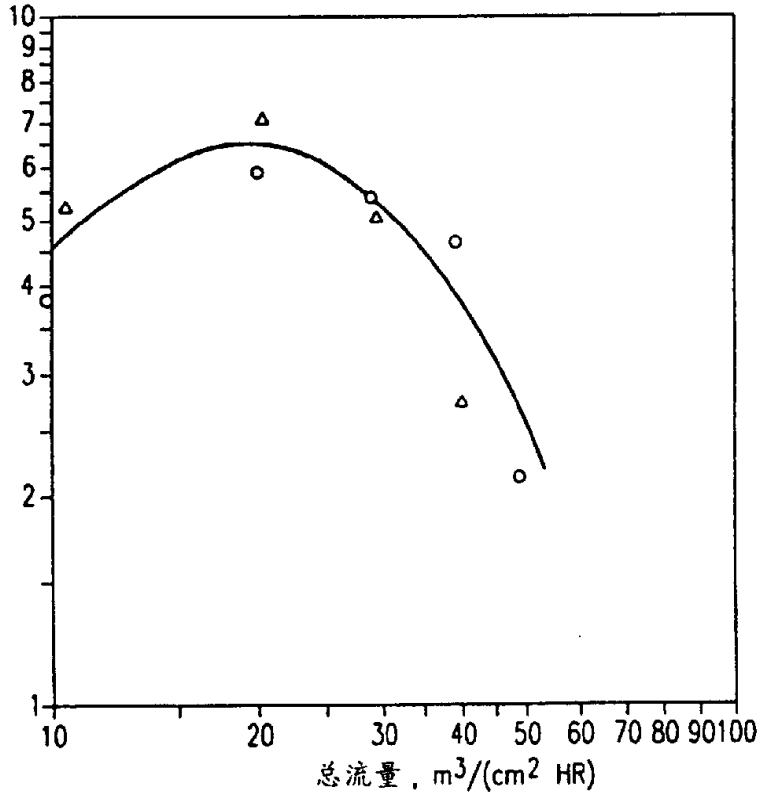


图 5

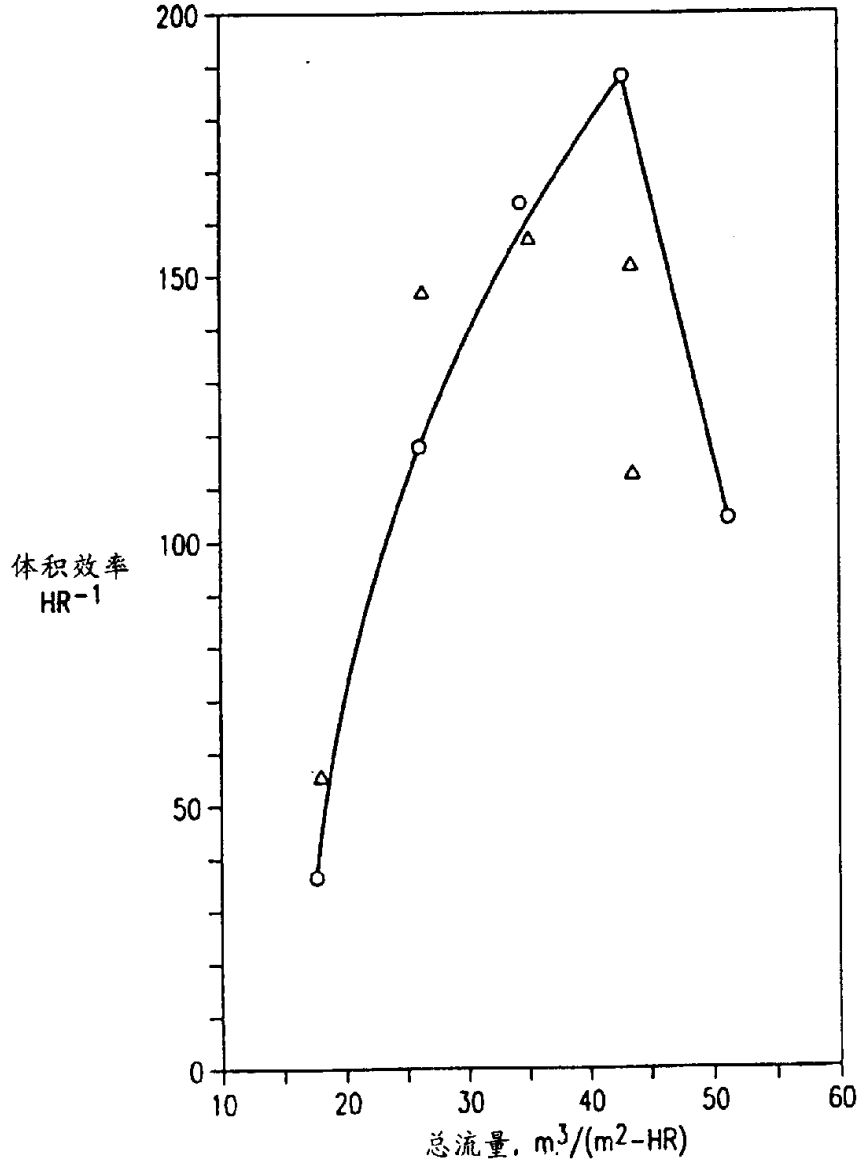


图 6

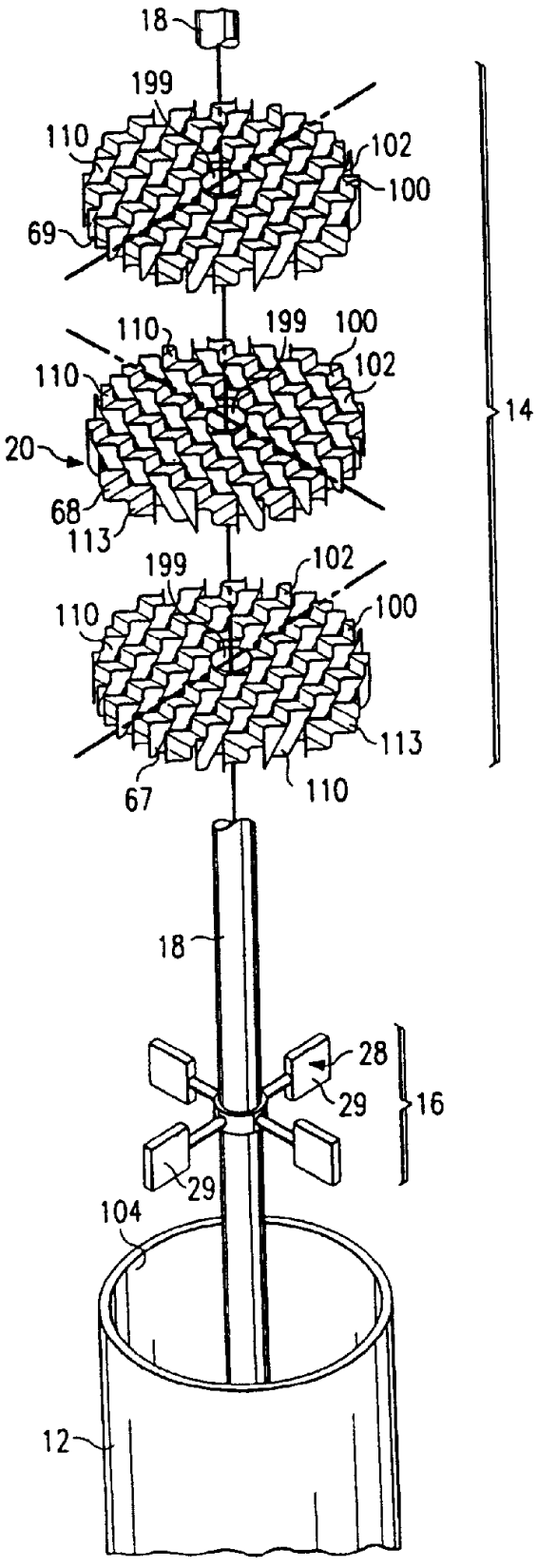

18
199
110
102
100
69
110
199
100
110
102
20
68
113
14
199
102
110
100
113
67
110
18
28
29
16
29
104
12

图 7