DOI:10.19789/j.1004-9398.2015.03.011

分馏柱的优化及应用*

李 璐 张炳森 郑婷婷 王陆瑶
(首都师范大学化学系,北京 100048)

摘 要

分馏是化学化工专业实验课的一项重要内容,也是分离沸点相近液体混合物的重要方法. 本文设计制造了一种高效简便的分馏柱,该分馏柱集填料、保温装置于一体,体积小巧,便于拆装. 通过与韦氏分馏柱对照,发现优化分馏柱效果分离好,可有效分离沸点更为接近的液体混合物.

关键词: 分馏,优化分馏柱,液体混合物.
中图分类号: O6-3

0 引 言

分馏应用广泛于有机合成,化工生产,也是高等专科院校化学、化工专业实验课的重要教学内容[1]. 分馏是对某一液体混合物加热,对混合物中不同沸点的组分进行冷却分离的过程. 分馏实际上是多次蒸馏,适合分离提纯沸点相差不大(沸点差≤30 ℃)的有机液体混合物,如煤焦油的分馏,石油的分馏等[2-3]. 分馏柱柱效对液体混合物的分离效果作用关键. 分馏柱的内部充满柱刺或填充填料,增加了蒸气上升阻力和凝结表面积. 沸腾的混合物蒸气进入分馏柱,由于高沸点组分易凝结,所以冷凝液中含有较多高沸点物质,蒸气中含有较多低沸点物质. 当冷凝液向下流动与上升蒸气接触时,二者进行热交换,上升蒸气中高沸点物质被冷凝下来,冷凝液中的低沸点物质再次受热气化. 气液两相间的多次热交换,类似于反复多次的简单蒸馏[4-7].

有机实验中的分馏采用韦氏分馏柱(刺型分馏柱),图1-a. 韦氏分馏柱一次成型,标口配置,使用方便,内置玻璃质刺状突起,惰性,耐高温,增加了气液接触面积. 使用时外裹石棉绳保温,减少能耗,保证混合物蒸气顺利上升. 该装置可分离沸点相差30 ℃以内的液体混合物. 但由于该分馏柱刺状突起较为分散,外裹石棉绳保温控温效果较差,所以在分离沸点相差20 ℃或20 ℃以下的液体混合物时,效果差强人意. 分离沸点更接近的液体混合物通常使用精密分馏柱,图1-b. 该装置柱充满惰性填料以增加气液接触表面积,外置电阻丝等加热装置保持柱温,保证回流比和混合蒸气的稳定上升. 精密分馏柱可分离沸点相差10 ℃以内(甚至沸点相差1~2 ℃)的液体混合物. 然而精密分馏柱虽然分离效果好,但体积庞大,价格昂贵,安装使用颇为不便. 本文在确保分离效果的前提下,设计制造了一种优化分馏柱,以常规玻璃仪器——直形冷凝管为模板,循环热水为保温热源,内置玻璃填料,图1-c,兼有韦氏分馏柱的方便标准和精密分馏柱的精准高效. 通过使用优化分馏柱和韦氏分馏柱对乙醇-丙酮混合物的对照实验,测定馏出液的折光率,分析、比较分离效果,从而表明优化分馏柱可有效分离沸点更接近的液体混合物,较韦氏分馏柱分馏来说效果更好.

收稿日期: 2014-06-23
* 北京市中青年骨干教师(2010) 首都师范大学实验室开放基金.

1 仪器设备与主要化学试剂

申光阿贝折射仪 WYA,德天佑 DTY-10B 超级恒温循环水浴,中兴伟业 HJ-6 型电热套,优化分馏柱,韦氏分馏柱,丙酮-乙醇混合物(体积比 1∶1).

2 实验步骤

丙酮沸点58 ℃,乙醇78 ℃,两种溶剂沸点接近且混溶. 本实验分馏提纯丙酮-乙醇(体积比1∶1)液体混合物,通过测定馏出物折光率,判定分馏效果,分馏效果越好,馏出物越纯净,产物折光率与标准值

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

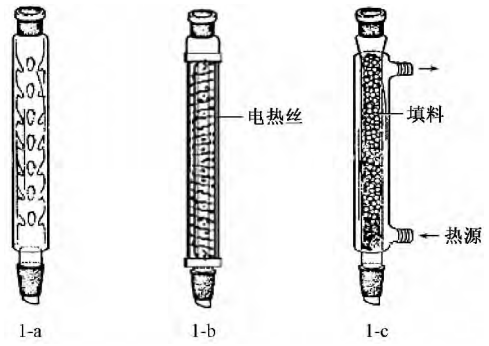


图 1 不同类型的分馏柱

越接近. 分馏效果不好,产物纯度低,折射率与标准值差别越大. 20 ℃,1atm,丙酮折射率为: 1. 358 8,乙醇折射率为: 1. 361 4,混合物折射率介于 1. 358 8 ~ 1. 361 4 之间.

实验 1 使用韦氏分馏柱,实验 2 使用优化分馏柱. 实验装置如图 2. 在 100 mL 圆底烧瓶加入 50 mL 丙酮-乙醇混合液(体积比 1∶1),加入沸石. 按照图 2 - a搭建实验 1 装置,图 2 - b 搭建实验 2 装置. 调节电加至适当功率,控制实验 1 和实验 2 有在近似的时间内发生回流,近似的时间有馏出液. 实验 2 中开启超级恒温循环水浴,调到适宜水温(较馏出液沸点低 10 ℃). 控制馏出液体速度为每秒 1 滴. 记录蒸馏头温度,收集馏分,体积记录,测定各馏分折光率[8].

3 结果与讨论

3.1 优化分馏柱的结构与原理

优化分馏柱由直形回流冷凝管改制而成,在冷凝管管壁中增加玻璃填料,增加气液两相平衡表面积,在玻璃夹层中通入循环热水作为恒温、保温热源,循环热水由超级恒温水浴提供,水温根据化合物沸点调节(比化合物沸点低 10 ℃左右). 循环热水功效与精密分馏装置中加热保温装置功能一致,旨在减低能耗,保证液体混合物气相部分顺利升至分馏柱顶部,确保分离过程顺利完成.

3.2 分馏曲线绘制及分析

实验过程中,记录了加热时间,蒸馏头温度,以温度为纵坐标,加热时间为横坐标,绘制分馏曲线. 实验 1 的分馏曲线如图 3,实验 2 的分馏曲线如图 4. 收集不同温度下馏出液,测定体积及折光率,记录见表 1.

从图 3 及表 1 中可以看出,液体混合物加热至沸腾一段时间后(0 ~ 10 min),气相组分到达分馏柱顶部,顶部温度从 22 ℃快速升高至 56 ℃(丙酮沸点),稍后收集器内有馏分流出(a 点),气相温度稳

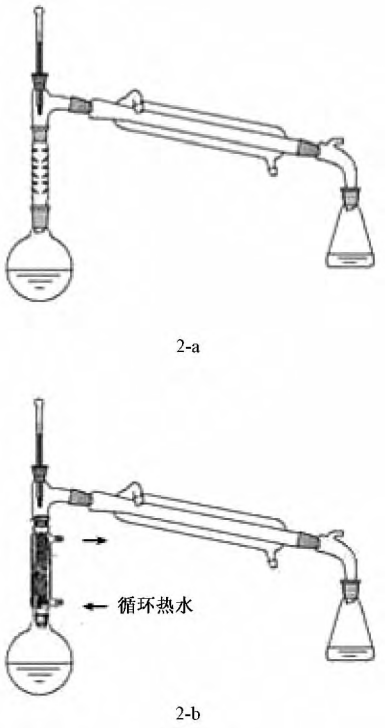


图 2 对照实验装置图

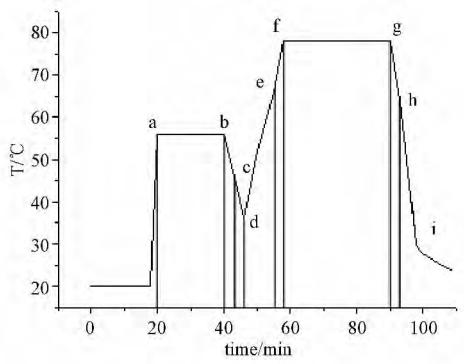


图 3 实验 1 的分馏曲线

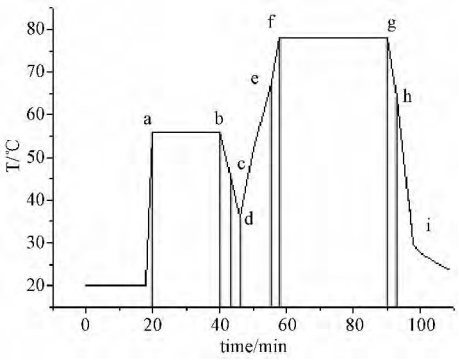


图 4 实验 2 的分馏曲线

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

表 1　各馏分体积与折光率

	V_{ab} /mL	η_{ab}	V_{bc} /mL	η_{bc}	V_{ef} /mL	η_{ef}	V_{fg} /mL	η_{fg}	V_{gh} /mL	η_{gh}	$V_{总}$ /mL
实验 1	23	1.359 0	0	–	0	–	22	1.361 6	0	–	45
实验 2	20	1.359 0	2	1.359 8	3	1.360 5	19	1.361 6	2	1.361 0	46

注: 20 ℃, 1atm, 丙酮折射率为: 1.358 8, 乙醇折射率为: 1.361 4.

定在 56 ℃至 40 min(b 点), 收集 ab 段液体(20 mL), 恒温 20 ℃测折光 1.3588(以下测定条件相同), 与该温度下丙酮折光率相同, 证明馏出物是纯净丙酮. 42 min 后, 气相温度下降 50 ℃(c 点)仍有馏分流出, 收集 bc 段液体(2 mL), 测折光 1.3598, 介于纯净丙酮和乙醇之间, 证明馏出物是丙酮 – 乙醇混合物, 丙酮含量较多. 50 min 气相温度降到最低 36 ℃(d 点)后开始上升. 55 min 气相温度升至 74 ℃(e 点), 有馏分流出, 58 min 气相温度升至 78 ℃(f 点), 并保持稳定至 90 min(g 点). 分别收集 ef 段液体(3 mL)和 fg 段液体(19 mL), 测折光, η_{ef} = 1.360 5, 证明馏出物是丙酮 – 乙醇混合物, η_{fg} = 1.361 4, 证明馏出物是纯净乙醇. 93 min 气相温度降低至 73 ℃(f 点), 仍有馏分流出, 收集 gf 段液体(2 mL), 测折光, η_{fg} = 1.361 0, 证明馏出物是丙酮 – 乙醇混合物, 乙醇含量较多. 98 min 后气相温度降低至 30 ℃(i 点), 停止实验.

从图 4 及表 1 可以看出, 液体混合物加热至沸腾一段时间后(0 ~ 10 min), 气相组分到达分馏柱顶部, 顶部温度从 22 ℃快速升高至 56 ℃(丙酮沸点), 稍后收集器内有馏分流出(a 点), 气相温度稳定在 56 ℃至 40 min(b 点), 收集 ab 段液体(23 mL), 折光 1.358 8, 与该温度下的丙酮折光率相同, 证明馏出物是纯净丙酮. 40 min 后, 气相温度下降, 50 min 降到最低 36 ℃(d 点), 之后开始升高. 60 min 气相温度升至 78 ℃(f 点), 并保持稳定至 85 min(g 点). 收集 fg 段液体(22 mL), 测折光 1.361 4. 95 min 后气相温度将至 30 ℃(i 点), 停止实验.

4　展　望

分馏在化学化工中广泛应用, 高效简便的分馏柱是保证分馏效果的关键. 本文设计制造的简易高效的分馏柱, 集填料、保温装置为一体, 可通过调节填料、温度等模块, 适合不同沸点, 不同性质的液体混合物分离. 安装简便, 性能优良, 为此类液体混合物的分离提供了一种高效简便的方法.

参　考　文　献

[1] 刘葵, 汪建民. 循环实验模式的构建与教学实践[J]. 实验室研究与探索, 2012, 31(3): 140 – 142.
[2] 李东芳, 李强. 绿色化教学在分馏实验中的应用[J]. 集宁师范学院学报, 2012, 34(4): 111 – 113.
[3] 任玉杰. 绿色有机化学实验[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008.
[4] 曾昭琼. 有机化学实验[M]. 北京: 高等教育出版社, 2000: 44.
[5] 熊英, 王晓玲, 侯安新. 利用简单蒸馏和分馏分离两组分液体混合物[M]. 大学化学, 2012, 27(3): 48 – 52.
[6] 武汉大学化学与分子科学学院实验中心. 有机化学实验[M]. 武汉大学出版社, 2004.
[7] 李明, 刘永军, 王叔文, 等. 有机化学实验[M]. 北京: 科学出版社, 2010.
[8] 王清廉, 李瀛, 高坤. 有机化学实验第三版[M]. 北京: 高等教育出版社, 1978.

Application of the Modified Fractionating Column

Li Lu　Zhang Binsen　Zheng Tingting　Wang Luyao

(Department of Chemistry, Capital Normal University, Beijing　100048)

Abstract

Fraction is not only an important content of organic chemistry experiment, but also an useful operation to separate the liquid organic mixture which boiling point is close to each other. An efficient modified fractionating

(下转第 77 页)

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

60(2) : 91 – 110.
[2] S. Carlsson and D. Weinshall. Dual computation of projective shape and camera positions from multiple images. International Joural of Computer Vision, 1998, in Press.
[3] David Capel. An effective bail-out test for RANSAC consensus scoring. In Proceedings of the British Machine Vision Conference (BMVC) , September, 2005.
[4] Ondrej Chum and Jiri Matas. Optimal randomized ransac. IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence, 2008, 30(8) : 1472 – 1482.
[5] 张雪波,方泳纯,马博军. 基于单应矩阵的摄像机标定方法及应用 [J]. 控制工程,2010, 17 (2) : 248 – 251.
[6] 付海洋,牛连强,刘守琳. 一种基于平面模板的单应矩阵求解方法 [J]. 计算机技术与发展,2010, 4: 69 – 75
[7] 赵毅力. 基于特征点的单应鲁棒估计 [J]. 电脑编程技巧与维护,2011, 10: 33 – 55

Image Matching Method Based on 2D Homography Matrix Constrain

Fu Yang

(Capital Normal University Resource, The Key Lab of 3D Information Acquisition Application, MOE, Beijing　100048)

Abstract

Aiming at the problem that ordinary image matching is not accurate, invariant feature transform (SIFT) algorithm is presented which is a strong adaptability and matching accuracy image matching algorithm by combining 2D projective transformation matrix estimation algorithm with scale invariant feature transform (SIFT) algorithm. First SIFT feature were extracted. Feature corners were extracted under different spatial scales, and then corresponding database were established. According to homography matrix, characteristic database matrix is estimated. After estimation the wild value points should be reoccupied and then applying L-M (Levenberg – Marquardt) constraints continue to the estimate the homography matrix, until finding out the optimization of it, finally according to the optimization of homography matrix the inner points can be generated.

Key words: Projective, transformation, SIFT, L-M, constraint matrix estimation.

(上接第 55 页)

column is made and applied in the fraction experiment in this paper. The column is assembled by the packing and thermal device, which is standard and easy to install. By contrast, the modified column has a better effect than Vigreux Column.

Key words: fraction, modified column, liquid mixture.

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net