

# 流体性质对刮膜式分子蒸馏器上液膜形态的影响\*

许松林 王小明

(天津大学化工学院, 天津 300072)

**【摘要】** 利用高速摄像机对刮膜式分子蒸馏器壁面上的液膜形态进行了研究,实验发现随着进料率和转速的增加,不同物料在蒸发壁面上主要存在4种流动形态:液滴状、股状、不连续液膜和连续均匀液膜,同时测得水、乙醇、质量分数为12%乙二醇溶液、质量分数为50%乙二醇溶液和质量分数为50%丙三醇溶液在不同转速下出现连续均匀薄膜的临界流率。利用高斯过程进行数据预测表明:在一定转速下,临界流率随表面张力的增大而增大,随粘度的增大而减小。

**关键词:** 刮膜式分子蒸馏 流动形态 临界流率 高斯过程

**中图分类号:** TQ021.1; TQ028.3<sup>+</sup>1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-1298(2011)10-0145-05

## Effect of Fluids Property on Liquid Flow Regimes in Wiped Film Molecular Distillation

Xu Songlin Wang Xiaoming

(School of Chemical Engineering and Technology, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

### Abstract

A high-speed camera was used to investigate the flow pattern of liquid film. Four regimes were identified as: droplet flow, strand flow, discontinuous film flow and continuous film flow when liquid flow rate increased gradually. Moreover, the critical flow rate of water, ethanol, ethylene glycol and glycerin solution under different rotate speeds were tested. Then the Gaussian process was adopted to predict more data. Results indicated that the critical flow rate increased with the growth of surface tension and decreased as the viscosity increased at certain rotate rate.

**Key words** Wiped film molecular distillation, Flow regimes, Critical rate, Gaussian process

### 引言

分子蒸馏技术作为一种新型、高效的绿色分离技术,具有操作温度低、停留时间短、分离程度高等常规真空精馏技术不可比拟的优越性,因而目前已广泛应用于精细化工、油脂、医药、食品等各个领域。分子蒸馏器主要有降膜式、刮膜式和离心式3种,其中刮膜式分子蒸馏器的应用最为广泛,是市场的主流<sup>[1]</sup>。

近年来,国内外对分子蒸馏的应用研究主要集中在基础理论方面<sup>[2-5]</sup>。李国兵等建立了传质、传热过程的三维数学模型以研究操作参数对传质效率

的影响<sup>[6]</sup>。Cvengros等也建立了蒸发面上液膜温度分布的数学模型,讨论了蒸发温度和进料温度对蒸馏过程的影响<sup>[7]</sup>。事实上,操作参数和物料性质是通过影响壁面上的液膜流动状况而影响分离效率,然而目前对液膜流动形态的研究很少见。Cvengros等将液膜流动简单地分为层流和湍流状态,比较了二者的分离效率<sup>[7]</sup>。郭凯等通过实验观察得到水和丙三醇-水溶液两种物料的成膜条件,数据有限而不具有普遍性<sup>[8]</sup>。本文在上述研究的基础上,选取多种物料进行多批次实验,得到各物料的流态分布图以及成膜临界流率,并结合高斯建模过程探讨物料性质对成膜临界流率的影响,为进一步研究传

收稿日期: 2010-12-17 修回日期: 2011-02-22

\* 国家自然科学基金资助项目(20776097, 20976118)

作者简介: 许松林, 副研究员, 主要从事传质与分离研究, E-mail: slxu@tju.edu.cn

质、传热情况和实践操作提供参考。

## 1 实验部分

### 1.1 实验装置

实验采用 VKL70 型刮膜式分子蒸馏装置 (Verfahrens-Technische Anlagen GmbH (VTA), 德国)。图 1 为刮膜式分子蒸馏器示意图, 其中右图为蒸馏器的横切图。如图所示, 分子蒸馏器主要由蒸发壁面、液体分布器、冷凝器和转子组成。蒸发壁面为凹形设计, 其直径为 110 mm, 高度为 260 mm, 转子直径为 15 mm, 与壁面距离约为 0.1 mm, 蒸发器材质为玻璃, 转子材质为聚四氟乙烯, 3 个转子呈 120° 排列。

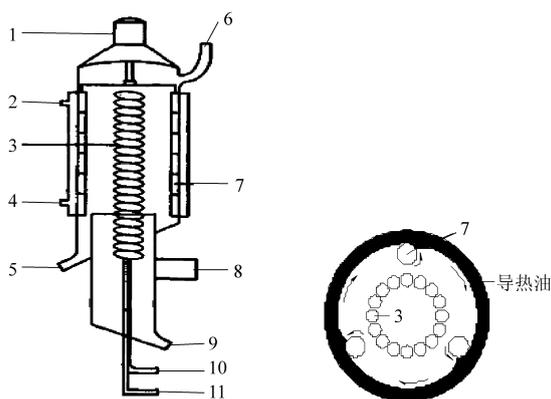


图 1 刮膜式分子蒸馏器示意图

Fig. 1 Apparatus of wiped film molecular distillation

1. 发动机 2. 导热油出口 3. 冷凝器 4. 导热油入口 5. 重组分出口 6. 进料管 7. 刮膜器 8. 接冷阱 9. 轻组分出口 10. 冷凝水出口 11. 冷凝水入口

### 1.2 实验方案

本实验利用高速摄像机对分子蒸馏蒸发器中的液体的流动形态进行考察, 物料为水、乙醇、质量分数 12% 乙二醇 (EG) 溶液、质量分数 50% EG 溶液和质量分数 50% 丙三醇溶液, 其物理性质如表 1 所示<sup>[9]</sup>。实验在常温、常压下进行, 为了考察液体的流动形态并确定不同条件下的临界成膜流速, 实验中首先固定某一转速, 由低到高逐渐增大进料流速,

表 1 所用原料的物理性质

Tab. 1 Physical properties of liquids used

物料	温度 $T/^\circ\text{C}$	密度 $\rho/\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	粘度 $\mu/\text{mPa}\cdot\text{s}$	表面张力 $\sigma/\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$
水	20	998.2	1.000	72.6
乙醇溶液	20	789.3	1.200	22.3
质量分数 12% 乙二醇	20	1000.0	1.104	67.5
质量分数 50% 乙二醇	20	1049.5	2.370	67.0
质量分数 50% 丙三醇	20	1126.4	6.050	70.0

每一次待流速稳定后用摄像机拍摄并记录该条件下的液膜形态和成膜临界流速; 然后改变转子转速, 重复上述实验过程, 最后得到不同转速下的临界成膜流率。每种物料进行多次重复试验, 以尽量减小误差提高数据的精确程度。

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 壁面上的液膜形态

根据流体的流动状况和液膜的稳定性, 实验中观察到水、乙二醇溶液和丙三醇溶液在蒸发壁上均呈现 4 种流动形态: 液滴状、股状、不连续液膜和连续液膜, 如图 2a~2d 所示。

转速极低时, 液体通过进料器到达分布器后会在分布器上积累。这是由于分布器与转子转速一致, 因而离心力很小, 只能将少量液体甩到蒸发器壁上, 同时液体在蒸发壁上受到转子的刮擦作用很弱, 在自身表面张力的作用下收缩成液滴 (图 2a)。

随着液体在蒸发壁面上的累积, 蒸发器下部液滴变大并局部出现不连续的股。当进料适当加快后, 液体向下流动的速度仍小于转子刮擦产生的切向速度, 此时液体在蒸发壁上呈现一圈圈股状流动 (图 2b)。相邻股之间的间隙会随着进料的加快而逐渐变小, 直至部分股状的边界不再明显而连接成液膜, 此时整个壁面呈现不连续的液膜状态 (图 2c)。当达到某一流量后, 适当增加转速即可使得蒸发壁面上的液体受力均匀, 液体在整个壁面呈现连续的均匀液膜流动形态 (图 2d)。其中, 液滴状和股状流动非常不利于传质、传热过程的进行, 在分子蒸馏过程中要坚决避免; 不连续液膜是股状流与连续液膜之间的过渡形态, 也应尽量避免; 只有连续液膜是最理想的流动形态。

需要指出的是, 转速很低时 (小于 200 r/min), 液体将不能被完全甩到蒸发壁面而会在分布器上累积, 当分布器上的液体累积到一定程度时, 将在重力的作用下瞬间流出大量液体, 导致壁上出现沟流现象 (图 2e)。沟流将严重影响分子蒸馏过程的传质、传热效率, 极大地降低分离效率。另一方面, 当转速极高而进料很慢时, 少量的液体受到快速而强烈的刮擦也会呈现剧烈湍动的液滴状 (图 2f)。

分子蒸馏的本质在于利用刮膜器将液体在蒸发壁上刮擦成均匀的薄膜, 从而大大增强传质和传热效率, 实现高效率分离。如果在分子蒸馏过程中出现上述各种不理想的流动形态, 势必会降低分离效率, 影响分离效果。因此, 合理控制转速与进料率, 保证流体始终呈连续的液膜状态是分子蒸馏的首要任务。

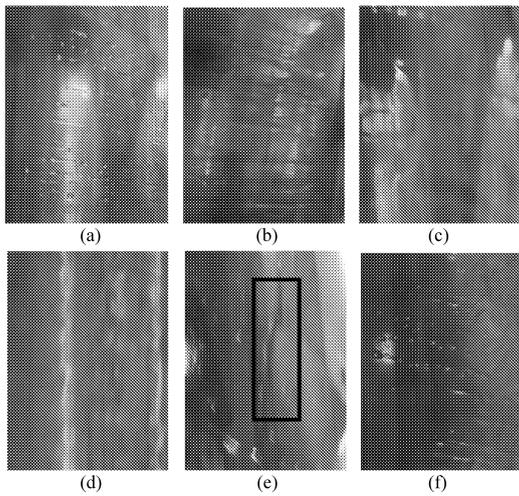


图 2 壁面上的液膜形态

Fig. 2 Flow regimes on the piahhbin

(a) 液滴状 (b) 股状 (c) 非连续液膜  
(d) 连续液膜 (e) 沟流现象 (f) 湍动液滴

## 2.2 临界流率的确定

### 2.2.1 流态分布图

为了保障分子蒸馏过程中的传质、传热效率,防止蒸发壁面出现股状流和不连续膜是相当重要的。蒸发壁面上的液体流动由于受到一些因素的影响并不总是呈现均匀的液膜状,因此在不同的转速下存在相应的最小流率即临界流率。当进料速率超过临界流率后,蒸发壁面才会出现理想的连续液膜。图 3 为实验中观测到的各物质的液膜形态分布图以及各物质在不同转速下的临界流率值。从图中可看出,在相同的转速下,质量分数 50% EG 和乙醇比水和质量分数 12% EG 的临界流率要小,说明粘度大或者表面张力小的物质更容易成连续液膜。并且,所有物料随着转速的增大临界流率均逐渐变小,最后趋于平衡。

### 2.2.2 数据分析与预测

图 4 比较了转速 400 r/min 时不同物料的临界流率。由图可见,质量分数 50% EG 和乙醇的临界流率明显低于质量分数 12% EG 和水。因此,推断临界流率可能随着粘度的升高而降低,随着表面张力的降低而降低。为了验证这个结论,本文利用 Matlab 软件,使用高斯过程 (Gaussian process) 建立的数学模型<sup>[10]</sup>对实验获得的不同物料的临界流率数据(图 3)进行分析拟合,然后预测某一物料的临界流率。图 5 为质量分数 50% 丙三醇溶液在不同转速下临界流率预测值与实验值的对比结果。利用高斯过程推测的数据与实验获得的数据基本吻合,略微高于实验结果,因此证实本文利用高斯过程预测数据是可靠的。

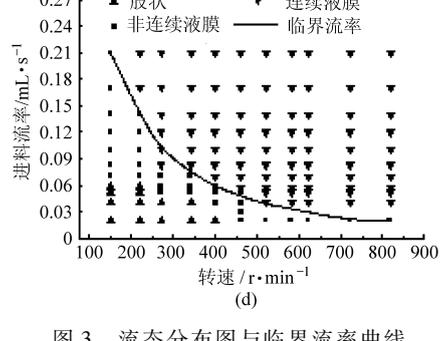
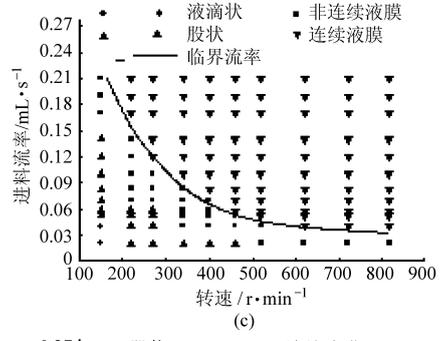
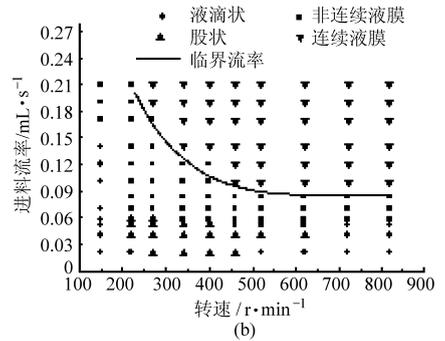
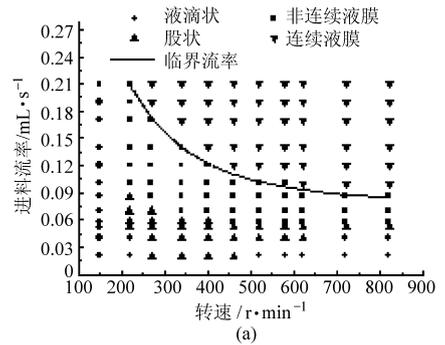


图 3 流态分布图与临界流率曲线

Fig. 3 Flow regimes and critical flow rate curve

(a) 水 (b) 质量分数 12% 乙二醇溶液  
(c) 质量分数 50% 乙二醇溶液 (d) 乙醇溶液

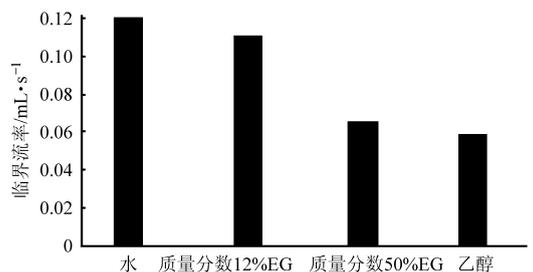


图 4 转速 400 r/min 时不同物料的临界流率

Fig. 4 Critical flow rate of different material at 400 r/min

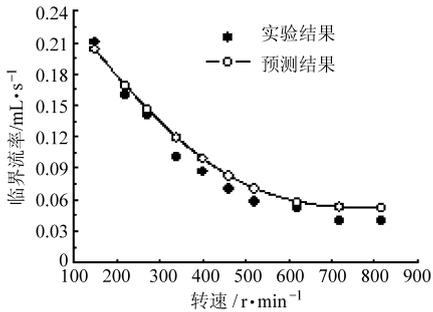


图5 实验结果与预测结果的比较

Fig. 5 Comparison of observed value and predicted value

### 2.3 流体性质对临界流率的影响

实验发现,临界流率明显受到流体性质的影响,而不同流体以及流体自身组成的差别都会使流体的密度、粘度、表面张力等性质有所不同。根据相关文献的研究结果,影响液膜流动形态的物性参数主要是液体粘度和表面张力,密度及其他影响可忽略,这与高斯过程的预测结果相吻合<sup>[11-13]</sup>。如图6所示,不同密度流体的临界流率曲线几乎重合,证实了密度对液膜形态几乎没有影响。

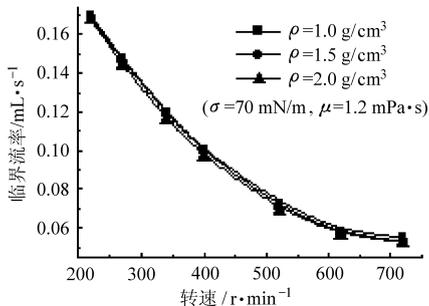


图6 不同密度下临界流率曲线

Fig. 6 Critical flow rate curves of different densities

图7显示在任何转速下,流体的粘度越大,成膜临界流率越小,即越容易成膜。不过粘度增加到一定值后,其作用将逐渐减弱。这可能是由于粘度适当增大后,液体分子间的作用力增大可抵抗表面张力导致的收缩趋势,经过连续刮擦以后液膜趋于均匀。同时,粘度较大的流体在蒸发壁面上的持液量较大,亦有助于低进料率时即可成膜。

表面张力与粘度恰好相反,如图8所示,流体的表面张力越大,成膜临界流率越大,即越不容易成膜。这很可能是由于表面张力的存在导致液体表面具有自动缩小的趋势,因而流体被刮擦后不能保持

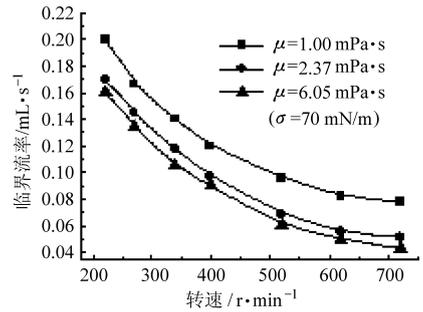


图7 不同粘度下临界流率曲线

Fig. 7 Critical flow rate curves of different viscosities

现状,自行收缩而使得液膜破裂或不连续。

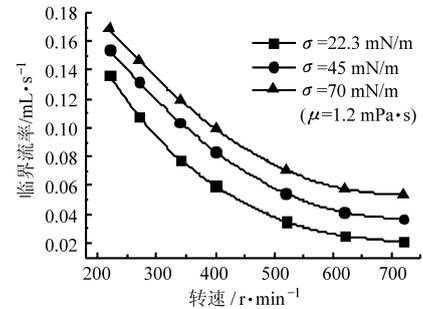


图8 不同表面张力下临界流率曲线

Fig. 8 Critical flow rate curves of different surface tensions

研究表明,刮膜式分子蒸馏器壁面成膜临界流率受到转速、流体粘度和表面张力的共同作用。在生产实践中,根据实际条件确定了刮膜器转速后,可根据物料的性质设置最为合理的进料率,以保证分子蒸馏过程的分离效率。

### 3 结束语

本文采用性质不同的5种物料:水、乙醇、质量分数12%乙二醇溶液、质量分数50%乙二醇溶液和质量分数50%丙三醇溶液进行刮膜式分子蒸馏液膜流动的实验。实验中观察到4种流动形态:液滴状、股状、不连续液膜和连续液膜,第4种形态是刮膜式分子蒸馏过程中期望出现的最理想流动形态。实验还测得各物料在不同转速下出现连续液膜的临界流率。实验结果和高斯过程的预测结果都表明,刮膜式分子蒸馏器壁面成膜的临界流率受到转速、流体粘度和表面张力的共同作用。而且,临界流率随转速的增大先变小后趋于平衡;随表面张力的增大而增大;随粘度的增大而减小。

### 参 考 文 献

- 王志祥, 林文, 于颖. 分子蒸馏设备的现状及其展望[J]. 化工进展, 2006, 25(3): 292 ~ 296.  
Wang Zhixiang, Lin Wen, Yu Ying. Present status and prospect of molecular distillation equipment[J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2006, 25(3): 292 ~ 296. (in Chinese)
- 许松林, 郑弢, 徐世民. 精制L-乳酸的分子蒸馏工艺研究[J]. 高校化学工程学报, 2004, 18(2): 246 ~ 249.

- Xu Songlin, Zheng Tao, Xu Shimin. The study of refining L-lactic acid by molecular distillation[J]. Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2004, 18(2): 246 ~ 249. (in Chinese)
- 3 应安国, 许松林, 王淑华. 分子蒸馏技术提纯胡椒基丁醚的工艺研究[J]. 化工进展, 2005, 24(1): 57 ~ 60.  
Ying Anguo, Xu Songlin, Wang Shuhua. Separation for piperonyl butoxide by molecular distillation [J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2005, 24(1): 57 ~ 60. (in Chinese)
- 4 许松林, 王淑华, 应安国. 对乙酰氨基苯乙酸酯同分异构体的分子蒸馏分离[J]. 天津大学学报, 2006, 39(1): 21 ~ 24.  
Xu Songlin, Wang Shuhua, Ying Anguo. Separation for para-acetaminophenylacetate ethyl isomer by molecular distillation [J]. Journal of Tianjin University, 2006, 39(1): 21 ~ 24. (in Chinese)
- 5 应安国, 许松林, 王淑华. 分子蒸馏技术提纯帕罗西汀碱[J]. 化学工程, 2005, 33(6): 59 ~ 62.  
Ying Anguo, Xu Songlin, Wang Shuhua. Purification of paroxetine base by molecular distillation technology[J]. Chemical Engineering, 2005, 33(6): 59 ~ 62. (in Chinese)
- 6 李国兵, 许春建, 周明. 刮膜分子蒸馏传质和传热的数学模型[J]. 天津大学学报, 2003, 36(3): 261 ~ 266.  
Li Guobing, Xu Chunjian, Zhou Ming. Mathematic model of mass transfer and heat transfer of wiped film molecular distillation[J]. Journal of Tianjin University, 2003, 36(3): 261 ~ 266. (in Chinese)
- 7 Cvengros J, Lutisan J, Micov M, et al. Feed temperature influence on the efficiency of a molecular evaporator[J]. Chemical Engineering Journal, 2000, 78(1): 61 ~ 67.
- 8 郭凯, 员玫, 许松林. 刮膜式分子蒸馏中液体流动形态的研究[J]. 高校化学工程学报, 2009, 23(2): 187 ~ 192.  
Guo Kai, Yuan Mei, Xu Songlin. Study on flow regime in wiped-film molecular distillation [J]. Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2009, 23(2): 187 ~ 192. (in Chinese)
- 9 程能林. 溶剂手册[M]. 4版. 北京: 化学工业出版社, 2008.
- 10 Rasmussen C E, Williams C K I. Gaussian processes for machine learning[M]. London: MIT Press, 2006.
- 11 Zhang Haocui. Hydrodynamics and mass transfer of gas-liquid flow in a falling film microreactor[J]. Chinese Academy of Sciences, 2009, 55(5): 1110 ~ 1120.
- 12 Lan H, Wegene J Lr, Armaly B F, et al. Developing laminar gravity-driven thin liquid film flow down an inclined plane[J]. Department of Mechanical and Aerospace Engineering, 2010, 32(8): 13 011 ~ 13 018.
- 13 Mi Y, Ishii M, Tsoukalas L H. Flow regime identification methodology with neural networks and two-phase flow models[J]. Nuclear Engineering and Design, 2001, 204(1): 87 ~ 100.
- 14 Cvengros J, Pollak S, Micov M, et al. Film wiping in the molecular evaporator[J]. Chemical Engineering Journal, 2001, 81(1 ~ 3): 9 ~ 14.

(上接第 153 页)

- 8 Wang S, Tang J, Cavalieri R P. Modeling fruit internal heating rates for hot air and hot water treatments [J]. Postharvest Biology and Technology, 2001, 22(3): 257 ~ 270.
- 9 杨世铭, 陶文铨. 传热学[M]. 北京: 高等教育出版社, 2006.
- 10 郭应时, 袁伟, 付锐. 实验法求解汽车鼓式制动器对流换热系数[J]. 长安大学学报, 2006, 26(4): 92 ~ 94.  
Guo Yingshi, Yuan Wei, Fu Rui. Solution for heat convection coefficient of automotive drum brake with experiments [J]. Journal of Chang'an University, 2006, 26(4): 92 ~ 94. (in Chinese)
- 11 路倩倩, 杨德勇, 郎芝花, 等. 脉动燃烧干燥换热特性分析与实验[J]. 农业机械学报, 2010, 41(3): 123 ~ 127.  
Lu Qianqian, Yang Deyong, Lang Zhihua, et al. Analysis and experiment of heat transfer in helmholtz pulse combustion dryer[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2010, 41(3): 123 ~ 127. (in Chinese)
- 12 赵惠忠, 张敏, 张杰, 等. 多通道数据采集系统测试导热系数的研究[J]. 仪表技术与传感器, 2008(10): 103 ~ 105.  
Zhao Huizhong, Zhang Min, Zhang Jie, et al. Study on thermal conductivity using multimeter/data acquisition system [J]. Instrument Technique and Sensor, 2008(10): 103 ~ 105. (in Chinese)