

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Juli 1977

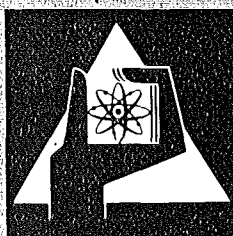
KFK 2469

Institut für Heiße Chemie
Projekt Wiederaufarbeitung und Abfallbehandlung

Bibliographie

Technik der Flüssig-Flüssig-Extraktion mit speziellem Bezug auf die Wiederaufbereitung von Kernbrennstoffen

W. Zetzl, E. Radke



**GESELLSCHAFT
FÜR
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK 2469

PWA 32/77

Institut für Heiße Chemie

Projekt Wiederaufarbeitung und Abfallbehandlung

Bibliographie

Technik der Flüssig - Flüssig - Extraktion mit
speziellem Bezug auf die Wiederaufbereitung
von Kernbrennstoffen.

W. Zetzl, E. Radke

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

Abstract

The Technology of Liquid-Liquid Extraction with Special Regard to Nuclear Fuel Reprocessing

Quite a number of unsettled questions still exist in the optimization of contactors to be used in a large-scale reprocessing plant (1400 te/yr).

This bibliography, which does not claim to be complete, is to provide a literature survey for designers, engineers and operators of extraction facilities and to facilitate the search for special problem descriptions.

Three types of contactors are being discussed for use in large-scale reprocessing plants: pulsed columns, mixer-settlers, and fast contactors. So, when screening the abundant publications of the preceding 20 years, special attention was paid to references dealing with the three types of apparatuses mentioned above.

Zusammenfassung

Bei der Optimierung von Extraktionsapparaten für eine große Wiederaufbereitungsanlage (1400 jato) besteht noch eine Reihe offener Fragen.

Die vorliegende, durchaus nicht vollständige Bibliographie soll den Entwicklern, Ingenieuren und Betreibern von Extraktionsanlagen einen Überblick über die Literatur ermöglichen und die Suche nach speziellen Problembeschreibungen erleichtern. In großen Wiederaufbereitungsanlagen werden 3 Typen von Extraktionsapparaten diskutiert, nämlich Pulskolonnen, Mischabsetzer und Schnellextraktoren. Besondere Beachtung finden daher bei der Sichtung der sehr reichhaltigen Literatur der letzten 20 Jahre jene Literaturstellen, die sich auf diese drei Apparatetypen beziehen.

Inhaltsverzeichnis

	<u>Seite</u>
1. Vorwort	1
2. Ordnungssystem	2
3. Literatursammlung	3
3.1 Inhaltsverzeichnis der allg. Lehrbücher und Monographien	5
3.2 Abstracts der Übersichtsartikel	19
3.3 Matrix - Stichwortverzeichnis	37
3.31 Abstracts der Originalarbeiten	46
4. Literatur-Register	185
4.1 Lehrbücher	186
4.2 Übersichtsartikel	187
5. Autoren-Register	189

1. Vorwort

Bei der Optimierung von Extraktionsapparaten für eine große Wiederaufbereitungsanlage (1400 jato) besteht noch eine Reihe offener Fragen.

Die Literatur über Extraktionsapparate und -technik ist in den letzten Jahren unübersehbar geworden und verstreut über verschiedene Fachgebiete erschienen.

Die vorliegende, durchaus nicht vollständige Bibliographie soll den Entwicklern, Ingenieuren und Betreibern von Extraktionsanlagen einen Überblick über die Literatur ermöglichen und die Suche nach speziellen Problembeschreibungen erleichtern.

In großen Wiederaufbereitungsanlagen werden 3 Typen von Extraktionsapparaten diskutiert, nämlich Pulskolonnen, Mischabsetzer und Schnellextraktoren. Besondere Beachtung finden daher bei der Sichtung der sehr reichhaltigen Literatur der letzten 20 Jahre jene Literaturstellen, die sich auf diese drei Apparatetypen beziehen.

2. Ordnungssystem

Die Abstracts sind nach ihrem Erscheinungsjahr geordnet und fortlaufend numeriert. Grundsätzlich wird zwischen Übersichtsliteratur (alle Lehrbücher der Grundoperationen, Monographien, Übersichtsartikel grundlegender Natur etc.) und Originalarbeiten unterschieden. Diese Auftrennung kann nicht in jedem Falle befriedigend sein, erleichtert jedoch die Übersicht über ein sich ständig erweiterndes Stoffgebiet. Daraus ergibt sich das folgende Ordnungssystem mit den jeweils getrennt durchnummerierten Kategorien.

- Inhaltsangaben allg. Lehrbücher, Monographien und Enzyklopädien (L 1 - L 17)
- Abstracts der Übersichtsartikel (F 1 - F 19)
- Stichwortmatrix der Originalarbeiten
- Abstracts der Originalarbeiten (1 - 134)

Für die Originalliteratur wurde eine Matrix aufgestellt, in der die Extraktortypen nach Gruppen und entsprechenden Schlüsselworten (Flutungsgrenzen, hold-up etc.) geordnet sind.

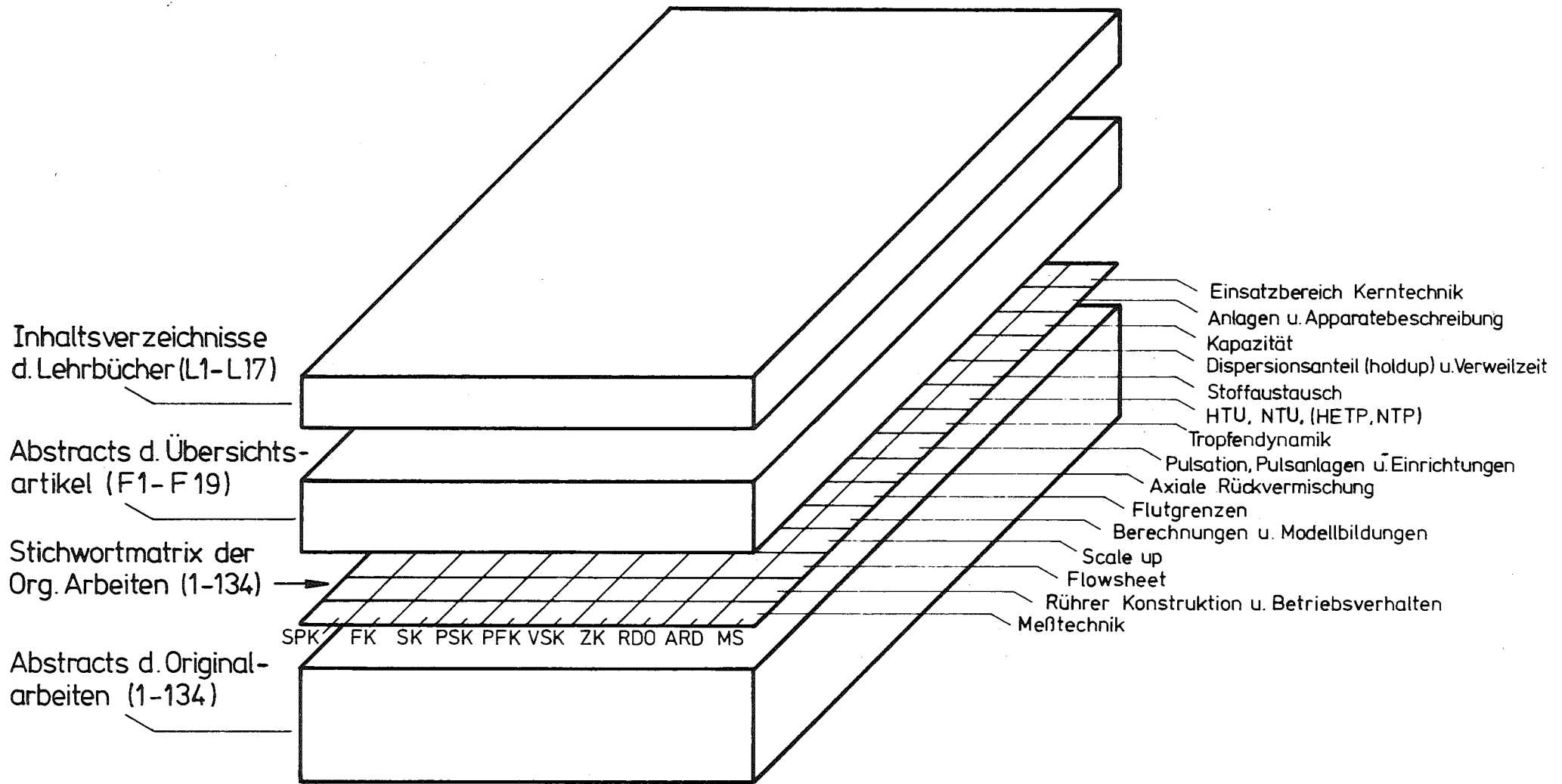
3. Literatursammlung

3.1 Inhaltsverzeichnisse der allg. Lehrbücher und Monographien (L 1 - L 17)

3.2 Abstracts der Übersichtsartikel (F 1 - F 19)

3.3 Stichwortmatrix der Originalarbeiten (1 - 134)

3.31 Abstracts der Originalarbeiten (1 - 134)



Ordnungssystem der Titel

3.1 Inhaltsverzeichnisse allg. Lehrbücher, Monographien etc.

(L 1 - L 17)

Diese Übersichtsliteratur ist meist geordnet nach physikalischen Grundoperationen und umspannen in der Regel gleiche Themenbereiche. Ausnahmen bilden die Bücher mit ausgesprochen kernverfahrenstechnischer Thematik. Da die Autoren im allgemeinen jedoch unterschiedliche Schwerpunkte setzten oder sogar manche Problemkreise in ihren Betrachtungen vernachlässigen, werden als Erstinformation die entsprechenden Inhaltsverzeichnisse wiedergegeben.

L 1: Nuclear Chemical Engineering

Verf. : Benedikt & Pigford

Verlag: Graw-Hill Book Company Inc (1957)

Contents:

Chapter 6 - Solvent Extraction of Metals

Chapter 7 - Properties of Irradiated Fuel

Chapter 8 - Separation of Reactor Products

L 2: Extraktive Aufarbeitung bestrahlter Kernbrennstoffe

Verf. : Niese, Beer, Naumann, Köpsel

Verlag: Akademie-Verlag Berlin (1960)

Inhaltsverzeichnis:

4.1 - Grundlagen zur Berechnung der Stufenzahl

- 4.2 - Extraktoren für die Kernbrennstoffaufarbeitung
- 4.3 - Nukleare Sicherheit
- 5. - Prozesse zur extraktiven Aufarbeitung von bestrahlten Kernbrennstoffen
 - 5.14- Verbesserung am Extraktionszyklus
- 5.2 - Beschreibung einzelner Prozesse
- 5.3 - Extraktionsprozesse zur Gewinnung von Uran und anderer seltener Metalle aus Erzlaugen
- 6. - Ökonomische Betrachtungen zur Aufarbeitung von Kernbrennstoffen

L 3: Nuclear Science and Technology 1
Chemical Processing of Reaktor Fuels

Autor : Flagg

Verlag: Academic Press, New York and London (1961)

Contents:

- Chapter I - General Features of Nuclear Fuel Reprocessing
- Chapter II - Preparation of Uranium and Thorium Compounds from Their Ores
- Chapter III - Preparation of Fuels for Processing
- Chapter IV - Solvent Extraction: General Principles
- Chapter V - Solvent Extraction Processes Based on Trin-n-butyl Phosphate
- Chapter VI - Solvent Extraction Processes Based on Hexone
- Chapter VII - Equipment for Processing by Solvent Extraction
- Chapter VIII - Other Wet Separation Methods
- Chapter IX - Criticality
- Chapter X - Processing of Effluents

L 4: Reaktor Handbook - Second Edition
Volume II - Fuel Reprocessing

Verlag: Interscience publishers, Inc, New York (1961)

Contents:

- Part A: Introduction
- Part B: Aqueous Separations Processes
- Part C: Nonaqueous Separations Processes
- Part D: Reconversions
- Part E: Radioactive Waste Disposal
- Part F: Engineering

L 5: Chemical Engineering Series
Liquid Extraktion - Second Edition

Autor : R.E. Treybal

Verlag: Mc Graw-Hill Book Company Inc, New York -
San Francisko - Toronto - London

Contents:

1. Liquid Extraction in the Chemical Process Industries
2. Liquid Equilibria
3. Prediction of Distribution
4. Choise of Solvent and Solvent Recovery
5. Diffusion and Mass Transfer
6. Methods of Calculation I. Stagewise Contact with a Single Solvent, Ternary Systems
7. Methods of Calculation II. Stagewise Contact, Multi-component Systems
8. Methods of Calculation III. Continuous Countercurrent Contact

9. Laboratory and Small-scale Extraction
Introduction to Chapter 10, 11 and 12
10. Equipment for Stagewise Contact (Mixer-Settlers)
11. Equipment for Continuous (Differential) Contact
12. Some Extractor Economies
13. Liquid-extraction Processes
Problems
Index

L 6: Chemical Engineering Handbook

Autor : Perry, Chilton, Kirkpatrick

Verlag: Mc Graw-Hill Book Company Inc, New York -
San Francisco - Toronto - London (1963)

Section 14:

Gas Absorption and Solvent Extraction

Contents:

Solvent Extraction

Introduction

Extraction Systems
Use of Reflux

Phase Equilibria

Triangular Phase Diagrams
Thermodynamic Basis of Liquid-Liquid Equilibria
Empirical Representation of Liquid-Liquid Equilibria
by Selectivity Plots
Tie-line Correlations
Experimental Equilibrium Data

Calculation and Design Methods

Multistage Liquid-Liquid Extraction Systems
Simple Multistage (Cross-flow) Extraction
Countercurrent Multistage Extraction
Differential Countercurrent Extraction

Extraction Rates

Mass Transfer to Droplets
Spray Towers
Plate Towers
Packed Towers
Puls Columns
Other Types of Columns
Other Extraction Devices

L 7: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik

2. Auflage

Autor : W.R.A. Vauck, H.A. Müller

Verlag: Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig (1966)

Inhaltsverzeichnis:

- 9. Übertragen der Stoffe
 - 9.1.3. Zwei- und Mehrkomponentensysteme
 - 9.2. Stoffaustausch
 - 9.2.1. Phasengrenzschichten und Triebkraft
 - 9.2.2. Molekularer Stoffübergang
 - 9.2.3. Konvektiver Stoffübergang
 - Stoffübergang und Stoffdurchgang
 - Ähnlichkeit des Stoffaustauschs
 - Kriteriengleichungen des Stoffübergangs
 - Analogie des Stoff- und Wärmeübergangs
 - Stoffübergang erzwungener Strömung

L 8: Lehrbuch der chem. Verfahrenstechnik

Autorenkollektiv

VEB-Deutscher Verlag Leipzig (1967)

Inhaltsverzeichnis:

5.4 Stoffübertragung und ihre allgemeinen Gesetzmäßigkeiten

- 5.5 Destillation
- 5.6 Extraktion
 - 5.6.1 Allgemeine Gesichtspunkte und Anwendung der Extraktion
 - 5.6.2 Gleichgewicht und Triebkräfte bei der Extraktion
 - 5.6.2.1 Gleichgewicht und Triebkraft bei gegenseitig nichtlöslichen Lösungsmitteln
 - 5.6.2.2 Gleichgewichtsverhältnisse in der Mischungslücke; Dreiecksdiagramm
 - 5.6.2.3 Ermittlung der Extraktionsstufen im Dreiecksdiagramm
 - 5.6.2.4 Triebkraftverhältnisse im Dreiecksdiagramm
 - 5.6.2.5 Extraktion mit Rücklauf (Savarittdiagramm)
 - 5.6.3 Berechnung von Extraktionsanlagen
 - 5.6.4 Ausführungsformen von Extraktionsanlagen
 - 5.6.4.1 Kaskadenanlagen
 - 5.6.4.2 Gegenstromsäulen
 - 5.6.4.3 Mechanische Kolonnen

L 9: Engineering for Nuclear Fuel Reprocessing

Autor : V. Long

Verlag: Gordon and Breach Science, New York - London -
Paris (1967)

Contents:

- Chapter 1 Introduction
- Chapter 2 Special Considerations in Radiochemical Processing
- Chapter 3 Separations Processes
- Chapter 4 Spent-fuel Dissolution
- Chapter 5 Mechanical Operations

Chapter 6	Fluid Flow
Chapter 7	Heat-transfer Operations
Chapter 8	Solvent Extraction
Chapter 9	Other Mass-transfer Operations
Chapter 10	Instrumentation
Chapter 11	Auxiliary Equipment
Chapter 12	Radiochemical Plant Design
Chapter 13	Plant Management and Operation
Chapter 14	Radiochemical-processing Costs
Appendix A	Properties of Nuclides in Fission-product Mixtures
Appendix B	Properties of Some Heavy Nuclides
Appendix C	Data for Shielding Calculations
Appendix D	Typical Procedure for Changing Offgas Filters
Appendix E	Compositions of Some Alloys of Importance in Fuel Reprocessing
Appendix F	Sample-Solvent-extraction-column Start-up and Operation Run Sheet
Appendix G	Availability of Engineering Design Information

L 10: Chemical Engineering Series
Mass Transfer Operations - Second Edition

Autor : R.E. Treybal

Verlag: McGraw-Hill Book Company Inc, New York -
San Francisco - Toronto - London (1968)

Contents:

1. The Mass-transfer Operations
- Part one: Diffusion and Mass Transfer
2. Molecular Diffusion in Fluids
 3. Mass-transfer Coefficients
 4. Diffusion in Solids
 5. Interphase Mass Transfer

Part two: Gas-Liquid Operations

6. Equipment for Gas-Liquid Operations
7. Humidification Operations
8. Gas Absorption
9. Distillation

Part three: Liquid-Liquid Operations

10. Liquid Extration

Part four: Solid-Fluid Operations

11. Adsorption and Ion Exchange
12. Drying
13. Leaching

Part five: The Less Conventional Operations

14. The Less Conventional Operations

L 11: Physikalische Grundlagen der Verfahrenstechnik

Autor :P. Grassmann

Verlag:Sauerländer, Aarau (1970)

Inhaltsverzeichnis:

Kapitel 8 Dimensionsanalyse und Modelltheorie

Kapitel 9 Impuls-, Wärme- und Stoffaustausch

Kapitel 11 Rheologie

Kapitel 12 Zusammenfassende Betrachtungen

L 12: Beispiele und Übungsaufgaben zur chem. Verfahrenstechnik

Autoren: K.F. Pawlow, P.G. Romankow, A.A. Noskow

Verlag: VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie,
Leipzig (1971)

Kapitel I: Grundlagen der Hydraulik

Berechnungsformeln

Beispiele

Übungsaufgaben

Kapitel IX: Extraktion

Berechnungsformeln

Beispiele

Übungsaufgaben

L 13: Stoffaustausch einschließlich chem. Reaktionen

Autor : H. Bauer

Verlag: Sauerländer Aarau (1971)

Inhaltsverzeichnis:

Teil I: Allgemeine Grundlagen des Impuls-, Energie-
und Stofftransportes

Grundgleichungen für Transportprozesse

Bilanzgleichungen

Teil III: Stofftransport an den Oberflächen umströmter
Körper

Stoffübergang an ebenen Platten

Stoffübergang an Zylindern

Stoffübergang an Kugeln und anderen Körpern

- Teil IV: Stofftransport an den Oberflächen durchströmter Körper
Stoffübergang in Rohren
Stoffübergang in ruhenden und wirbelnden Füllkörperschichten
- Teil V: Stofftransport durch die Grenzflächen einfacher zweiphasiger Systeme
Einige zusätzliche Grundlagen für den Stofftransport durch die Grenzflächen fluider zweiphasiger Systeme
Stofftransport durch die Grenzfläche von Flüssigkeitsfilmen
Stofftransport durch die Grenzfläche von Flüssigkeitsstrahlen
Stofftransport durch die Grenzfläche von Blasen und Tropfen
- Teil VI: Stofftransport in zweiphasig durchströmten technischen Apparaten
Stofftransport in Boden- und Füllkörperkolonnen

L 14: Allgemeine Grundlagen der Verfahrens- und Reaktionstechnik

Autor : G. Luft

Verlag: Ullmann's Enzyklopädie der techn. Chemie; Bd. 1
(1972)

Inhaltsverzeichnis:

1. Grundlagen der Diffusion
 - 1.1 Allgemeine Gesetze
 - 1.1.1. Diffusionsstrom
 - 1.1.2. Diffusion und Konvektion
 - 1.1.3. Diffusion und chemische Reaktion

- 1.2. Lösung der Transportgleichungen
 - 1.2.1. Ruhende Systeme
 - 1.2.2. Bewegte Systeme
 - 1.2.3. Reagierende Systeme
- 1.3. Ermittlung von Diffusionskoeffizienten
 - 1.3.1. Meßverfahren
 - 1.3.2. Theoretische Berechnung
2. Gesetzmäßigkeiten des Stoffübergangs
 - 2.1. Vorstellungen über den Mechanismus des Stoffübergangs
 - 2.1.1. Unbewegte oder laminar strömende Phasen
 - 2.1.2. Turbulent strömende Phasen
 - 2.1.3. Umfassendere Modelle
 - 2.2. Erfassung des Stoffübergangs durch Kenngrößengleichungen
 - 2.2.1. Dimensionslose Kenngrößen
 - 2.2.2. Kenngrößengleichungen
 - 2.3. Messung von Stoffübergangszahlen
3. Zur Analogie zwischen Wärme- und Stofftransport
 - 3.1. Transport innerhalb einer Phase
 - 3.2. Transport über Grenzflächen
4. Literatur

L 15: Verfahrenstechnik (Grundoperationen)
Flüssig - Flüssig - Extraktion (Band 2)

Autor : E. Müller

Verlag: Ullmann's Enzyklopädie der techn. Chemie (1972)

Inhaltsverzeichnis:

1. Grundlagen
 - 1.1. Vergleich mit Destillation und Absorption
 - 1.2. Nomenklatur
 - 1.3. Konzentrationsangaben
 - 1.4. Thermodynamik
 - 1.5. Dreiecksdiagramm
 - 1.6. Andere graphische Darstellungen des Phasengleichgewichts in Dreistoffsystemen
2. Stufenzahlrechnung
 - 2.1. Auswahl der Rechenverfahren
 - 2.2. Einzelne Verfahren
3. Arbeitsweise bei der Phasengleichgewichtsmessung
4. Abscheidung (Phasentrennung)
 - 4.1. Messung der Phasentrenngeschwindigkeit (Abscheiderbelastung)
 - 4.2. Abscheideverhalten von Dispersionen
 - 4.3. Abscheidehilfen
5. Apparate
 - 5.1. Kolonnen ohne mechanische Hilfsmittel zur Verbesserung des Stoffübergangs
 - 5.2. Kolonnen mit bewegten Einbauten
 - 5.2.1. Rotierende Einbauten
 - 5.2.2. Pulsierende Flüssigkeitssäule oder pulsierende Einbauten
 - 5.3. Mischer-Abscheider-Batterien
 - 5.4. Zentrifugalextraktoren
6. Verfahrensentwicklung
 - 6.1. Auswahl von Extraktionsapparaten
 - 6.2. Auswahl von Lösungsmitteln
 - 6.3. Prüfung des Verfahrens im Laboratorium
 - 6.4. Verfahrensvarianten

- 7. Anwendung von Extraktionsverfahren
- 7.1. Verfahren der Organischen Industrie
- 7.2. Verfahren der Anorganischen Industrie

- 8. Literatur
- 8.1. Übersicht
- 8.2. Zitate

L 16: Einführung in die chemische Verfahrenstechnik

Autoren: Grassmann, Widmer

Verlag : Walter de Grayter, Berlin - New York (1974)

Inhaltsverzeichnis:

Kapitel 8: Extraktion

- 8.1. Definitionen und Anwendungen
- 8.2. Gleichgewichte von Flüssig-Flüssig-Systemen
- 8.3. Durchführung der Extraktion
- 8.4. Wahl des Extraktionsmittels
- 8.5. Berechnung der Gegenstromextraktion unter vereinfachenden Annahmen
- 8.6. Verfeinerte Berechnung der Gegenstromextraktion unter Berücksichtigung der gegenseitigen Löslichkeit von Abgeber und Aufnehmer
- 8.7. Bestimmung der Höhe von Füllkörperkolonnen
- 8.8. Wahl der dispersen und der kontinuierlichen Phase
- 8.9.1. Extraktionsapparate
- 8.9.2. Mischer-Abscheider
- 8.9.3. Sprühkolonnen
- 8.9.4. Füllkörperkolonnen
- 8.9.5. Bodenkolonnen
- 8.9.6. Rührkolonnen
- 8.9.7. Extraktoren
- 8.9.8. Auswahl der geeigneten Extraktionseinrichtung

- 8.10. Längsmischung in Flüssig-Flüssig-Extraktions-Kolonnen
- 8.10.1. Stufenmodell
- 8.10.2. Backflow-Modell
- 8.10.3. Dispersionsmodell
- 8.11. Beispiele von Extraktionsprozessen

Kapitel 13: Verweilzeit und Verweilspektrum

Kapitel 14: Das chemische Gleichgewicht

Kapitel 15: Reaktionskinetik

L 17: Neue Fortschritte bei der Flüssig-Flüssig-Extraktion

Autor : C. Hansen

Verlag: Sauerländer Verlag (1974)

Inhaltsverzeichnis:

1. Solventextraktion: Der gegenwärtige Stand
2. Der Chemismus der Solventextraktion
3. Industrielle anorganische Verfahren
4. Industrielle organische Verfahren
5. Technische Extraktionsapparaturen
6. Dynamisches Verhalten, Meß- und Regelungstechnik vom Extraktionsverfahren
7. Berechnung von Kontaktern mit Längsvermischung
8. Untersuchungen über die Längsvermischung in Flüssig-Flüssig-Kontaktern
9. Grenzflächenphänomene
10. Stoffübergang an Tropfen
11. Gleichzeitiger Wärme- und Stoffübergang
12. Stoffübergang mit gleichzeitiger chemischer Reaktion
13. Wärmeübergang durch direkten Flüssig-Flüssig-Kontakt
14. Koaleszenz von Flüssigkeitströpfchen und flüssigen Dispersionen

3.2

Abstracts der Übersichtsartikel

F 1 - F 19

F 1: Uranium Recovery Technical Manual
Hanford Works - HW 31000

Abstract: The Purex Technical Manual has been prepared to provide a documentation of the technical bases and general physical features of the Purex facilities at the Hanford Atomic Products Operation. The manual is intended for use as a means for training and educating personnel unfamiliar with the process and as a reference handbook for the use of personnel responsible for the process employed an the operation of the Plant.

The material contained in this manual was assembled by members of the Chemical Development Sub-Section, Separations Technilogy Section, between January 1954 and March 1955.

The manual is divided into five parts as follows:

<u>Part</u>	<u>Title</u>
I	Introduction
II	Process
III	Plant and Equipment
IV	Process Control
V	Safety

Part I contains a summary of general information about the Plant and process and is written to provide the reader with a synoptic view as an aid in understanding the subsequent parts.

Part II contains a step-by-step description of the process, with supporting process data, a documentation of the technology employed, and brief discussions of the operating procedures as well as some typical remedies for off-standard conditions.

Part III describes the Plant layout, equipment arrangement, and individual equipment pieces.

Part IV describes the instruments and analytical methods used for process control.

Part V describes process hazards and the methods used to safeguard against them.

F 2: Verfahren, Apparate, Einfluß der Phasenstromverhältnisse und Stufenzahl auf Stoffaustausch und Stofftrennung

Autor: W. Diefenbacher
Seminar im SS 1964 der GfK

Abstract: Nach der einleitenden Erläuterung des Extraktionsverfahrens wird auf die Forderung an die Extraktionsapparate

für die Wiederaufbereitung von Kernbrennstoffen eingegangen. Die einzelnen Apparate wie Mischabsetzer, Zentrifugal-Mischabsetzer und die verschiedenen Arten der Extraktionskolonnen werden in der Wirkungsweise beschrieben.

Der Einfluß der Phasenstromverhältnisse und Stufenzahl auf Stoffaustausch und Stofftrennung wird untersucht an Hand der Verhältnisse in einem "idealen" Extraktionssystem.

In einem Diagramm wird die Abhängigkeit des Dekontaminationsfaktors vom Extraktionsverlust, Lösungsmittelverhältnis und Stufenzahl dargestellt. In einem weiteren Diagramm wird die Abhängigkeit des Dekontaminationsfaktors vom Rücklauf, Lösungsmittelverhältnis und Stufenzahl gezeigt.

F 3: Flüssig - Flüssig - Extraktion

Teil 1: Berechnungsgrundlagen

Autor : H. Schreiner

Verlag: Chemiker-Zeitung/Chem. Apparatur Nr. 18 (1976)

Abstract: Im vorliegenden 1. Aufsatz über Flüssig-Flüssig-Extraktion werden nach einer kurzen einleitenden Betrachtung über die Entwicklung und Stellung dieses Grundverfahrens innerhalb der Verfahrenstechnik die einfachen Berechnungsgrundlagen behandelt, nämlich die Phasengleichgewichte, die verschiedenen Durchführungsarten der Extraktion, die Bilanzrechnungen und deren Anwendungen für die rechnerische Behandlung technischer Extraktionsprozesse. In einem nachfolgenden 2. Teil sollen verschiedene Anwendungen sowie Aufbau und Wirkungsweise moderner Extraktionsapparate besprochen werden.

(Autor) H. Schreiner

F 4: Extraktionsapparate - Einsatz, Problematik der Berechnung

Autor : W. Strobel

Verlag: Chem. Technik, 19. Jhg., Heft 12, Dez. 1967

Abstract: Es wird ein Überblick über die Anwendung von Extraktionsprozessen und -apparaten gegeben. Das Grundanliegen war die Darstellung von Problemen, die die Berechnung von Extraktionsapparaten erschweren, wobei die Darstellung und Diskussion existierender Berechnungsgleichungen nicht als Ziel gesetzt wurde. Die Literaturhinweise sind zum überwiegenden Teil auf Übersichten ausgerichtet, mit Hilfe derer man weitere Anregungen, Erkenntnisse und Hilfe beim Eindringen in die Materie findet. Bezüglich der Maßstabübertragung wird die These vertreten, daß Pilotanlagen übersprungen werden können, weil moderne Austauschapparate sich zum großen Teil auch nach Inbetriebnahme optimieren lassen. Versuche im Labormaßstab müssen jedoch durchgeführt werden, um neue wissenschaftliche Erkenntnisse zu erringen. Dabei müssen sich experimentelle Erfahrungen und rein theoretische Erwägungen ergänzen. Mehr als bisher müssen theoretische Erkenntnisse an industriellen Anlagen überprüft und umgekehrt Ergebnisse industrieller Anlagen in die Forschungsarbeiten einbezogen werden. Für praktische Trennaufgaben wird ein Hinweis über die zweckmäßige Auswahl der Apparatur gegeben.

(Autor) H. Schreiner

F 5: Solvent Extraktion
Theory, Equipment, Commercial Operations and
Economics

Autor : C. Hansen

Verlag: Chemical Engineering, August 26, 1968

Abstract: Separating the constituents of a mixture is a very common problem in chemical processing. If one material is a solid, filtration or centrifugation is the answer. When the mixture is homogeneous, the answer is the creation or introduction of a second phase, distillation being the most common. A useful alternative is solvent extraction, a process that holds a great deal of industrial potential.

Although solvent extraction has long been used in the laboratory, its industrial use has generally been limited to systems unsuited to distillation - materials of very close volatility such as the separation of aromatics from aliphatics in a particular petroleum cut, or the recovery of heat-sensitive antibiotics from fermentation broths.

However, the last few years have seen the development of several important new processes employing solvent extraction, some in industries in which the technique has not been previously employed. Their success prompts the question of whether the technique has been neglected by industry.

This report covers fundamentals of solvent extraction, the kinds of equipment used, and a description of several industrial processes.

(Autor) C. Hansen

F 6: Flüssig - Flüssig - Extraktion
Grundlagen der Apparateberechnung

Autor: H. Schreiner

Abstract: Nach einer Betrachtung der Strömung und des Stoffüberganges in kontinuierlich arbeitenden Extraktionsapparaten werden einige moderne Kolonnenbauarten besprochen. Als Grundlage für die Dimensionierung und vergleichende Beurteilung werden Leistungswerte angegeben. Ferner werden einige moderne Anwendungen sowie Auswahlkriterien und Wirtschaftlichkeitsfragen der Flüssig-Flüssig-Extraktion kurz besprochen.

(Autor) H. Schreiner

F 7: Entwicklungstendenzen bei der wäßrigen Aufarbeitung
bestrahlter Kernbrennstoffe

Autor : G. Koch

Verlag: Chemiker-Zeitung, 95. Jhg. (1971), Nr. 6

Abstract: Die chemische Aufarbeitung bestrahlter Kernbrennstoffe erfolgt gegenwärtig durch Gegenstromextraktion mit Tributylphosphat als Extraktionsmittel. Das Verfahren wird in seinen Grundzügen beschrieben. Entwicklungsarbeiten haben insbesondere die Anpassung dieses bewährten Prozesses an die Brennstoffe zukünftiger fortgeschrittener Kernkraftwerke zum Ziel. Daneben sind die Erhöhung des Anlagendurchsatzes und die Vereinfachung einzelner Verfahrensschritte wesentliche Gesichtspunkte. Die Arbeiten konzentrieren sich auf die

Entwicklung geeigneter Vorbehandlungsverfahren, die Verbesserung und Vereinfachung der Extraktion und Trennung der Kernbrenn- und Kernbrutstoffe, die Beherrschung der Radiolyseeffekte und auf apparative Entwicklungen. Auch die Isolierung von Nebenprodukten, insbesondere der Transurane Neptunium, Americium und Curium, gewinnt an Interesse.

(Autor) G. Koch

F 8: Auswahlkriterien von Kolonnen

Teil I

Autor : C.-J. Heckmann

Verlag: Chem.Techn., 24. Jhg., Heft 9, Sept. 1972

Abstract: Es werden die Gesichtspunkte dargelegt, die von den Forderungen für Kolonnen über den Gedanken der Synthese von Vorgang und Gestaltung zu einer Klassifizierung der Stoffübergänge und Phasenbedingungen, der Strömungszustände und der Austauschelemente führen.

(Autor) C.-J. Heckmann

F 9: Entwicklungstendenzen auf dem Gebiet der Extraktionsapparate

Wirkungsweise, Arbeitsbereich und Austauschgrad

Autoren: A. Bahr, K. Hoppe, D. Glauch

Verlag : Chem.Tech., 25. Jhg., Heft 2, Febr.1973;S.71-77

Abstract: Von den möglichen Extraktionsverfahren ausgehend, werden die Probleme des effektivsten Einsatzes von Extraktionsapparaten aufgezeigt.

Im Bild 1 wird die Charakteristik und das Belastungsdiagramm eines Mixer-Settlers gezeigt. Der beste Arbeitsbereich entspricht der von beiden Feldern eingeschlossene Schnittfläche. Die obere Grenze wird durch Überlastung der Absetzkammer und die untere Grenzlinie durch unbefriedigende Durchmischung beider Phasen in der Mischstrecke vorgegeben. Der Austauschgrad ist das Verhältnis von der theoretischen zur praktischen Trennstufenzahl.

(Autor) A. Bahr

F 10: A Rate Approach to Design of Perforated-Plate Extraction Columns

Autoren: A.H.P. Skelland and W.L. Conger
Ind. Eng.Chem. Process Des.Develop, Vol.12; Nr. 4, 1973

Abstract : An attempt is made to integrate some of the many and diverse studies on droplet phenomena into a coherent design procedure for perforated-plate liquid extraction columns. Equations describing mass transfer during droplet formation, rise, and coalescence, and incorporating relevant hydrodynamics, are used to locate a pseudoequilibrium curve. This curve is used in place of the true equilibrium relationship when stepping off the necessary number of actual stages

between the pseudoequilibrium and operating curves on the x-y diagram. The provisional procedure is written in Fortran IV computer language and the printout gives the number of real plates required for a prescribed separation, the number of perforations per plate, the column diameter, and the cross sectional area of the downcomers. Predictions are compared with all appropriate published values and agreement with fully eligible data (group A) is substantial.

(Author) A.H.P. Skelland

F 11: Mise en oeuvre industrielle de l'extraction liquide-liquide

Auteur: P. Michel

Bulletin d'Informations Scientifiques et Techniques,
Nr. 184, Sept. 1973

Résumé: L'extraction par solvant est une opération de séparation et purification qui se développe à l'échelle Industrielle. De nombreux appareils ont été étudiés. On peut les classer en catégories:

- extracteurs à étages séparés.
- extracteurs à contact continu.

Le choix peut être déterminé par des considérations économiques, techniques ou de fiabilité. Quelques types d'extracteurs sont, en conclusion, recommandés.

(Auteur) P. Michel

F 12: Elements pour l'étude et le développement de
l'utilisation des colonnes pulsées

Auteurs: H. Rouyer, J. Lebourhellec et E. Henry
Bulletin d'Informations Scientifiques et Techniques,
Nr. 184, Sept. 1973

Résumé: On décrit rapidement la colonne pulsée et son fonctionnement. Les paramètres qui interviennent dans la détermination de la capacité et de l'efficacité de la colonne sont passés en revue: les paramètres liés au système liquide-liquide (variables physico-chimiques) et ceux liés à la colonne elle-même (variables géométriques et variables opératoires). On aborde le problème de l'extrapolation que l'on propose de traiter à l'aide d'un modèle mathématique tenant compte du mélange axial. Des résultats expérimentaux sont donnés pour la mesure de ce paramètre en fonction de variables opératoires ainsi que pour l'efficacité d'une colonne de 300 mm de diamètre. On montre que la régulation et le contrôle de ces appareils reste simple tant que l'on ne cherche pas à fonctionner trop près des conditions limites.

(Auteur) H. Rouyer

F 13: Verfahren der Flüssig-Flüssig-Extraktion

Autor : E. Müller
Verlag : Chemie-Ing.-Technik, 46. Jhg., 1974, Nr. 4

Abstract: Die Auswahl und die Optimierung von Trennverfahren

durch Flüssig-Flüssig-Extraktion bereitet oft erhebliche Schwierigkeiten, weil sehr viele Einflußgrößen berücksichtigt werden müssen. Zudem steht die Extraktion fast nie allein, sondern sie ist in einem Prozeß mit anderen Verfahren, meist Destillationen, kombiniert. Diese Kombinationsmöglichkeiten schaffen einen weiten Spielraum für Verfahrensvarianten, die in ihrer Vielfalt häufig unübersichtlich werden. In einem sehr ausführlichen Übersichtsvortrag wurden deshalb die Überlegungen dargestellt, die bei der Auswahl eines Extraktionsverfahrens angestellt werden müssen.

Die Entwicklung eines Extraktionsverfahrens beginnt mit dem Aufsuchen eines geeigneten Lösungsmittels, mit Gleichgewichtsmessungen und mit Gegenstrom-Extraktionsversuchen in Schüttelzylindern. Bei der Wahl des Lösungsmittels sind nicht nur Gesichtspunkte zu beachten, die in unmittelbarem Zusammenhang mit der Extraktion stehen, wie Selektivität, Kapazität, Vorhandensein von Mischungslücken, das Lösungsmittel muß vielmehr auch eine ausreichende thermische Stabilität haben und in technisch benötigten Mengen verfügbar sein. Weiterhin muß dafür gesorgt werden, daß bei der Extraktion eine gute Phasentrennung stattfindet und daß die Lösungsmittelverluste gering sind.

Die grundsätzlichen Zusammenhänge wurden am Beispiel der Aromaten-Extraktion dargestellt und mögliche Verfahrensvarianten eingehend erläutert. Am Beispiel der Essigsäure/Wasser-Trennung wurde die Extraktion mit der Extraktiv-Destillation und der Azeotrop-De-

stillation verglichen. Abschließend wurde die Extraktion in Verbindung mit Elektrolyse-Trennverfahren dargestellt, wie sie bei der Metallsalz-Extraktion verwirklicht sind. Hierbei ist die Extraktion ein Trennverfahren, das nicht eine Destillation ersetzt, sondern die Lösung der Trennaufgabe überhaupt ermöglicht.

(Autor) E. Müller

F 14: Performance of Extraktion Equipment in the WAK - Pilot Plant

Autoren: K.L. Happert, W. Issel, W. Knoch
ISEC 74 = International solvent extraction conferences 1974

Abstract: Mixer-Settlers are used in the German pilot for the reprocessing of nuclear fuels. Accumulation of solids presents serious problems and requires design changes. The behaviour of precipitates in pulse columns and centrifugal contactors has been tested. Conclusions are drawn with respect to scaleup and the processing of high-burnup fuels.

(Autor) K.L. Happert

F 15: Extraktionsapparate bei der Wiederaufbereitung von Kernbrennstoffen (Teil 1 + 2)

Autor: H. Goldacker

Chemie-Technik, 4. Jhg. (1975) Nr. 3/4

Abstract: Nach der einleitenden Darstellung der besonderen technischen Probleme, die mit dem Einsatz von Extraktionsapparaten in der Kerntechnik verbunden sind, werden die Funktionsprinzipien der am besten geeigneten Apparate beschrieben. Es sind dies Mischabsetzer, Zentrifugalextraktoren und gepulste Siebbodenkolonnen, mit denen im Institut für Heiße Chemie der Gesellschaft für Kernforschung ausgedehnte experimentelle Erfahrungen bei der Extraktion von Spaltstoffen gesammelt wurden. Aus dem Vergleich zwischen speziellen kerntechnischen Erfordernissen und allgemeinen Gesichtspunkten des Stoffaustauschs werden Vor- und Nachteile der Bauprinzipien aufgezeigt.

(Autor) H. Goldacker

F 16: Stoffaustauschuntersuchungen in Extraktionsapparaten für Dreiphasensysteme flüssig-flüssig-fest

Autor: H.J. Maaß

Chemie-Technik, 27. Jhg. Heft 5, Mai 1975

Abstract: Im Zusammenhang mit der Bearbeitung eines Verfahrens zur selektiven Ausfällung von Wertstoffen, z.B. Kaliumsulfat aus in Wasser gelösten Salzgemischen, durch Zugabe organischer Lösungsmittel wurden Untersuchungen zum Stoffaustausch in Extraktionsapparaten und am Einzeltropfen durchgeführt.

In diesem Artikel soll über die Stoffaustauschuntersuchungen in Extraktionsapparaten und in einer noch folgenden Veröffentlichung über die Ergebnisse der Versuche mit Einzeltröpfen berichtet werden.

Zum besseren Verständnis der Problematik wird das Verfahren, für welches die Extraktionsapparate untersucht wurden, erläutert.

Ausgehend von dem Prozeß der extraktiven Verdrängungskristallisation, der zur energiesparenden Ausfüllung von Wertstoffen, z.B. K_2SO_4 aus wäßrigen Lösungen von Salzgemischen, geeignet ist, werden Extraktionsapparate in bezug auf ihre Eignung für die gleichzeitige Durchführung der Extraktion und Kristallisation untersucht. Die eingesetzten Apparate werden anhand volumetrischer Stoffdurchgangszahlen verglichen. Der vorgeschlagene Rührflügelextraktor erwies sich als besonders geeignet. Dieser Extraktor hat inzwischen weitere Bewährungsproben, vorrangig für die Feststoffextraktion, bestanden.

(Autor) H.J. Maaß

F 17: Zum oberen Grenzdurchsatz bei Extraktoren

Autoren: S. Weiß und R. Würfel

Chemie Technik, 27. Jhg., Heft 8, August 1975

Abstract: Es wird der obere Grenzdurchsatz von Extraktoren behandelt, der infolge des wachsenden Durchsatzes von

Extraktionsanlagen an Bedeutung gewinnt. Für Drehscheibenextraktoren wird auf Grund einiger experimenteller Ergebnisse an 7 Stoffsystemen mit 100 und 200 mm Extraktordurchmesser für unterschiedliche geometrische Verhältnisse der obere Grenzdurchsatz bestimmt. Mit einem halbempirischen Ansatz auf der Grundlage eines Modells entsprechend dem Fließbett konnten alle Versuchsergebnisse mit befriedigender Genauigkeit dargestellt werden. Dagegen ergab ein Vergleich zwischen den Versuchsergebnissen und einer Nachrechnung nach bisher bekannten Korrelationen Abweichungen bis zu 100 % und mehr.

(Autor) S. Weiß

F 18: Zur Auslegung von Apparaten der Flüssig/Flüssig-Extraktion

Autoren: Klaus Bauckhage, Hans-Dieter Bauermann,
Eckhart Blaß, Harald Sauer, Manfred Stölting,
Jürgen Tenhumberg und Hansjörg Wagner
Chemie-Ing.-Technik, 47. Jhg., 1975, Nr. 5

Abstract: Trotz der großen Bedeutung, die die Flüssig/Flüssig-Extraktion in vielen technischen Anwendungen bereits seit längerer Zeit besitzt, ist die Dimensionierung von Extraktionsapparaten immer noch ein im wesentlichen ungelöstes Problem. Denn Strömung, Grenzflächenerscheinungen, Stoffübergang und Apparatekonstruktion sind in außerordentlich verwickelter Weise miteinander verknüpft, so daß die bisherige wissenschaft-

liche Grundlagenarbeit nur Teilaspekte des Gesamtproblems erfaßt. Im vorliegenden Beitrag soll eine kritische Sichtung und zusammenfassende Darstellung der ingenieurwissenschaftlichen Kenntnisse über die Strömung und den Stoffaustausch in den wichtigsten Extraktionsapparaten unter Berücksichtigung der Grenzflächenphänomene versucht werden, selbst wenn dieses Wissen gegenwärtig noch nicht den in der Praxis gängigen Weg der Dimensionierung von Extraktionsapparaten ablösen kann. Für die weitere Zukunft ist eine enge Kooperation zwischen Wissenschaft und Praxis geboten, wenn die kostenaufwendige Extraktionsforschung zu wirklichen Erfolgen führen soll.

(Autor) K. Bauckhage

F 19: Liquid-Liquid Extraction
the Process, the Equipment

Autoren: P.J. Bailes, C.Hansen and M.A. Hughes
Chemical Engineering, January 19, (1976)

Abstract: Liquid extraction has long been a powerful separation technique for laboratory use. Its application for large-scale industrial separations dates from the early 1930s, when it answered the need for a method of removing aromatic hydrocarbons from the kerosene fraction during oil refining. Since then it has found ever-increasing application in a wide range of industries from copper production to the manufacture of antibiotics.

Liquid-liquid extraction is attracting a great deal of interest at the present time. This article will explain the basic principles involved and show something of the developments which are taking place. For further information, readers are referred to the standard text by Treybal (1) and the review of recent developments by one of the authors (2). Much valuable information has been published over the past decade in the proceedings of a series of international solvent extraction conferences (the ISEC meetings). Regular reviews have also been published over recent years by the Society of Chemical Industry (8) and are a valuable source of information.

(Autor) P.J. Bailes

3.3

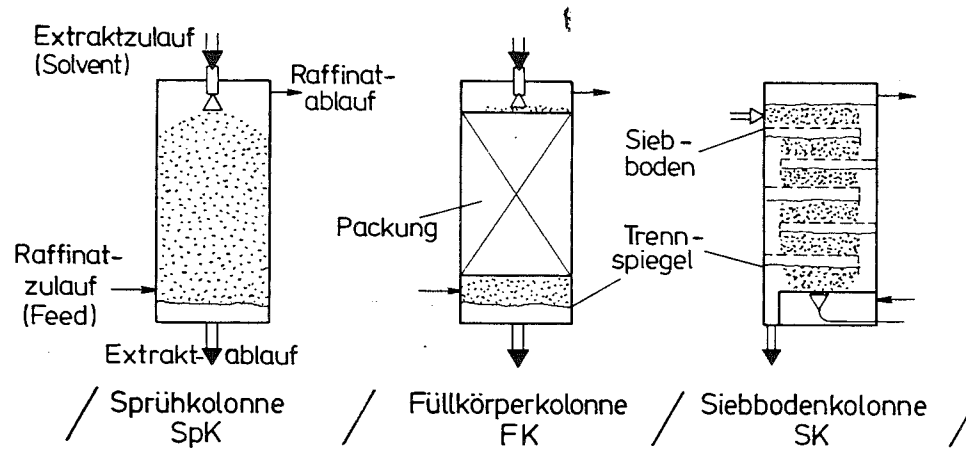
Matrix - Stichwortverzeichnis

Gruppeneinteilung:

- a) Schwerkraftkolonnen
- b) Pulsierte Kolonnen
- c) Gerührte Kolonne und Gegenstromkaskaden
- d) Nichtapparatespezifische Bearbeitung
allgemeiner Probleme

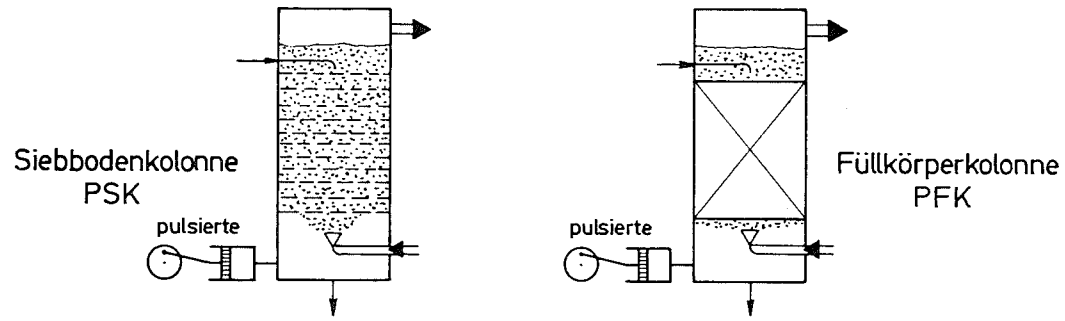
Extraktionsapparate

(a)

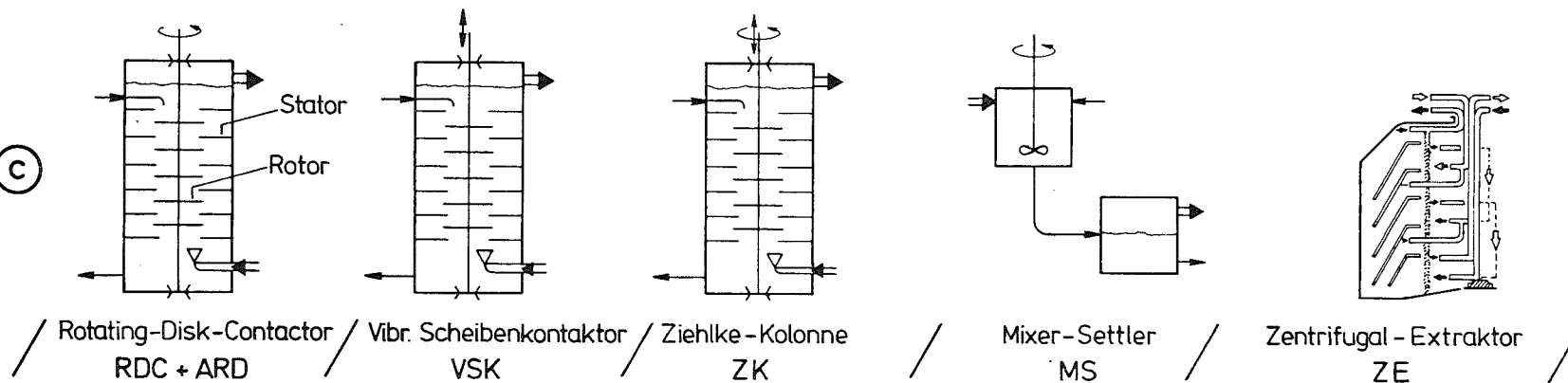


- (a) Schwerkraftkolonnen
- (b) pulsierte Kolonnen
- (c) gerührte Kolonnen (rotierend u. oszillierend) u. Gegenstrom-Kaskaden

(b)



(c)



Gruppe (a)

						Apparatetyp
						Einsatzbereich - Kerntechnik
						Anlagen und Apparate- beschreibung
						Kapazität
						Dispersionsanteil (hold-up) und Verweilzeit
						Stoffaustausch
						HTU, NTU (HETP)
						Pulsation, Pulsanlagen und -Einrichtungen
						Aximale Rückvermischung
						Flutgrenzen
						Berechnungen und Modellbildungen
						Scale up
						Flówsheet
						Rührer, Konstruktion und Betriebsverhalten
						Meßtechnik
						Fluiddynamik
spk	64	64		46	26	46
spk					94	
spk					94	46
fk			66	66		66
fk			69		69	66
fk			130		130	69
fk				123		130
fk					98	98
fk					98	98
fk					98	98
fk						123
spk						26
spk						26
spk						26
sk		124				46
sk		124				46
sk		124				46
sk						32
sk						32
sk						32
sk						32

Gruppe (b)

Apparatetyp	Einsatzbereich - Kerntechnik	Anlagen und Apparate- beschreibung	Kapazität	Dispersionsanteil (hold-up) und Verweilzeit	Stoffaustausch	HTU, NTU (HEFP)	Pulsation, Pulsanlagen und -Einrichtungen	Axiale Rückvermischung	Flutgrenzen	Berechnungen und Modellbildungen	Scale up	Flowsheet	Rührer, Konstruktion und Betriebsverhalten	Messtechnik	Fluiddynamik
PSK			2	2		2	2								
PSK	5		5			5	5		5	5	5				
PSK			7			7	7		7						
PSK					9	9	9		9	9					
PSK		10				10			10		10				
PSK	11		11			11	11			11					
PSK			14		14		14			14					
PSK	34	34	34			34	34		34						
PSK	55	55	55			55									
PSK	56	56										56			
PSK							62			62					62
PSK										63					63
PSK						72	72		72	72					
PSK	71	71	71				71		71			71		71	
PSK	83	83	83	83		83	83		83	83					
PSK	117	117	117			117				117					
PSK		131	131			131	131								
PSK	17	17		17			17		17					17	
PSK				20		20	20		20	20					
PSK				43			43	43		43					
PSK				44		44	44			44					
PSK					29	29	29		29					29	

Gruppe (b)

Apparatetyp	Einsatzbereich - Kerntechnik	Anlagen und Apparate- beschreibung	Kapazität	Dispersionsanteil (hold-up) und Verweilzeit	Stoffaustausch	HTU, NTU (HETP)	Pulsation, Pulsanlagen und -Einrichtungen	Axiale Rückvermischung	Flutgrenzen	Berechnungen und Modellbildungen	Scale up	Flowsheet	Rührer, Konstruktion und Betriebsverhalten	Meßtechnik	Fluiddynamik
PSK		16				16	16			16				16	
PSK		23					22							23	
PSK		88		88	88		88	88						22	
PSK		100				77	77			77				77	
PSK		120				78	78			78					
PSK	85			13		120	100								
PSK				13		13			13	13					
PSK						18	18			18					
PSK						18	21								21
PSK							85								
PFK					29	29	29		29					29	
PFK			7						7						
PFK		133		59	59			59		59					59
PFK		3				3	3	3	3						
PFK				37	37					37					37

Gruppe (c)

		Apparatetyp -																
ZK	ZK			Einsatzbereich Kerntechnik														
MS	MS	120	42	Anlagen und Apparat- beschreibung	42													
MS	MS		53															
MS	MS	86	53	Kapazität	42													
MS	MS		53															
MS	MS	55		Dispersionsanteil (hold-up) und Verweilzeit														
MS	MS																	
MS	MS	91	53	Stoffaustausch														
MS	MS	92	53															
MS	MS	93		HTU, NTU (HETP)														
MS	MS	93																
MS	MS	16		Pulsation, Pulsanlagen und -Einrichtungen														
MS	MS	54	53															
MS	MS	84	53															
MS	MS	84		Axiale Rückvermischung														
MS	MS	58																
MS	MS	74		Flutgrenzen														
MS	MS	75																
MS	MS	25		Berechnungen und Modellbildungen														
MS	MS																	
MS	MS	16		Scale up														
MS	MS	54																
MS	MS	84		Flowsheet														
MS	MS	58																
MS	MS	74																
MS	MS	75		Rührer, Konstruktion und Betriebsverhalten														
MS	MS	25																
MS	MS			Meßtechnik														
MS	MS	74																
MS	MS			Fluiddynamik														
ZK	ZK																	
ZK	ZK																	
ZK	ZK																	
ZK	ZK																	

45

3.31

Abstracts der Originalarbeiten

(1 - 134)

1. Mass Transfer in Liquid-Liquid Agitation Systems

Authors: W. Hixon and I. Smith

Industrial and Engineering Chemistry, May 1949

Abstract : A procedure is developed which may be used to predict the quantitative performance of an agitator in a liquid liquid extraction system . An equation relating the weight of solute transferred from one liquid to a second immiscible liquid is derived; it is verified experimentally on the almost ideal system water-iodine-carbon tetrachloride in a series of geometrically similar vessels. The numerical effect of speed of agitation upon rate of solute transfer is given.

(Author) W. Hixon

2. Performance of a Pulse Extraction Column

Authors: R.M. Cohen and G.H. Beyer

Chemical Engineering Progress, Vol. 49, Nr. 6,
June 1953

Abstract: A continuous countercurrent liquid-liquid extraction column containing perforated plates was operated with a pulsed liquid -phase. The effects of operating variables upon extraction efficiency and column capacity were investigated. Cyclic pulsa-

tions were imparted to the liquid in the column through a tee in the stream entering at the bottom by means of a cam-driven bellows pulsator and a diaphragm pump with checks removed. The function of the pulsations was to produce counterflow of both phases through the plate perforation and to provide a high degree of dispersion and turbulence by the continuous formation of fresh interfacial surface.

Values of H.E.T.S. as low as 9.9 in. were obtained with water as the continuous phase, and capacities as high as 660 gal./sq.ft./hr. were achieved. In general, pulse column operation was found to be most efficient at high flow rates and moderate to high pulse frequencies.

(Author) R.M. Cohen

3. Backmixing in pulse columns II
experimental values and effect of several variables

Authors: Richland - Washington, L. Bürger, W. Swift
U.S. Atomic Energy Comm. Rep., H.W. 29 010 (1955)

Abstract: In HW-28867(1) the problem of backmixing in pulse columns was discussed and qualitative evidence given. It is the purpose of this letter to present the results of a brief "two-point" study of the variables effecting this phenomenon in a 2" dia pulse

column using a "standard" cartridge.

Seven runs were made with the system Penn.Ref.Co. "Supersol" (dispersed) water (continuous) to investigate the effects of pulse frequency, amplitude, plate spacing, volume flow ratio, and throughput on backmixing, using the technique of continuous injection of a tracer solution into the packed section. Backmixing was found to be surprisingly insensitive to all the above variables over the range studied with the exception of pulse amplitude and continuous phase flow rate, showing greatest dependence on the latter. Backmixing increased with decreasing continuous phase flow rate and increased with pulse amplitude.

4. Solute Transfer from Single Drops in Liquid - Liquid Extraction

Authors: W. Licht, Jr., and W.F. Pansing
Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 45, Nr. 9,
(1953)

Abstract: To develop further an understanding of the fundamental mechanism by which solute is transferred during liquid-liquid extraction in spray towers, an investigation was undertaken into the process of extraction from single drops passing through a stationary column of solvent. The basic premise, as proposed by Licht and Conway, was that in the life of each drop there

must be three distinct stages and the mechanism of solute transfer must be studied separately in each stage. The stages are:

- I. Drop formation - at the nozzle or spray tip
- II. Drop movement - through the column of continuous stationary solvent phase
- III. Drop coalescence - at the interface at terminal end of the column

The motivation for this study came from an observation of Licht and Conway regarding stage. I which seemed to be at variance with other results. Previous investigators working with single drops have determined the amount of extraction during drop formation by making a plot of the logarithm fraction unextracted, or an equivalent variable, versus column height. Since the plot usually gave a relatively straight line, this line was extrapolated back to zero column height. The ordinate intercept was considered to be the fraction of the solute unextracted during drop formation. During drop formation the amount of extraction obtained in this way varied from 10 to 50 % solute extracted. Licht and Conway, however, observed that the total amount of extraction in stages I and II occurring in a column 3 inches high was practically independent of drop formation time. It is difficult to see how the apparent amount of extraction during drop formation could be so large without being a function of drop formation time.

This paper develops some possible theoretical mechanisms of solute transfer in the various stages under this type of experimental condition and describes methods for testing experimental data to determine

the applicability of these mechanisms. The various mechanisms devised were applied to a study of the extraction of acetic acid from single drops in three different ternary systems.

(Author) W. Licht

5. Pulse column variables

Authors: G. Sege and F.W. Woodfield
Chemical Engineering Progress, August 1954

Abstract: The general performance characteristics of sieve-plate liquid-liquid extraction columns in which the contents are pulsed through the plates are illustrated with data on the solvent extraction of uranyl nitrate with tributyl phosphate in a 3-in.-diam. pulse column. Effects of operating conditions and sieve-plate section design on solvent-extraction effectiveness and capacity are discussed, and the application of the data to columns of larger diameter is indicated. For chemical systems reported a sieve-plate section design termed a "standard cartridge", composed of stainless-steel plates spaced 2 in. apart and perforated with 1/8-in. holes to yield 23 % free area, has been found a useful compromise between the conflicting objectives of high throughput capacity and near-optimum extraction effectiveness. With such a column design, extraction effectiveness

generally improves as either the pulse amplitude or frequency is increased, optimum performance typically occurring slightly below an amplitude-frequency product which results in flooding the column because of excessive emulsification. The height of a transfer unit or height equivalent to a theoretical stage for pulse columns operating at near-optimum conditions frequently is approximately one third as high as for a conventional packed extraction column. Throughput capacities of the two types of contactors are comparable.

(Author) G. Sege

6. The Time of a Transfer Unit and an Agitation
Number for Batch Operations Involving Mass Transfer

Authors: A.W. Hixson, T.B. Drew and K.L. Knox
Chemical Engineering Progress, December 1954

Abstract: Equations for mass transfer between two phases in an agitated system have been developed to obtain an expression for the time of a transfer unit. For mass transfer in steady-state operations, the time of a transfer unit multiplied by a velocity term was equal to the height of a transfer unit. For mass transfer in agitated batch operations, the time of a transfer unit was multiplied by a suitable velocity term to yield an agitation number which was nearly constant over

a limited range of agitation conditions and equipment sizes for dimensionally similar systems with the same physical properties. The equations were illustrated with previously published data on mass transfer in agitated systems.

(Author) A.W. Hixson

7. Application of Pulsation to Liquid-Liquid Extraction

Authors: W.A. Chantry, R.L. von Berg, H.F. Wiegandt
Industrial and Engineering Chemistry, Vol 47, Nr. 6
June 1955

Abstract: Extraction efficiencies in conventional counter-current columns are often poor. Many designs have been proposed to aid mass transfer by means of agitation. A promising method is that of pulsating the liquid in a column to provide turbulence throughout the column. The results of a detailed study of pulsation in both packed and sieve-plate columns are given. As great as threefold improvement was achieved over conventional operation for the packed column. Efficient performance can be maintained at low feed rates by pulse action. Only slight reduction in flooding rate was noted. Sieve-plate construction allowed greater capacity but suspended material easily plugged the plates. Sieve plates must have small holes, and the column will not operate without pulsating. Existing packed columns can

readily be modified and can be operated conventionally when not pulsated. Emulsion formation may be a problem with some systems.

(Author) W.A. Chantry

8. Power Requirements for Pulse Generation in Pulse Columns

Authors: A. Jealous, F. Johnson

Industrial and Engineering Chemistry, Vo.47, Nr.6, June 1955

Abstract: The power required to pulse a liquid-liquid extraction column is determined by the static head of the liquid system, the acceleration and deceleration forces on the liquid system, and the friction losses. The theoretical total power that must be applied to the liquid-liquid system by the pulser is given by the equation.

$$\text{Power} = S_1 \left\{ (S_1 L_1 - S_2 L_3) \frac{g}{g_c} + \frac{1}{g_c} (S_1 L_1 + S_2 L_2 \frac{S_1}{S_2}) \frac{d^2 y}{dt^2} + \left[\frac{n(1-g^2) S_1 + (S_1/S_2 - 1) S_2}{0.367 g_c} \right] \int \left(\frac{dy}{dt} \right)^2 \frac{dy}{dt} \right\}$$

where the equation for y defines the cyclic motion imparted to the liquid system by the pulse generator. Power input data obtained on a 50-foot pulse column 24 inches in diameter are presented, as well as information on development of the power formula and the means of experimentally evaluating the formula.

(Author) A. Jealous

9. Liquid-Liquid Extraction Part XIII:
The Effect of Pulse Wave-Form and Plate Geometry
on the performance and Throughput of a Pulsed
Column

Author: D. Thornton, Ph.D., F.R.I.C., (Associate Member)
 Trans. Instn. Chem. Engrs, Vol. 35, 1957

Abstract: Flood-point data have been determined for six solvent-water systems using a 3 in. diameter pulsed plate-column. The variables investigated were the plate spacing, plate geometry (i.e. hole-size and percentage free area), and the pulse wave-form. In the latter case, sinusoidal, saw-tooth, and semisquare wave-forms were selected for study.

In the absence of an undistributed solute, the data were interpreted in terms of the characteristic velocity (\bar{V}_0) which was correlated with the column variables, the physical properties of the system and the pulse characteristics by means of the following equation:

$$\left(\frac{\bar{V}_0 \mu_c}{\gamma}\right) = 0.60 \left(\frac{\psi_f \mu_c^5 g_c}{\rho_c \gamma^4}\right)^{-0.224} \left(\frac{d_o \rho_c \gamma}{\mu_c^2}\right)^{0.990} \left(\frac{\mu_c^4 g}{\Delta \rho \gamma^3}\right)^{1.01} \left(\frac{\Delta \rho}{\rho_c}\right)^{1.80} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c}\right)^{0.30}$$

In the above expression, the term ψ_f , is the maximum power dissipated by fluid friction in the plate perforations per unit mass of fluid, and is evaluated from the usual orifice equation. The frequency and amplitude of pulsation and the "dead-time" associated with semi-square pulse wave-forms have been found to have little influence on \bar{V}_0 except in so far as they influence ψ_f , as in the case of a sinusoidal wave-form.

Mass transfer data were obtained for both directions of transfer using the systems water-toluene and water-butyl acetate with acetone as solute. Overall (H.T.U.) values for a given system were correlated in terms of variations in the interfacial area by means of the equation:

$$\left[\frac{(H.T.U.)_{oc}}{(\mu_c^2/g\rho_c^2)^m} \right] = K \left(\frac{\mu_c d}{\bar{V}_o^3 (1-x)^3 \rho_c} \right)^{2m/3} \left(\frac{\Delta f}{\rho_c} \right)^{2(m-1)/3} \left(\frac{V_d}{V_c} \right)^{0.50} \left(\frac{V_c^3 \rho_c}{g\mu_c x^3} \right)$$

This expression is analogous to that developed earlier for the rotary disc column, with the exception of the term $(V_d/V_c)^{0.50}$ which compensates for the increased longitudinal mixing which has been found to occur in columns of the present type.

For design purposes the constant K and the exponent m are determined from model tests with the given system using a laboratory column. Values of \bar{V}_o can be obtained from equation (A) when solute transfer takes place from the aqueous to the solvent phase. In the reverse direction of transfer, \bar{V}_o is enhanced due to solute effects and under these conditions it is also necessary to carry out hold-up determinations in the laboratory scale column in order to determine the enhancement factor before equation (B) can be applied.

(Author) D. Thornton

10.

Liquid-Liquid Extraction Part XIV:

The Effect of Column Diameter Upon the Performance and Throughput of pulsed Plate Columns

Authors: D.H. Logsdail, J.D. Thornton

Trans.Instn. Chem. Engrs. Vol. 35, 1957

Abstract: Flood-point data have been determined for 6 in. and 12 in. diam. pulsed columns using the systems water-toluene and water-white spirit. Mass transfer measurements, together with a limited number of hold-up measurements, have also been carried out with 6 in., 9 in., and 12 in. diam. columns using the system water-toluene with acetone as solute transferring from the solvent to the aqueous phase. The data were correlated by means of the expressions developed previously for 3 in. diam. column and it was found that whereas the limiting throughput scaled up geometrically with column diameter, the overall H.T.U. was proportional to $\exp. (d_c/2)$. The application of these results to the design of pulsed plate columns is discussed in detail.

(Author) D.H. Logsdail

11. A Study of Pulsed Columns in Solvent Extraction

Authors: J. Durandet, D. Defives, B. Choffe and
Y.L. Gladel

P/1173 France (Session C-17, Jan. 1958)

Abstract: The separation from uranium and plutonium of fission products is ordinarily effected by extraction using tributylphosphate as the solvent. This process is also used in the purification of native uranium. The pulse column is frequently used to accomplish these separations because it has numerous advantages over the usual apparatus; in particular it is very efficient in a small volume, which permits reduction of the cost of

shielding when the products treated are active. We will study here the behavior of a pulsed column, equipped with perforated plates, using the system: uranyl nitrate/nitric acid/water/dilute tributylphosphate. Both extraction (the transfer of uranium from an acidic aqueous phase into an organic solvent) and re-extraction (the transfer of uranium from an organic phase into an aqueous phase) have been studied.

(Author) J. Durandet

12. Axial Mixing and Extraction Efficiency

Author: C.A. Sleicher, Jr.

A.I.Ch.E. Journal, Vol. 5, Nr. 2, June 1959

Abstract: The effect of back mixing of either phase in an extraction column, which decreases the extraction efficiency, is analyzed theoretically by means of an idealized diffusion model that can be characterized by four dimensionless parameters: a Peclet number of each phase, a mass transfer number, and the usual extraction factor. Calculations for a wide range of these parameters were performed on a digital computer. The principal results presented in a table, will be useful in the design and scale up of extraction columns and in the interpretation of experimental results from extractors and from some reactors in which a first-order reaction occurs.

(Author) C.A. Sleicher, Jr.

13. Flooding Characteristics and Separation Efficiencies
of Pulsed Sieve-Plate Extraction Columns

Autoren: L.D. Smoot, B.W. Mar und A.L.Babb
Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 51, Nr. 9
September 1959 (Englisch)

Abstract: Dieser Artikel beinhaltet Formeln und Nomogramme zur Berechnung der Flutungsgeschwindigkeit und der HTU.

In einer Tabelle wurden diverse experimentelle Daten für Flutgrenzen und Stoffübergang mit verschiedenen Systemen und verschiedenen Parametern in dieser Studie zusammengefaßt.

Es wird auf bereits vorhandene Ergebnisse über Untersuchungen der Flutungszusammenhänge verwiesen, wo auch bereits empirische Formeln von verschiedenen Systemen entwickelt wurden. Das gleiche wurde auch für den Stofftransfer aus experimentellen Versuchen entwickelt. Diese Arbeit bringt die Korrelation der experimentellen Flutungs- und Stoffübergangsdaten in der Literatur für gepulste Siebbodenkolonnen. Es wird der Begriff der zwei verschiedenen Flutungen definiert, die unter- und oberhalb des stabilen Betriebsbereiches auftreten können.

Diese Studie und die Mehrzahl der bisherigen Untersuchungen befassen sich mit der Flutung im oberen Betriebsbereich. Es wird auf alle beeinflussende Faktoren eingegangen. Aufgrund der Auswertung von 665 Experimenten von 5 Autoren wurden empirische Formeln entwickelt. Aus diesen wurde ein Nomogramm zur Bestimmung der Flutungsgeschwindigkeiten aufgestellt.

Aufbauend auf die 2-Film-Theorie wurde in ähnlicher Weise eine Formel zur Bestimmung von HTU entwickelt,

die zur Aufstellung eines Nomogramms herangezogen wurde.

(Autor) L.D. Smoot

14. Longitudinal Mixing in a Pulsed Sieve-Plate Extraction Column

Authors: B.W. Mar and A.L. Babb
Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 51, Nr. 9,
September 1959

Abstract: The distribution of flow longitudinally in pipes, reactors, and extraction columns must be determined, to obtain a theoretical understanding of the mass transfer or reaction mechanisms. The longitudinal concentration gradients in a continuous countercurrent extraction can be expressed mathematically in terms of four dimensionless groups: Peclet number, number of transfer units, concentration ratio, and length ratio. In this investigation, longitudinal mixing was studied experimentally by both steady-state and delta injection techniques. Modified Peclet numbers were evaluated and correlated in terms of system properties, flow conditions, column geometry, and pulsing conditions.

(Author) B.W. Mar

15. Scale-up of Mixer-Settlers

Authors: A.D. Ryon, F.L. Daley and R.S. Lowrie
Chemical Engineering Progress, Vol. 55, Nr. 10,
Oktober 1959

Abstract: Although mixer-settlers are one of the oldest types of contactors used for liquid-liquid extraction, there are few published methods of scale-up. More rarely has there been any attempt to verify the methods from the operational data of full-scale plants.

Results of previous studies of agitated vessels have suggested several methods of scale-up of mixers. Miller and Mann (7) in their study of degree of mixing in un-baffled tanks suggested scale-up by use of constant power input per unit mixer volume; Flynn and Treybal (2) found that stage efficiency was independent of mixer size at constant energy input per unit volume liquid processed; and Karr and Scheibel (4) demonstrated scale-up as a function of powers of agitator speed and diameter.

For settlers, the suggested method of scale-up often has been based on residence time (9). Many patents have been granted for particular settler configurations, but references to experimental demonstration of scale-up generally are not available.

Investigation of design and scale-up of mixer-settlers was a part of the development of the Dapex solvent extraction process for recovery of uranium from sulfuric acid leaching of ores. The process uses di(2-ethylhexyl) phosphoric acid dissolved in kerosene modified with TBP as the solvent, which extracts uranium by cation exchange of uranyl and hydrogen ions.

The uranium is stripped from the solvent by an aqueous solution of Na_2CO_3 from which uranium is recovered by standard precipitation methods. The basis for design of equipment for the process was obtained by unit operation study of the variables affecting rate of extraction in the mixer and phase separation in the settler. Scale-up relations were developed from data obtained in three sizes of geometrically similar units. This information, together with chemical flow sheet demonstration in laboratorysize multistage equipment, was used as a basis for design of full-scale plants without operation of a pilot plant.

(Author) A.D. Ryon

16. Mass Transfer Studies in a Pulsed Extraction Column
Longitudinal Concentration Profiles

Authors: L.D. Smoot and A.L. Babb

I & EC Fundamentals, Vol. 1, Nr. 2, May 1962

Abstract: Mass transfer of a dilute solute from organic to aqueous phases was studied in a 2-inch-diameter pulsed sieve-plate extraction column. The operation of this column was also simulated with a digital computer by using a mathematical model which included the effects of longitudinal mixing in both continuous and dispersed phases. The effects of column geometry and operating variables on the longitudinal solute concentration gradients were determined in both

phases for the systems methyl isobutyl ketone-acetic acid-water and 1,1,2-trichloroethane-acetone-water. From these concentration profiles, the true transfer-unit heights were computed and compared with the apparent transfer-unit heights computed from the solute concentrations of the entering and leaving phases only.

17. Continuous and Automatic Hold-up and Flooding
Determination in Plant Extraktion Columns

Authors: R. De Witte, F. Galuppi, J.A. Fernandez
(Februar 1961)
ETR - 108

Abstract: An improved method for continuous and fully instrumental hold-up and flooding determination has been developed for production extraction pulse columns.

The discontinuous way of hold-up determination described by R.J. Namee (1), and based on a dispersed phase measurement by interface drop-and thus only applicable for top interface operation - was substituted by a continuous pressure measurement at the bottom of the column. The pressure decrease or increase, depending if the column was top or bottom, interface operated, is an accurate and very rapid way of evaluating dispersed phase hold-up.

The effect of amplitude, frequency, flow, continuous phase and plate design was studied inside the limits foreseen at normal plant operation.

The method is very easily applicable to real production columns and permits moreover a sharp mean of determining steady state conditions.

Column operation control in the solvent extraction plant can be done by continuous hold-up recording.

(Author) R. De Witte

18. Berechnung von pulsierenden Kolonnen

Autor: G. Frignet

DECHEMA-Monographien (Band 41)

Abstract: Zahlreiche theoretische Arbeiten haben zum Ziel, Beziehungen zwischen den hydrodynamischen und geometrischen Variablen und den festliegenden Übergangsgrößen herzustellen. Aus früheren Arbeiten verschiedener Autoren, besonders aus den Korrelationsversuchen von Smoot, Mar und Babb geht hervor, daß man aufgrund von Laboratoriumsergebnissen die Dimension einer industriellen pulsierenden Kolonne mit einer Genauigkeit von 20 % errechnen kann.

An einem konkreten Beispiel wird eine Puls-Kolonne zur Reextraktion einer mit Uranyl nitrat beladenen organischen Phase mit kontinuierlicher wässriger Phase berechnet.

Die Berechnung der Kolonne erfolgt in 4 Etappen:

1. Ermittlung der Zahl der Übergangseinheiten
2. Ermittlung der oberen Grenzgeschwindigkeit und des Durchmessers der Kolonne
3. Ermittlung der Höhe einer Übergangseinheit (H.T.U.) und der Höhe der Kolonne
4. Ermittlung der Zusatzeinrichtungen an der Kolonne, d.h. der Absatzgefäße und des die Schwingung hervorrufenden Systems.

19. Tropfenbildung in Flüssigkeiten

Autor: S. Nordberg

DECHEMA-Monographien (Band 41) 1962

Abstract: Zum Studium der Tropfenbildung in Flüssigkeiten wurden Verhältnisse nachgeahmt, die bei der Solventextraktion an Siebböden herrschen. Dabei wurde der Verlauf der Tropfenbildung und der Einfluß verschiedener Faktoren auf die Größe der spezifischen Oberfläche, d.h. das Verhältnis der Oberfläche der Tropfen zu ihrem Volumen, untersucht. Diese Faktoren sind der Flüssigkeitsdurchsatz durch die Öffnungen der Siebböden, der Durchmesser von Düsen oder Sieblöcher, die Grenzflächenspannung zwischen den Phasen, die Dichte und die Viskosität der Flüssigkeitspaare. Aus den Messungen ergaben sich zwei einfache Näherungsformeln zur Berechnung der spezifischen Oberflächen von Tropfen, die bei verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten bei der Solventextraktion an Siebböden entstehen.

20. Holdup Studies in a Pulsed Sieve-Plate Solvent Extraction Column

Authors: G.A. Sehmel and A.L. Babb

I & EC Process Design and Development, Vol. 2, Nr. 1, January 1963

Abstract: The total holdup of dispersed organic phases in a pulsed sieve-plate solvent extraction column was intensively studied in one-column geometry to determine the actual phase velocities. The column was 2 inches in diameter and contained 43 plates with a 2-inch plate spacing. The plates were made of 19-gage, Type 304 stainless steel perforated with 1/8-inch-diameter holes to give a 23 % free area.

Hexane, benzene, and methyl isobutyl ketone were used as the individual dispersed phases with water as the continuous phase. The effects of pulse amplitude, phase flow rates, and pulsation frequency on the dispersed phase holdup were studied. Dispersed phase holdup was found to be a minimum at the transition frequency between mixer-settler and emulsion types of column operation. For the systems studied this frequency can be predicted from a simple empirical correlation. The results have been used in the analysis of continuous phase longitudinal mixing data to be reported later.

(Author) G.A. Sehmel

21. Pressure Regulators for Air Pulsation

Authors: A.Hall, J. Perez-Sanchez, G.F. Lazzaretto
and A. Redon

ETR-161

Abstract: Three pressure regulators, namely the Airpack, the Airdron and the Nullmatic 40, usually used for supplying the air in air control systems, have been widely tested in pulsation service.

Results presented here cover two groups of experiments and give extensive data on behaviour, range and stability of the regulators. Comparative tables and diagrams are also included.

It has been found that the pulse amplitude is not

dependent on the type of pressure regulator; and it is stressed that only the Nullmatic 40 - air supplied at high pressure - could fulfil the requirements of columns, like the C2, having a large air consumption.

(Author) A. Hall

22. The Influence of Purge air Introduction on the Behaviour of a Pulsed, Perforated Plate Column

Authors: R. De Witte and L. Geens

ETR-159

Abstract: The influence of bottom interface detection purge air in a pulse tube column was studied.

A marked decrease in amplitude occurred in such a unit when it was membrane pulsed, but almost no change occurred when it was air pulsed.

The presence of air in an air pulsed column increased the flooding capacity both in the HNO_3 - TBP and in the U - HNO_3 - TBP system.

Direct air purged bottom interface detection is thus very useful when combined with air pulsation, but is not so advantageous when membrane pulsation is used.

The build-up of crud at the interface was limited to a thin layer, because of the purge air which continuously broke up the layer.

(Author) R. De Witte

23. Bottom Interface Control in a Pulsed Column
by Direct Air Purge

Authors: R. De Witte and L. Geens
ETR-155

Abstract: The development done on the bottom interface detection in pulse columns by the direct air purge system is described and discussed.

The best results were obtained with dip-tube diameters ranging from 3 to 8 mm in conjunction with a combination of an orifice and an air chamber as pulse damping device in the purge air tubes just below the Dp cell. The minimum dip-tube spacing in the decanter should be 350 mm, although 500 mm ensures a larger safe operation zone.

The purge air flow rates should be as constant as possible.

Recorder calibration is necessary as a function of the pulse variables, and for the lowest possible phase density difference which could exist in the unit prior to actual start-up of the column.

The system can be recommended for plant use when the previous conditions are observed.

(Author) R. De Witte

24. An Experimental Investigation of Level Measurements
By Air-Purged Dip-Tubes (July, 1963)

Authors: J. Challe and R. Freiwald
ETR-152

Abstract: This report deals with the main causes of error inherent in the level detecting system which has been adopted for the Eurochemie Plant.

The dynamic behaviour of air-purged dip-tubes has been investigated.

Conclusions have been drawn on the basis of the experimental data given.

(Author) J. Challe

25. Leistung des Purex-Verfahrens, gemessen an der
Exponierung und Behandlung von Lösungsmittel

Autoren: D.A. Orth und T.W. Olcott
Nuclear Science and Engineering Nr. 17

Abstract: Uran und Plutonium im bestrahlten Reaktorbrennstoff werden hauptsächlich durch Solventextraktionen getrennt und gereinigt. Im Savannah River Plant (SRP), das Du Pont im Auftrag der U.S. Atomic Energy Commission leitet, wird dafür das Purex-Tributylphosphat (TBP) benutzt. Die allgemeine Konzeption, Ausrüstung sowie die Leistung dieses Verfahrens sind in Genf (1,2) und Brüssel (3) ausreichend dokumentiert worden.

In Savannah River wie auch in anderen Anlagen im ganzen Lande gab es mit diesem Verfahren Perioden, in denen der Betrieb unwirtschaftlich und das Verhalten der Spaltprodukte anomal war. Das wird den Folgen des Zerfalls zugeschrieben, den das organische Lösungsmittel durch radiolytischen und chemischen Angriff erfährt. Da Dekontaminationsfaktoren für das Spaltprodukt in der Größenordnung von 10^7 angestrebt werden, geben relativ kleine Mengen Stoffe mit anomalem Verhalten schwierige Probleme auf. Außerdem fördern bestimmte Lösungsmittelzerfallsprodukte die Emulsionsbildung und beeinträchtigen damit ganz entscheidend die physikalische Wirkung des Flüssig-flüssig-Kontaktherstellers.

Als Folge der Dekontaminationsprobleme und der physikalischen Probleme wurde die Erscheinung des Lösungsmittelzerfalls in vielen Anlagen ständig untersucht. Es wurden bestimmte empirische Messungen der Lösungsmittelqualität entwickelt, beispielsweise die Messung der Zirkoniummenge (Z-Zahl), die unter normalen Kontaktbedingungen zurückgehalten wird; in fast allen Anlagen wird das Lösungsmittel zur Beseitigung der sauren Bestandteile mit alkalischen, wässrigen Lösungen gewaschen. Die Arbeit an Verdünnungsmitteln ist ebenfalls weiter gediehen und nachdem zahlreiche Laboruntersuchungen (16-21) ergeben haben, daß geradkettige Verbindungen stabiler sind, verwendet SRP heute für den kritischsten Solventextraktionszyklus eine normale Paraffinfraktion (meistens C12).

Im Gegensatz zu diesen streng auf das Labor begrenzten Untersuchungen haben wir über einen Zeitraum von mehreren Jahren den Betrieb unserer Anlage, viele Kombina-

tionen von Anlagevariablen und zwei verschiedenartige Misch-Absetzanlagen mit großen Unterschieden in der Größe der Kontakthersteller und in der Verweilzeit des Lösungsmittels analysiert. Bei den Versuchen wurde mit zwei Verdünnungsmitteln gearbeitet: Ultrasin (von der Atlantic Refining Company) wurde in allen Solvent-Extraktionszyklen von Inbetriebnahme der Anlage bis 1961 verwendet, als es durch Adakane (von der Archer-Daniels-Midland Company) im ersten Extraktionszyklus ersetzt wurde. Zusätzlich sollte ein Arbeitsprogramm im Labor Klarheit über die Anlagedaten bringen und sie erweitern. Diese Gesamtuntersuchung hatte mehrere Ziele: 1. festzustellen, in welcher Beziehung Betriebsbedingungen, Lösungsmittelqualität und Leistung der Anlage zueinander stehen; 2. zu bestimmen, in welcher Weise verschiedene Lösungsmittel-Regenerierungsverfahren die Lösungsmittelqualität (und damit die Leistung der Anlage) beeinflussen; 3. Richtlinien für die Planung künftiger Anlagen zu gewinnen. Die Untersuchung ist noch lange nicht beendet, jedoch wurden in allen Punkten nützliche Fortschritte erzielt.

(Autor) D.A. Orth

26. Axial Dispersion in a Spray-Type Extraction Tower

Authors: D.E. Hazlebeck, C.J. Geankoplis
I & EC Fundamentals, Vol. 2, Nr. 4, November 1963

Abstract: Axial dispersion coefficients were obtained in a spray-type liquid-liquid extraction tower with water

as the continuous and methyl isobutyl ketone as the discontinuous phase. The dispersion coefficient, D_1 , was obtained by introducing a step function of KCl solution into the continuous phase inlet nozzle. The breakthrough or F curve was measured at the outlet point of the continuous phase by an electrical conductivity probe. D_1 values varied directly as the velocity of the continuous phase to the 0.45 power ($U_w^{0.45}$) and were much greater than those found for packed beds of spheres. For packed beds, D_1 varied approximately as $U_w^{1.0}$. The Peclet number varied from 0.008 to 0.023, and these values were about 1/10 as large as those for packed beds. Brutvan using glass beads as the discontinuous phase in a spray tower obtained D_1 values approximately twice those of the present work. D_1 values calculated using Taylor's equation for laminar flow in an open tube were approximately 10 times the D_1 values for the continuous phase in this investigation.

(Author) D.E. Hazlebeck

27. Diffusion and Back-Flow Models for Two-Phase Axial Dispersion

Authors: T. Miyauchi, T. Vermeulen

I & EC Fundamentals, Vol. 2, Nr. 4, November 1963

Abstract: Two-phase flow operations are described by a generalized model which assumes back flow, superimposed on the net flows through a column, with perfectly mixed

stages in cascade. The diffusion model, which is used extensively to describe longitudinal dispersion, is derived as an extreme case of the back-flow model. The perfectly mixed stage (or cell) model is derived as another extreme. It is shown that the dispersed phase for these models may be treated as a second continuous phase. The nature of the longitudinal dispersion coefficient is also examined.

(Author) T. Miyauchi

28. The Mechanism of Extraction by Tributyl Phosphate-n-Hexane Solvents

Authors: D. R. Olander, M. Benedict

Nuclear Science and Engineering: 15, 354-365 (1963)

Abstract: The kinetics of extraction of nitric acid by tributyl phosphate-n-hexane solvents has been investigated in a stirred vessel transfer cell. Elucidation of a possible slow step in the extraction process due to the complexing reaction $\text{HNO}_3 + \text{TBP} \rightleftharpoons \text{HNO}_3 \cdot \text{TBP}$ was of particular interest.

The criteria used to determine the mechanism were:

1. The effect of temperature.
2. The effect of stirrer speed.
3. Comparison of the mass transfer coefficients to those of nitric acid in a nonreacting solvent.
4. Comparison of the mass transfer coefficients to those predicted by a previously developed correlation for two-component, two-phase systems.

On the basis of these criteria, the kinetics were found to be controlled by purely diffusional processes.

The mechanism proposed involves mass transfer of the nitric acid through the aqueous film, rapid and complete conversion to the complex at the interface, and transfer of the complex to the organic phase. This last step constitutes the major portion of the over-all resistance, although resistance in the aqueous phase also constitutes a small fraction of the total. No effect of a slow chemical conversion was found. At high acid levels, the transfer process was greatly accelerated (by a factor of 2-3) by the phenomenon of interfacial turbulence, arising probably from the Marangoni effect.

(Author) D.R. Olander

29. Recent Developments in Pulsed-Column Techniques

Author: J.D. Thornton

CEP Symposium Series, Nr. 13, Vol. 50, 1963

Abstract: Early work with pulsed columns was carried out using normal types of random packings, but a tendency was found for these to orientate under conditions of prolonged pulsing. They have therefore been replaced by sieve plates and other forms of regular packing. Pulsing has been carried out by means of valveless pulse pumps and also by an electronic oscillator unit and transducer operating a diaphragm on the column base.

A new method of air pulsing which eliminates bellows, diaphragms, and other moving parts in the liquid has also been developed. This consists in alternately compressing and expanding the air above a dip-tube which is open at the bottom and passes down the entire length of the column, either internally or externally.

In the absence of solute, flooding data have been correlated by the following expressions, applicable also to other types of mechanical column contactors(1).

$$V_d = 2\bar{V}x_f^2(1-x_f)$$

$$V_c = V(1-2x_f)(1-x_f)^2$$

In these equations V_d and V_c are the superficial velocities of the dispersed and continuous phases, respectively, and x_f is the value of the fractional holdup at flooding. The characteristic droplet velocity, i.e., the mean droplet velocity at zero flow rates of the two phases is denoted by \bar{V} , which for any given system is a function only of the pulse and column characteristics.

Preliminary mass transfer data for the water-toluene-acetone system have been interpreted in terms of the film values of the height of a transfer unit (H.T.U.). With columns of the present type where there is a high degree of turbulence in the continuous phase, $(H.T.U.)_c$ is very small and can be considered constant. Values for $(H.T.U.)_d$ for a given system appear to depend only upon the pulse and column characteristics and are independent of phase flow rates.

(Author) J.D. Thornton

30. Stagewise Calculation for the Solvent Extraction
 System Monazite Rare
 Earth Nitrates-Nitric Acid-Tributyl Phosphate-Water

Authors: Brooks M, Sharp and Morton Smutz

I & EC Process Design and Development, Vol. 4, Nr. 1,
January 1965

Abstract: Using single-stage equilibrium data plus the assumption of mutual immiscibility of water and tributylphosphate (TBP), a calculation method was developed to give the stagewise conditions in a cascade of equilibrium stages with four rare earth nitrates and nitric acid present as solutes in the flow streams. The method was checked by a series of simulated column experiments. The agreement between predicted and experimental stagewise conditions was considered reasonable, and the method is considered useful for engineering work. The calculation and correlation methods developed should be applicable to systems with a larger number of rare earth solutes and possibly to some other multisolute systems containing a series of chemically similar solutes.

The calculation method developed for the multistage multisolute system gave good agreement with experimental data from four simulated column experiments carried out under widely differing conditions. The agreement in all cases demonstrates that the calculation method can be used to select processing conditions for a desired separation with this system.

The assumption that the separation factor between two rare earth nitrate solutes was a function only

of the total molality of the organic phase, when \bar{M}_t was greater than 1.75, gave surprisingly reliable results. The reason for the validity of this assumption is not known, but it appears to be a good approximation.

It is considered reasonable to postulate that the correlation and calculation methods developed would be applicable to systems with a greater number of rare earth solutes, and possibly to some other multisolute systems containing a series of chemically similar solutes.

(Author) Brooks M.

31. Der Stoffübergang zwischen flüssigen Phasen

Autor: W. Nitsch

Sonderdruck aus DECHEMA-Monographien, Bd. 55/1965

Abstract: Anhand des Stoffüberganges von Propionsäure im System Wasser-Tetrachlorkohlenstoff wird ein Meßverfahren gezeigt, das den von Endeffekten freien Umsatz an fallenden und aufsteigenden Tropfen in Abhängigkeit von deren Kontaktzeit zu erfassen gestattet. Über eine konsequent angewandte reaktionskinetische Auswertung der gemessenen Umsatz-Zeitkurven wird bewiesen, daß der Stoffübergang entgegen der üblichen Auffassung durch die Reaktionen bestimmt wird, die beim Stoffaustausch in der Phasengrenzfläche ablaufen. Es wird auf die Bedeutung dieser Grenzflächenreaktionen hingewiesen, die die Maximalgeschwindigkeit des Stoffüberganges bestimmen,

die an einem Beispiel realisiert ist.

(Autor) W. Nitsch

32. Stoffaustausch bei Flüssig/Flüssig-Extraktion an Siebböden

Autor: F. Setterwall

DECHEMA-Monographien, Band 55/1965

Abstract: Experimentelle Untersuchungen des Stoffaustausches in einer (Modell-) Siebbodenkolonne; insbesondere Bestimmung des Austauschkoefizienten unter verschiedenen Versuchsbedingungen.

Zum Studium des Stoffaustausches zwischen Tropfen einer organischen Flüssigkeit und einer stillliegenden wässrigen Phase wurden die Verhältnisse nachgeahmt, die bei der Flüssig/Flüssig-Extraktion an Siebböden herrschen. Dabei wurde der Verlauf der Tropfenbildung und der Einfluß verschiedener Faktoren auf den Stoffübergang untersucht. Diese Faktoren sind der Flüssigkeitsdurchsatz durch die Öffnungen der Siebböden, der Durchmesser von Düsen oder Sieblöchern und, wenn es mehrere Löcher gibt, die Teilung, d.h. das Verhältnis zwischen dem zentralen Lochabstand und dem Lochdurchmesser. Aus den Messungen wird der Stoffaustausch, der bei der Bildung der Tropfen stattfindet, durch Extrapolation bestimmt. Zwei verschiedene Modelle für den Mechanismus des Stoffaustausches werden dabei vorgeschlagen. Wahrscheinlich hat die Grenzflächenspannung zwischen den

Phasen eine entscheidende Bedeutung dafür, welches Modell dem Stoffaustauschverlauf am besten entspricht.

(Autor) F. Setterwall

33. Neue Instrumentation für den Gegenstrom-Extraktionsprozess

Autor: D.A. Patient

DECHEMA-Monographien, Band 55/1965

Abstract: Zu Beginn wird ein Fall beschrieben, bei dem kontinuierliche Extraktion erforderlich war; in diesem Zusammenhang wird besonders die volumetrische Genauigkeit der vorgesehenen automatischen Probenahme behandelt. Die Konstruktion des Extraktionssystems sowie die anschließenden, zur endgültigen Bestimmung - durch Absorptionsmessung - führenden Stufen werden erörtert. Dabei werden einige Besonderheiten dieses Systems erwähnt, die - nach mehrjährigen Erfahrungen unter Betriebsbedingungen - zu der neuen Entwicklung geführt haben, welche bei höchstmöglicher Robustheit und Zuverlässigkeit rasche und wirksame Extraktion ermöglicht. Die Konstruktion, die sich daraus ergab, sieht diskontinuierliche Extraktion vor und wird als Beispiel zur Erläuterung der Vorteile benutzt, welche dieses System bietet. Die Vorrichtungen für die Probenahme, die Extraktionskolonnen und die Einrichtung zur Herstellung der Farbkomplexe werden für verschiedene Anwendungen eingehend beschrieben, und zwar für Probenahme sowohl

in der wässerigen als auch in der Lösungsmittelphase. Besonderheiten der Konstruktion, welche die Apparaturen besonders geeignet für Einsatz unter Betriebsbedingungen machen, werden beschrieben; dabei wird auch gezeigt, wie Überkonzentrationen in der Probe erkannt werden, wie Fehler angezeigt werden und wie sich die Wartung vereinfachen läßt.

Schließlich werden auch Weiterentwicklungen anderer Extraktionssysteme beschrieben, mit welchen höhere Extraktionsgeschwindigkeit, Zuverlässigkeit und andere Vorteile erzielt werden konnten.

(Autor) D.A. Patient

34. Die Eurochemic - Pulskolonnen für die Gegenstrom-Flüssig-Flüssig-Extraktion

Autor: R. De Witte

Atompraxis 12, Heft 1, 1966

Abstract: Dieser Bericht gibt eine Übersicht über die Grundlagen der Pulskolonnen. Die bei Eurochemie benutzten luftgepulsten Kolonnen werden beschrieben, ihre Arbeitsweise und Betriebssteuerung werden diskutiert.

In einem Betriebsbereich-Diagramm mit dem Koordinaten-Kolonnendurchsatz als Funktion des Amplituden-Frequenz-Produktes mit 5 verschiedenen Zonen wird der optimale Kolonnenbetrieb eingeordnet.

In Tabellen werden Auslegungsdaten, Durchflußkapazitäten und Pulsbedingungen genannt.

Das System der Phasengrenzregelung für die untere und obere Phasengrenze wird ausführlich beschrieben.

35. Transient Response of a Multistage Mixer-Settler

Authors: P.E. Burns and C. Hanson

British Chemical Engineering, January, 1967, Vol.12, Nr.1

Abstract: The ability to predict the transient behaviour of solvent extraction plants would be useful for a number of purposes such as their automatic control and optimization. Since the analytical treatment of the problem is highly complex, the authors investigated it experimentally with a mixer settler unit, and then considered theoretical approaches. The results obtained led them to conclude that a finite time increment method offers the best approach.

There are a number of circumstances in which the transient responses of solvent extraction processes are of industrial interest. These include (a) batch operation, (b) start-up and shutdown of continuous processes, (c) design of automatic control and (d) application of optimization techniques.

Despite the great expansion in the application of solvent extraction during the past twenty years, relatively little work has been done on the transient characteristics of these plants. Such results as are available generally only apply to ideal system. A programme has therefore been commenced at the University of Bradford which it

is hoped, will throw some light on the subject Owing to the great complexity of any analytical solution, the method adopted so far has been to first study experimentally the response of an industrial-type extractor and then to consider a possible theoretical approach. A mixer-settler giving a known number of contact stages with a known hold-up of both phases was chosen. The results, however, can be extended qualitatively to other types of contactor.

(Author) P.E. Burns

36. Die Verteilung der dispergierten Phase in Tropfen und Zellen und deren Einfluß auf den Wirkungsgrad und den Flüssigkeitsinhalt von Extraktionskolonnen

Autoren: A. Mögli und E. Gusset

Verfahrenstechnik, 1. Jahrg. (1967), Nr. 8, S. 357-359

Abstract: Bei der Gegenstromextraktion von Essigsäure mit Essigester aus einem wäßrigen Gemisch wurde festgestellt, daß die dispergierte Phase (Essigester) bei niedriger Rührintensität in Form von kugelförmigen Tropfen, bei hoher Rührintensität in Form von trifelnden Zellen mit unregelmäßiger Gestalt in der kontinuierlichen Phase verteilt ist. Der Einfluß dieser Unstetigkeiten der Phasenverteilung auf den Verlauf des Flüssigkeitsinhaltes der dispergierten Phase (hold-up) und den Wirkungsgrad der Extraktionskolonne ist beträchtlich. Die Regressionsgleichung, die auf den Verlauf des Wirkungsgrades als Funktion der Rührerdrehzahl und des Durch-

satzes der Kolonne beschreibt, muß deshalb, um dieser Unstetigkeit Rechnung zu tragen und eine für die Praxis genügende Annäherung des mathematischen Modells an die festgestellten Meßergebnisse zu erzielen, für beide erwähnten Bereiche gesondert aufgestellt werden

(Autor) A. Mögli

37. Tropfengröße, Tropfenverhalten und Stoffaustausch in pulsierten Füllkörper-Extraktionskolonnen

Autor: F. Widmer

Chemie-Ing.-Technik, 39. Jahrg., 1967, Heft 15

Abstract: Die Größe der in pulsierten Füllkörper-Extraktionskolonnen gebildeten Tropfen wurde fotografisch und fotoelektrisch bestimmt. Die Resultate für verschiedene Stoffsysteme ließen sich durch einen dimensionslosen Ausdruck zusammenfassen.

Messungen des Hold-up führten zu dem überraschenden Ergebnis, daß der Holdup der dispersen Phase nur über die Tropfengröße von den Pulsationsbedingungen abhängig ist. Aus Stoffaustauschmessungen ließen sich bei bekanntem Holdup und gemessener Tropfengröße Stoffdurchgangskoeffizienten berechnen, die mit entsprechenden Werten aus Versuchen an nicht-pulsierten Kolonnen ohne Einbauten gut übereinstimmten, was auf eine neue, einfache Berechnungsmethode von pulsierten Füllkörper-Extraktionskolonnen hinweist.

Zusammengefaßt zeigen diese Untersuchungen, daß die er-

höhte Wirksamkeit von pulsierten Füllkörper-Extraktionskolonnen praktisch allein auf die Erhöhung der spezifischen Austauschfläche und die Vergrößerung des Holdup zurückzuführen ist. Die Übereinstimmung der Stoffdurchgangskoeffizienten, die aus den Versuchen an pulsierten Füllkörper-Extraktionskolonnen berechnet wurden, mit denen, die am einzelnen Tropfen gemessen wurden, weist auf eine neue einfache Berechnungsmethode von derartigen Kolonnen hin. Auf Grund von Versuchen am Einzeltropfen ist es somit möglich, auf mittlere Stoffdurchgangskoeffizienten in niedrig belasteten, pulsierten Füllkörperkolonnen zu schließen und deren Wirksamkeit bei gegebenen Pulsationsbedingungen und Füllkörperabmessungen mit Gl. (8) für die Tropfengröße und Gl. (12) für den Holdup berechnen.

(Autor) F. Widmer

38. Über die Extraktionskinetik von Plutonium IV und Uran VI im Purex - Prozeß

Autor: L. Finsterwalder

Dissertation an der TH München, (Mai 1968)

Abstract: Mit der Tropfenmethode wurde in den Systemen $\text{Pu}(\text{NO}_3)_4$ - HNO_3 /TBP - Dodecan und $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ - HNO_3 /TBP - Dodecan die Stoffübergangsgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Metallionenkonzentration sowie der TBP-, Nitrat- und Säurekonzentration für die Hin- und Rückreaktion untersucht. Es ergab sich kein einfacher multiplikativer Zusammen-

hang der Konzentrationen, der in doppeltlogarithmischer Darstellung unmittelbar aufgelöst werden kann. Mit verschwindender TBP und Nitratkonzentration nähert sich die Übergangsgeschwindigkeit asymptotisch einem Maximalwert. Auf Grund der Verlangsamung der Geschwindigkeit durch zwei Konzentrationen, die verschiedenen Phasen angehören, folgt die Beteiligung eines Zwischenproduktes in der Grenzfläche (Grenzflächenmolekül oder Kontaktkomplex) in einem geschwindigkeitsbestimmenden Schritt.

Es kann gezeigt werden, daß für die Konzentration des Kontaktkomplexes eine Analogie zur Langmuir'schen Adsorptionsisotherme gültig ist. In derselben Weise, wie die Adsorptionsisotherme durch ein dynamisches Gleichgewicht zwischen Adsorption und Desorption zustande kommt, wird die "Grenzflächenisotherme" durch Bildung und Zerfall des Kontaktkomplexes in Richtung beider Phasen bestimmt. Mit Hilfe der Vorstellung des Kontaktkomplexes und der Grenzflächenisotherme lassen sich die experimentellen Ergebnisse bei der Plutonium- und Uranextraktion mit TBP vollständig beschreiben.

Darüber hinaus ist es möglich, beim Plutonium mit den experimentellen Konstanten für eine Reaktionsrichtung auch die Extraktion in der Gegenrichtung einwandfrei zu beschreiben, so wie es bei der tatsächlichen Beteiligung eines Kontaktkomplexes zu postulieren ist.

Bei der technischen Koextraktion von Uran mit Makromengen Plutonium zeigt das Uran eine starke Verdrängungswirkung auf das Plutonium. Durch die Bestimmung der Einzelübergangsgeschwindigkeiten unter den Bedingungen der technischen Koextraktion des Plutoniums gemeinsam mit Uran zeigt sich, daß der Verdrängungseffekt vermut-

lich durch die Extraktionskinetik verursacht wird. Die Übergangsgeschwindigkeiten bleiben bei der Koextraktion in etwa erhalten, so wie man sie bei den Einzeluntersuchungen gefunden hat: Demnach erfolgt die Hinreaktion des Urans immer mit etwa dem doppelten Wert der Geschwindigkeit des Plutonium-Übergangs. Umgekehrt verläuft die Rückreaktion des Plutoniums etwa viermal so schnell wie die des Urans. Der in Frage stehende Verdrängungseffekt beruht also auf einer Vorwegnahme des TBP durch das Uran.

In Hinsicht auf den technischen Einsatz von Schnellextraktoren im Purex-Prozeß ergab sich aus den kinetischen Messungen folgendes: Eine Verkürzung der Kontaktzeiten von ca. 100 Sekunden pro Stufe auf eine Sekunde wird keinen nachteiligen Einfluß auf die Stufenwirksamkeit haben, wenn in der Hinreaktion der Tropfendurchmesser unter $4 \cdot 10^{-2}$ cm gehalten wird. Bei der Rückreaktion ist ein Durchmesser von weniger als $9 \cdot 10^{-3}$ cm notwendig. Diese Bedingungen können von hochtourigen Zentrifugalextraktoren erfüllt werden.

(Autor) L. Finsterwalder

39. Calculation of the Transient Behavior of Solvent Extraction Processes

Author: J.T. Lowe

I & EC Process Design and Development, Vol.7,Nr.3,July 1968

Abstract: A method for calculating the transient behavior of counter-current solvent extraction processes permits multiple feed

and exit streams to simulate multicontactor cascades. Cocurrent mass transfer efficiencies represent nonequilibrium distribution behavior. Agreement between calculated and experimentally observed concentration profiles is good. The usefulness of the additional information obtained from transient calculations not available from steady-state calculations is described. This method can be used to optimize startup and shutdown procedures in nuclear fuel processing equipment.

(Author) J.T. Lowe

40. Operating Conditions in Mechanical Liquid Extractors

Author: T. Mišek

International Chemical Engineering, July 1968, Vol. 8,
Nr. 3, S. 439 - 442

Abstract: Practical examples show that the majority of industrial extractors are operated under moderate conditions, and that in these circumstances the influence of longitudinal mixing is not dominant. Qualitative evaluations based on Table 3 show that when the separation coefficients are less than 1, under moderate operating conditions a disperse feed phase is acceptable; a similar recommendation can be deduced on the basis of the volume of the apparatus and the effect of forward mixing. On the other hand, when m is larger than 1 and the operating conditions are moderate, difficulties due to the effect of forward mixing must be expected.

In both cases the phase which is present in smaller amount is the disperse phase; this is in contradiction to the frequently used traditional rule for selection of the disperse phase.

The practical situation could be different under intensive operating conditions. However, there is not enough practical experience under these conditions.

When operating conditions are evaluated, the more accurate results given in Table 2 should be preferred to those shown in Table 3. We recommend the following method:

- a) a first approximation using Table 3;
- b) when the disperse and continuous liquid phases are selected on this basis, the condition $1/k_d \ll 1/m_c k_c$ should be evaluated;
- c) $K(0)$ is calculated;
- d) when the results are in contradiction, steps beginning with b) are repeated.

(Author) T. Mišek

41. Study of the Rate of Extraction in Systems with Tributyl Phosphate
I. Extraction of HNO_3

Authors: M.F. Pushlenkov and N.N. Shchepetil'nikov
Soviet Radiochemistry, Vol. 11, Nr. 1, 1969

Abstract: A large number of studies have been devoted to the investigation of the extraction of nitric acid with tributyl-phosphate in a state of equilibrium.

The composition and properties of the solvate formed in the organic phase have been studied (1-5). The increased interest in the solvate of nitric acid is due primarily to the fact that nitric acid is a necessary background in the distribution of heavy metals in a number of extraction systems.

However, there are practically no publications on the rate of extraction of nitric acid.

1. The rate of extraction of nitric acid in the system $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O-n}(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO-CCl}_4$ was studied as a function of the concentration of the components, the rate of mixing, and the temperature with a laboratory instrument (extractor) permitting work at a definite fixed surface of contact of the phases. A first order of the reaction with respect to nitric acid was established.

2. An automatic conductometer, recording the change in the electric conductivity of the organic phase with time, was developed for continuous observation of the rate of extraction of nitric acid.

3. A weak temperature dependence of the rate of transfer of nitric acid (experimental activation energy $\sim 1 \text{ kcal} \cdot \text{mole}^{-1}$) and a strong dependence on the rate of mixing were obtained. The aggregate of data obtained permit us to conclude that the determining step of the process is the rate of removal of the solvate formed from the interface into the volume of the extraction reagent.

4. A limit for decreasing the surface of contact of the phases in the laboratory instrument with mixing for development of the process with time under the condition of conservation of a constant specific rate of extraction of nitric acid was established, and the transition

from a system of free turbulence to laminar movement of the liquid in a narrow slit was demonstrated.

(Author) M.F. Pushlenkov

42. Flüssig-Flüssig-Extraktionskolonne, System Ziehl

Autor: W. Vogeno

Verfahrenstechnik, 3. Jahrg., Nr. 3, 1969

Abstract: In der Fachpresse sind seit kurzer Zeit Veröffentlichungen über eine neue Kolonne zur Flüssig-Flüssig-Extraktion, System Dr. L. Ziehl erschienen, die in Lizenz von Klöckner-Humboldt-Deutz AG geliefert wird. Dieser Artikel beschreibt kurz das Prinzip des Apparates, geht dann näher auf technische Einzelheiten, auf Erfahrungen und vor allem auf die Anwendungsmöglichkeiten ein. Kolonnen bis 500 mm Durchmesser sind seit längerer Zeit in Betrieb, größere befinden sich im Bau.

Die neue Kolonne, System Dr. Ziehl, entstand bei dem Problem, Uransalze in sehr reiner Form darzustellen, eine Aufgabe, die schon früher viel zur Weiterentwicklung der Extraktionstechnik beigetragen hatte. Die Kolonne besteht aus einem schlanken vertikalen Zylinder, der oben und unten in Gefäße von wesentlich größerem Durchmesser endet. Die Extraktion erfolgt in der Mittelsäule, während die beiden Gefäße am Kopf und am Fuß als Beruhigungsraum dienen; der Durchmesser des oberen Gefäßes beträgt das 1,75 - 2-fache des Säulendurchmessers; der Durchmesser des unteren ist noch etwas größer, bis zum 3-fachen Säulendurchmesser im Mittelabschnitt, die Säule,

in der die Extraktion im wesentlichen abläuft, ist mit einem Quirlwerk ausgestattet, wie es im Bild 1 zu sehen ist. Die Quirlwelle rotiert mit einer Drehzahl bis zu 60 U/min, wird aber gleichzeitig auch gehoben und gesenkt.

Im Forschungs- und Versuchszentrum des Lizenznehmers steht für solche Versuche eine Versuchskolonne bereit (siehe Bild 2). Ihre Extraktionssäule hat 80 mm Durchmesser und 6 m Länge, was etwa 10 bis 12 Stufen entspricht; sie kann stündlich zwischen 60 und 180 Liter durchsetzen. Aus den mit dieser Kolonne erhaltenen Ergebnissen lassen sich die Auslegungsdaten für eine Kolonne betrieblicher Größe mit Durchsatzleistungen von $10 \text{ m}^3/\text{h}$ und mehr einwandfrei ermitteln.

In einer 80er Kolonne gleicher Art wurde zum Beispiel Abwasser mit einer Anfangskonzentration von ca. 28 000 ppm Phenol- bei Verwendung von Butylacetat im Verhältnis 1 : 5 auf einen Restgehalt von ca. 20 ppm gebracht.

Bei hoher Anfangskonzentration kann es vorkommen, daß sich die Phasen von allein so intensiv vermischen, daß jede zusätzliche Durchquirlung zur Emulsionsbildung führen würde. In solchen Fällen unterwirft man die hochkonzentrierte Ausgangslösung einer Vorextraktion in einer kurzen Kolonne ohne Quirlwerk. Die dabei anfallende Lösung geringerer Konzentration kann dann problemlos in der Ziehl-Kolonne zu Ende extrahiert werden.

Das Bild des Extraktionsverlaufs entspricht einer Abklingungskurve. Die Hauptmenge der zu extrahierenden Substanz wird also bereits in den allerersten Stufen entfernt, während die weitere Reduzierung relativ viele Stufen erfordert. Es ist daher eine Frage der Wirtschaftlichkeit, bis zu welchem Restgehalt extrahiert

werden soll und wieviel Extraktionsstufen dementsprechend eingesetzt werden müssen.

(Autor) W. Vogeno

43. Holdup and Axial Distribution of Holdup in a Pulsed Sieve-Plate Solvent Extraction Column

Authors: R.L. Bell and A.L. Babb

I & EC Process Design and Development, Vol. 8, Nr. 3
July 1969

Abstract: A shutter plate system for measuring both over-all holdup and axial distribution of holdup in a pulsed sieve-plate solvent extraction column is discussed. In a 2-inch-diameter column the axial holdup profile went through a maximum approximately midway along the column axis for columns containing less than 23 cells, with a 2.2-inch plate spacing. For columns of 23 cells or more the holdup was uniform throughout. A large number of over-all holdup data are reported for a 26-cell column using the n-hexane-water and MIBK-water liquid systems. A correlation for over-all holdup good to 15 % is presented, covering a wide range of operating variables for both systems.

(Author) R.L. Bell

44. Engineering Study of Hold-up in a Perforated Plate Pulse Column for the counter-Current Flow of two Immiscible Liquids

Authors: J.C. Mishra and D.K. Dutt

Chemical Age of India, Vol. 20, Nr. 10, October 1969

Abstract: Experimental measurements have been performed to study the total hold-up of dispersed organic phase in a 7.62 cm. diameter pulsed sieve plate column. The effects of pulse-velocity (pulse amplitude x frequency), phase flow-rates, hole diameter percent free area and plate spacing on the dispersed phase hold-up are investigated for the toluene-water system. In the range of variables studied, it is concluded that hold-up increases with the increase of pulse velocity and dispersed phase flowrate, whereas it decreases with the increase of hole diameter percent free area and plate spacing. Hold-up is found to be practically independent of the continuous phase flow-rate. The present hold-up data are well correlated by an empirical equation:

$$X = K \left(\frac{V_p^3}{Rl} \right)^{0,27} (F_D)^{0,89} (d)^{-0,924}$$

where K is a constant depending upon the system and the conditions of operation and has a value 3.66 for the present work.

(Author) J.C. Mishra

45. Zentrifugalextraktoren für die Wiederaufbereitung von Kernbrennstoffen mit hohem Abbrand und Plutoniumgehalt

Autor: B.F. Roth

KFK-Report, 862 (1969)

Abstract: Schnellextraktoren mit kurzen Verweilzeiten der beiden flüssigen Phasen werden schon seit etwa 20 Jahren vor allem in der chemischen Industrie eingesetzt, z.B. der Luwesta- und der Podbielniakextraktor. Diese Extraktoren lassen sich nicht zur Kernbrennstoff-Wiederaufarbeitung einsetzen, wie eigene Untersuchungen und ein Eurochemic-Report³⁾ zeigen, da sie entweder mechanisch relativ anfällig sind oder sich nicht weiter durch Änderung der Konstruktion auf geometrisch sichere Abmessungen verkleinern lassen.

Speziell für den Einsatz bei der Solvent-Extraktion in Wiederaufarbeitungsanlagen wurde in den letzten Jahren im Savannah-River-Laboratory (USA) ein Zentrifugalextraktor entwickelt⁴⁾⁻¹¹⁾. Er wurde bereits im halotechnischen Maßstab erfolgreich getestet¹⁰⁾. Die Versuchsextraktoren hatten einen Rotorzylinderdurchmesser von 25 cm und erreichten einen maximalen Gesamtdurchsatz von 230 l/min. bei einer Kontaktzeit von ca. 4 sec pro Stufe.

Unsere Versuche mit ähnlichen Zentrifugalextraktoren konzentrierten sich auf einen geometrisch sichereren Extraktor mit einem Rotordurchmesser von 8 cm (eversafe) zur Aufarbeitung von hochabgebrannten Plutoniumbrennstoffen. Es wurden maximale Gesamtdurchsätze von ca. 14 l/min. bei einer Kontaktzeit von 4 sec/Stufe erreicht.

(Autor) B.F. Roth

46. Zur Berechnung von Sprüh- und Siebbodenkolonnen zur Extraktion aus Stoffübergangsmessungen an Einzeltropfen

Autoren: Dr.W. Nitsch und Dr.R. Winkelmann
Chemie-Ing.-Technik, 41. Jahrgang, 1969, Nr. 24

Abstract: Der Essigsäure-Übergang aus Benzol in Wasser wurde sowohl an frei fallenden Einzeltropfen als auch am Tropfenschwarm in einer kontinuierlich arbeitenden Kolonne untersucht und verglichen. Die kontinuierliche Phase ist in der Kolonne praktisch vollständig rückvermischt und der zeitliche, auf den Einzeltropfen bezogene Umsatz bei beiden Methoden gleich groß. Von diesen Befunden ausgehend wird ein Verfahren vorgeschlagen und als leistungsfähig ausgewiesen, das mit den im Laboratorium leicht durchführbaren Messungen des Einzeltropfen-Überganges eine realistische Berechnung von Sprüh- und Siebbodenkolonnen, sowohl hinsichtlich der Anlaufcharakteristik als auch des stationären Betriebszustandes gestattet.

Der entscheidende Vorteil bei dieser Methode zur Kolonnenberechnung ist die Bezugnahme auf eindeutig übertragbare und relativ leicht experimentell bestimmbare Stoffübergangsgrößen. Diese Eigenschaft ist für die Kolonnenberechnung, insbesondere wegen des stark systemabhängigen, nur empirisch feststellbaren Stoffübergangsverhaltens wesentlich. Das erläuterte Verfahren ist mit geringer Abwandlung auch anwendbar, wenn die disperse Phase als Stoffabgeber dient.

(Autor) Dr.W. Nitsch

47. On the Transfer Mechanism of Uranium (VI) and Plutonium (IV) Nitrate in the System Nitric Acid-Water/Tributylphosphate-Dodecane

Authors: F. Baumgärtner and L. Finsterwalder
The Journal of Physical Chemistry, Vol. 74, Nr. 1,
January, 8., 1970

Abstract: Using the single-drop method as experimental technique, the initial transfer rates of uranium (IV) and plutonium (IV) have been determined between aqueous nitrate or nitric acid and TBP dissolved in dodecane. The results of kinetic measurements have been interpreted in terms of chemical interface reactions. As soon as the metal enters the interface either in ionic or neutral form it is an interfacial complex which adds TBP molecules by degrees from the organic phase as well as nitrate anions from the aqueous phase. No evidence exists of a distinct sequence in the addition of the ligands; that means that the TBP reacts not only with the neutral metal compound but also with the ionic species. The interfacial complexes cannot be distinguished according to the phase they came from. Equilibrium is obtained by a dual transformation of the interfacial complexes either to the organic or to the aqueous phase and not by two reactions running independently in opposite directions.

(Author) F. Baumgärtner

48. Untersuchung der Extraktionsgeschwindigkeit in Systemen mit Tributylphosphat.

II. Extraktion von $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$.

Autoren: M.F. Pushlenkov, N.N. Shchepetil'nikov
Radiokhimiya 12, (1970) Nr. 1, S. 23 - 33

Abstract: In einem vorhergehenden Bericht /1/ wurde die Übergangsgeschwindigkeit von Salpetersäure aus der wäßrigen in die organische Phase, die in einer Tributylphosphat-Lösung in Tetrachlorkohlenstoff besteht, untersucht. Es ist bekannt, daß bei der Extraktion von Metallsalzen aus salpetersauren Medien die Salpetersäure ein notwendiges Aussalzmittel bei der Extraktion der anderen Komponenten ist. In diesem Falle war es von Interesse, die Übergangsgeschwindigkeit von Uran aus salpetersauren Lösungen in eine organische zu untersuchen, die aus Tributylphosphat und Tetrachlorkohlenstoff besteht. Die Wechselwirkung der Salpetersäure und des Uranyl-nitrats bei der Extraktion von Uran mit Tributylphosphat gilt als allgemein bekannt. Aber die Kinetik des Übergangs dieser Komponenten ist wenig erforscht. Zweck der vorliegenden Arbeit war die Untersuchung der Extraktionsgeschwindigkeit von Uran in Abhängigkeit von der Konzentration der Komponenten, der Temperatur, der Mischungssintensität und der Natur des Verdünnungsmittels im System Uranyl-nitrat - Salpetersäure - Wasser - Tributylphosphat - Verdünnungsmittel. Außer Tetrachlorkohlenstoff wurden als Verdünnungsmittel Chloroform und 1,2-Dichloräthan verwendet.

(Autor) M.F. Pushlenkov

49. Zum Mechanismus der Stoffübertragung zwischen turbulent bewegten flüssigen Phasen

Autor: R. Wiedholz

Dissertation an der TH München (Juni 1970)

Abstract: Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit der in einer Rührzelle stattfindenden Stoffübertragung zwischen flüssigen Phasen mit dem Ziel die Eignung dieser Meßmethode zu prüfen und Informationen über den Transfermechanismus zu gewinnen. Die erzielten Resultate lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

- 1) Es wurde eine einfache Verfahrensweise aufgezeigt, die sehr empfindlich zu erkennen gibt, ob die Phasengrenzfläche sauber oder verunreinigt vorliegt und damit zu beweisen vermag, daß sich in der Rührzelle bei entsprechend sorgfältigster Arbeitsweise unverseuchte Phasengrenzen realisieren lassen. Diese bei Rührzellen bisher wahrscheinlich zu wenig beachtete, jedenfalls nicht nachgewiesene Reinheit, ist die Voraussetzung für unverfälschte Meßergebnisse.
- 2) An den gemessenen Abhängigkeiten läßt sich zeigen, daß der Jodübergang zwischen H_2O und CCl_4 insofern regulär abläuft, als sich ein Einfluß von Grenzflächenreaktionen, Grenzflächeninstabilitäten und Verunreinigungen ausschließen läßt, gleichbedeutend damit, daß die Stoffübertragung nur durch die normalen Transportwiderstände $1/\beta_w$, $1/H\beta_s$ limitiert ist. Damit zeigt die für beide Transferrichtungen gefundene lineare Drehzahlabhängigkeit der Transfargeschwindigkeit, daß die Stoffübergangszahlen eines regulären Systems bei den Strömungsverhältnissen unserer Zelle der Rührerdrehzahl pro-

portional sind.

3) Durch die von M. Raab in der gleichen Arbeitsgruppe in einer streng analogen Rührzelle unter vergleichbaren Bedingungen gemessene Wärmeübertragung zwischen CCl_4 und H_2O ist eine Modellanalyse möglich, für die Filmvorstellung und die Penetrationstheorie in Betracht gezogen wurden. Es ergab sich, daß sich die auf Basis der Filmvorstellung aus dem Wärmeübergang berechneten Stoffübergangskoeffizienten von den gemessenen um den Faktor 10 unterscheiden, während die Penetrationstheorie bei allen Drehzahlen zu sehr guter Übereinstimmung zwischen gemessenen und aus der Wärmeübertragung berechneten Stoffübergangszahlen führt. Dieses Resultat spricht für die Voraussetzungen der Penetrations- bzw. Oberflächenerneuerungsvorstellung, wonach der Austausch an der Phasengrenze mikroskopisch stets instationär an einer ständig sich erneuernden Phasengrenze stattfindet. Für den Austausch zwischen turbulent bewegten Phasen konnte bisher ein ähnlich signifikanter experimenteller Beweis zugunsten des Penetrationsmodells nicht erbracht werden.

4) Die gemessene Carbonsäureübertragung zwischen H_2O und CCl_4 erweist sich durch eine übermäßig starke Umsatzabhängigkeit der totalen Stoffübergangszahl und durch eine vom Jodtransfer abweichende Drehzahlabhängigkeit als irregulär. Beide Effekte sind aber stark von der Stoffübergangsrichtung abhängig und wie am gemessenen Simultanübergang von Jod und Carbonsäure erkenntlich, durch vom Carbonsäuretransfer angefachte Grenzflächeninstabilitäten verursacht. Die an der Beschleunigung des simultanen Jodübergangs quantitativ erfaßbaren Wirkungen der Grenzflächeninstabilitäten wur-

den in Abhängigkeit von der Drehzahl, der Stoffübergangsrichtung und der Konzentration gemessen.

Da bisher ähnliche bzw. ergänzende Messungen zur Überlagerung von erzwungener Konvektion und Grenzflächenströmungen durch Grenzflächeninstabilitäten ebenso fehlen wie verwertbare mechanistische Ansätze zum Mechanismus des Marangoni-Effektes, konnte noch kein vertiefter Einblick gewonnen werden.

5) Einige orientierende Messungen der Jodübertragung bei Anwesenheit einer grenzflächenaktiven Substanz (Natriumoktansulfonat) zeigen eine starke Hemmung der Stoffübertragung. Der Tatbestand, daß die analoge von M. Raab gemessene Wärmeübertragung weit weniger gehemmt wird, deutet auf einen für den Stoffübergang spezifischen Zusatzwiderstand an der Phasengrenze. Noch völlig unerklärlich ist jedoch, daß die Stofftransferhemmung durch anwesendes Natriumoktansulfonat eine Anlaufzeit von 5 bis 10 Minuten aufweist, während der analoge Wärmeübergang von Anfang an voll verzögert ist. Diese Messungen deuten auch diesbezüglich auf einen hohen Informationswert der vergleichenden Stoff- und Wärmeübertragung an fluiden Phasengrenzen.

(Autor) R. Wiedholz

50. Behavior of a Rigid Sphere at a Liquid-Liquid Interface

Authors: H.C. Maru, D.T. Wasan, R.C. Kintner

Chemical Engineering Science, 1971, Vol. 26, pp. 1615-1628

Abstract: Das Verhalten von Teilchen, Tropfen und Blasen in zwei-

phasigen Flüssig-Flüssigsystemen ist von großer Bedeutung in vielen Bereichen der technischen Chemie und Metallurgie. In diesem Artikel wird das Verhalten einer starren Kugel in der Nachbarschaft einer Flüssig-Flüssiggrenzfläche untersucht.

Eine starre Kugel, die sich einer Flüssig-Flüssiggrenzfläche nähert, kann entweder an der Grenzfläche einen Gleichgewichtszustand erreichen oder sie kann durch die Grenzfläche hindurchgehen, und zwar je nach den auf die Kugel wirkenden Kräften. Es wird ein geometrisches Modell für die an einer Grenzfläche ruhende Kugel entwickelt. Die dieses Modell verwendende mathematische Analyse sagt erfolgreich den Winkel voraus, den die mit der Kugel in Berührung befindliche Grenzfläche mit der Symmetrieachse einschließt. Sie sagt ferner die Höhe Z_c der ebenen Grenzfläche oberhalb der gleichförmigen Filmdickenzone und einen kritischen Radius (R_{crit}) voraus, unterhalb welcher keine Kugel sich durch die Grenzfläche hindurch bewegen würde. Die Lösung wird in algebraischen und graphischen Formen dargestellt. Die Voraussagen werden versuchsmässig überprüft.

Photographische Beobachtungen des Schwerkraftsfalles starrer Kugeln in zweiphasigen Flüssig-Flüssigsystemen bringen zum Ausdruck, daß die Kugeln eine Säule der Flüssigkeit der oberen Phase tragen während sie sich durch die Grenzfläche hindurchbewegen. Eine Beschleunigung der Kugel über eine gewisse Distanz wird gefolgt durch Abreißen dieser Flüssigkeitssäule. Die immer noch von einer Schicht der oberen Flüssigkeit umgebene Kugel erreicht schlussendlich eine beinahe konstante Geschwindigkeit. Diese gesamte Erscheinung wird durch Diagramme und Photos illustriert.

(Autor) H.C. Maru

51. Stoffaustauschmessungen an freischwebenden Tropfen

Autor: W. Otto

Disseration einger.am 28.5.71-Techn.Univ.Braunschweig

Abstract: Mit dem von Mensing und Schügerl entwickelten Verfahren zur differentiellen berührungslosen Konzentrationsmessung in Tropfen wurden in einem System frei von grenzflächenaktiven Stoffen Konzentrations-Zeit-Kurven aufgenommen.

Die gemessenen Kurven wurden durch eine mehrgliedrige Exponentialreihe dargestellt.

Die Zeitabhängigkeit des Stoffübergangskoeffizienten wurde ermittelt.

In 2 Konzentrationsreihen wurde der Einfluß grenzflächenaktiver Stoffe besonders auf die Anfangsphase der Tropfenextraktion bestimmt.

Bei niedrigen Dosierungen der kont. Phase tritt die bekannte Verringerung der Übergangsgeschwindigkeit durch Dämpfung der Instabilitäten an der Phasengrenzfläche auf.

Bei mittleren Dosierungen (10^{-5} Mol/l) erfolgt dann ein Wiederanstieg sogar über die Werte in reinen Systemen, begründet durch das Auftreten von Oszillationen.

Mit dem Einsetzen der Mizellenbildung bei weiter erhöhter Konzentration (10^{-4} bzw. 10^{-3} Mol/l) fällt die Übergangsgeschwindigkeit im ersten Extraktionsabschnitt kraß ab.

Durchführung der Messungen:

Um einem schnellen Stoffaustauschprozess angemessene Auflösung zu erzielen, wurde der überwiegende Teil der Meßreihen im Einsekundentakt registriert, d.h. die Impulse für eine Periode von 1 s summiert. Für die Kanal-

verhältnismessungen wurde ein schneller elektronischer Umschalter gebaut. Im Zähltakt abwechselnd wurden dann die beiden anderen Kanäle des Dreikanalszintillationspektrometers mit der Zähler-Timer-Einheit verbunden und die Zählraten beider Kanäle nacheinander auf dem Lochstreifen abgespeichert.

Nach etwa 600 s war eine Messung beendet, d.h. sie wurde abgebrochen, da die Tropfenkonzentration nur noch außerordentlich langsam absank. Der Tropfen ließ sich dann durch Heraufsetzen des Durchflusses auf etwa 400 l/h wegspülen. Die Auflösung des Toluoltropfens während der Meßzeit ist so gering, daß sie ohne weiteres zu vernachlässigen ist.

Kontrollversuche mit Tropfen aus markiertem Toluol bestätigen diese schon bei Schweberversuchen gemachte Beobachtung.

(Autor) W. Otto

52 Extraktor mit vibrierenden Böden

Autor: J. Prochazka, Prag
DECHEMA-Monographie, Band 65/ 1971

Abstract: Im Institut für theoretische Grundlagen der chemischen Technik wurde ein neuer Gegenstrom-Extraktor mit vibrierenden Böden entwickelt. Der Apparat fand bereits in der Industrie Anwendung und weist bemerkenswerte Eigenschaften auf.

Es werden Konstruktionsmerkmale zweier Varianten dieses Apparates beschrieben: in einem Fall ist die Vibration

der Böden gegenläufig, im anderen findet die Bewegung der gesamten Böden in gleicher Phase statt. Beide Varianten sind durch einen außerordentlich hohen spezifischen Durchsatz ($40-80 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{Stunde}$, d.h. ein vielfaches der für übliche Konstruktionen angegebenen Maßzahl) gekennzeichnet. Dabei ist der Extraktionswirkungsgrad sehr gut, so daß das benötigte Gesamtvolumen des Apparates für eine gegebene Extraktion relativ gering ist.

Es werden die bei der extraktiven Reinigung von Kaprolaktam und bei der Extraktion von Ketol erzielten Ergebnisse angeführt. Die Angaben beziehen sich auf abgestufte Apparaturgrößen inclusive Betriebsmaßstab (500 mm Durchmesser).

Die Konstruktion dieser Apparate ist einfach, so daß ihre Erzeugung und Instandhaltung unproblematisch ist. Mit Rücksicht auf relativ geringe Amplituden- und Frequenzwerte, die zur Anwendung gelangen, ist die mechanische Belastung der Apparatur gering. Dies gilt auch für große Betriebseinheiten. Dem entspricht ebenfalls ein geringer spezifischer Leistungsbedarf.

Besonders gute mechanische Eigenschaften weist die Variante mit gegenläufigen Böden aus, wie es aus den Messungen der Druckschwankungen hervorgeht. Auch der Wirkungsgrad der letzteren ist um 15 bis 50 % höher als bei der Variante mit gleichläufigen Böden.

(Autor) J. Prochazka

53. Weitere Ergebnisse beim Einsatz der neuen Extraktionskolonne, System Dr. I. Ziehl, in der chemischen Industrie

Autor: Dr. H. Simonis

DECHEMA-Monographie, Band 65/1971

Abstract: In Fortsetzung der vom Verfasser auf der GDCh-Hauptversammlung 1969 in Hamburg berichteten Ergebnisse konnten in der Folgezeit eine Reihe weiterer Systeme mit Erfolg geprüft werden. Schwierige Extraktionsprobleme in den verschiedensten Zweigen der organischen und anorganischen Chemie konnten zufriedenstellend gelöst werden, womit die vielseitige Einsetzbarkeit dieses Kolonnentyps erneut bewiesen wird. Die erzielten Wirkungsgrade werden durch experimentell erhaltene Zahlenwerte bewiesen.

(Autor) Dr.H. Simonis

54. Some Experiences in the Development, Design and Scale-up of Solvent Extraction Processes for the Recovery of Irradiated Nuclear Fuels

Authors: A. Naylor und M.J. Larkin

ISEC 71

Abstract: The data required for the design of a solvent extraction system are considered, and it is shown that where the chemistry of the extraction process is simple and well understood, only small-scale experiments are necessary to obtain all the data necessary for design of a full-scale mixer-settler plant.

The design requirements of a more complex system are then considered, as exemplified by the solvent extraction of uranium and plutonium from irradiated nuclear fuel, and the place of the pilot plant in the development of such a process is considered. The experience of scale-up gained in the development and early operation of the Windscale separation process is described.

(Author) A. Naylor

55. Technological Experience with Extraction Equipment at Eurochemic

Authors: C.J. Joseph, J. van Geel, E. Detilleux, J. Centeno
ISEC 71

Abstract: In the reprocessing of irradiated nuclear fuel from power and materials testing reactors, the Eurochemic Company uses both air pulsed columns and geometrically safe mixer-settlers as solvent extraction equipment. A description of the applied process and equipment is given and the technological experience with the solvent extraction equipment, collected during the 4 years of operation, is presented. The influence of different parameters on the extraction performance is discussed, such as the total throughput, heating, and the presence of crud and heavy phase. The experience with direct air purge bottom interface control is dealt with, and the choice of pulsed columns for a new plutonium cycle is discussed.

(Author) C.J. Joseph

56. Chemical Aspects of Solvent Extraction on Plant Scale at Eurochemic

Authors: J.van Geel, C.Joseph, E.Detilleux, W.Heinz,
J. Centeno and B.Gustafsson

ISEC 71

Abstract: This paper gives some chemical aspects of reprocessing fuel at Eurochemic from nuclear reactors by solvent extraction using 30 % tributyl phosphate as an extractant for uranium and plutonium.

The following are discussed: application of uranous nitrate as a reductant for plutonium in air-pulsed columns, solvent stability and process performance under different radiation exposures; and formation of heavy phase and deposits under certain process conditions.

Experience of 4 years at Eurochemic has revealed that reprocessing nuclear fuel with a burn-up of up to 26.000 MWd/t can be realised in a two-cycle Purex process. Solvent loadings of up to ~ 20 g Pu/l have been obtained in the 2nd Pu extraction cycle.

Uranium (IV) nitrate has been successfully applied in air-pulsed columns. The required partition efficiency could be achieved. However, compared with ferrous sulphamate, uranium (IV) nitrate showed a lower partition efficiency.

Solvent exposures of up to 0.3 Wh/l solvent per pass through the mixer-settler equipment of the 2nd Pu cycle were experienced and did not have a major effect on the solvent performance. Solvent performance was satisfactory even after accumulation of radiation doses of up

to 4 W/l solvent.

Under certain process conditions heavy phase formation and precipitation occurred causing many operating difficulties in subsequent process steps.

Formation of these heavy phases and deposits was found to occur mainly in evaporators, which are fed by aqueous solutions of high solvent content and in which concentration factors are relatively high.

(Author) J.van Geel

57. Drop Size Distributions in Agitated Liquid-Liquid Systems with Simultaneous Interface Mass Transfer and Chemical Reaction

Authors: J.W. Giles, C.Hanson and J.G.Marsland
ISEC 71

Abstract: Mean drop sizes and drop size distributions have been studied in a stirred tank reactor during the nitration of toluene.

The drop size has been found to be dependent on the dispersed phase hold-up and on the agitator speed. The mixing and drop breakdown processes can be treated theoretically by the concept of local isotropy. It is shown that Kolmogorov's statistical theory can be applied to the turbulent flow regime in stirred tanks and can be used as a basis for correlations to predict drop sizes in such dispersions. The results of previous workers are reviewed. It is shown that the exist-

ence of mass transfer and chemical reaction in the nitration system decreases the mean drop size and hence increases the interfacial area.

The drop size distribution is well represented by a log-normal distribution. Reasons for a slight skewness are presented and various anomalies in the published literature are reviewed.

Preliminary experiments designed to measure interfacial tension in reacting heterogeneous systems are also discussed.

(Author) J.W. Giles

58. Properties of an Emulsion Band in a Mixer-Settler Contactor

Authors: F.P. Pike and S.C. Wadhawan
ISEC 71

Abstract: The few published studies on the flow capacity and scale-up of mixer-settler contactors imply that the emulsion band is essentially homogeneous in its properties and that its thickness is simply related to the flow variables. On this basis, the rate of coalescence is the same for each unit area of coalescing interface; consequently it is proportional to total area, and scale-up becomes simple. The present study tests this hypothesis by measurements on a bench-scale rectangular mixer-settler operating on an oil-water system. A coarse oil-in-water emulsion was produced that settled so rapidly that it could only be studied in

situ. Measurements on the emulsionband thickness confirmed that the rate of coalescence is controlled primarily but not exclusively by the extent of the surface separating the emulsion band from that coalesced phase which was once dispersed. Three different regimes were indicated, and impeller speed was a major factor. The physical properties of the emulsion, particularly that of density and viscosity, showed sharp discontinuities with respect to flow rate, at constant organic: aqueous ratio. This surprising pattern in the settler is consistent with the finding of Hillestad that two distinct operating regimes exist in the mixer section.

(Author) F.P. Pike

59. Design and Operation of a Pulsed Packed Column for Liquid-Liquid Extraction

Authors: M. Spaay, A.J.F. Simons and G.P. ten Brink
ISEC 71

Abstract: The paper describes the results of investigations carried out in pulsed packed columns (PPC) both on a laboratory scale (5-, 10- and 22-cm diameter) and on an industrial scale (75 cm diameter, 500 cm packed height).

On the basis of the information so obtained, a process - engineering model has been developed in which drop diameter, hold-up of dispersed phase, axial mixing coefficients and mass-transfer coefficients of

the dispersed and continuous phase are of essential importance.

Industrial application over a prolonged period (6 months) has been most satisfactory; the extraction figures were in good agreement with those used in designing the column.

The principal factor involved in the design of a PPC is the drop diameter, which is of decisive importance in establishing the column diameter (via the hold-up φ) and the column height (via the specific interfacial area A). The corresponding pulse rate has only a slight direct influence on v_0 but is an important factor in the calculation of the axial mixing coefficients. Small deviations of the system characteristics, e.g. the interfacial tension, can easily be remedied by slight alteration of the pulse rate, which must, of course, be variable. As a result, the drop diameter can always be adjusted to its original design value. Columns for strongly coalescing systems (mass-transfer from the dispersed phase to the continuous phase) can also be dimensioned, provided the pulsator can be controlled within reasonable limits. DSM has been operating an experimental PPC of 75-cm diameter and 500-cm packed height for 6 months in an industrial process for the extraction of caprolactam from benzene (dispersed phase) with water (continuous phase); the packing consisted of 25-mm ceramic Raschig rings. The design principles outlined above appeared to be sound and the expectation that the upscaling factor would be unity was confirmed. A large diameter column may evidently be looked upon as a combination of columns of a smaller diameter and the same height whose collective

cross-sectional area is equal to that of the large column. The pulses were produced with a pneumatic pulsator as described in several DSM patents.³⁷⁻⁴¹

For some industrial extraction processes, the cost of extraction in a PPC has been calculated and compared with that for the same extraction process in more conventional equipment. Extraction in the PPC proved to be much cheaper; this has been confirmed in the operation of the 75-cm PPC mentioned above.

(Author) M. Spaay

60. Droplet Break-up Mechanisms in a Rotating disc Contactor

Authors: G.V. Jeffreys and C.J. Mumford
ISEC 71

Abstract: Droplet break-up mechanisms are investigated photographically in a 3-inch rotating disc contactor (RDC), (a) with a non-wetted disc below $Re \approx 1 \cdot 75 \times 10^4$, when discrete drops persist beneath the disc and (b) with a wetted disc, when dispersed phase coalesces into a layer beneath the disc and is redispersed from the periphery. Seven different systems are used covering a range of interfacial tension from 5 to $55 \cdot 4$ dynes cm^{-1} . For non-wetted discs, a criterion is discussed for droplet break-up due to dynamic pressure based on the stable drop size after Kolmogoroff, viz,

$$r_{s.d} \approx \sqrt{2} \left[\frac{\sigma}{K_f \rho} \right]^{3/5} \cdot \frac{L^{2/5}}{V^{6/5}}$$

V is computed from published data on velocity components in the vicinity of a rotating disc. Good agreements are found between this model and maximum observed drop sizes. The increased spread and decrease in stator impact break-up effects, associated with increasing column diameters, is discussed. For wetted discs, two regions are observed. (i) Rim disintegration at $Re < 1 \cdot 9 \times 10^4$, when d_m is significantly greater than from a non-wetted disc and

increases linearly with $\frac{\sigma}{\Delta \rho g}$. Secondary drops are produced upon coalescence into the dispersed phase layer and following discrete drop detachment. (ii) Sheet and ligament disintegration with values of d predicted from published centrifugal disc atomisation equations, e.g.,

$$d = \left[\frac{3\gamma}{\gamma^2} \right]^{1/3} d_L \left[1 + \frac{3\mu}{(\rho D \cdot \sigma d_L)^{1/2}} \right]^{-1/6}$$

are consistently less than the measured values of d_m . Reasons for this and the increasing disparity with increase in $\frac{\sigma}{\Delta \rho g}$ are discussed.

Practical potential is foreseen for a column with wetted discs for systems in which dispersed phase film coefficients control mass transfer.

(Author) G.V. Jeffreys

61. Stoff- und Wärmeübertragung in Flüssig-Flüssig-Gegenströmern

Autor: P. Grassmann

Chem.-Techn., 24. Jahrg., Heft 3, März 1972

Abstract: Wenn auch Wärme- und Stoffübergang in erster Näherung durch analog aufgebaute Differentialgleichungen beschrieben werden, so unterscheiden sich doch Wärme- und Stoffaustauscher prinzipiell voneinander, was durch den großen Unterschied der betreffenden Stoffgrößen bedingt ist. Näher untersucht wird die Eignung einer Sprühkolonne zur Wärmeübertragung zwischen zwei nicht mischbaren Flüssigkeiten im Gegenstrom. Die von Ferrarini durchgeführten Messungen und Auswertungen zeigen, daß die Übertragung vor allem durch die Rückvermischung beeinträchtigt wird. Ihr Einfluß konnte durch einen Korrekturfaktor erfaßt werden, durch den auch die Messungen anderer Autoren an Kolonnen mit sehr verschiedenen Durchmessern gut wiedergegeben werden. Schließlich werden noch einige Resultate über die Abhängigkeit der Perleingröße von der Rührleistung gebracht.

(Autor) P. Grassmann

62. Zur Hydrodynamik von pulsierten Extraktionskolonnen

Autoren: G.F. Ziebland, A.F. Orlicek
Verfahrenstechnik 6, (1972) Nr. 3

Abstract: Eine erweiterte Dispersionsanalyse, angewandt am Beispiel einer pulsierten Siebplattenkolonne, zeigt Vorgänge in flüssig-flüssig Dispersionen auf, welche sich einer visuellen Beobachtung in situ resp. auch der photographischen Aufnahme entziehen und die selbst bei der Bestimmung eines mittleren Tropfendurchmessers nicht erscheinen. Die Zusammenhänge von Betriebsbedingungen

und Kolonnenkonstruktion mit der Mikrokinetik der Tropfendispersion lassen Rückschlüsse auf die hydrodynamische Wirkung von Siebolatten und einzelnen Kolonnenabschnitten zu, welche für die Auslegung von Betriebsanlagen verwendet werden können.

Durch Vereinfachung der Ausmeßmethode konnte die an und für sich umständliche Auszählung von Tropfenaufnahmen beschleunigt werden. Die somit leichter zugänglichen Tropfengrößenverteilungen sowie deren Zerlegungen ermitteln weitaus mehr Informationen über die Vorgänge in der Tropfendispersion, als die bloße Kenntnis eines mittleren Tropfendurchmessers. Die Größenverteilungen reagieren sehr empfindlich auf jede Änderung der hydrodynamischen Verhältnisse, wie sie etwa während jedes Pulstaktes resp. an jedem Siebboden, vor sich gehen. Mit steigender Pulsierungsintensität nimmt der Anteil jener Tropfen zu, welche kleiner als die Siebplattenlöcher sind und daher mit großer Wahrscheinlichkeit ungehindert durch die Siebplattenperforation schlüpfen können. Auch die experimentell abschätzbare Erneuerungsrate der Tropfen bei Passage einer Siebplatte steht im Einklang mit den Resultaten der Dispersionsanalyse. Für ein praktisches Extraktionsproblem kann die während der Modellversuche durchgeführte Dispersionsanalyse des über die Kolonnenhöhe wechselnden Verhaltens der Dispersion Rückschlüsse auf die Auslegung der Kolonnengeometrie und auf den Einfluß von Durchsatz und eventuell Pulsation ermöglichen, so daß auch auf diesem Wege ein Beitrag zur Optimierung einer Kolonne geleistet werden kann.

(Autor) G.F. Ziebland

63. Zweiphasenströmung in der Pulsier-Extraktionskolonne
II. Teil

Autoren: J. Čermák, V. Klička , CSc
Verfahrenstechnik 6, (1972) Nr. 3

Abstract: Im ersten Teil dieses Aufsatzes wurde bei der Untersuchung des Verhaltens einzelner Teilchen festgestellt, daß sich der kleine und mittlere Tropfen sehr ähnlich oder sogar vollkommen übereinstimmend wie eine starre Kugel gleicher Größe verhält. Wir schließen weiter, daß auch die funktionellen Beziehungen zwischen der Fallgeschwindigkeit des Einzelteilchens und eines Teilchenschwarms in beiden Fällen - zumindest bezüglich der Form - übereinstimmend sein werden. Zu diesem Zweck führen wir eine Übersicht über die Erkenntnisse der Fallgeschwindigkeit eines Schwarms starrer Teilchen an.

(Autor) J. Čermák

64. Der Lurgi Viel-Stufen-Flüssig-Flüssig-Extraktor

Autoren: W. Mehner, E. Müller
Verfahrenstechnik 6 (1972) Nr. 4

Abstract: Von Lurgi wurde ein neuer Extraktor entwickelt, der für beliebig hohe Durchsätze und Stufenzahlen gebaut werden kann. Die einzelnen Stufen sind in einem Turm übereinander angeordnet. Aus wirtschaftlichen Gründen wird niedriges Lösungsmittel-Füllvolumen, kurze Phasen-Trenn-

zeit und große Austauschfläche angestrebt. Der Extraktor zeigt im Betrieb ein sehr stabiles Verhalten ohne aufwendige Regeleinrichtungen.

Der Apparat ist vollständig mit Flüssigkeit gefüllt. Außen angebrachte Mischpumpen mischen schwere und leichte Phase und fördern die Dispersion zur nächsten Stufe. Eine der beiden Phasen wird in zusätzlichem Kreislauf über eine Stufe geführt. Auf diese Weise wird eine vollständige Gleichgewichtseinstellung in jeder Stufe erreicht.

(Autor) W. Mehner

65. Die Stoffübergangszahlen beim Aufprall schräger Flachstrahlen auf eine Platte

Autoren: M. Korger, F. Krizek
Verfahrenstechnik 6 (1972) Nr. 7

Abstract: Bei Modellversuchen mit der Naphthalinsublimationsmethode wurde der Einfluß des Einfallswinkels des Strahls bei Prall-Strömung aus durchgehenden Schlitzdüsen auf die Intensität der Stoffübertragung festgestellt. Anhand der Kurven des Verlaufs der bei Versuchen gewonnenen lokalen Stoffübergangszahlen wurde der Einfluß des Anströmwinkels α der Prall-Strömung auf den Verlauf von β_L nachgewiesen. Auf dem untersuchten Gebiet äußerte sich dieser Einfluß in der Deformation des fließenden und symmetrischen Verlaufs von β_L , denn der Scheitelpunkt mit den Maximalwerten β_{\max} weicht um die Werte ξ von der Strahlachse ab.

Die Maximalwerte β max nahmen mit dem sich verkleinernden Winkel α etwas ab.

Die bei den Versuchen gewonnenen eigenen Erkenntnisse lassen sich in den folgenden Punkten zusammenfassen:

1. Aus der Auswertung der mittleren Koeffizienten für das Gebiet $s/b \geq 8,5$ und $L/b \geq 4$ geht hervor, daß die Beziehung (7), die für $\alpha = 90^\circ$ festgelegt wurde, mit ausreichender Genauigkeit auch für schräge Strahlen im Bereich $\alpha = 30 - 90^\circ$ benutzt werden kann.
2. Für die Veränderung der Stelle mit maximaler Stoffübertragung in Abhängigkeit von α wurde für das untersuchte Gebiet die Beziehung (3) abgeleitet.
3. Die Deformation des Verlaufs der lokalen Werte β_L wurde für $\alpha = 30 - 90^\circ$ durch das Verhältnis der beiden Teilstrahlen zugehörigen Mittelwerte $\bar{\beta}_L$ ausgedrückt. Die Abhängigkeit dieses Verhältnisses von der Veränderung des Winkels α ist auf Abb. 8 angeführt.
4. In Übereinstimmung mit der Arbeit (1) wurde festgestellt, daß es im Schnittpunkt der Strahlachse und der Platte durch Veränderung des Einstrahlwinkels zu einem relativ beträchtlichen Absinken der Intensität des Stoffübergangs kommt. Zugleich wurde aber im Verlauf β_L auf die fehlerhaften Schlußfolgerungen in (1) hingewiesen, die durch die Annahme entstanden sind, die Maximalwerte der Stoffübergangszahl β max würden an der Stelle des Schnittpunktes der Strahlachse mit der Oberfläche erzielt.

(Autor) M. Korger

66. Hydrodynamics and Mass Transfer in Packed Columns

Authors: B.A. Hannaford, C.W. Kee, J.S. Watson, H.D. Cochran
Conf - 72.0522 -- 1 (1972)

Abstract: The packed column is a simple and widely-used contactor which is well suited to processing the small stream of molten fuel salt for isolation of protactinium-233 and removal of rare earths using molten bismuth. Because of the unusually large density difference (6.28 g/cm^3) between bismuth and salt and the large value for the interfacial tension, existing hydrodynamic correlations are not reliable for predicting flooding characteristics and holdup. Experimental work in glass equipment has led to a relationship which defines the flooding velocities as a function of packing diameter, void fraction, continuous phase viscosity, and density difference:

$$V_{\text{slip}} = K d_p \epsilon \mu^{-1/6} (\Delta \rho)^{1/2}.$$

Measurements of bismuth-salt flooding rates in a 0.82-in.-diam packed column at 600°C are in satisfactory agreement with the slip velocity predicted by the correlation.

Mass transfer experiments in a mild-steel experimental system resulted in the transfer of 63 to 95 % of the uranium from salt to the bismuth, at high distribution coefficients where the salt phase resistance was controlling. The data were correlated by the expression.

$$\text{HTU} = \frac{18.9}{V_B/V_S} \text{ (in.)}$$

where the denominator is the volumetric flow ratio of bismuth and salt, Mass transfer experiments utilizing

radioactive tracers (^{97}Zr , ^{237}U) at low distribution coefficients indicated that the HTU is about 4.5 ft under these conditions where the bismuth phase resistance was controlling.

(Author) B.A.Hannaford

67. Rückmischung in mehrstufigen Mischkolonnen

Autoren: U. Lelli, F. Magelli und C. Sama
Chemical Engineering Science, 1972, Vol.27, S.1109-1117

Abstract: Es wird eine Untersuchung über den Einfluß der Nettoströmungsgeschwindigkeit und der Flüssigkeitsviskosität auf die Rückvermischung in mehrstufigen Mischkolonnen mit und ohne Prallbleche durchgeführt.

Die Ergebnisse werden zur Inter- sowie zur Intrarückströmungsgeschwindigkeit in Beziehung gebracht, wobei letztere einen neuen, durch diesen Artikel neueingeführten flüssigkeitsdynamischen Parameter darstellt.

Ferner wird das Problem der Bestimmung einer Grenze für die Zuverlässigkeit des Modells einer Kaskade idealer Behälter mit Rückvermischung erörtert.

(Autor) U. Lelli

68. Dispersionsmodell für Extraktionskolonnen

Autoren: D.A. Burge und W.C. Clements
Chemical Engineering Science, 1972, Vol. 27, S.1537-1548

Abstract: Ein Dispersionsmodell mit Stoffübertragung wurde gelöst, um den Frequenzgang für eine im Gegenstrom arbeitende Flüssigextraktionskolonne zu erhalten. Es wurde eine Methode der kleinsten Quadrate im Frequenzbereich verwendet, um das Modell gegen auf einer Laboratoriumskolonne erhaltene Daten zu überprüfen. Es wurde festgestellt, daß das Modell den dynamischen Verlauf der wässrigen Phase der Kolonne ausgezeichnet wiedergibt, und den Verlauf der organischen Phase qualitativ beschreibt. Die Verwendung des Modells wird vorgeschlagen, um bessere Schätzungen des Stoffübertragungskoeffizienten und der aktiven Holdups zu erhalten als es mit anderen Methoden möglich ist.

(Autor) D.A. Burge

69. Praktische Berechnungsmethoden für die Stoffübertragung in Füllkörpersäulen

Autor: Wolfgang Reichelt

CZ-Chemie-Technik, 2. Jahrgang (1973) Nr. 2

Abstract: Die Ansätze zur Auslegung von Füllkörpersäulen für die Durchführung von Stoffaustauschprozessen zwischen Gasen bzw. Dämpfen und Flüssigkeiten werden erläutert und Gleichungen für Stoffübergangsberechnungen zusammengestellt und diskutiert.

Füllkörpersäulen besitzen technische Bedeutung zur Durchführung von Stoffaustauschprozessen zwischen einer dampf- bzw. gasförmigen und einer flüssigen Phase sowie zwischen zwei flüssigen Phasen. Die erstgenannten Prozesse

sollen hier näher betrachtet werden.

Zur Durchführung derartiger Prozesse werden Füllkörpersäulen als Rieselapparate betrieben. Die flüssig Phase wird oberhalb der Schüttung im allgemeinen gleichmäßig über den Säulenquerschnitt aufgegeben und rieselt abwärts. Die gas- bzw. dampfförmige Phase strömt im Gegenstrom zur Rieselflüssigkeit von unten nach oben durch die Füllkörperschüttung.

(Autor) Wolfgang Reichelt

70. New Methods for Calculation of Number of Equilibrium Stages in Countercurrent Extractors with Backmixing

Autoren: A. Tolić^Y and T. Miyauchi
Journal of Chemical Engineering of Japan, Vol.6, Nr. 3,
1973 (Englisch)

Abstract: Es werden zwei neue grafische Methoden zur Bestimmung der Gleichgewichtsstufen für einen Gegenstrom-Extraktor beschrieben. Nur die Rückvermischung ist der beherrschende Faktor für den Massentransport. Beide vorgeschlagenen Methoden basieren auf ein absatzweises Modell mit Rückfluß.
Eine Methode ist für die Berechnung für Einstoff-Verteilung und die andere Methode für Zweistoff-Verteilung entwickelt worden. Die vorgeschlagenen grafischen Lösungen der beiden Methoden sind verschieden, jedoch können beide ohne weiteres im Falle der Gleichgewichtsverteilung angewandt werden.
Abschließend wird an Hand eines Beispiels die Anwendung beider Methoden demonstriert.

71. Versuche an einem Pulskolonnen-Teststand bei Eurochemic

Autoren: E. Hausberger, H. Zeh

GWK-Techn.Bericht Nr. 150/1973

Abstract: Ein Ersatz der HA- und HS-Batterie durch Pulskolonnen wird von der GWK für den Fall erwogen, daß die Änderung an den Mischabsetzerbatterien keine nachhaltigen betrieblichen Verbesserungen bewirken. Da bei Eurochemic Betriebserfahrungen vorliegen, sollten Kolonnen vom Eurochemic-Typ hierfür verwendet werden.

Um die Betriebsbedingungen für die Anwendung des WAK-Fließschemas zu ermitteln und außerdem die Funktionsweise solcher Kolonnen kennenzulernen, wurde der bei Eurochemic befindliche Teststand instandgesetzt und in Betrieb genommen.

Obwohl die Abmessungen der im Teststand vorhandenen Kolonnen nicht in jedem Fall mit denen der Betriebskolonnen übereinstimmen, können die Versuchsergebnisse zur Beantwortung der Fragestellung herangezogen werden. Die Ergebnisse beziehen sich nur auf die Extraktion von Uran unter WAK-Fließschemabedingungen:

1. Die Edelstahlkolonne (106 mm \varnothing , 23 % freier Querschnitt) zeigte bei 100 % WAK-Durchsatz eine gute Stufenwirksamkeit und geringe Stufenhöhe. Bei Pulsamplituden von 20 - 25 mm und einer Frequenz von 60/min. ist die Uranextraktion gut. Der Durchsatz liegt genügend weit entfernt von der Flutungskapazität. Die Urankonzentration lag nach 3 m Kolonnenlänge (entsprechend 75 % des Extraktionsteils) unterhalb der Nachweisgrenze von 0,01 g/l.

2. Die Stufenhöhen sind systemabhängig und je nach Kon-

zentrationbereich verschieden (25 - 150 cm).

3. Bezüglich des hydraulischen Verhaltens wäre eine Kolonne mit den Abmessungen 106 mm \varnothing und 23 % freier Querschnitt für das WAK-Flieβschema geeignet. Die Waschwirkung des oberen Kolonnenteils konnte nicht untersucht werden. Infolge des geringeren Durchsatzes, verglichen mit dem Eurochemic-Flieβschema, sollte jedoch die Waschwirkung vergleichbar mit der etwas größeren Eurochemic-Kolonne sein.

4. Bei Verwendung der Auslegung (150 mm \varnothing , 23 % freie Fläche) der Eurochemic-Kolonne für die WAK müßten für eine optimale Extraktion wahrscheinlich die Pulsparameter geändert werden.

Die Flutungskapazität wird größer sein. Es wird deshalb empfohlen in diesem Fall nach Eintreffen der Kolonnen weitere kalte Versuche zur Bestimmung der Flutungsgrenzen durchzuführen (dies könnte im IHCh geschehen).

5. Niederschläge aus Zirkon-Dibutylphosphatkomplexen treten im Bereich der Kolonnenbodenbleche nicht auf. In den Dekantern sammeln sich Niederschläge an der Phasengrenzfläche an, die jedoch zu keiner Störung oder Verstopfung führen. Aus der HA-Batterie wird der Feststoff mit beiden Phasen abgeführt. Das Extraktionsmittel transportiert hierbei die Hauptmenge an Crud.

(Autor) E.Hausberger

72.

Berechnung der axialen Konzentrationsprofile in gepulsten Siebboden-Extraktionskolonnen

Autoren: H.O. Bauermann, H. Wagner, E. Blass
Verfahrenstechnik 7 (1973) Nr. 12

Abstract: Es wird über die Simulation pulsierter Siebboden-Extraktionskolonnen berichtet. Zunächst wird auf die Fluidodynamik einer solchen Kolonne eingegangen. Anschließend werden die Stoffbilanzen unter Berücksichtigung von Korrelationen für Stoffaustausch und Fluidodynamik gelöst. Ergebnis der Simulation sind die axialen Konzentrationsprofile in Abhängigkeit von Pulsation, dem Verhältnis der Volumenstromdichten beider Phasen und der Bodenzahl. Eine Beispielberechnung für das Stoffsystem Methylisobuthylketon-Essigsäure-Wasser durchgeführt. Mit den so gewonnenen Ergebnissen werden Beispiele zur günstigsten Kolonnenauslegung gegeben und ein Betriebsdiagramm für eine gepulste Extraktionskolonne aufgestellt.

(Autor) H.O. Bauermann

73. Zum Transportmechanismus der Wärme- und Stoffübertragung zwischen turbulent bewegten flüssigen Phasen

Autoren: W. Nitsch, M. Raab und R. Wiedholz
CIT, 45. Jahrgang, 1973 , Nr. 16, S. 1026

Abstract: Ausgehend von Messungen der Jod- und der Wärmeübertragung zwischen Wasser und Tetrachlorkohlenstoff in einer Rührzelle unter streng analogen Bedingungen wird untersucht, ob der Transport von Wärme und Masse zwischen turbulent bewegten flüssigen Phasen bei strengem Ausschluß von Verunreinigungen von Grenzflächenreaktionen und Grenzflächeninstabilitäten durch das Filmmodell oder die Penetrationstheorie beschrieben werden kann. Aus der re-

sultierenden quantitativen Energie zwischen Wärme- und Stofftransport bei Zugrundelegung der Penetrationstheorie wird geschlossen, daß dieses Modell anzuwenden ist, zumal die quantitative Analogie auf Basis des Filmmodells Fehler von einer ganzen Größenordnung ergibt.

(Autor) W. Nitsch

74. Pilot Plant Studies with Mixer Settlers

Authors: G.R. Balasubramanian and N. Srinivasan
Bhabha Atomic Research Centre, Bombay, India , 1973, 1-253

Abstract: It was proposed to use mixer settler as solvent extraction contactors in the Thorex pilot plant in view of the compact lay out it can offer to suit the available space. Pump mixer settlers were chosen among the many other existing types due to the self-regulation of interface it offers. The K.A.P.L. design was tried in the studies. The main aspects studied were:

- a) Utilisation of an air lift arrangement for organic feed.
- b) Employment of a jackpot for regulation of the interface instead of the conventional Diaphragm control valve.

The above studies have given sufficient confidence to prove the design of contactors for solvent extraction pilot plant, indicating feasibility of simpler feed system for various feeds to the contactor. While better conditions of hydraulic stability of operation were established for mechanically agitated mixer settler,

there is good hope to substitute it by air pulsing. Smooth operation of pressure pot instead of diaphragm control valve for control of interface is another feature of improvement.

(Author) G.R. Balasubramanian

75. Laboratory Counter Current Extraction and Stripping Studies in Air Pulsed Mixer Settler Battery for High Plutonium Concentrations

Authors: N. Srinivasan, M.N. Nadkarni, G.R. Balasubramanian
A. Ramanujam, M. Venkatesan, V. Gopalakrishna
Bhabha Atomic Research Centre, Bombay, India, 1973, -673

Abstract: The proposed fuel for the Indian fast breeder test reactor is mixed oxide of 70% U and 30 % Pu with 85 % enriched U content. From available data in literature and experiments conducted here, a flow sheet consisting of the three cycles, each cycle consisting of an extraction and stripping step is planned. Counter current runs were conducted under feed conditions without fission products similar to that anticipated in fast reactor fuel reprocessing, in a battery of 16 stage air pulsed mixer settler. Graphs include stage wise concentration of U and Pu in each phase, for all runs. In all runs Pu loss was less than 0.1 %.

These countercurrent extraction runs are merely preliminary runs conducted more to test the safety and reliability of the equipment, glove box etc. Though air under pressure was used for pulsing there was absolutely

no escape of activity outside the box. It has now been investigated that the mixer settler unit reaches its maximum efficiency when operated at 100 c/min with 27.5 cm amplitude. In all our runs conducted so far, the amplitude was never increased beyond 15.0 cm and even under these conditions of operation the Pu loss was less than 0.04 %. Further improvement and reduction in stages are expected.

(Author) N. Srinivasan

76. Design and Normal Flows Through a Column Extractor

Author: T. Mišek

International Chemical Engineering (Vol.14,Nr.1) Jan.1974

Abstract: An analysis of the factors limiting the countercurrent flow of two liquid phases through a column extractor has been made; it has been found that there may be several such factors: the so-called true flooding limits the operation of the column under monodisperse conditions, or under conditions where the effect of polydispersion is negligibly small. The effect of true flooding is a function only of the phase ratio and of the rate of coagulation. Under polydisperse conditions, the limiting influence of the carry-over exerts its effect; this is a function only of the value of the ratio of the two phases. When the retentions in the extractor exceed 42 %, it may be found that the governing effect is that of phase reversion. A simple graphical and numerical method of calculations for determination

of the limiting flow rates has been described.

(Author) R. Misek

77. The Dynamic Effects in Vibrating-Plate and pulsed
Extractors-I.
Theory and Experimental Technique

Autoren: Mahmoud M. Hafez and Jaroslav Prochazka
Chemical Engineering Science, 1974, Vol. 29, pp. 1745-1753

Abstract: Equations are proposed for the instantaneous and average power input and for the forces acting on various parts of vibrating-plate and pulsed columns. The inertia and friction forces are separated on assumption that in the practical range of frequencies the instantaneous friction forces are equal to those under the steady flow at the same velocity. Two experimental methods are used: the measurement of pressure pulsations near the bottom of the column using a capacity probe, and the measurement of forces acting on the rod connecting the plates to the eccentric by means of a tensiometer. A relation between these quantities is derived and its validity proved experimentally. Processing of the signals of the two transducers is described and the differences in dynamic behaviour of vibrating-plate and pulsed columns discussed.

78. The Dynamic Effects in Vibrating-Plate and Pulsed
Extractors - (II)

The Forces under the Steady and Pulsating
Single-Phase Flow

Authors: Mahmoud M. Hafez and J. Procházka
Chemical Engineering Science, 1974, Vol.29, pp. 1755-1762

Abstract: The experimental results are presented of the friction losses under the steady flow of liquid through plates of various construction. Under the laminar and fully turbulent regime of the flow the experimental data agree well with the derived relations and an empirical relation is given for the transition regime. The measurements are carried out of the forces and pressures existing under plate vibrations and an analysis of the experimental data shows that the equivalent thickness of the plate, expressing the effect of inertia forces under pulsating flow, is a periodic function of time. An empirical correlation for this quantity is found and the set of equations for the calculation of the forces, pressures and the instantaneous and average power input thus completed. A simple empirical relation for the average power input is provided.

(Author) Mahmoud M. Hafez

79. Direct Calculation of Number of Actual Plates

Author: H.A. Mostafa
Chemical Engineering Science, 1974, Vol.29, pp.1997-1999

Abstract: The classical method for the design of countercurrent plate columns involves finding the number of theoretical stages and then applying some kind of stage efficiency to allow for finite transfer rates and entrainment. In calculating the theoretical number of stages an ideal model of pure plug flow of the two streams with complete backmixing of the heavy phase on each plate is considered to take place everywhere in the column.

The influence of backmixing on plate efficiency was first considered by Kirschbaum (1). Eguchi et al. (2) derived an accurate solution of the influence of backmixing on tray efficiency. Another type of backmixing i.e. entrainment of heavy fluid from the plate below reduces the plate efficiency. Two approximate relations were derived to account for this influence: the relation of Hunt (3) and that due to Colburn (4). Bubble tray design manual (5) of the A.I.Ch.E. takes into consideration the effect of both backmixing and entrainment. But since it uses the approximate equation of Colburn for entrainment its results are not accurate. Mecklenburg and Hartland (6) found for countercurrent extraction that stage efficiency varies along the column unless the equilibrium line is straight and there is no backmixing. In other words the stage efficiency concept is not suitable and it is better to think in terms of backmixing and transfer coefficient.

The direct calculation of the number of actual trays was first proposed by Kasatkin (7,8). But he used a plug flow of fluids and neglected the effect of backmixing. Sterbacek (9) tried to find a relation for the change of concentration on the plate taking into consideration the effect of backmixing and entrainment. But his equations contain values which are difficult to measure ex-

perimentally. Mecklenburg and Hartland (10) proposed a design method for countercurrent contact with entrainment in both phases. But they assumed that the heavy fluid on the plate is totally mixed.

In this work we formulate the mass balance for the plate taking into consideration the effect of:

- 1) Backmixing of fluids on the tray in the direction of flow.
- 2) Entrainment of the heavy fluid from the tray below. Analytical solution of the mass balance equation is obtained.

(Author) H.A. Mostafa

80. Betriebsverhalten und Belastungsgrenzen einer RDC-Extraktionskolonne

Autoren: Rolf Marr, Franz Moser und Gerrit Husung
Chemie-Ing.-Techn., 46. Jahrgang 1974, Nr. 5

Abstract: Für die Auslegung von Stoffaustauschapparaten ist die Kenntnis der Stoffaustauschfläche wichtig. Diese Austauschfläche ist abhängig von den Stoffwerten der im Apparat anwesenden Stoffe, der Apparategeometrie und den Betriebsvariablen des Apparates. Das Ziel der durchgeführten Experimente war es, ein mathematisches Dispersphasenanteil-Modell zu überprüfen. Hierbei wurden die Durchsatz-Grenzwerte (wie Fluten und Inversion der Phasen) und der Einfluß der Drehzahl bei einem Drehscheibenextraktor (RDC) auf diese Größen festgestellt. Die Untersuchungen wurden mit Systemen, bei denen keine Stoffaustauschvorgänge auftraten, durchgeführt.

Zur Berechnung des Dispersphasenanteiles im Kontinuum \mathcal{X}

(engl. holdup) wird in dieser Arbeit von einem kubisch-flächenzentriertem Gitter ausgegangen. Dabei wird für eine konstante Drehzahl eine charakteristische Geschwindigkeit \bar{u} gesucht, die unabhängig von den Durchsätzen ist:

$$\bar{u} c_s = \frac{1-x}{\varphi x} v_d + \frac{1}{\varphi} v_k \quad (1)$$

c_s ist ein geometrischer Kolonnenverengungsfaktor, φ eine vom Dispersphasenanteil abhängige Größe, und v_d und v_k sind die fiktiven Geschwindigkeiten der dispersen bzw. kontinuierlichen Phase. Stellt man die Gl.(1) in der Form

$$x = f\left(\frac{v_d}{\bar{u} c_s}; \frac{v_k}{\bar{u} c_s}\right) \quad (2)$$

mit λ als Parameter dar, so erhält man eine Geraden-schar, die von einer Hüllkurve begrenzt wird. Das Modell gibt die Möglichkeit in Abhängigkeit vom Phasen-verhältnis $\lambda = v_d/v_k$ Dispersphasenanteil, Betriebsverhaltensarten und Grenzen zu beschreiben.

(Autor) Rolf Marr

81. Hold-up Relationships in Solvent Extraction and ion Exchange Equipment

Author: Michael J. Slater

Chemie-Ing.-Techn., 46. Jahrgang, 1974, Nr.15

Abstract: The optimal design of continuous counter-current equipment for solvent extraction and ion exchange requires an understanding of the relationship between the hold-up of dispersed phase and the flow rates of the two phases.

For solvent extraction columns the relationship will depend on interdroplet coalescence rates; the drop size is a key parameter in design. Once hold-up and drop size are established as a function of flow rates a good basis for the prediction of the mass transfer performance is also established. The concept of velocity (1), V_D , is used and is defined by

$$V_D = (U_s/h) + V_s / (1-h) \quad (1)$$

where U_s and V_s are superficial velocities of the phases and h the hold-up of the dispersed phase. For particles or drops in an infinite liquid system, V_D would be expected to equal V_T , the terminal velocity, under those conditions. Terminal velocities of solid particles such as ion exchange resin beads or of liquid droplets can be calculated from equations in the literature as a function of physical properties and particle or drop size. In a swarm of particles or drops velocities are reduced by hindrance. Misek (2) has correlated V_D with hold-up in the form

$$V_D = V_N (1-h) \exp [-(4.19-8)h] \quad (2)$$

where V_N is a characteristic velocity (the terminal velocity at zero hold-up in the equipment used) and z is a coalescence factor obtained by experiment. Richardson and Zaki (3) have proposed an equation for monosize rigid spheres which is here simply modified to.

$$V_D = V_T (1-h)^{n-1} \quad (3)$$

where the exponent, n , is a function of particle Reynolds number. By using a particle size distribution function an average slip velocity may be calculated by applying the equation to each size fraction and summing the result. This fits experimental data on fluidization of ion exchange resin beads satisfactorily.

(Author) Michael J. Slater

Festigkeitsberechnung von Kolonnen mittels EDV

Autor: Dieter Wüstenberg

Chemie-Ing.-Techn., 46. Jahrgang, 1974, Nr. 10

Abstract: Aus der Sicht der Festigkeitsberechnung unterscheiden sich Kolonnen von allgemeinen Apparaten durch ihre besonderen Dimensionen und Aufstellungsbedingungen. Wesentlich für eine richtige Dimensionierung ist die Kenntnis der tatsächlichen Belastungen, die Formulierung der der Konstruktion und Belastung entsprechenden Berechnungsansätze und die Interpretation der Ergebnisse im Hinblick auf schwer erfassbare Randbedingungen.

Berechnung der Kolonnen:

Bei der verfahrenstechnischen Auslegung der Kolonnen werden die Betriebsbedingungen, wie Druck und Temperatur und die Hauptabmessungen, wie Kolonnendurchmesser und -höhe, die Anzahl der Böden und die Lage der Stützen festgelegt. Für die anschließende Festigkeitsberechnung ist die Kenntnis der erwähnten Belastungen erforderlich. Sie werden entsprechend ihrem Auftreten zu einzelnen Belastungsfällen zusammengefaßt. Die Berechnungsansätze stützen sich im wesentlichen auf die AD-Merkblätter und den ASME Boiler and Pressure Vessel Code. Außerdem werden für spezielle Berechnungen Methoden aus der Fachliteratur hinzugezogen.

Bei der Neuauslegung von Kolonnen beginnt die Dimensionierung mit der Berechnung der Wanddicke für den oberen Boden und Schuß, wobei gewisse Mindestwanddicken vorgegeben werden. Unter Zugrundelegung der zulässigen Festigkeitswerte werden die einzelnen Schußlängen berechnet. Erreicht die vorhandene Beanspruchung den zulässigen Festigkeitswert, wird die Wanddicke um einen vorgegebenen

Wert erhöht und die nächste Schußlänge bestimmt. Durch einen Iterationsprozeß wird die Auslegung im Hinblick auf eine weitgehende Materialausnutzung durchgeführt. Bei der Nachrechnung werden die geometrischen Verhältnisse und Belastungen vorgegeben und die vorhandenen den zulässigen Spannungen gegenübergestellt.

Für die Festigkeitsbeurteilung werden die sich aus den Einzelbelastungen ergebenden Beanspruchungen eines Belastungsfalles überlagert und die Vergleichsspannung nach der GE-Hypothese ermittelt. Dieser Wert wird mit dem zulässigen Festigkeitswert verglichen.

(Autor) Dieter Wüstenberg

83. Auslegung von pulsierenden Kolonnen industriemäßiger Größe zur Reinigung von Uran für kerntechnische Zwecke im indirekten Verfahren mittels der Bodenhöhe

Autoren: J. Monteiro França jun. und J. Messano
Publicacao IEA Nr. 343 (Maio 1974)
Instituto de Energia Atomica, Sao Paulo - Brasil

Abstract: Dieser Bericht enthält eine detaillierte Untersuchung der Parameter, die beim theoretisch-praktischen Entwurf einer in industriemäßiger Größe ausgelegten Gruppe von drei pulsierenden Kolonnen, einschließlich der dazugehörigen mechanischen Pulsgeneratoren konventioneller Art, für eine durchschnittliche Produktion von jährlich 500 Tonnen Uran hoher Reinheit für kerntechnische Zwecke eine Rolle spielen. Im Hinblick auf den Verwendungszweck jeder der Kolonnen - Extraktion, Auswaschen

und Rückextraktion - werden Berechnungen durchgeführt.

Die Durchmesser der Kolonnen wurden nach den Durchsatzmengen an organischer und wässriger Phase berechnet.

Die Berechnungen zur Ermittlung der Zahl der Böden für jede Art von Kolonne nach dem Verfahren der graphischen Integration werden eingehend dargelegt. Auch war es möglich, anhand einer Arbeit von Logsdail und Thornton⁽²³⁾

sowie einer Studie von Damiani und Kollegen⁽²²⁾ den HTU-Wert für die zu planenden Kolonnen zu ermitteln. Im nächsten Schritt wurden dann die Höhen dieser Kolonnen bestimmt.

Nach den Betriebs- und Gleichgewichtskurven, die mittels Laborversuchen gewonnen worden waren und die zur Berechnung der HTU-Werte verwendet worden waren, wurden Diagramme hergestellt. Es wurden Tabellen angefertigt, die eine Hilfe bei der Entwicklung des mathematischen Verfahrens waren. Anschließend werden die Verhältnisse in bezug auf die verwendeten Pulse dargelegt, unter Angaben über die Bemessung des Generators, die erforderliche Leistung und die Grenzfrequenz für den Betrieb in Abhängigkeit von den im System gegebenen Druckwerten.

(Autor) J. Monteiro França jun.

84. Vergrößerung eines luftgepulsten Misch-Absetzers für die extraktive Wiederaufarbeitung von Kernbrennstoffen

Autor: W. Johannsbauer

KFA-JÜ1 - 1073 - CT

Abstract: Ausgehend von einem kleinen gerührten Misch-Absetzer wird ein vergrößerter luftgepulster Misch-Absetzer entwickelt, der ohne bewegte Teile arbeitet. Einige Vorversuche zeigen, daß dieser Typ für die Versuchsanlage JUPITER, die für die Wiederaufarbeitung thoriumhaltiger Kernbrennstoffe gebaut wird, geeignet ist. Um Berechnungsunterlagen für die Vergrößerung dieses Misch-Absetzers zu ermitteln, werden mit zwei Apparaten verschiedener Größe Untersuchungen des Stofftransports in der Mischkammer, des Trennvorgangs in der Absetzkammer und des Transports der Flüssigkeiten durch eine Misch-Absetzer-Stufe durchgeführt. Mit Hilfe der Ähnlichkeitstheorie wird eine Stofftransportgleichung aufgestellt, die es ermöglicht, die Abmessungen der Mischkammer und der Pulsrohre sowie die Betriebsdaten der Pulsiereinrichtung zu berechnen. Der Absetzvorgang wird durch ein Koaleszenzmodell beschrieben, das zur Bestimmung des Querschnitts der Absetzkammer dient. Die Theorie des hydrodynamischen Gleichgewichts liefert schließlich die Bedingungen, die den Transport der beiden flüssigen Phasen durch eine Misch-Absetzer-Batterie bewirken. Unter Berücksichtigung der erforderlichen Kritikalitätssicherheit in einer Wiederaufarbeitungsanlage werden die Abmessungen und Betriebsdaten eines luftgepulsten Misch-Absetzers für den Durchsatz einer Prototypanlage berechnet.

(Autor) W. Johannsbauer

85. Design of an Air Pulser for Solvent Extraction Columns

Authors: S.V. Kumar, S. Rajagopalan, P.R.R. Pillai
B.A.R.C.-733 (Bhabha Atomic Research Centre, Bombay, India)

Abstract: Pulsing of Solvent Extraction Columns using compressed air offer certain advantages over mechanical pulsing. Results of the amplitudes obtained against various pressures at different frequencies on an experimental sieve plate column of 50 mm dia. and 2400 mm long have been reported. An empirical design equation has been proposed which takes into account the losses in amplitude due to the instrument probes and other pipes at the bottom of the column. Satisfactory agreement between the experimental and calculated values of amplitudes has been observed.

The difficulties encountered with a mechanically pulsed solvent extraction column could be overcome by adopting air pulsing as a means of pulsation. The proposed design equation can be conveniently used to design air pulser systems within a sufficient degree of accuracy.

(Author) S.V. Kumar

86. Gegenstrom-Extraktionen für die Rückgewinnung von Neptunium (Teil II)

Authors: N.Srinivasan, M.N. Nadkarni, S.V. Kumar
P.K.S. Kartha, R.R. Sonavane
B.A.R.C. - Nr. 735, Indien 1974

Abstract: Counter-current extraction experiments were carried out under the conditions relevant to the partitioning column (IBX) in the purex process to know the path of neptunium present as Np (VI) the organic phase during the partition-

ing step. The results obtained show that when Ferrous Sulphamate is used as the reducing agent, most of the neptunium continues to remain with uranium in the organic stream while with hydrazine stabilized uranous nitrate as the reducing agent, a major fraction of neptunium follows the aqueous stream. Mixer-settler experiments were also carried out under the conditions relevant to the uranium purification cycle (2D) to establish the conditions for forcing neptunium to the aqueous raffinate or for partitioning it from uranium if both neptunium and uranium are coextracted in this cycle and the results obtained are reported here.

(Author) N. Srinivasan

87. Longitudinal Mixing in a Vibrating-Sieve-Plate Column Two-Phase Flow

Authors: M. Nemecek and J. Procházka

The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol. 52, December, 1974

Abstract: Longitudinal mixing in the continuous phase of a vibrating-plate extractor was examined. Particular attention was focused on the effect of the flow of the dispersed phase, which turned out to be of major importance. Three regimes displaying distinctly different character of longitudinal mixing may be observed. The flow within a stage was studied in detail and it was shown that the stage could split into two regions of different character of the flow. A model was proposed which makes up the

total effect of longitudinal mixing from the back flow through the plate plus axial dispersion within the stage. Correlations have been proposed relating the axial dispersion coefficient to the hold-up and droplet diameter.

(Author) M. Nemecek

88. Axial Dispersion in a Pulsed Plate Column

Author: M.H.I. Baird

The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol. 52,
December 1974

Abstract: A technique involving the indicator colour change in an acidbase reaction has been used to measure axial dispersion coefficients in a 15 cm diameter pulsed column. Data have been obtained mainly for single phase (aqueous) flow with two different types of plate at two different spacings. With coarsely perforated plates, the dispersion coefficient is proportional to (amplitude) times frequency, but semicircular unperforated baffle plates show a dependence on amplitude times frequency. These results are critically compared with published data, and two types of flow regime for axial dispersion are indicated.

(Author) M.H.I. Baird

89. Mathematische Simulation von Prozessen der extraktiven Wiederaufarbeitung von Kernbrennstoffen
1. Mathematisches Modell. Einige Merkmale des PUREX-Prozesses

Autoren: A.M. Rozen, Yu.V. Reshet'ko, M. Ya. Zel'venskii
Atomaya energiya 37 (1974), Nr. 3, S. 187 - 193

Abstract: Das in der vorliegenden Arbeit vorgeschlagene mathematische Modell ist das Ergebnis der in (1-5) durchgeführten Untersuchungen. Die Betrachtung erfolgt in Anwendung auf den "Purex"-Prozeß in Mixer-Settler-Apparaten. In diesem Prozeß enthält die wiederaufzuarbeitende wäßrige salpetersaure Lösung Uran, Plutonium, Neptunium und andere Elemente, die durch eine Lösung von Tributylphosphat (TBP) in Verdünnungsmittel extrahiert werden.

Analog zu anderen Stufentrennprozessen besteht das mathematische Extraktionsmodell aus den Gleichungen des Extraktionsgleichgewichts und den Gleichungen, die den Prozeß im Extraktionsapparat beschreiben (1-3, 6,7).

Berücksichtigung der Änderung der Phasenvolumina

Der Einfluß der Änderung der Phasenvolumina auf die Extraktionsisothermen ist in (14) untersucht worden. Er muß berücksichtigt werden, wenn die Uran- und HNO_3 -Konzentrationen ziemlich hoch sind. Das einfachste Verfahren zur Berücksichtigung der Änderung der Phasenvolumina ist der Übergang zu molaren Konzentrationen, die auf die Volumina der reinen Lösungsmittel bezogen sind, die praktisch konstant bleiben wegen ihrer geringen gegenseitigen Löslichkeit. Die Konzentration der Aus-

gangslösungen, sowie die Konzentration an den Stufen des Extraktionsapparats bei $t = 0$ und die Volumina der reinen Lösungsmittel \bar{L} und \bar{V} werden nach folgenden Formeln berechnet:

$\bar{V} = \bar{V}_0$, da ein reines Extraktionsmittel in den Extraktionsapparat aufgegeben wird. Die Größen Ω_x und Ω_y ändern sich wenig. Nach Beendigung des Integrierungsprozesses kann man wieder zu molaren Konzentrationen zurückkehren.

(Autor) A.M. Rozen

90. Mathematische Simulation von Prozessen der extraktiven Wiederaufarbeitung von Kernbrennstoffen
2. Untersuchung der Möglichkeit der Akkumulierung von Plutonium bei Störfällen im Betrieb des Extraktionsapparats zur Wiederaufarbeitung von Brennelementen von Druckwasserreaktoren

Autoren: A.M. Rozen, Yu.V. Reshet'ko, M. Ya. Zel'venskii
Atomnaya energiya 37 (1974) Nr. 3, S. 194 - 197

Abstract: Es wurde das in Bericht 1 angeführte mathematische Modell verwendet (5). Der Prozeß wurde in einem Extraktionsapparat mit zehn Extraktions- und fünf Waschstufen untersucht. Die wäßrige Ausgangslösung (Strom L^0) enthielt 300 g/l Uran, 2,5 g/l Plutonium und 3 Mol/l Salpetersäure. Als Waschlösung (Strom L') wurden 3 M Salpetersäure und als Extraktionsmittel (Strom V) eine 25 %-ige TBP-Lösung in Synthin verwendet. Die nominale Beziehung der Ströme war $V : L^0 : L' = 3,75 : 1 : 0,4$.

Es wurde angenommen, daß die Verweilzeit der wäßrigen und organischen Phase in der Mixer-Kammer einer Stufe des Extraktionsapparats gleich ist (Betrieb der gleichmäßigen Emulgation), sie betrug 1,5 min. Für die Settler-Kammer wurde angenommen, daß die Phasentrenngrenze konstant gehalten wurde und die Settler-Kammer halbierte; wobei die Verweilzeit der wäßrigen Phase im Settler 3,5 min betrug. Zur Untersuchung möglicher Störfälle im Betrieb wurden die Übergangsprozesse für die Uran-, Plutonium- und Salpetersäure-Lösungen für Störungen, die zu einer Abnahme des Strömungsverhältnisses n_2 im Extraktionsteil des Apparats führen berechnet:

$$n_2 = V / (L' + L^0).$$

(Autor) A.M. Rozen

91. The Kemira Mixer-Settler Extractor

Author: T.K. Mattila

ISEC 74

Abstract: The Kemira extractor has been designed with the greatest possible flexibility and operational safety in mind.

It has those normal advantages, typical of all conventional mixer-settler extractors, furthermore it has the following advantages:

- The probability of phase inversion during the operation has been minimized by changing the basic flow arrangements as in normal pump-mix-mixer-settlers, by separating the lightweight phase flow from the heavy

phase flow at the point where they are flowing into the mixing space.

- The safe and rapid restarting is guaranteed even after possible troubles because of the simple stopping/starting principle, which produces the right dispersion. The time to achieve the normal operation after restarting is approximately one third of the time required in an extractor without stopping/starting system. Much valuable production time is saved when using our stopping/starting system.

(Author) T.K. Mattila

92. The Development of Efficient Industrial Mixer-Settlers

Authors: J. Mizrahi, E. Barnea and D. Meyer
ISEC 74

Abstract: The considerations affecting the choice of mixer-settlers of the hydraulically-independent type, for the industrial implementation of large-scale solvent extraction processes are reviewed from the process, design, operation and economic points of view.

The design requirements for industrial pump-mixers are listed and the various approaches analysed; an industrially proven pump-mixer model having separate mixing and pumping elements on the same shaft and a new turbine-pump mixer are schematically described.

Settler design problems, as well as the different routes to higher separation efficiency, are reviewed on the basis of a fundamental model of the separation mechanism.

The practical advantages of the improved settlers for industrial operation are outlined.

(Author) J. Mizrahi

93. Development and Experience of Industrial Operation and Optimisation of Pulsed Mixer - Settler Extractor

Authors: S.M. Karpacheva, L.S. Raginsky, V.M. Muratov, V.D. Ivanov, M.V. Sheloumov

ISEC 74

Abstract: The paper analysis operating experiences with mixer settler extractors. It has been shown that the dimensions may be substantially reduced by optimization of mixing and settling processes.

The optimized "Honeycomb" design has been suggested which has a cocurrent mixing chamber and a settling chamber arranged arbitrarily with respect to the former.

The results of hydraulic and engineering tests on the bench optimized extractor and the 16 m³/hr pilot plant model, based on these data, are presented. The extractor has demonstrated high efficiency at the least entrainment.

(Author) S.M. Karpacheva

94. Liquid-Liquid Spray Columns: Correction of Driving Force for Axial Mixing

Authors: P.R. Choudhury, P.T. Ambrose, G.S. McNab,
L.W. Fish and S.D. Cavers

ISEC 74

Abstract: Concentration profiles have been measured for both phases in the axial direction for spray liquid-liquid extraction columns operating at steady state. Measurements have been made for 38-mm I.D. columns of various lengths. Numerical integration has been used to obtain the true number of transfer units between the nozzle tips and the column interface. From these results a factor has been derived to correct the logarithmic mean driving force for axial mixing. Information has been obtained also with respect to abrupt changes in concentration resulting from agitation of the drops at the top of the column prior to coalescence. Heights of transfer units corrected for this end effect and for axial mixing are reported.

(Author) P.R. Choudhury

95. Backmixing in a Kühni Liquid-Liquid Extraction Column

Authors: J. Ingham, J.R. Bourne, A. Mögli

ISEC 74

Abstract: New data on the continuous phase backmixing in a 150 mm diameter Kühni liquid-liquid extraction column are pre-

sented for conditions of both single phase and two-phase countercurrent flow operation. The results show similar tendencies to those found previously for other types of mechanically agitated column.

(Author) J. Ingham

96. The Effect of Changes in Operating Organic/Aqueous Ratio on the Operation of a Mixer Settler

Authors: C.A. Rowden, J.B. Scuffham, G.C.I. Warwick
ISEC 74

Abstract: The effects of changes in the operating organic/aqueous ratio under both organic and aqueous continuous mixer conditions were studied at laboratory scale. The significant influence of the operating organic/aqueous ratio on such parameters as specific flow/dispersion bed depth relationships, mass transfer efficiency and entrainment values is illustrated and possible mechanisms proposed.

(Author) C.A. Rowden

97. Contribution of the Dispersed Phase to the Longitudinal Mixing in a Rotating Disc Contactor

Authors: A. Borrell, G. Muratet, H. Angelino
ISEC 74

Abstract: In the first part of this work the hold-up of the dispersed phase was determined under different experimental conditions and from these results the mean residence time and the average flow velocities were deduced.

In the second part the technique of tracer pulse injection was employed and PÉCLET number Pe and mean residence time \bar{t} were computed using the dispersed plug flow model. To solve the equations three methods were developed:

- moments of the responses curves,
- least square fit of the response curves in the time domain,
- least square fit of the response curves in the frequency domain.

Results concerning the hold-up of the dispersed phase showed a strong dependence on the speed of rotation of the discs above a certain speed.

As the speed of rotation was increased the Peclet number for the continuous phase decreased. In the presence of a dispersed phase the back mixing of the continuous phase becomes more important, this tendency being accentuated at low speeds of rotation.

(Author) A. Borrell

98. Hydrodynamic Behavior of Packed Liquid-Liquid Extraction Columns with Fluids of Different Densities

Authors: J.S. Watson, L.E. McNeese

ISEC 74

Abstract: Flooding rates and axial dispersion in packed columns are examined using new data covering a wide range of physical properties especially density difference. A new correlation for flooding rates is developed and shown to be significantly more accurate than previous correlations. Axial dispersion data for high density fluids are satisfactorily described by an existing correlation.

A new correlation has been proposed and tested which predicts flooding rates for Raschig -ring-packed columns with significantly greater accuracy than previous correlations over a wide range of fluid properties. The earlier correlations were developed from data covering a more narrow range of low-density difference system. Although the new correlation was developed solely from data for Rasching rings, it can also be used to extrapolate measurements made with other packing materials (e.g. Berl saddles). The dependence of flooding rates on parameters such as density difference, viscosity, packing (nominal) diameter, etc. should be similar for many other packing materials.

Axial dispersion data are presented for high-density fluids which show that an existing correlation is satisfactory.

(Author) J.S. Watson

99. Experiences of Highly Enriched Uranium Reprocessing in the Eurex Pilot Plant

Authors: S.Cao, H. Dworschak, A. Hall
ISCE 74

Abstract: The results of the reprocessing campaign of irradiated MTR fuel elements with long-chain tertiary amines as extractant in the Eurex pilot plant in Italy are discussed. Besides the U recovery and the FP decontamination performances particular emphasis is given to the U/Pu separation, which was achieved in two steps, first by addition of sulfuric acid as Pu(IV) complexant to the 2nd cycle extraction and scrubbing sections and secondly by the treatment of the concentrated U final product with an organic diluent soluble hydroxamic acid (HX). Np was mainly separated from U by the HX process. Finally a brief description is given of the results obtained with a 5% TBP-kerosene flowsheet, still for highly enriched U recovery from MTR elements, at Eurex.

(Author) S. Cao

100. Air Pulsing Techniques for Extraction Columns

Authors: M.H.I. Baird and G.M. Ritcey
ISEC 74

Abstract: Available techniques for air-pulsing of extraction columns are reviewed. The advantages of operating at the natural frequency of the system are described and theoretical predictions of frequency and air consumption are compared with data for a 15.3 cm diameter perforated plate column. The design of large air pulsed columns is discussed.

(Author) M.H.I. Baird

101. The Effect of Wetting Characteristics Upon the Performance of a Rotating Disc Contactor

Authors: C.J. Mumford and A.A.A. Al-Hemiri
ISEC 74

Abstract: A 4 inch diameter, 6 feet high R.D.C. was used to investigate droplet hydrodynamics and mass transfer efficiencies with a range of 5 liquid-liquid systems.

Hold-up and volumetric capacity were found to vary with operating parameters as previously reported. Axial point hold-up were determined directly and correlated by,

$$x = \left(0.0013N + 0.38(V_d - 1) - 1\right) (h - h^2) + 0.076(1 - 1/V_d)$$

Mean drop size decreased with column height and the results were correlated by,

$$d_{32}/R = 4.7 \times 10^{-17} \left(\frac{NR^2 \rho_c}{\mu_c}\right)^{-3.33} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c}\right)^{0.23} \left(\frac{NR}{\sigma_i}\right)^{2.0} \cdot \left(\text{EXP} \cdot 0.4 \left(\frac{n}{z}\right)\right)^{0.225}$$

Correlations of similar form were obtained with discs selected to be 'wetted' by the dispersed phase and with 'wetted' cones. The latter novel design employed polypropylene cones to eliminate the dispersed liquid vortex produced by enhanced coalescence when solute transfer was out of this phase. Original observations were made of phase inversion in countercurrent contact; this phenomenon was used to characterise limiting capacities.

Mass transfer data were interpreted by comparing observed mass transfer coefficients with values calculated assuming the oscillating drop model. Although different coalescence-redispersion mechanisms pertained, disc-wetting properties had no significant effect on efficiency. Compared to non-mass transfer operation, axial mixing in both phases was greatly reduced when transfer was from

the dispersed to the continuous phase, because of enhanced coalescence, and greater with transfer in the opposite direction due to inhibition.

(Author) C.J. Mumford

102. Electrically Augmented Liquid-Liquid Extraction in a Two-Component System II - Multidroplet Studies

Authors: P.J. Bailes and J.D. Thornton
ISEC 74

Abstract: The behavior of a population of electrically charged droplets has been studied in a d.c. field with particular reference to droplet size and velocity. A limited number of mass transfer measurements were also carried out. The liquid-liquid system used was furfural/n-heptane so that the results were directly comparable with those reported previously for single droplet systems.

Whilst the droplet sizes were somewhat larger than those produced from an isolated nozzle, the velocities relative to the continuous phase were higher indicating the possibility of a redistribution of the space charge with a consequent enhancement of the average bulk field strength. Under conditions of low dispersed phase holdup, the average droplet velocity was found to be a unique function of the droplet size.

The extraction efficiency, as measured by the number of dispersed phase transfer units, was comparable with that observed in the case of single droplets and there

appears to be an optimum electrode spacing at which the number of transfer units increases rapidly with applied voltage. This effect is significant from the point of view of extractor development and merits further investigation.

(Author) P.J. Bailes

103. Effect of Electric Field on Mass Transfer Across a Plane Interface

Authors: P.V.R. Iyer und H. Sawistowski
ISEC 74

Abstract: It is shown that under suitable conditions the presence of electric charges in the interface may lead to the appearance of Marangonitype phenomena and hence to intensification of the rate of mass transfer. The presence of the phenomena has been confirmed visually by observation in a schlieren field and experimentally by their effect on mass transfer coefficients determined in a horizontal laminar contactor for transfer in partially miscible binary systems and of solute between two immiscible solvents. Increases in mass transfer rates of 20% to 1000% were observed depending on type of system, direction of transfer and polarity of interfacial charges. The mechanism of transfer was found to be more complex than anticipated by movement of charges in the bulk of the nonconducting phase.

(Author) P.V.R. Iyer

104. A Review of the Suitability of Solvent Extraction for the Reprocessing of fast Reactor Fuels

Authors: B.F. Warner, A. Naylor, A. Duncan, P.D. Wilson
ISEC 74

Abstract: The application of solvent extraction to the reprocessing of Fast Breeder Reactor fuel has previously been questioned on the grounds of radiation damage to the solvent. However, calculations suggest that in pulsed columns or centrifugal contactors, residence times and exposure to radiation would be low enough to permit satisfactory operation. The validity of this prediction has been largely confirmed by a small-scale counter-current trial in which a fuel solution containing over 5000 curies of fission products per litre was successfully processed through a first cycle incorporating the separation of plutonium from uranium.

The successful, if brief and small-scale, reprocessing of short-cooled FBR fuel has largely vindicated predictions that solvent extraction in short-residence contactors would be a suitable technology for reprocessing the fuel from FBR power stations. Valuable experience has also been gained in dissolving such fuel and conditioning feed solutions. It remains to be established that comparable performance can be achieved over a longer period and on the larger scale which would eventually be required.

(Author) B.F. Warner

105. Droplet Size Distribution and Interfacial Area in Agitated Contactors

Authors: D.R. Arnold, C.J. Mumford and G.V. Jeffreys
ISEC 74

Abstract: The prediction of drop sizes and interfacial areas in rotary agitated contactors is discussed, together with the shortcomings of usual methods especially with regard to the extension of mathematical models for batch systems to continuous ones. An empirical design equation has been developed which enables the prediction of mean drop sizes at various points in the Oldshue-Rushton Contactor to be made from a knowledge of column geometry, system properties and operating parameters where non-mass transfer conditions approximate to the real situation. Experimental results are correlated by the equation

$$\left(\frac{d_{32}}{D}\right) = 2.44 \left(\frac{H}{H_T}\right)^{-0.06} \left(\frac{V_I^2 D \rho_m}{\sigma_i}\right)^{-0.63} \left(\frac{V_K}{V_I}\right)^{0.18}$$

for the system toluene-water in a six inch diameter 16 compartment pilot scale unit.

The changes in drop size distribution up the column have been recorded for a range of operating conditions, and the distribution is shown to be log-normal.

Flooding of the column was investigated for a wide range of operating conditions. It is concluded that phase inversion normally takes place before flooding in the Oldshue-Rushton Column.

(Authors) D.R. Arnold

106. Mixing Effects in a Multi-Stage Mixer Column

Authors: J.Y. Oldshue, F. Hodgkinson, J.C. Pharamond
ISEC 74

Abstract: The use of multi-stage mixer columns, illustrated by the Oldshue-Rushton Column, involves a consideration of the effect of mixing in each of the stages. Mixing affects the throughput, the mass transfer rate and the interstage mixing. Full scale columns can have various proportions for the same extraction performance, and differ in geometry from small pilot plant columns. Batch emulsion break times can be used to qualitatively predict column throughput.

On scale up, pumping capacity and individual fluid shear rates scale up with different relationships

(Author) J.Y. Oldshue

107. Hold-up and Flooding in Reciprocating-Plate Extractors

Authors: M.M. Hafez, N. Nemecek and J. Prochazka
ISEC 74

Abstract: Mean drop size, hold-up of dispersed phase and flooding have been measured in two models of a reciprocating-plate extractor. The system used was water-trichloroethylene. Three different regimes of flow could be distinguished and special attention has been paid to the dispersion regime in the case of hold-up and the corresponding transition regime in the case of flooding,

respectively. A new correlation of the drop size has been proposed, based on the concept of homogeneous, isotropic turbulence. The close connection between the hold-up and power input has been emphasized. New types of correlation of hold-up data in the transition and emulsion type regions have been proposed. A comparison of results for three main types of perforated plates has shown distinct features of the individual types and the similiarity of behaviour of the reciprocating and pulsed extractors with the same conctructions of plates.

(Author) M.M. Hafez

108. The Techniques of Solvent Extraction Applied to the Treatment of Industrial Effleents

Authors: J.P. Cuer, W. Stuckens, N. Texier
ISEC 74

Abstract: Liquid-Liquid extraction of various industrial acid effluents by means of organic solvents allows recovery of the contained chromium (Cr VI).

In a comparison between amine solvents and TBP, the latter has shown much promise in its high extraction capacity under strong acid conditions, its stability in an oxydising medium and the case of recovery of the extracted chromium.

The process which is described permits recovery, under economically advantageous conditions, of 99,5 % of chromium Cr VI contained in industrial effluents of

various origins.

(Author) J.P. Cuer

109. Fission Product Behavior in a Two-Solvent Extraction System for Enriched Uranium

Authors: L.C. Lewis, K.L. Pohde
ISEC 74

Abstract: At the Idaho Chemical Processing Plant operated by Allied Chemical Corporation for the USAEC, the first solvent extraction cycle for uranium recovery uses tributyl phosphate in hydrocarbon diluent; the second and third cycles use methyl isobutyl ketone as the solvent. Data for decontamination of uranium from fission products will be displayed for aluminum alloy fuels, zirconium fuels, zirconium-aluminum alloy fuels blended, and stainless steel clad fast reactor fuels to indicate the performance of the two-solvent system. Decontamination factors will be compared to those for the Purex, Redox, and Hexone-25 processes. There are no process problems associated with the presence of two solvent systems in the same plant.

(Author) L.C. Lewis

110. Single Drop Oscillations and Mass Transfer

Authors: P. Nekovář and V. Vacek
ISEC 74

Abstract: An investigation of drop shapes and drop velocity was carried out for single oscillating drops falling through a stationary liquid continuous phase. Mutually saturated two component systems were studied as well as systems with a third component transferring from the drops. A novel technique was used to determine mass transfer rates.

During the oscillation period, the drop shapes are of a much more complex character than is supposed by spheroid approximation. Area variation was found to be significantly higher than is supposed by using the spheroid approximation. This should be noted in the evaluation of experimental as theoretical mass transfer data.

(Author) P. Nekovář

111. Control Studies on a Solvent Extraction Column

Authors: C.R. McDonald, W.L. Wilkinson
ISEC 74

Abstract: The dynamic behaviour and control of a multiple-mixer solvent extraction column are considered. A model is used which caters for backmixing effects and which does not involve the assumption of stage equilibrium. This model has been shown previously to be an adequate dynamic representation of columns of the type considered. The concentration response of the column to changes in feed concentration has been studied when the column is controlled by a single feedback loop. The effect of

changing the control point is considered.

The results show that feedback control is not satisfactory and a control system involving feedforward control is proposed as a more suitable arrangement for solvent extraction columns of this type. The results are also applicable to other types of contactor.

(Author) C.R. McDonald

112. Mass Transfer with Chemical Reaction in Liquid-Liquid Systems

Authors: C. Hanson, M.A. Hughes and J.G. Marsland
ISEC 74

Abstract: Attention is drawn to the importance of chemical kinetic resistances in determining overall rates of solute transfer in some solvent extraction processes and the analogy which can be drawn with heterogeneous liquid phase reactions such as aromatic nitration. Existing work is reviewed over the whole range and the methods of study critically considered. A theoretical model is developed to describe the overall rate of transfer when the process involves a fast reaction taking place in a reaction zone in the aqueous phase adjacent to the interface. This is applicable to aromatic nitration reactions under limited conditions and it is shown that the model could explain certain aspects of the rates of different metals extraction processes.

(Author) C. Hanson

113. The Influence of Chemical Reaction (Nitration) on the Rate of Surface Renewal at a Liquid-Liquid Interface

Authors: P.R. Cox and A.N. Strachan

ISEC 74

Abstract: The two phase nitration of chlorobenzene has been studied under mass transfer control conditions in a stirred reactor and a stirred cell. In both cases the fast reaction diffusional regime is observed, in which the reaction rate influences the concentration gradient of chlorobenzene in the acid phase at the interface, and hence the rate at which chlorobenzene is transferred into the acid phase and nitrated. Danckwerts plots yield values for the overall mass transfer coefficient of 2.10×10^{-3} and 2.29×10^{-3} cm/sec for the stirred reactor and stirred cell respectively.

With the stirred reactor, as the reaction rate constant decreases, the transition to the slow reaction diffusional regime and then to the kinetic regime is observed. However with the stirred cell, the expected levelling off of the mass transfer rate with decreasing reaction rate, corresponding to the onset of the slow reaction diffusional regime, does not occur. Instead the mass transfer rate falls continuously. In the absence of chemical reaction, the overall mass transfer coefficient is found to have the value 1.73×10^{-4} cm/sec. The conclusion is drawn that, with the stirred cell, chemical reaction promotes good surface renewal which the agitation alone is insufficient to maintain.

(Author) P.R. Cox

114. Transfer of Metal Nitrates Between Aqueous Nitrate Media and Neutral Organophosphorus Extractants

Authors: L. Farbu, H.A.C. McKay, A.G. Wain
ISEC 74

Abstract: The rate of transfer of uranyl nitrate between an aqueous continuum and rising droplets of tri-n-butyl phosphate (TBP) or tri-n-octyl phosphine oxide (TOPO) in Odourless Kerosene (OK), has been determined. Results have also been obtained for yttrium nitrate and TOPO/OK. All solutes were at low concentrations.

All the transfer rates measured were found to be of first order in the metal concentrations. In the uranyl nitrate/TBP case, the continuum \rightarrow drops rate constant (k') varied as $(\text{TBP})^2$, while the drops \rightarrow continuum rate constant (k) was independent of (TBP). The rate-determining step therefore involves formation or break-up of $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{TBP}$. In the uranyl nitrate/TOPO case there is a more complicated state of affairs, with k' varying relatively slowly with (TOPO), and k also depending on (TOPO); it is suggested that the transfer is diffusion-controlled. In the yttrium nitrate/TOPO case the few results obtained suggest an intermediate state of affairs.

(Author) L. Farbu

115. Calculation of Mass Transfer Coefficients in Extraction Columns under Non-Ideal-Flow Conditions

Authors: L. Steiner and S. Hartland
ISEC 74

Abstract: Because of complicated flow pattern the scale-up of extraction columns is difficult. In this paper the effect of backmixing is considered using digital simulation and mass transfer coefficients are calculated from the response to an impulse of soluble tracer. The results are tested on computer-simulated data to establish the accuracy which is necessary for evaluation of actual experiments.

The use of the digital simulation for generating concentration profiles in extraction columns makes it possible to consider the influence of backmixing in any routine calculation. The mass transfer coefficients necessary for such a calculation may be measured by the unsteady state technique in a column of any size without consuming large volumes of solvents. Computer tests show that the only condition necessary for such a measurement is a good analytical method giving results accurate to 0.5 %.

(Author) L. Steiner

116. Hydromatic Behaviour and Mass Transfer of Extraction Columns with Various Rotating Parts

Authors: S. Weiss, W. Spathe, R. Wurfel, D. Mohring
ISEC 74

Abstract: Different rotating parts are examined under the same conditions in an extractor of 200 mm diameter and an operating height of 1m, with the system water/phenol/butyl acetate

(water in continuous phase, butyl acetate in dispersed phase) . For rotary disc extractors, results concerning the mean drop diameter, the hold up, and the flow rate at the flooding point for different dimensions of the rotor discs and stator rings are reported, and propositions are presented for modelling of the drop diameter and the velocity at the flooding point.

A rotary disc extractor with favourable dimensions for mass transfer and flow rate is compared with other rotating parts: Stator rings and impellers of round bar steel; radial baffle plates (at least 9/10 of the cross sectional area of the column remains free), and impellers of round bar steel and flat steel, respectively. The drop diameter dependence on the stirrer speed and HTU-value dependence on the hold up and the mass transfer area are shown for the different rotating parts. Taking into consideration the mass transfer and flow rate, differences up to 50 % between the different rotating parts are found.

(Author) S. Weiss

117. Present Study and Development of Extraction Pulsed Columns

Authors: H. Rouyer, J. Lebouhellec, E. Henry, P. Michel
ISEC 74

Abstract: The few elements which were developed in this paper show that the pulsed column is an extractor which can be easily scaled up to a limit which is still not defined

but probably at least 1 m diameter without efficiency decreasing. Experiments are presently planned on such columns at CEA.

Studies have still to be carried out on the theoretical level, particularly to establish models where the wettability of materials could be considered, which would allow to establish some new and more universal correlation equations for throughput. Nevertheless, qualitative knowledge acquired already allows to direct column optimization studies for which the type of materials can have great importance, in particular, in connection with flow ratios required by the processes. It can be noticed particularly that the behavior of certain columns could be changed considerably by modifying the type of plates and their geometry.

On a practical level, an effort has still to be made concerning large column technology. However, up to a 600 mm diameter, specific flowrates can be high - 2 to 6 $l \cdot h^{-1} \cdot cm^{-2}$ and pulsed columns can be sized only after technical criteria and not practical ones, as, for example, making maintenance in the column easier, which an advantage with respect to agitated columns.

On the economic level, the comparison was limited to the simple example of equipment cost. Obviously many other elements must be considered, but the high volumic efficiency of pulsed columns represents undoubtedly an important advantage in most cases.

(Author) H. Rouyer

118. Liquid Flow Study in the Cross-Section of ARD Extractor

Authors: B. Seidlová, T. Mišek

ISEC 74

Abstract: The cross components of liquid movement in ARD extractor are responsible for the transport of liquids from the mixing zone to the separating zone, for the cross mixing and the residence time in both zones. The distribution of the velocities over the cross-section influences deeply the longitudinal mixing effects and other important characteristics of the apparatus.

The measurement of the velocity distribution has been performed using an indicating particle. The diameter of the equipment used was 250, 2 290, 2800 and 4 000 mm. Important conclusions have been drawn, enabling to evaluate the critical equipment size, the mixing conditions in the compartment and the settling conditions.

(Author) B. Seidlová

119. Performance of Centrifugal Extractors

Authors: D.B. Todd and G.R. Davies

ISEC 74

Abstract: The design and operation of Podbielniak type centrifugal liquid-liquid extractors are described. Performance data on extraction efficiency, capacity, and residence time distribution are presented on a new more compact, more portable, and more versatile pilot ex-

tractor, which is capable of operation with centrifugal forces up to 10 000 G's. These data are compared with similar information on commercial centrifugal extractors, covering the combined throughput range from 0.1 to 100 m³/hr.

(Author) D.B. Todd

120. Solvent Extraktion HNO₃-HF aus der SS-Beizlösung

Autoren: U. Kuylenstierna, H. Ottertun
Internationale Solvent Extraktions Konf. Lyon 1974

Abstract: Es wird ein Solvent-Extraktions-Prozeß für die Rückgewinnung der Säuren und Metalle aus Waste-Lösungen beschrieben. Die Beizsäuren, die einwertigen Säuren HNO₃ und HF werden extrahiert mit TBP. Die im Raffinat enthaltenen Metalle werden ausgefüllt.

Anschließend wird für diesen Prozeß eine Auswertung von den experimentellen Ergebnissen einer Pilot-Anlage mit den beiden Mixersettler und den pulsierenden Siebplatten-Kolonnen beschrieben. Die Anlage steht in Söderfors, Schweden.

121. Mass Transfer Studies Across Liquid/Liquid Interfaces
(Use of an Analytical Ultracentrifuge)

Authors: S.Chandrasekhar and H.E. Hoelscher
AIChE Journal, Vol. 21, Nr. 1, January 1975

Abstract: Experimental data have been obtained using an Analytical Ultracentrifuge, in regions much closer to the interface in immiscible liquid/liquid systems than have hitherto been reported. The water/toluene system was investigated with acetic and propionic acids as the transfer solutes. The direction of mass transfer was from the water to the toluene phase. The data derived from the study indicates that the maximum mass transfer flux in the water/toluene system occurs, not at the interface, but at regions further away from it and that the water/toluene system offers significant interfacial resistance of about 10^4 s/cm to the transfer of acetic and propionic acids. The water/n-butanol system was also studied and found to offer negligible resistance to the transfer of acetic acid across the interface.

Diffusion coefficients for ethylene glycol, glycerol, and n-butanol in water were also determined with the Ultracentrifuge. The values derived in this study were reproducible to within 5% and were in close agreement with those derived from classical diffusion experiments.

(Authors) S. Chandrasekhar

122. Reprocessing Development for HTGR Fuels

Authors: C.A. Heath and M.E. Spaeth
General Atomic Project O852 - Ga-A13279, Februar 1975

Abstract: The High-Temperature Gas-Cooled Reactor (HTGR) is a thermal reactor concept now being introduced into the

utility industry. It provides high efficiency, improvements in reactor safety characteristics, and the implementation of an additional energy source by the use of thorium. The HTGR uses helium as the coolant and graphite as the moderator and core structural material. The fuel cycle employs uranium highly enriched (93%) in U-235 for the initial and makeup fissile material, thorium as the fertile material, and U-233 as the bred material, which is recovered for recycle to the reactor.

The technology required for the recycle of the bred U-233 in the HTGR fuel includes reprocessing to extract the valuable fissile materials in the spent fuel from the fission product wastes and refabrication to manufacture the U-233 back into fuel elements for further use. This paper describes the development program being undertaken for reprocessing of HTGR fuels. Most of the work described is being performed at General Atomic Company as part of the Thorium Utilization Program funded by the U.S. Energy Research and Development Administration.

(Author) C.A. Heath

123. Mass Transfer in Packed Liquid-Liquid Extraction Columns

Authors: R.P. Verma and M.M. Sharma
Chemical Engineering Science, 1975, Vol. 30, pp.279-292

Abstract: The mass transfer characteristics of 3·5, 7·3, 10·16

and 15.6 cm i.d. packed liquid-liquid extraction columns were studied with a variety of packing such as, 3/8, 1/2 and 1 in. ceramic Raschig rings, 5/8 in. stainless steel Raschig rings, 1/2 and 1 in. ceramic Intalox saddles, 5/8 and 1 in. stainless steel Pall rings, and 1 in. polypropylene Intalox saddles and Pall rings. Some data were also obtained for the co-current mode of operation (up-flow) for packed columns and without packings. In addition the mass transfer characteristics of a packed extraction columns with film flow were studied.

The theory of extraction accompanied by a fast pseudo-first order reaction was employed to measure the values of effective interfacial area. The values of overall (continuous and/or dispersed phase) mass transfer coefficient were measured by the Colburn-Welsh technique. A fairly wide range of physical properties of the two phases was covered.

The values of overall (continuous phase) mass transfer coefficient and effective interfacial area for new packings such as Pall rings and Intalox saddles, under otherwise similar conditions, are only about 10 and 35 per cent higher, respectively, than those provided by the conventional packings of the same nominal size. However, the flooding velocities for the newer packings are as much as 80 per cent higher than those for the conventional packings of the same nominal size.

(Author) R.P. Verma

124. Anlage für die Lösungsmittelrückgewinnung

Autor: J.W. Drew

Chem.Eng.Prozeß, Vol. 71, Nr. 2, Februar 1975

Abstract: Für die Planung einer Anlage zur Wiederverwendung eines Lösungsmittels wird von den wichtigsten Angaben berichtet.

In dieser Kurzfassung wird jedoch nur der Bereich Extraktionskolonne mit der entsprechenden Materialbilanz und dem McCabe-Thiele-Diagramm näher betrachtet. Die Materialbilanz ist in Abb. 5 zu sehen.

125. CHEMISCHE KINETIK - Stoffübergang an der Grenzfläche bei der Extraktion von Spurenmengen an sechswertigem Uran und vierwertigem Plutonium durch Tributylphosphat

Autoren: P. Moszkowicz und T. Kikindai

Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences Paris, Tome 280 (Série C), Nr. 6 (10. Februar 1975)

Abstract: Die Extraktionsreaktionen des sechswertigen Urans und vierwertigen Plutoniums durch Tributylphosphat (TBP) an der Grenzfläche sind Reaktionen erster Ordnung bezogen auf die neutralen Spezies des Metalls in der wässrigen Phase und zweiter Ordnung bezogen auf den Extraktanten. Der begrenzende Schritt ist die Komplexbildung an der Grenzfläche durch zwei TBP-Moleküle. Der Einfluß der Temperatur wurde untersucht.

Die Extraktionskinetik von sechswertigem Uran und vierwertigem Plutonium in Salpetersäure wurde mit Hilfe von Tributylphosphat (TBP) untersucht. Uran und Plutonium

kommen in Spurenmengen vor (Konzentration bei etwa $10^{-6}M$).

Es wurde die sogenannte "Eintropfenmethode" (1) benutzt (damit ist ein Stoffübergang durch die im wesentlichen konstante Oberfläche eines Tropfens möglich, der die Form einer starren Kugel besitzt) und die Anfangsgeschwindigkeit des Übergangs des Gelösten im Falle seiner Extraktion aus der wäßrigen Phase in die organische Phase untersucht, die dann als Dispersion von Einzeltropfen vorliegt.

Es wurde gezeigt, daß der begrenzende Schritt des Übergangsprozesses die chemische Reaktion an der Grenzfläche ist. Die Ordnung dieser Reaktion bezogen auf verschiedene Systembestandteile wurde gemessen.

(Autor) P. Moszkowicz

126. Flüssig-Flüssig-Extraktion in einer mehrstufigen vibrierenden Scheibenkolonne

Authors: K. Tojo, K. Miyunami, T. Yano

Journal of Chemical Engineering of Japan, Vol.8, Nr.2, 1975

Abstract: Mass transfer characteristics of a multistage vibrating disk column are studied for the extraction of methyl isobutyl ketone-acetic acid-water system.

The disk vibration definitely increases the mass transfer rate, and in the high vibration range the over-all mass transfer capacity coefficient becomes nearly three times that in the absence of disk vibration.

The increase in mass transfer rate by disk vibration is mainly caused by the increase in dispersed-phase holdup and the decrease in droplet size, and the resulting remarkable increase in interfacial area.

Mass transfer characteristics of the MVDC for liquid-liquid extraction have been investigated with an emphasis on the effect of disk vibration and the following conclusions have been obtained.

- 1) The overall continuous-phase mass transfer capacity coefficient $K_c a$ at the highest vibrating speed in this experiment becomes nearly three times as large as that in the absence of disk vibration.
- 2) The increase in $K_c a$ by disk vibration is mainly caused by the increase in dispersed-phase holdup and the decrease in drop diameter and the resulting remarkable increase in interfacial area.
- 3) The mass transfer coefficient in the presence of disk vibration is approximately proportional to the droplet diameter of the dispersed phase.

(Author) K. Tojo

127.

Der Stofftransport in Abhängigkeit der Frequenz
in einer mehrstufigen vibrierenden Scheibenkolonne
mit Gegenstrom

Autoren: K. Tojo, K. Miyanami, T. Yano
Journal of Chemical Engineering of Japan, Vol.8, Nr.2, 1975

Abstract: The mass transfer characteristics of a multistage vi-

brating disk column with countercurrent liquid-liquid flow have been investigated in our previous work, and it has been shown that the enhancement in mass transfer efficiency is caused mainly by an increase in dispersed-phase holdup, a decrease in droplet size and the resulting remarkable increase in interfacial area between the phases.

The flow pattern of the dispersed phase seems to be controlled by the vibrating velocity of the disks and hence the enhancement in mass transfer can be naturally considered to be affected by the wave form of disk vibrating. Most studies of columns with vibrating disks or reciprocating plates, however, have dealt with only one kind of wave form of vibration, and the effects of the wave form on mass transfer efficiency have hardly been studied.

In this paper, the effects of various forms of disk vibration on liquid-liquid mass transfer efficiency are reported, and a correlation between the mass transfer capacity coefficient and a characteristic factor of the wave form of disk vibration is given.

The effect of the wave forms of disk vibration of the MVDC on liquid-liquid extraction efficiency has been investigated by using trapezoidal, sinusoidal and triangular vibration.

The effect of the vibrating wave form on mass transfer rate is appreciable. Among the three kinds of wave form, trapezoidal vibration is most effective. The effect of vibrating wave forms on mass transfer rate can be characterized by the factor n defined by Eq. (3). The overall mass transfer capacity coefficient based on the continuous phase, $K_c a$ has been correlated in

terms of the power given to the fluid by the vibrating disk.

(Author) K. Tojo

128. Mathematical Simulation of the Extractive Reprocessing of Nuclear Fuel
3. Redox Reextraction Using Iron Salts

Authors: A.M. Rozen, M. Ya. Zel'venskii, I.V. Shilin
Soviet Atomic Energy 38, 1975, Nr. 6

Abstract: Processes of separative reextraction play an important part in radiochemical technology; they are used to separate plutonium and neptunium from each other and from uranium. However, the mathematical extraction model developed in earlier treatments (1-4) is insufficient for describing these processes, since it takes no account of the kinetics of redox reactions.

The aim of the present investigation was to develop a mathematical model and a computing algorithm for the redox reextraction of neptunium and plutonium with due allowance for the kinetics of the chemical reactions in the aqueous phase, and also to analyze the influence of the basic parameters of the process on its efficiency, leading to a rational choice of the optimum conditions of operation. As redox reagent we took the Fe^{2+} - Fe^{3+} system, for which a relatively large number of kinetic data have been published; however, the algorithm developed in this connection is of a general character, and may be used for processes involving other nonextracted redox reagents.

(Author) A.M. Rozen

129. The Influence of Mass Transfer on Wetting in a Liquid-Liquid-Solid System

Authors: A.B. Ponter, S. Vijayan, E.R. van Ouwenaller
Verfahrenstechnik 9, 1975, Nr. 5

Abstract: In general, extraction processes are operated in two steps, namely the contacting of liquid phases with mass transfer taking place across the interface, followed by the separation of the phases. As to extraction equipment, packed beds are often utilized to promote mass transfer and emulsion cartridges are used to assist coalescence. In the separating sections of a Scheibel column, it has been demonstrated that optimum separation is obtained when the packing material is wetted by the dispersed phase(1, 2). Here coalescence of droplets takes place on the packing surface to give a liquid film which flows as rivulets before final detachment to give drops at the downstream end. Davies et al (3) have published contact angles for a binary system at equilibrium to explain the wetting effects observed in the separating section of a Scheibel column.

The present investigation intends to ascertain whether unfavourable wetting changes occur during mass transfer from one liquid phase to the other at low solute concentrations.

This problem is not only of academic interest but describes an actual situation in the coalescing section where equilibrium has not quite been established, i.e. where some residual mass transfer takes place. The benzene-water-ethanol system with transfer of ethanol taking place to and from the continuous to

the drop phase was studied. The solid surfaces employed were glass and polytetrafluoroethylene, representing both high and low energy systems.

(Author) A.B. Ponter

130. Untersuchung zur Auslegung von Füllkörperkolonnen mit geschütteter Füllung
Teil A: Fluiddynamische Berechnung

Autor: H. Kleinhüchelkotten
Verfahrenstechnik 9, 1975, Nr. 6

Abstract: Im Rahmen dieser Arbeit wurden die in den letzten Jahren veröffentlichten Versuchsergebnisse verschiedener Autoren sowie Füllkörperhersteller ausgewertet.

Anhand von über 1 000 Versuchspunkten wurde die Gültigkeit vorhandener Berechnungsmethoden für die Ermittlung der Flutgrenzbelastung und des Druckverlustes für elf gebräuchliche Füllkörperarten und insgesamt 44 verschiedene Größen überprüft, teilweise korrigiert und erweitert. Für die Druckverlustberechnung wurde ein Gleichungssystem entwickelt, das für alle untersuchten Füllkörpertypen und -größen gegenüber den bisher bekannten Methoden für einen wesentlich größeren Belastungsbereich gute Resultate liefert.

Für zehn Größen der eingesetzten Füllkörperarten lagen keine Versuchsergebnisse vor, hier wurden die spez. Größen und Koeffizienten durch Interpolationen ermittelt.

Die Vorausberechnung des Flüssigkeitsinhalts (hold up) der Packungen wurde ebenfalls überprüft, wobei anhand der Meßergebnisse ein vorliegendes Berechnungsverfahren soweit korrigiert wurde, daß in weiten Belastungsbereichen gute Annäherungen an die Meßwerte erzielt werden.

(Autor) H. Kleinhüchelkotten

131. Ausführung und Erfahrungen mit pulsierten Siebboden-Extraktoren über 1 Meter Durchmesser

Autoren: H.W. Brandt, K.H. Reissinger, J. Schröter
Verfahrenstechnik 9, 1975, Nr. 8; S. 383

Abstract: Durch die ständig zunehmende Bedeutung der Flüssig-Flüssig-Extraktion für großtechnische Trennprobleme in den letzten Jahren wurde die Weiterentwicklung von pulsierten Siebboden-Extraktionskolonnen in Durchmesserbereichen über 1 m zu einer dringenden Aufgabe. Zusammen mit namhaften Apparatebauunternehmen wurde eine Testkolonne NW 2000 entwickelt. Diese Kolonne diente zu Untersuchungen des ölhydraulischen Pulsationsaggregates sowie zu hydrodynamischen Messungen an den Siebböden. Bei den Versuchen konnte eine optimale Pulsiercharakteristik ermittelt werden.

Diese Versuche und erste Betriebserfahrungen ergaben Abdichtungsprobleme des Pulsierkolbens, so daß ein neues Konzept entwickelt wurde, wonach der Kolben als ein nur gegen das Hydrauliksystem abgedichteter Verdrängerkolben arbeitet.

Aufgrund der Versuche wurden PSE-Kolonnen bis zu Durchmessern von 2,5 m gebaut.

Die von diesen Anlagen vorliegenden Betriebsergebnisse werden diskutiert besonders hinsichtlich der Übertragbarkeit von Laborversuchsergebnissen auf technische Kolonnen großer Abmessungen.

(Autor) H.W. Brandt

132. Die Bestimmung von Stoffaustauschkoeffizienten und deren überschlägige Bestimmung beim Auftreten von Grenzflächeninstabilitäten

Autoren: R. Marr, F. Moser
Chemie-Ing.-Techn., 47. Jahrgang, 1975, Nr. 14

Abstract: Bei der Berechnung der Apparatehöhe von Extraktionskolonnen nach dem Stoffaustauschkonzept sind vor allem die Stoffaustauschfläche und die Stoffaustauschkoeffizienten schwierig zu bestimmen. Während für einige Extraktortypen die Hydrodynamik bekannt ist und damit die Stoffaustauschfläche berechnet werden kann, liegen für die Berechnung der Stoffaustauschkoeffizienten in der Literatur lediglich einige Korrelationen vor.

In dieser Arbeit wird gezeigt, wie man ausgehend von der Überlegung, daß sich der Tropfen während des Stoffaustausches verändert, der Definition nach verschiedene Stoffaustauschkoeffizienten aus experimentellen Daten bestimmen kann. Die zeitliche Änderung der Dispersphasenkonzentration einer Komponente im Tropfen $d(V_d c_d)/dt$ ist gleich der mit der Eintrittskonzentration c_{d0}

zuströmenden Menge dV_d/dt , vermindert durch die während der betrachteten Zeit übergegangenen Stoffmenge j :

$$\frac{d(V_d c_d)}{dt} = -j + \frac{dV_d}{dt} c_{d0} \quad (1)$$

Diese Formel gilt sowohl für den sich bildenden als auch für den sich bewegenden Tropfen. Beim Tropfensteigen oder -fallen ist die zweite Term der rechten Gleichungsseite Null. Setzt man für j als ausgetauschte Stoffmenge

$$j = \beta_{tot} d F A c_d \quad (2)$$

in Gl. (1) ein, so kann man aus experimentellen Daten Stoffaustauschkoeffizienten berechnen.

Die Experimente wurden durchwegs an Einzeltropfen in einer Tropfensäule durchgeführt, wobei die Tropfenoberflächen und die Konzentrationsänderungen in Abhängigkeit von der Tropfensteigzeit bestimmt wurden. Die Tropfenlaufhöhen wurden zwischen 0,25 und 150 cm variiert.

Diese Ergebnisse sollen zeigen, wie man zeitabhängige und zeitunabhängige Stoffübergangskoeffizienten auch bei grenzflächeninstabilen Systemen bestimmen kann, um so nach dem Stoffaustauschkonzept die Apparathöhe von Extraktoren bestimmen zu können.

(Autor) R. Marr

133. Auslegung und Betrieb einer pulsierenden Füllkörperkolonne

Autor: A.J.F. Simons

Chemie-Ing. Technik , 48. Jahrg., 1976, Nr. 5

Abstract: In der Prozeßtechnik wird die Flüssig/Flüssig-Extraktion

(FFE) z.B. Abtrennung einer oder mehrerer Komponenten aus einem flüssigen Gemisch oder zur Reinigung von Prozeßströmen angewandt. Seit 1970 wird für FFE von DSM eine pulsierende Füllkörperkolonne (PFK) benutzt, weil mit diesem Apparat: a) das Gegenstromverfahren angewendet wird, b) die Längsvermischung gering ist, c) die Verteilung der dispersen Phase im Querschnitt gleichmäßiger ist, d.h. die spezifische Stoffaustauschfläche geregelt werden kann und e) der Maßstabfaktor gleich eins ist, d.h. bei Vergrößerung des Kolonnendurchmessers wird keine Vergrößerung der Länge erforderlich, um die gleiche Extraktionswirkung zu erreichen. f) Das Extraktionsverfahren ist billiger.

Die Auslegung der Kolonne und des Pulsators soll aber in der richtigen Weise geschehen, um diese Vorteile völlig ausnützen zu können.

Die Hauptabmessungen der PFK sind: der Kolonnendurchmesser D_K und die Kolonnenhöhe H . Für die Bestimmung des Kolonnendurchmessers soll man neben dem Durchsatz die Maximalwerte der Phasengeschwindigkeiten kennen. Diese werden bestimmt durch die charakteristische Tropfengeschwindigkeit u_0 und den Holdup α der dispersen Phase. Die charakteristische Geschwindigkeit u_0 wird hauptsächlich durch die Größe des Tropfendurchmessers d_{vs} und durch die Dichtedifferenz $\Delta \rho$ der beiden Phasen bestimmt.

Die Kolonnenhöhe H hängt ab von der Anzahl der Übertragungseinheiten (NTU). Sie wird durch das Systemgleichgewicht, das Verhältnis der Volumenströme und den angestrebten Austauschgrad bei gegebener Zulaufkonzentration bestimmt und ist apparatunabhängig. Weiter ist sie abhängig von der wahren Höhe einer Übertragungseinheit (HTU_w) und von der spezifischen Stoffaustauschfläche $\alpha = 6 \ell \alpha / d_{vs}$ und von dem gesamten Stoffübergangskoeffizienten K_0 , der eine Funktion des Tropfen-

durchmessers ist. Darüber hinaus ist die Kolonnenhöhe eine Funktion der Höhe einer Dispersionseinheit (HDU). Zur Auswertung der Dispersionseinheit muß man die Bodenstein-Zahlen der Phasen kennen ($B_0 = u_H/E$). Die Längsvermischung, charakterisiert durch F_k und E_d , hängt ab von der Pulsationsgeschwindigkeit und von der Größe der Füllkörper. Darüber hinaus muß eine Mindestpulsationsgeschwindigkeit vorgelegt werden, um eine einheitliche Verteilung der dispersen Phase über den Kolonnenquerschnitt zu gewährleisten.

Das Herz einer PFK ist der Pulsationsmechanismus. Abhängig von dem Maßstab und den Prozeßverhältnissen wird von DSM einer der folgenden drei Apparate verwendet:

- a) der pneumatische Pulsator,
- b) der Pumpenpulsator mit Pufferbehälter,
- c) der Pulsator mit Gaspuffer.

Schon mehr als 12 PF-Kolonnen mit Durchmesser von 1 bis 2,7 m gemäß der DSM-Auslegung sind in Betrieb; dabei wird meistens der Pumpenpulsator verwendet. Staricarbon BV, DSM, Geleen kann Auskünfte geben über die Auslegung einer PFK und den zugehörigen Pulsator.

(Autor) A.J.F. Simons

134. Zur Optimierung von Anlagen und Verfahren durch Auswertung von Tracereexperimenten

Autor: B. Gorski

Chem. Technik, 28. Jahrg., Heft 2, Februar 1976

Abstract: Die gezeigten Beispiele deuten an, daß die Möglichkeiten des Einsatzes radioaktiver Isotope als Tracer für Unter-

suchungen in der industriellen Technik sehr vielfältig sind. Von den in der DDR eingesetzten radioaktiven offenen Präparaten (d.h. als Tracer, ohne radiometrische Methoden) kommen auf technologische und Prozeßuntersuchungen mehr als 20 %.

(Autor) B. Gorski

4. Literatur-Register

4.1 Lehrbücher

4.2 Übersichtsartikel

4.1 Lehrbücher

- | | | |
|------|---|-----------------------------------|
| L 1 | Nuclear Chemical Engineering | Benedikt & Pigford |
| L 2 | Extraktive Aufarbeitung bestrahlter Kernbrennstoffe | Niese, Beer, Naumann Köpsel |
| L 3 | Nuclear Science and Technology 1
Chemical Processing of Reaktor Fuels | Flagg |
| L 4 | Reaktor Handbook - Second Edition
Volume II - Fuel Reprocessing | |
| L 5 | Chemical Engineering Series
Liquid Extraktion - Second Edition | R.E. Treybal |
| L 6 | Chemical Engineering Handbook | Perry, Chilton |
| L 7 | Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, 2. Auflage | W. Vauck, H. Müller |
| L 8 | Lehrbuch der chem. Verfahrenstechnik | Autorenkollektiv |
| L 9 | Engineering of Nuclear Fuel Reprocessing | V. Long |
| L 10 | Chemical Engineering Series
Mass Transfer Operations
Second Edition | R.E. Treybal |
| L 11 | Physikalische Grundlagen der Verfahrenstechnik | P. Grassmann |
| L 12 | Beispiele und Übungsaufgaben zur chem. Verfahrenstechnik | K. Pawlow, P. Romankow, A. Noskow |
| L 13 | Stoffaustausch einschließlich chem. Reaktionen | H. Bauer |
| L 14 | Allgemeine Grundlagen der Verfahrens- und Reaktionstechnik | G. Luft |
| L 15 | Verfahrenstechnik (Grundoperationen)
Flüssig-Flüssig-Extraktion (Band 2) | Dr. E. Müller |
| L 16 | Einführung in die chemische Verfahrenstechnik | Grassmann, Widmer |
| L 17 | Neue Fortschritte bei der Flüssig-Flüssig-Extraktion | C. Hansen |

4.2 Übersichtsartikel

- | | | |
|------|---|--------------------------------------|
| F 1 | Uranium Recovery Technical Manual
Hanford Works - HW 31000 | |
| F 2 | Verfahren, Apparate, Einfluß der
Phasenstromverhältnisse und Stufen-
zahl auf Stoffaustausch und Stoff-
trennung | W. Diefenbacher |
| F 3 | Flüssig-Flüssig-Extraktion
Teil 1: Berechnungsgrundlagen | H. Schreiner |
| F 4 | Extraktionsapparate - Einsatz,
Problematik der Berechnung | W. Strobel |
| F 5 | Solvent Extraktion
Theory, Equipment, Commercial Opera-
tions and Economics | C. Hansen |
| F 6 | Flüssig-Flüssig-Extraktion
Grundlagen der Apparateberechnung | H. Schreiner |
| F 7 | Entwicklungstendenzen bei der wäßri-
gen Aufarbeitung bestrahlter Kern-
brennstoffe | G. Koch |
| F 8 | Auswahlkriterien von Kolonnen
Teil I | C.J.Heckmann |
| F 9 | Entwicklungstendenzen auf dem Gebiet
der Extraktionsapparate
Wirkungsweise, Arbeitsbereich und
Austauschgrad | A. Bahr, K. Hoppe,
D. Glauch |
| F 10 | A Rate Approach to Design of Perforated-
Plate Extraction Columns | A.Skelland,W.Conger |
| F 11 | Mise en oeuvre industrielle de
l'extraction liquide-liquide | P. Michel |
| F 12 | Elements pour l'étude et le
développement de l'utilisation des
colonnes pulsées | H. Rouyer,
J.Lebourhellec,F.Henry |

- | | | |
|------|---|--|
| F 13 | Verfahren der Flüssig-Flüssig-Extraktion | E. Müller |
| F 14 | Performance of Extraktion Equipment in the WAK-Pilot Plant | K. Happert, W. Issel,
W. Knoch |
| F 15 | Extraktionsapparate bei der Wiederaufbereitung von Kernbrennstoffen (Teil 1 + 2) | H. Goldacker |
| F 16 | Stoffaustauschuntersuchungen in Extraktionsapparaten für Dreiphasensysteme flüssig-flüssig-fest | H.J. Maaß |
| F 17 | Zum oberen Grenzdurchsatz bei Extraktoren | S. Weiß, R. Würfel |
| F 18 | Zur Auslegung von Apparaten der Flüssig/Flüssig-Extraktion | K. Bauckhage, H. Bauermann
E. Blas, H. Sauer, M. Stöling,
J. Tenhumberg
H. Wagner |
| F 19 | Liquid-Liquid Extraction the Process, the Equipment | P. Bailes, C. Hansen,
M.A. Hughes |

5. Autoren-Register

Es bezieht sich nur auf veröffentlichte Aufsätze in Zeitschriften und Konferenzberichten unter gleichzeitiger Nennung der Co-Autoren.

Al-Hemiri, A. 11; 101
Angelino, H. 97
Ambrose, P.T. 94
Arnold, D.R. 105

Babb, A.L. 13; 14; 16; 20; 43
Bahr, A. F 9
Bailes, P.J. F 19; 102
Baird, M.H.I. 88; 100
Balasubramanian, G.R. 74; 75
Barnea, E. 92
Bauckhage, K. F 18
Bauermann, H.D. F 18; 72
Baumgärtner, F. 47
Bell, R.L. 43
Berg, von, R.L. 7
Beyer, G.H. 2
Blass, E. F 18; 72
Borell, A. 97
Bourne, J.R. 95
Brandt, H.W. 131
Brinkten, G.P. 59
Brooks, H. 30
Burge, D.A. 68
Burns, P.E. 35
Bürger, L. 3

Cao, S. 99
Cavers, S.D. 94
Centeno, J. 55; 56
Čermák, J. 63
Challe, J. 24
Chandrasekhar, S. 121
Chantry, W.A. 7
Choudhury, P.R. 94
Clements, W.C. 68
Cochran, H.D. 66
Choffe, B. 11
Cohen, R.M. 2

Conger, W.L. F 10
Cox, P.R. 113
Cuer, J.P. 108

Daley, F.L. 15
Davies, G.R. 119
Defives, B. 11
Detilleux, E. 55; 56
Diefenbacher, W. F 2
Drew, T.B. 6
Drew, J.W. 124
Duncan, A. 104
Durandet, J. 11
Dutt, D.K. 44
Dworschak, H. 99

Farbu, L. 114
Fernandez, J.A. 17
Finstertwalder, L. 38; 47
Fish, L.W. 94
França, J.M., jr. 83
Freiwald, R. 24
Frignet, G. 18

Gallupi, F. 17
Geankopolis, C.J. 26
Geel, van, J. 55; 56
Geens, L. 22; 23
Giles, J.W. 57
Gladel, Y.L. 11
Glauch, D. F 9
Goldacker, H. / F 15
Gopalakrishna, V. 75
Gorski, B. 134
Grassmann, P. 61
Gusset, E. 36
Gustafsson, B. 56

Hafez, M.M. 77; 78; 107
Hall, A. 21; 99
Hanford;Works F 1
Hannaford, B.A. 66
Hansen, C. 35; 57; 112; F 5; F 19
Happert, K.L. F 14
Hartland, S. 115
Hausberger, E. 71
Hazlebeck, D.E. 26
Heath, C.A. 122
Hechmann, C.J. F 8
Heinz, W. 56
Henry, E. 117; F 12
Hixson, A.W. 1; 6
Hodgkinson, F. 106
Hölscher, H.E. 121
Hoppe, K. F 9
Hughes, M.A. 112; F 19
Husung, G. 80

Iyer, P.V.R. 103
Ingham, J. 95
Issel, W. F 14
Ivanov, V.D. 93
Jealous, A.C. 8
Jeffreys, G.V. 60; 105
Johannisbauer, W. 84
Johnson, H.F. 8
Joseph, C.J. 55; 56

Karpacheva, S.M. 93
Kantha, P.K.S. 86
Kee, C.W. 66
Kinter, R.C. 50
Kikindai, T. 125
Kleinhüchelkotten, H. 130
Klička, V. 63
Knoch, W. F 14
Knox, K.L. 6
Koch, G. F 7
Korger, M. 65
Křížek, F. 65
Kumar, S.V. 85; 86
Kuylenstierna, U. 120

Larkin, M.J. 54
Lazzaretto, G.F. 21
Lebourhellec, J. F 12; 117
Lelli, U. 67
Lewis, L.C. 109
Licht, W. jr. 4
Logsdail, D.H. 10
Lowe, J.T. 39
Lowrie, R.S. 15

Maaß, H.J. F 16
Magelli, F. 67
Mar, B.W. 13; 14
Marr, R. 80; 132
Marsland, J.G. 57; 112
Maru, H.C. 50
Mattila, T.K. 91
McDonald, C.R. 111
McKay, H.A.C. 114

McNab, G.S. 94
McNeese, L.E. 98
Mehner, W. 64
Messano, J. 83
Meyer, D. 92
Michel, P. F 11; 117
Misék, T. 40; 76; 118
Mishra, J.C. 44
Miyanami, K. 126; 127
Miyazuchi, T. 27; 70
Mizrahi, J. 92
Mögli, A. 36; 95
Mohring, D. 116
Moser, F. 80; 132
Mostafa, H.A. 79
Moszkowicz, P. 125
Müller, E. F 13; 64
Mumford, C.J. 60; 101; 105
Muratet, G. 97
Muratov, V.M. 93

Nadkarni, M.N. 75; 86
Naylor, A. 54; 104
Nekovar, P. 110
Nemecek, N. 87; 107
Nitsch, W. 31; 46; 73
Nordberg, S. 19

Olander, D.R. 28
Olcott, T.W. 25
Oldshue, J.Y. 106
Orlicek, A.F. 62
Orth, D.A. 25
Ottertun, H. 120
Otto, W. 51
Ouwenaller, van, E.R. 129

Pansing, W.F. 4
Patient, D.A. 33
Perez-Sanchez, J. 21
Pharamond, J.C. 106
Pike, F.P. 58
Pillai, P.R.R. 85
Ponter, A.B. 129
Procházka, J. 52; 77; 78; 87; 107
Pushlenkov, M.F. 41; 48

Raab, M. 73
Raginsky, L.S. 93
Rajagopalan, S. 85
Ramanujam, A. 75
Redon, A. 21
Reiche/t, W. 69
Reissinger, K.H. 131
Reshet'ko, Yu.V. 89; 90
Richland 3
Ritcey, G.M. 100
Rohde, K.L. 109
Roth, B.F. 45
Rouyer A.M. F 12; 117
Rowden, C.A. 96
Rozen, A.M. 89; 90; 128
Ryon, A.D. 15

Sama, C. 67
Sauer, H. F 18
Sawistowski, H. 103
Schreiner, H. F 3; F 6
Schröter, J. 131
Scuffham, J.B. 96
Sege, G. 5
Sehmel, G.A. 20
Seidlová, B. 118

Setterwall, F. 32
Sharma, M.M. 123
Sharp, B.M. 30
Shchepetil'nikov, N.N. 41; 48
Sheloumov, M.V. 83
Shilin, I.V. 128
Simonis, H. 53
Simons, J.F. 59; 133
Skelland, A.H.P. F 10
Slater, M.J. 81
Sleicher, G.A, jr. 12
Smith, M.I. 1
Smoot, L.D. 13; 16
Smutz, M. 30
Sonavane, R.R. 86
Spaay, N.M. 59
Spaeth, M.E. 122
Spathe, W. 116
Srinivasan, N. 74; 75; 86
Steiner, L. 115
Stölting, M. F 18
Strachan, A.N. 113
Strobel, W. F 4
Stuckens, W. 108
Swift, W. 3

Tenhumberg, J. F 18
Texier, N. 108
Thornton, J.D. 9; 10; 29; 102
Todd, D.B. 119
Tojo, K. 126; 127
Tolić, A. 70

Vacek, V. 110
Venkatesan, M. 75
Verna, R.P. 123
Vermeulen, T. 27
Vijayan, S. 129
Vogeno, W. 42

Waldhawan, S.C. 58
Wagner, H. F 18; 72
Wain, A.G. 114
Warner, B.F. 104
Warwick, G.C. 96
Wasan, D.T. 50
Watson, J.S. 66; 98
Weiss, S. F 17; 116
Widmer, F. 37
Wiedholz, R. 49; 73
Wiegand, H.F. 7
Wilkinson, W.L. 111
Wilson, P.D. 104
Winkelmann, R. 46
Witte, de, R. 17; 22; 23; 34
Würfel, R. F 17; 116

Yano, T. 126; 127

Zeh, H. 71
Zel'venskii, M. Ya. 89; 90; 128
Ziebland, G.F. 62