

高温溶剂化学萃取精制及膜分离 机械工艺适配技术研究

严进军, 张红伟, 高 鹏

(济南瑞东实业有限公司, 山东 济南 250013)

摘 要 针对高温溶剂化学萃取精制体系与膜分离机械工艺耦合过程中相态失稳、膜性能不可逆衰减、工况匹配性不足等核心问题, 本文系统解析了高温非水相萃取体系的工况边界与耐温膜分离工艺的性能特征, 构建了涵盖热力学适配、材料性能适配、流体力学适配三大核心维度的工艺适配技术体系, 建立了萃取—膜分离单元的多参数联动调控模型与污垢协同防控机制, 以期在高温溶剂萃取—膜分离耦合工艺的稳定运行提供理论参考。通过连续化工况测试, 优化后的适配体系可实现目标组分精制纯度 $\geq 99.2\%$, 连续运行120 h内膜通量衰减率 $\leq 4.2\%$, 溶剂回收率 $\geq 98.8\%$, 明确了参数适配对耦合体系稳定运行的核心调控机制。

关键词 高温溶剂萃取; 膜分离; 工艺适配; 耦合体系; 耐温膜材料

中图分类号: TQ028.8

文献标志码: A

DOI: 10.3969/j.issn.2097-3365.2026.16.042

0 引言

本研究聚焦高温溶剂化学萃取精制过程与膜分离机械工艺的耦合适配核心科学与技术问题, 以体系热力学平衡、材料工况耐受性、工艺连续化运行稳定性为核心研究维度, 系统解析耦合体系的多参数关联机制, 构建全流程适配性调控方法, 明确工艺适配的核心控制边界。本研究的核心范畴限定于非水相高温溶剂体系的萃取精制单元与加压错流膜分离单元的工艺适配, 不涉及水相体系、低温萃取体系及非膜法后续精制工艺的相关研究。

1 高温溶剂化学萃取精制的核心工况边界解析

1.1 高温萃取体系的热力学与传质动力学特征

高温溶剂化学萃取精制的核心原理是利用高温条件下溶剂对目标组分与杂质的溶解能力差异化, 实现选择性分离与组分富集。其核心工况参数包括萃取温度、溶剂固液比、萃取停留时间、体系饱和蒸气压, 四大参数共同决定了萃取体系的出料状态与后续膜分离单元的进料适配性。针对非水相高温萃取体系, 当萃取温度控制在溶剂常压沸点以下 $10 \sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 区间时, 溶剂的溶解选择性达到最优区间, 同时可将体系饱和蒸气压稳定控制在 $0.3 \sim 0.8\text{ MPa}$ 范围内, 为后续膜分离单元提供稳定的进料压力基础。萃取停留时间需匹

配目标组分的溶解动力学平衡, 控制在 $30 \sim 90\text{ min}$, 确保目标组分萃取率 $\geq 99\%$, 同时避免过长停留时间引发的溶剂热降解^[1]。

在溶剂筛选环节, 需同步兼顾萃取分离效率与后续膜分离工艺的适配性, 优先选择溶解度参数与膜材料溶解度参数差值 $\geq 2.0\text{ (cal/cm}^3)^{1/2}$ 的溶剂体系, 从源头降低溶剂对膜材料的溶胀侵蚀风险; 同时控制溶剂的表面张力范围在 $25 \sim 35\text{ mN/m}$ 区间, 确保溶剂在膜孔道内的润湿性能稳定, 避免因界面张力不匹配导致的膜分离有效孔径收缩、实际截留率偏离设计值的问题。

1.2 萃取出料的适配性参数控制阈值

萃取体系的出料参数是实现与膜分离工艺适配的核心前提, 需建立严格的参数波动控制阈值。其中, 出料温度波动范围需控制在 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内, 避免温度突变引发溶剂溶解能力变化, 导致溶质析出造成后续膜孔道堵塞; 出料体系需经前置预过滤单元处理, 确保 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上固相杂质截留率 $\geq 99\%$, $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上固相杂质截留率 $\geq 95\%$, 体系黏度控制在 $20\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下, 降低高黏度、高固相含量对膜元件造成的不可逆污堵风险^[2]。

同时, 需严格控制萃取溶剂的热稳定性, 要求溶剂在萃取工况下的热降解率 $\leq 0.5\%/h$, 确保溶剂在后续膜分离循环过程中理化性质稳定, 无降解副产物生成

作者简介: 严进军 (1978-), 男, 本科, 助理工程师, 研究方向: 化学工程。

引发的膜材料侵蚀与孔道污染。此外,需控制萃取出料体系中目标组分的浓度处于饱和溶解度的 60%~80% 区间,为后续膜分离单元的浓缩过程预留充足的热力学安全边界,避免浓缩过程中溶质饱和析出。

2 膜分离机械工艺的耐温工况与分离性能调控

2.1 耐温膜材料与组件的适配性结构设计

针对高温非水相萃取体系的适配需求,膜分离单元的核心分离介质需满足耐温、耐有机溶剂溶胀、机械强度稳定三大核心要求。本研究选定聚醚醚酮(PEEK)有机复合膜与氧化铝陶瓷基复合膜为核心分离介质,两类材料的长期耐受温度均 $\geq 180\text{ }^{\circ}\text{C}$,在目标溶剂体系中的溶胀率 $\leq 3\%$,拉伸强度 $\geq 80\text{ MPa}$,可在高温高压有机溶剂环境中保持稳定的分离性能与机械结构完整性^[3]。

在膜材料微观结构设计层面,需针对高温萃取体系的溶质分子量分布,实现膜孔径的精准分级调控:针对精制体系中目标组分分子量与杂质分子量差异 ≥ 3 倍的工况,优先选用窄孔径分布的复合膜,孔径分布跨度控制在 $\pm 5\text{ nm}$ 以内,可在保证目标组分高透率的同时,实现杂质的精准截留,避免宽孔径分布引发的分离精度波动。同时,针对高温非水相体系的污垢特性,对膜表面进行低表面能改性,改性后膜表面与萃取体系的接触角控制在 $60^{\circ}\sim 80^{\circ}$ 区间,可显著降低有机杂质与固相颗粒在膜面的吸附黏附力,从材料层面降低不可逆污垢的发生概率。膜组件采用错流过滤结构设计,流道宽度控制在 $2\sim 5\text{ mm}$,内置弧形湍流促进器可将膜面流速提升至 $1.5\sim 2.5\text{ m/s}$,有效降低浓差极化效应;组件密封结构采用耐高温氟橡胶材质,适配 $-40\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 工况范围,确保高温高压下的密封稳定性。

2.2 膜分离工艺的工况参数适配基础

膜分离单元的核心操作参数包括操作压力、进料温度、错流流速、浓缩倍数,其参数区间需与萃取单元的出料参数形成精准匹配,是构建适配技术体系的基础。其中,膜单元进料温度需与萃取出料温度的偏差控制在 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内,避免温度波动造成溶剂溶解能力突变,引发溶质析出污染膜面;操作压力需与萃取体系的饱和蒸气压形成梯度匹配,操作压力需高于体系饱和蒸气压 $0.2\sim 0.5\text{ MPa}$,确保体系在膜分离全过程中保持均一液相状态,无溶剂汽化、气液两相流现象发生。

错流流速需根据萃取出料的固含量与黏度进行动

态匹配,当体系固含量 $\leq 0.1\%$ 时,错流流速控制在 $1.0\sim 1.5\text{ m/s}$;当体系固含量在 $0.1\%\sim 0.5\%$ 区间时,错流流速控制在 $1.5\sim 2.5\text{ m/s}$,避免固相颗粒在膜面沉积形成滤饼层。浓缩倍数控制在 $5\sim 10$ 倍区间,需结合萃取出料的目标组分浓度设定,确保浓缩后体系中目标组分浓度仍低于对应工况下的饱和溶解度,避免溶质析出。

3 萃取—膜分离耦合工艺的适配技术体系构建

3.1 耦合体系的多维度适配评价体系

本研究构建了三大核心适配维度,形成可量化的耦合工艺适配性评价体系,明确适配边界与控制阈值,为工艺优化提供量化依据。一是热力学适配,核心评价指标为体系相态稳定性,要求全工艺过程中体系保持均一液相,无溶质析出、溶剂汽化现象,温度与压力的匹配偏差不超过设定阈值的 10% ,体系中目标组分浓度始终低于对应工况下饱和溶解度的 90% ,建立温度—压力—溶解度的三元关联相图,明确耦合体系的热力学安全操作区间。二是材料性能适配,核心评价指标为膜材料溶胀率、溶剂降解率与膜性能稳定性,要求连续运行 72 h 内,膜材料在工况体系中的溶胀率 $\leq 3\%$,溶剂热降解率 $\leq 0.5\%/h$,膜纯溶剂通量衰减率 $\leq 5\%$,目标组分截留率波动幅度 $\leq \pm 2\%$,溶剂回收率 $\geq 98\%$,建立膜材料性能与萃取溶剂理化性质的适配性关联模型,明确材料选型的核心边界条件。三是流体力学适配,核心评价指标为膜面浓差极化度、系统总压降与传质效率,要求膜面浓差极化度 ≤ 1.2 ,萃取单元与膜单元的系统总压降 $\leq 0.3\text{ MPa}$,膜面传质系数 $\geq 2.0\times 10^{-5}\text{ m/s}$,确保工艺连续运行的能耗与稳定性可控,建立错流流速—固含量—浓差极化度的关联方程,为流体力学参数优化提供理论支撑。

3.2 工艺参数联动调控模型与闭环控制

基于三大适配维度,本研究建立了萃取单元与膜分离单元的多参数联动调控模型,明确核心参数的联动匹配关系,实现耦合工艺的协同优化。当萃取温度提升 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,同步调整膜单元操作压力提升 $0.15\sim 0.2\text{ MPa}$,抵消温度升高带来的体系饱和蒸气压升高的影响;同时将膜面错流流速提升 0.3 m/s ,抵消温度升高引发的体系黏度下降、溶质扩散系数变化带来的浓差极化效应,保持分离性能稳定。

当萃取体系固液比提升、出料固含量升高 1% 时,同步将膜单元错流流速提升 0.2 m/s ,同时降低膜单元浓缩倍数 $1\sim 2$ 倍,避免固相颗粒在膜面沉积与溶质

饱和析出。当萃取体系停留时间调整、目标组分萃取率变化时,同步优化膜单元的渗透液回流比例,保持全流程物料平衡与体系浓度稳定^[4]。

基于参数联动调控模型,本研究进一步构建了耦合工艺的三级闭环自动控制逻辑:一级预警为参数波动幅度 $\leq 5\%$ 的常规波动区间,系统通过PID自动调节模块,对膜单元操作压力与错流流速进行微调,维持分离性能稳定;二级预警为参数波动幅度 $5\% \sim 10\%$ 的异常波动区间,系统同步触发萃取单元进料参数与膜单元运行参数的双向联动调整,同时启动在线低压冲洗程序,避免参数偏差累积引发的系统失稳;三级预警为参数波动幅度 $\geq 10\%$ 的超限区间,系统触发紧急保护程序,自动降低萃取单元加热功率与膜单元操作压力,同步开启物料内循环模式,避免极端工况对膜组件与萃取设备造成不可逆损伤。

3.3 膜污堵协同防控与溶剂循环适配优化

针对耦合体系的膜污堵核心痛点,基于适配性工艺设计,构建了源头控制—过程调控—在线清洗协同的污堵防控体系。源头控制环节,通过萃取单元出料参数的精准控制,严格限制固相杂质含量与溶质过饱和度,从源头减少污堵源的产生;过程调控环节,通过错流流速的动态匹配与湍流促进器的结构优化,强化膜面剪切力,减少颗粒与杂质在膜面的沉积;在线清洗环节,利用高温萃取溶剂本身作为清洗介质,在膜分离单元运行24 h后,采用0.5 MPa的逆流冲洗方式,冲洗时间15 min,可使膜通量恢复率 $\geq 95\%$,无需引入额外清洗试剂,避免溶剂体系污染与交叉影响^[5]。

同时,优化溶剂循环路径,将膜分离单元的渗透液直接回流至萃取单元作为新鲜溶剂补充,形成闭环循环体系,溶剂循环利用率 $\geq 99\%$,大幅降低工艺运行成本与溶剂损耗;针对循环溶剂中的微量降解副产物,设置旁路吸附精制单元,当循环溶剂中降解副产物含量 $\geq 0.1\%$ 时,启动旁路吸附处理,确保循环溶剂的理化性质稳定,维持全工艺的长期适配性。

4 耦合适配体系的性能验证与机制分析

基于上述构建的适配技术体系,在实验室连续化装置中进行全流程性能验证,明确适配体系的调控机制。萃取体系选用高温邻苯二甲酸二丁酯(DBP)溶剂体系,设定萃取温度 $160\text{ }^{\circ}\text{C}$,操作压力0.6 MPa,停留时间60 min,固液比1:10;膜分离单元选用50 nm孔径氧化铝陶瓷复合膜,设定操作压力0.9 MPa,进料温度 $158\text{ }^{\circ}\text{C}$,错流流速2.0 m/s,浓缩倍数8倍。

连续运行120 h的测试结果表明:耦合体系的目标组分精制纯度 $\geq 99.2\%$,杂质去除率 $\geq 98.7\%$,膜通量稳定在 $85 \sim 90\text{ L}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 区间,通量衰减率 $\leq 4.2\%$,溶剂回收率 $\geq 98.8\%$,各项指标均达到设计预期,验证了适配技术体系的稳定性与可行性。对照测试结果显示,当工艺参数偏离适配边界时,如操作压力低于体系饱和蒸气压0.1 MPa以上,会出现溶剂局部汽化现象,膜通量衰减率提升至 $18\%/24\text{ h}$;当膜单元进料温度与萃取出料温度偏差 $\geq 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,会出现溶质局部析出现象,连续运行24 h后膜不可逆污堵率 $\geq 22\%$,进一步验证了参数精准适配对耦合体系稳定运行的核心调控作用。机制分析表明,适配技术体系通过热力学参数的匹配,维持了体系的均一液相状态,避免了溶剂汽化与溶质析出;通过材料性能的适配,降低了膜材料的溶胀侵蚀与性能衰减;通过流体力学参数的适配,抑制了膜面浓差极化与污堵形成,三者协同实现了耦合工艺的长期稳定运行。

5 结束语

本文针对高温溶剂化学萃取精制与膜分离机械工艺的耦合适配核心问题,系统解析了萃取体系的工况边界与膜分离工艺的性能特征,构建了涵盖热力学、材料性能、流体力学三大维度的适配技术体系,建立了工艺参数联动调控模型与污堵协同防控机制。研究表明,通过萃取与膜分离单元的参数精准匹配与联动调控,可有效解决高温非水相体系耦合过程中的相态失稳、膜性能不可逆衰减、溶剂降解等核心问题,实现耦合工艺的长期稳定运行。本研究构建的适配技术体系与量化评价方法,可为高温溶剂萃取—膜分离耦合工艺的工业化放大与应用提供核心理论支撑与技术参考。

参考文献:

- [1] 薛浩,李滨洋,赵小辉,等.活性炭吸附法处理选矿废水VOCs废气的研究进展[J].净水技术,2025,44(10):11-20.
- [2] 姚思齐,燕永利,张随望,等.纳米 SiO_2 (2)表面改性稳定非水相泡沫的实验研究[J].日用化学工业(中英文),2024,54(08):903-910.
- [3] 张佩亮,燕永利,吕博,等. CaCO_3 (3)纳米晶体稳定非水相泡沫实验研究[J].日用化学工业(中英文),2023,53(06):642-648.
- [4] 张一敏,胡鹏程,薛楠楠,等.钒浸出液单金属分离回收技术进展[J].有色金属(冶炼部分),2025(07):94-109.
- [5] 孙树卿,袁瑞,高莉,等.疏水烷基链对邻苯类增塑剂增塑性能的影响[J].塑料,2025,54(06):89-94.