

萃取精馏实验

武汉理工大学化工学院

实验目的

- 熟悉萃取精馏的原理和萃取精馏装置；
- 掌握萃取精馏塔的操作方法和乙醇水混合物的气相色谱分析方法；
- 利用乙二醇为分离剂进行萃取精馏制备无水乙醇；
- 了解计算机数据采集系统和用计算机控制精馏操作参数的方法。

实验原理

- 组分的相对挥发度非常接近 1，但不形成共沸物的混合物，不宜采用常规蒸馏方法进行分离。而通过加入质量分离剂（或称之萃取剂），其本身挥发性很小，不与混合物形成共沸物，却能显著地增大原混合物组分间的相对挥发度，以便采用精馏方法加以分离，称此精馏为**萃取精馏**。

热力学原理

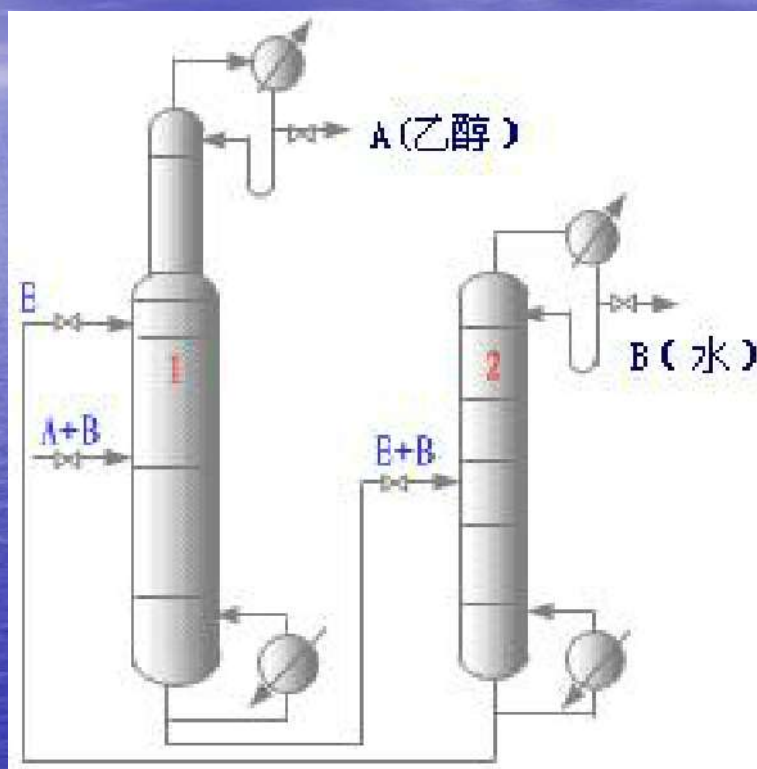
原溶液组分1（轻组分）和组分2（重组分）的相对挥发度可表示为

$$\alpha_{12} = \frac{y_1/x_1}{y_2/x_2} = \frac{P_1^s \gamma_1}{P_2^s \gamma_2} \quad (1)$$

加入溶剂S后，组分1和组分2的相对挥发度 $(\alpha_{12})_s$ 则为

$$(\alpha_{12})_s = \left(P_1^s / P_2^s \right)_{TS} \cdot (\gamma_1 / \gamma_2)_s \quad (2)$$

萃取精馏实验装置流程



实验操作步骤

- (1) 向塔釜内加入少许碎瓷环(以防止釜液暴沸),再加入95wt%乙醇水溶液为原料,以乙二醇为萃取剂,采用连续操作法进行萃取精馏。在计量管内注入乙二醇,另一计量管内注入水-乙醇混合物液体。乙二醇加料口在上部,水-乙醇混合物进料口在下部。向釜内注入含少量水的乙二醇(大约60ml),此后可进行升温操作。同时开启预热器升温,当釜内液体开始沸腾时,开保温电源,并开始加料。

实验操作步骤（续）

- （2）控制乙二醇的加料速度为80ml/hr，水-乙醇混合物液体与乙二醇之体积比为1:2.5~3，调节转子流量计的转子，使其稳定在所要求的范围。注意！用秒表定时记下计量管内液面下降值以供调节流量用。

实验操作步骤（续）

- （3）当塔顶开始有液体回流时，打开回流电源，给定回流比值为3:1并开始用量筒收集流出物料，同样记下开始取料时间，要随时检查进出物料的平衡情况，调整加料速度或蒸发量。此外还要调节釜液排出量，大体维持液面稳定。在操作中进行取样分析，塔顶流出物乙醇含量为97~98.5%(wt%)，大大超过共沸组成。停止操作后，要取出塔中各部分液体进行称量，并作出物料衡算。

实验注意事项

- (1) 塔釜加热量应适当，不可过大，过大易引起液泛；也不可过小，加热量过小蒸发量过小，精馏塔也难以维持正常操作。
- (2) 塔身保温要维持适当。过大会引起塔壁过热，物料易二次汽化；过小则塔中增加物料冷凝量，增大内回流，精馏塔也难以正常操作。
- (3) 塔顶产品量取决于塔的分离效果（理论塔板数、回流比和溶剂比）及物料衡算结果，不能任意提高。
- (4) 加热控制宜微量调整，操作要认真细心，平衡时间要充分。

思考题

- (1) 萃取精馏中溶剂的作用？如何选择溶剂？
- (2) 回流比和溶剂比的意义？它们对塔顶产物组成有何影响？
- (3) 塔顶产品采出量如何确定？