

脉冲萃取柱界面控制方法研究

谢连珊

(中核四〇四有限公司, 甘肃 嘉峪关 735100)

【摘要】针对原单回路PID控制方式在核燃料后处理过程中存在的界面滞后问题, 本文拟通过引入延迟切换器, 在前馈通路中适时引入一种新型的前馈-反馈控制策略, 以提高系统的控制品质, 希望通过本文的研究可以为更好地完成相关的工作提供一定的帮助。

【关键词】前馈-反馈控制; 核燃料后处理; 脉冲萃取柱; 堆栈

脉冲萃取柱是一种结构简单, 分离效果好的新装置, 在石油、化工等领域得到了广泛的应用。然而, 目前针对该技术的研究主要集中于通过调控两相间的比值来调控, 即通过测定气液两相间压强差异, 从而影响了该技术在实际应用中的应用。脉冲萃取柱是以普雷克斯工艺为基础的核燃料后处理过程中最核心的一种溶剂萃取装置。萃取柱工艺简单, 处理量大, 排放方便, 达到平衡时间短, 停留时间短, 占地小, 封闭性能好。为解决原有单回路PID控制模式下的脉动萃取器界面调节时滞等问题, 拟研究一种新的基于边界参量的脉冲萃取柱前馈-反馈型相结合的新思路。

一、液液萃取及其装置

在制药行业, 很多药物制品如抗生素、维生素及其中间体等属于温敏材料, 在受热过程中极易被降解, 无法通过蒸馏等工艺进行加工。这时, 溶剂萃取便显示出它独有的优势, 溶剂萃取在多个行业得到了广泛的应用。

目前, 溶剂萃取技术的应用有: 1. 取代了传统的沉淀方法(柠檬酸抽提); 2. 不是汽化而进行产品的浓缩(制GA); 3. 以替代水蒸气蒸馏(乙二醛的提纯)来净化产品; 4. 替代蒸馏法(从羟基苯甲醚中分离)进行类似产品的精细分离; 5. 对产品进行媒介转化; 6. 对污水进行全面的再生(从污水中萃取咖啡碱或类似物质)。

用于溶剂萃取的装置有混合澄清池, 填充塔, 筛板塔等较为简单的萃取装置。近年来, 脉冲塔和机械搅拌塔等多种新颖的分级连续萃取装置被开发出来, 它们都是通过外部机械能来实现高效的萃取。

采用气液两相间的浓度差异, 在萃取过程中形成对流, 将两个小颗粒均匀地分布在不同浓度的液体中, 形成紧密的接触。由于浓度差异, 液滴向上运动, 在柱的顶端聚集, 分离, 净化后的轻相从塔顶排放。

二、脉冲萃取柱

脉冲萃取柱是一种液-液萃取柱装置, 其占地面积小, 停留时间短, 处理能力强, 易于实现临界安全, 达到平衡时间短, 具有良好的封闭性。其不足之处在于, 在停止时, 平衡被打破, 需重启, 此外, 对保护装置的要求也更高。利用脉冲技术可以大幅度提高填充塔和筛板塔的工作特性, 实现塔体内液体的高速往复脉动, 既可以破碎液滴, 提高气液两相间的接触面, 还可以增强湍流, 提高气液两相间的接触。结果表明, 与单纯的重力式萃取柱相比, 脉动萃取柱的传质效果显著提高, HETS和HTU也大大降低。在此基础上, 提出了一种新型的脉冲式萃取技术——脉冲萃取柱, 其内部没有可移动的零件及支承, 适用于高强度、高辐射介质的处理。

(一) 常用系统

本文介绍了一种新型的脉冲萃取柱, 它由四部分组成: 1. 脉冲萃取柱; 2. 一种用于脉冲萃取塔的材料输入与测量系统(包含用于有机相的提升供给系统、用于水相的提升供给系统、用于水相的提升供给系统, 以及用于水相的喷出气体的提升排放系统); 3. 脉冲系统; 4. 脉冲萃取柱参数的吹气法测定体系。

(二) 脉冲萃取柱的流体力学

在脉冲萃取柱内, 采用两相间的逆流操作, 完成了传质和分相过程。萃取柱内的传质效率和处理能力是由气液两相间的动力学性质决定的。脉冲萃取柱的水动力性能受系统物性、装置结构和运行工况等因素的影响。一般而言, 当两相密度差异越大、连续相粘度越低、界面张力越大时, 产能越大; 在确定了装置结构和被处理系统后, 脉冲萃取柱的水动力性能是由脉冲功率和两相流速决定的。

(三) 脉冲萃取柱的操作运行

1. 充柱、启动、酸过渡、冷料过渡。(1) 充柱。脉冲筛板柱作业的第一个步骤就是填充。在进行连

续有机相萃取时，需要用有机相填充色谱柱。在充柱之前，为避免有机相从水相出口漏出，需向下澄清段添加硝酸。在脉冲萃取过程中，采用稀硫酸填充色谱柱。（2）启动。填充完成后，起动气脉冲发生装置。通过调整脉冲的频率及气压，也就是所需的气压，将脉冲的强度调整到预定值，从而使其工作在最优的工作状态。（3）酸过渡。按照正常运行的需要，将其他流中除了料液外的所有气流都导入，并开启水相排气阀。利用调整器调整出水口阀的开启程度，实现了脉冲萃取柱界面的稳定。在此过程中，脉冲柱正处于酸转期，待体系达到酸平衡后，才能投入冷料。（4）冷料过渡。当酸达到平衡后，再加入冷却的油液（由大到小，依次增大），则脉冲筛板塔就能正常工作。

2. 正常运行操作。脉冲筛板塔的操作与传统的混流式澄清池有很大区别，其流动比控制和界面控制要求很高，操作难度大。通常是通过自动控制系统来实现的。在常规条件下，脉冲强度（频率、气压）、气液两相比例及界面高度，以及萃取液油相浓度、柱温等参数都会对脉冲柱性能产生影响。

3. 停车时冷料过渡、顶柱、排污、倒空、清洗。（1）冷料过渡（置换）。“冷物质转变”有两层含义，一是用放射性极低的铀溶液替代具有较高放射性的液体，取代脉冲柱中的放射性物质，即“热-冷”转变；二是在脉冲塔中用硝酸取代铀、钚，此过程被称为冷料转换（取代）。（2）顶柱。采用改变脉冲塔的方法，提高水相中的流动速度，同时将有机相的原料截断，并将其关闭。在此过程中，将全部有机组分出去，这个过程被称作“顶柱”。对顶柱过程产生的有机相进行清洁或再生，以备下次生产之用。（3）排污。脉冲柱在工作时会生成大量的界面污染物，当脉冲柱倾倒后，一些污染物会附着在其表面，很难去除。因此，在顶柱完成之后，用稀硫酸使界面上的污染物上浮，并将其从出口排放出去。污染物中铀、钚及裂片等含量较高，应将其中的铀、钚等简单回收后作为废水排出。（4）倒空。在排出后，脉冲塔中的水相经抽真空装置送至专门的装置。对其中的铀、钚的含量和辐射进行分析，并在此基础上确定它们的去向。（5）清洗。排空后的脉冲塔，用稀酸、稀碱水适当地交替清洗，降低设备放射强度，满足下次生产或维护的要求。

三、萃取柱存在的问题

当前，在后处理装置中，多采用PID负反馈型的控制模式，系统存在滞后、超调波动大等问题。流程操作中，多根脉冲萃取柱呈串联排列，存在单个萃取

塔界面难以人为调控的问题，造成后续调控难度大、稳定性差、界面起伏大，严重时易出现泛液、影响萃取效率等问题。

对工艺运行会有以下影响：

1. 调整误差太大，造成泛液现象，影响萃取率；
2. 不稳定，界面起伏大；
3. 对于界面起伏大的情况，需要人工进行处理。

针对后处理过程中的界面调控参数有限、参数精度不高等问题，提出一种适用于后处理的脉冲萃取塔的界面调控方法，以减少人工干预的频率，缩短反应时间，强化界面稳定性，从而提高萃取过程中的元素传质效率，提高产品合格率，减少人工干预，保障生产进程。

四、核燃料后处理用脉冲萃取柱简介

图1显示了用于核燃料后处理的典型脉冲萃取塔。水相由上方进入柱体，有机相由下方进入萃取柱，在旋转阀控制的脉冲性压缩空气作用下，两相发生充分逆流接触完成萃取过程后，水相从下方输出至下一流程，有机相由柱体上方溢流输出。

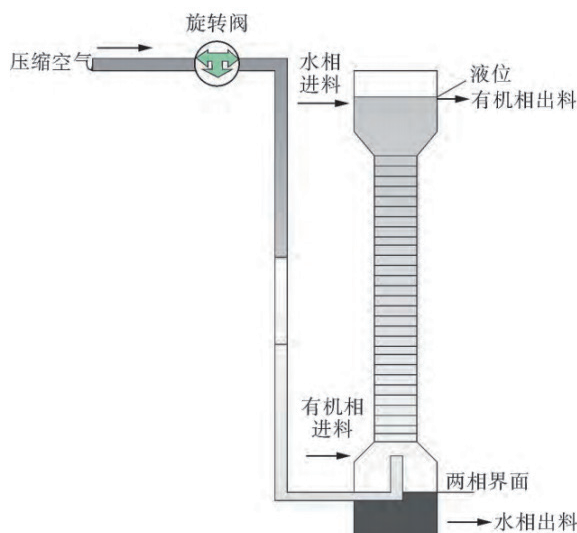


图1 典型核燃料后处理用脉冲萃取柱示意图

五、原有的界面控制方法及问题

原系统的人机交互方式是以PID方式实现的。可以看到，这种控制方式是传统的原单回路的负反馈型控制方式，它是一种偏差控制，只有在接口变送器的测定值偏离设定的情况下，控制器才能进行PID调整。

由于脉冲萃取柱高度较高（实际直径接近9米），原有的控制模式下，上扩大段水相进口进料流量发生变化时，会出现以下两个问题：

1. 上扩大段水相进口的原料流量发生变化后，在较长一段时间内，一直处于混合态，在脉动和重力的影响下，在与有机相分离的同时，缓慢下降，

直到与下扩大段水相混合, 控制系统才能获取到较大的偏移, 此时, 控制器虽能得到偏差, 但仍将增大下扩大段水相的出水口(图1), 使水相快速出水, 从而降低界面, 但这时, 界面的上升速率已非常快, 且在转换过程中, 会产生较大的偏离。在此方面, 脉冲萃取塔的界面调控体系还存在着较大的差距。

2. 因其强烈的辐射特性, 无法利用调节阀对脉冲柱下扩大段水相的流量进行调整, 而改为利用气动系统中的质量流量调节器来进行调整。这种调整机制是基于压缩空气的静压原理, 以压缩空气对液体进行提升, 所提液的流速与压缩空气的流速成正比, 所以, 流量控制就是通过对压缩空气的流速进行调控, 进而实现对液相(在这里指的是水相)的流速的控制。若采用调节阀, 则应针对被控对象的特性, 选用管径、流量特性和结构型式, 尽量便于调整。但该系统的气液流动特性具有固有的、非线性和不可调性, 且升气响应缓慢, 调控范围极窄, 只能在一定的流量区间保持良好的气液流动关系。因此, 这种独特的送风方式, 使其更难控制。

六、一种改进的前馈-反馈控制方法

为了解决这一问题, 提出了一种新型的界面调控方法。萃取柱上扩大段水相入口进料量的变化是因为料液流速的改变, 而这种变化在控制系统中是可以即时探测到的, 所以可以将料液流作为扰动通路, 提前对其进行补偿, 在其作用于主控变量的界面前, 加入前馈通道。

由于脉冲萃取柱高度较高, 控制系统在探测到二次提气流动变化后, 其与界面之间仍有一段距离, 若在流速发生变化时立即进行前馈, 则有可能造成接口被前馈控制器拉低。为了实现这一目的, 本文提出了一种基于前馈控制的切换参数 K 来在合适的时间打开前馈动作。

在萃取柱中, 两个相的密度是不一样的, 其中有机相的密度在 0.8 g/cm^3 左右, 水相的密度在 1.1 g/cm^3 左右, 在改变流速的水相(除去上、下扩大段的窄段)后, 柱重量逐渐增加, 而当柱质量增大时, 则表示水相从上扩大段下降到柱身。

当延迟开关 K 被打开时, 控制系统所实时收集到的萃取柱入口二次升气流量可能会出现变化, 而前馈控制需要根据初始流量的变化来进行, 所以需要在特定的时间段内进行数据存储。为了确保系统的采样速率, 采用250毫秒的控制周期。在每个控制周期中, 记录塔重和萃取塔进口两阶段的气体提升流, 将堆栈区设定在控制器存储器中, 因此, $4n$ 个数据被保存在堆栈区, 每当新的数据到达时, 它都被保存在栈中,

并且被保存在最上层, 而在堆栈区中, 则把最早的资料清除出去。

通过对时间 t 、 $(t-250)$ 、 $(t-500)$ 的柱重数据进行测量, 计算出一种柱重的平均, 从而获得 W_t 。为了防止测定结果出现偏差, 拟通过8个控制周期(2S)($W_t-250, W_t-500, W_t-750, \dots, W_t-2000$)对照2S之前的8个控制周期($W_t-2250, W_t-2500, W_t-2750, \dots, W_t-4000$)进行比较, 如果存在6个以上差值大于0, 表明柱重确实有所增加, 当前 t 为延时开关 K 开启时刻。

这时, 仍然需要寻找导致柱重量变化(延迟开关 K 接通)的二次提气流量的变化时间(在控制模型中, 将其定义为扰动, 而在真实情况下, 这种扰动是人为造成的), 所以可以很容易地找到这个值, 并找出与流量变化相应的时间 t_m 。

上述是关于提高水相进口流速的论述, 它也适用于进口流速降低的情形。

七、结束语

本文以Purex流程中最重要的溶剂萃取装置-脉冲萃取柱为研究对象, 拟发展一种新的界面调控技术, 并将其应用于脉冲萃取柱实验平台, 取得了较好的效果采用前馈-反馈萃取柱控技术, 在前馈-反馈萃取柱中添加延迟开关 K , 使脉冲萃取柱上扩大段水相入口流速及时进入前馈通道, 弥补简单负反馈带来的迟滞现象, 提高界面调控质量, 为更好的完成萃取工作提供了巨大的帮助。

参考文献:

- [1] 陈永艳, 吕佳, 韩嘉艺, 等. 直接进样-超高效液相色谱-串联质谱法测定饮用水中莠去津及其4种代谢产物[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(21): 3069-3071
- [2] 王东旭, 王新财, 王凤丽, 等. 挥发性铵盐盐析辅助液萃取结合超高效液相色谱-串联质谱法测定酱油中4种黄曲霉毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(14): 4634-4640
- [3] 熊晓通, 胡峰, 尤小龙, 等. 超高效液相色谱-高分辨质谱测定白酒中氨基甲酸乙酯含量[J]. 食品科学, 2021, 42(8): 283-287
- [4] 张柏瑞, 赵颖, 刘瑜, 等. 超高效液相色谱-串联四极杆-线性加速离子阱复合质谱法对加工肉制品中防腐剂、甜味剂的筛查检测[J]. 中国卫生检验杂志, 2017, 27(15): 2155-2157
- [5] 朱传新, 郑艳容. 超高效液相色谱串联三重四极杆质谱法快速测定人血清中双酚A和4-叔丁基苯酚[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(12): 1689-1692