

短程分子蒸馏器中高精度真空度控制的解决方案

Solution of High Precision Vacuum Control in Short Range Molecular Distiller

摘要：为了提升蒸馏纯度，针对现有分子蒸馏中气体流量计式真空度控制系统存在精度较差和响应速度慢的问题，本文提出了更高精度的真空度控制解决方案。解决方案采用更直接、精密和快速的电动针阀来代替现有的气体质量流量计，并同时使用精度更高的薄膜电容规和24位AD、16位DA控制器，可实现任意设定真空度下 $\pm 0.5\%$ 的控制精度，同时对温度等因素所带来的真空度变化有极快的响应，可保证分子蒸馏过程中真空控制的高精度和稳定性。

一、问题的提出

分子蒸馏是一种特殊的液-液分离技术，它不同于传统蒸馏依靠沸点差分离原理，而是靠不同物质分子运动平均自由程的差别实现分离。当液体混合物沿加热板流动并被加热，轻、重分子会逸出液面而进入气相，由于轻、重分子的自由程不同，因此，不同物质的分子从液面逸出后移动距离不同，若能恰当地设置一块冷凝板，则轻分子达到冷凝板被冷凝排出，而重分子达不到冷凝板沿混合液排出，由此达到物质分离的目的。

短程蒸馏器是一个工作在 $0.001\sim 1\text{mbar}$ ($0.1\sim 100\text{Pa}$) 绝对压力下热分离技术过程，它较低的沸腾温度，非常适合热敏性和高沸点物。

在分子蒸馏工艺中，真空度的控制精度决定了分离物质的纯度，目前绝大多数分子蒸馏设备中真空度控制系统普遍还都采用液环真空泵与旋片式真空泵结合气体流量计的技术，这种通过气体流量计调节进气流量的方法无法实现高精度的真空度稳定控制，具体是以下几方面原因：

(1) 分子蒸馏过程的真空度变化范围一般为 $0.1\sim 100\text{Pa}$ ，这种高真空范围对气体流量计的真空漏率有较高要求，一般气体流量计很难满足要求，必须使用专门用于高真空的气体流量计。

(2) 气体流量计的调节精细度普遍较粗，如果要实现高精密的气体流量调节，同样要使用高档更精密的气体流量计。

(3) 通常气体流量计的响应速度比较慢，很难实现在1秒之内完成全闭到全关的动作时间。

(4) 多数分子蒸馏中的真空传感器普遍采用精度较差的数字皮拉尼电阻规和电热偶规等。

(5) 绝大多数调节气体流量计的PID控制器精度较差，多为12位AD和DA转换器，极少用到16位的AD和DA转换器，PID控制器的精度是决定分子蒸馏真空度控制精度的关键。

为了提升蒸馏纯度，针对上述现有分子蒸馏中气体流量计式真空度控制系统存在的问题，本文提出了更高精度真空度控制的解决方案。解决方案将采用更直接、精密和快速的电动针阀来代替现有的气体质量流量计，并同时使用精度更高的薄膜电容规和24位AD、16位DA控制器，由此可实现分子蒸馏工艺中任意设定真空度下 $\pm 0.5\%$ 的控制精度，并对温度等因素所带来的真空度变化有极快的响应，有效保证分子蒸馏过程中真空度的高精度和高稳定性。

二、解决方案

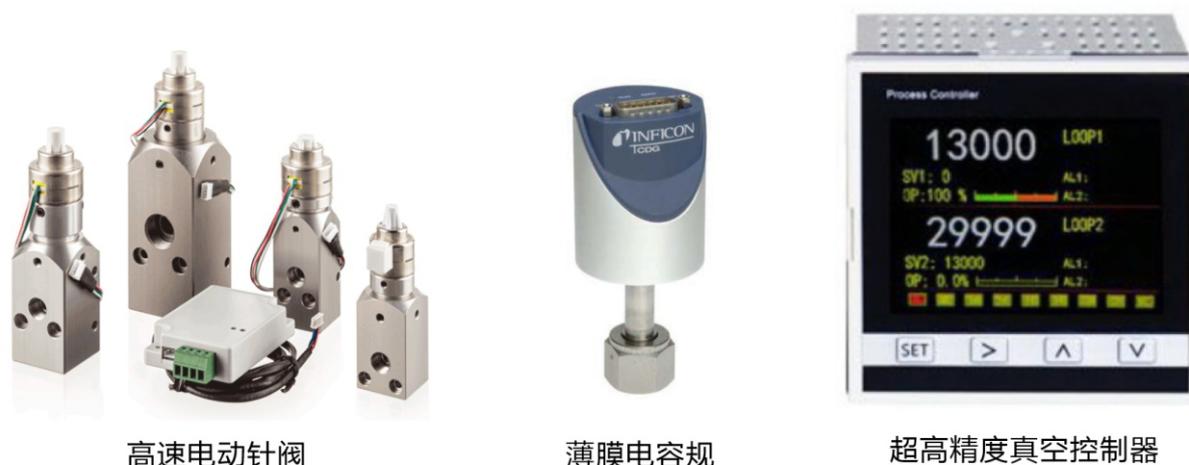
通过上述分析可以看出，限制现有短程分子蒸馏工艺真空度控制精度的主要因素分别是：

(1) 气体质量流量计调节精度和响应速度。

(2) 真空度传感器的测量精度。

(3) PID控制器的测量和控制精度。

为解决上述问题，本文提出的具体解决方案是采用相应的三个替换装置，如图1所示。



高速电动针阀

薄膜电容规

超高精度真空控制器

图1 短程分子蒸馏高精度真空度控制装置

如图1所示，为提高蒸馏纯度，实现高精度真空度控制，解决方案采用了以下三个装置：

(1) 采用高速电动针阀代替气体质量流量计

分子蒸馏高真空度控制的基本原理是调节蒸馏器的进气流量和出气流量并达到一个动态平衡，所以这里的技术关键是如何实现进气流量的精密调节。尽管气体质量流量计可以进行进气流量调节，但采用的是电磁阀技术，有着较大的迟滞现象和较慢的响应速度，这些都会影响真空度的控制精度。

解决方案中所采用的高速电动针阀是一种高速步进电机驱动的纯机械式针型阀，在大幅度减少迟滞误差的同时，还将整体响应时间缩短到了800微秒，同时精细步长可实现阀门的快速精密调节。驱动控制只需采用0-10V的模拟电压，整体结构简单且可靠性强。多个规格的电动针阀具有不同的气体流量调节能力，可满足不同容积的蒸馏器的真空度控制，同时还可以采用FFKM全氟醚橡胶密封提高耐腐蚀性。

(2) 采用薄膜电容规代替皮拉尼电阻规和电热偶规

薄膜电容规的测量精度要远高于皮拉尼电阻规和热偶规，在任意真空度下其精度都可以达到 $\pm 0.25\%$ 。那么对于短程蒸馏器0.001~1mbar (0.1~100Pa) 的真空度量程内，可直接选择一只1Torr的薄膜电容规即可满足全量程的真空度测量，如果为了保证0.1~1Pa范围内的测量精度，还可以再补充一只0.1Torr的薄膜电容规。这样，通过两只不同量程的薄膜电容规可覆盖全真空度范围内的准确测量。

(3) 采用超过精度真空控制器代替普通精度PID控制器

在任何PID反馈式闭环控制系统中，无论传感器和执行器精度多高，最终的控制精度都需要控制器的精度予以保证，为此，在解决方案中采用了超高精度的PID真空控制器。此超高精度PID真空度控制器具有24位AD和16位DA，采用了双精度浮点运算可实现0.01%的最小输出百分比，这是目前国内外最高技术指标的工业用PID控制器。

采用此真空控制器可充分发挥电动针阀执行器和薄膜电容规真空传感器的精度优势，而且此系列控制器具有单通道和双通道不同型号。单通道控制器是可编程PID控制器，突出特点是可以进行不同量程双真空计的自动切换来实现全量程自动控制。双通道控制器是一种定点控制器，两个通道可以分别独立控制真空度和温度。

三、结论

新型的真空控制系统对短程分子蒸馏工艺的真空度控制过程进行了优化，对其中的真空度控制系统做出了以下三方面的改进：

(1) 采用电动针阀代替气体质量流量计，提高了进气流量调节执行器的精度。

(2) 采用薄膜电容规代替拉尼电阻规和电热偶规，提高了真空度测量的精度。

(3) 采用真空控制器代替传统的PID控制器，提高了PID控制精度，并扩展了控制功能，可实现双传感器自动切换和两个工艺参数同时控制。

总之，通过以上改进可大幅提高短程分子蒸馏工艺的真空度控制水平，通过大量考核试验和实际应用已经证明，此解决方案成熟度很高，在全真空度范围内可轻松实现 $\pm 0.5\%$ 的控制精度，如果采用更高精度的真空计，此解决方案可进一步达到 $\pm 0.1\%$ 的控制精度。