

精馏装置操作规程

一、精馏装置基本组成

1. 塔釜加热装置：使用电加热套进行加热，具有磁力搅拌功能，操作温度上限为 300 °C。
2. 精馏塔釜：使用 5 L 的玻璃烧瓶装填物料，烧瓶上设有热电偶测温和加料开口。
3. 精馏塔：采用玻璃精馏塔，填料采用不锈钢西塔环，填料有效高度约为 1 m。塔身有两个空气隔热层，并设有两段电热丝伴热。
4. 循环冷却装置：采用低温循环泵进行塔顶冷凝，循环介质的冷却温度下限为 -20 °C。

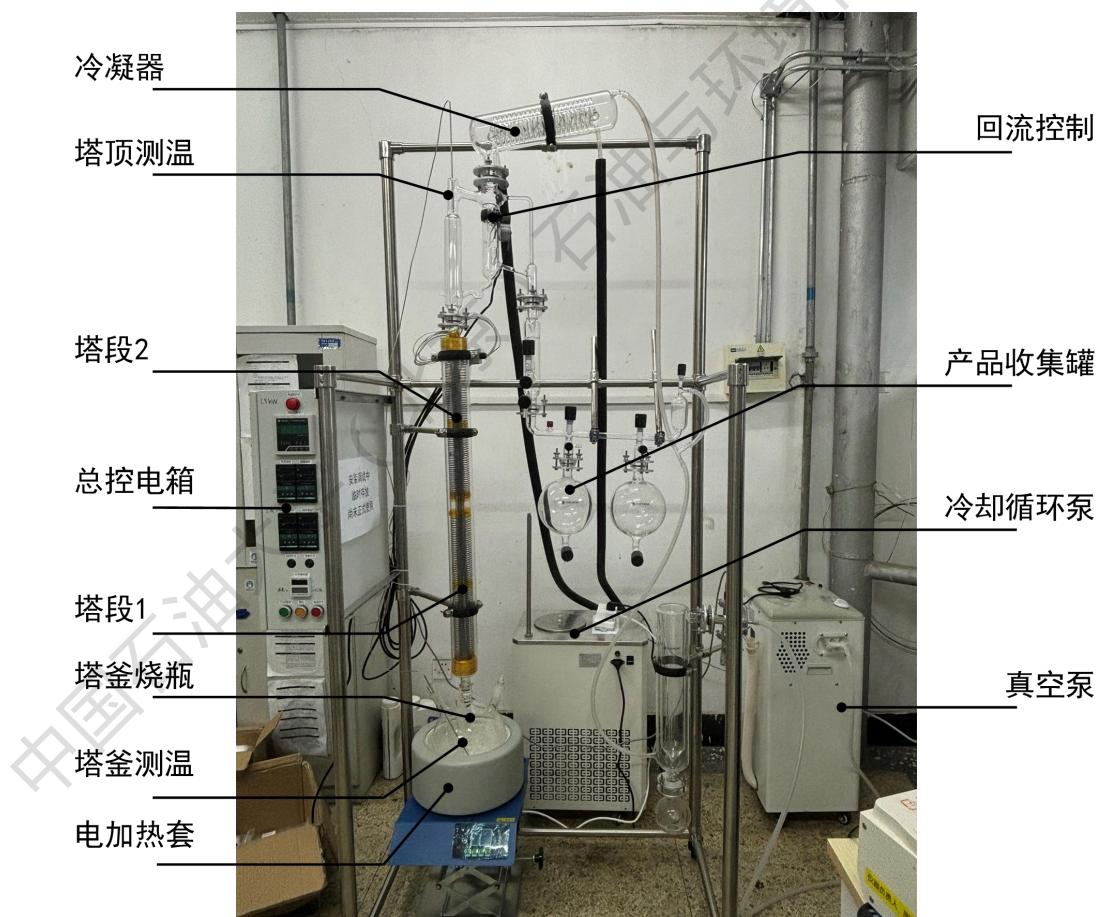


图 1 精馏装置基本组成

二、仪表及控制系统

1. 冷却循环器的控制系统：包括循环介质的温度显示和控制，如图 2 所示。

面板上设有制冷和循环的独立开关。



图 2 冷却循环器的显示和控制界面

2. 塔釜加热和搅拌系统：包括加热套温度和搅拌速率的显示和控制，如图 3 所示。连续点击 SET 按钮可以依次对温度和搅拌速率的设定值进行修改。



图 3 塔釜加热和搅拌系统的显示和控制界面

3. 塔顶、塔釜和塔身温度系统：包括塔顶和塔釜的温度显示，以及上下两个塔段的温度显示和控制，如图 4 所示。塔顶和塔釜各设有一个热电偶进行温度测定，无控制系统。塔身设有两段电热丝伴热和温度测定，并分别设有独立的加热开关。其中，塔段 1 和 2 分别对应塔身的下段和上段。



图4 塔顶、塔段和塔釜的显示和控制界面

4. 回流控制系统：采用时间继电器对回流比进行控制，如图5所示。其中左侧时间（T1）为采出时间，右侧时间（T2）为回流时间。关闭情况下为全回流，点击“电源开关”后开始按照回流和采出控制。若修改采集和回流时间，修改后需要点击复位按钮。



图5 回流控制系统界面

三、精馏过程操作规程

- 开启塔顶制冷系统。检查确认冷却循环泵的液位，将温度设定值设为-5 °C，并依次打开循环开关和制冷开关。
- 装填塔釜物料。将塔釜蒸馏烧瓶洗净，加入待蒸馏溶剂（建议不超过 3.5 L），磁子和沸石。若蒸馏溶剂为甲醇，则还需要加入过量氢化钙（CaH2）或氢氧化钠、氢氧化钾用以除水除酸。物料加入完毕后将蒸馏烧瓶固定在精馏塔上，

并调整加热套至合适高度。检查各瓶口均已密封，并将热电偶插入测温槽内。

3. 依次设置并打开加热套的搅拌、加热和塔段加热。甲醇和乙腈的建议操作设置值如下表所示：

	甲醇	乙腈	二氯甲烷	正己烷
塔釜温度, °C	190	190	180	160
搅拌速率, rpm	500	500	800	800
塔段 1 温度, °C	65	85	45	75
塔段 2 温度, °C	65	85	45	75

4. 待塔顶出现冷凝回流后，保持全回流 30 min。

5. 全回流结束后，打开总电箱上的“电源开关”，开始采出塔顶液体。回流比通过时间继电器控制，左侧时间（T1）为采出时间，右侧时间（T2）为回流时间。实际回流比可以根据产品组成情况对回流比进行调整，若修改后需要按“复位”按钮。建议馏出的 100~200 mL 液体不作为产品。

5. 当塔釜物料剩余不多或釜温快速升高时，结束蒸馏。依次关闭回流控制开关，塔段加热开关和加热套的搅拌和加热开关。待塔内的物料充分冷却至室温后，再关闭冷却循环系统。

三、注意事项

1. 若待蒸溶剂与精馏装置前次蒸馏的溶剂不同，在蒸馏前需要加入 1~2 L 待蒸溶剂对装置进行至少 1 次预蒸馏清洗，对装置进行回流至少 2 h，然后从塔顶采出少量液体即可。

2. 加热过程中需要对装置进行巡查（每半小时一次），当塔釜液体少于 1 L 时需要时刻观察蒸馏釜情况，防止塔釜液体蒸干造成安全隐患。

3. 如果使用减压蒸馏，需要在开始加热前先抽真空，否则物料过热后抽真空易导致暴沸；在结束蒸馏后需要先将装置放空再关闭真空泵，否则会导致真空泵中的水倒吸进入精馏装置。

4. 在常压蒸馏过程中装置也可能带有微量的负压，导致产品罐中的液体放

出时流速较慢或者无法放出，需要打开上方的放空阀。

5. 循环泵的介质建议为无水乙醇或纯净水，禁止使用自来水，防止管路堵塞。使用前需要确认液位超过盘管。

6. 精馏装置总控电箱的额定功率为 1.5 kW，加热套的额定功率为 1.1 kW，循环泵和真空泵的额定功率均为 0.55 kW，如果使用插线板，使用前需要确认其额定功率。

7. 建议增加通风、空调设施。操作时做好个人防护，穿戴防护手套，配戴防护面罩。