

科研助力教学打造自制化工教学仪器

冯红艳* 徐铜文 高明丽

(中国科学技术大学化学实验教学中心, 合肥 230026)

摘要: 介绍一个自2015年度春季开始用于本科教学的分离实验项目。科研助力教学, 将已获得国家专利的卷式扩散膜组件设计成化工基础实验自制的实验仪器, 并将正在主持的国家自然科学基金项目的部分内容转化为可用于教学的实验内容。通过教学和科研工作的有机结合, 形成既有特色又紧跟学科前沿的教学仪器和实验内容。

关键词: 化工基础实验; 膜分离实验; 实验室建设

中图分类号: G64; O6-3

Design of Instrument for Laboratory Teaching Based on Scientific Research

FENG Hong-Yan* XU Tong-Wen GAO Ming-Li

(Chemistry Experiment Teaching Center, University of Science & Technology of China, Hefei 230026, P. R. China)

Abstract: The separation experiment project introduced in this paper had been used in undergraduate teaching since the spring of 2015. A patented spiral wound diffusion dialysis membrane module was used to design a set of teaching instrument. Parts of an ongoing National Natural Science Foundation research contents were applied in teaching. The chemical engineering laboratory teaching contents were continuously enriched by following the forefront of scientific research.

Key Words: Chemical engineering experiment; Membrane separation experiment; Construction of lab

1 引言

化工基础实验作为中国科学技术大学国家级化学实验示范中心的一门基础实验课, 在实验项目建设过程中, 应该有更高的要求。化工基础实验要建设有特色的实验内容, 更应该建设能体现化工学科前沿的实验内容^[1]。在这种课程建设的思想指导下, 借力于我校功能膜研究室的科研平台, 现开设和膜分离相关的化工实验^[2-4]如下: (1) 乳酸发酵-陶瓷膜过滤-双极膜转化集成实验; (2) 食品中营养成分提取及分离实验; (3) 板式扩散渗析回收工业废酸实验; (4) 渗透蒸发在燃料乙醇分离中的应用实验; (5) 电渗析在磷回收中的应用实验; (6) 膜蒸馏实验; (7) 卷式扩散渗析分离酸盐实验; (8) 纳滤分离糖和盐水溶液实验; (9) 超滤分离明胶水溶液实验; (10) 分离设备组件的装配实验; (11) 双极膜电渗析制取无机酸和碱实验等。其中实验项目(7)“卷式扩散渗析分离酸盐实验”是一个科研成果转化的本科教学实验项目。作者作为国家面上基金项目“卷式扩散渗析膜组件的优化设计 and 应用基础研究”科

*通讯作者, Email: fenghy@ustc.edu.cn

基金资助: 省级教研项目(2015jyxm001)

研课题的负责人，同时也是化工基础实验课课程建设的负责人，将科研工作和实验教学进行有机结合，更好地实现科研助力教学，完成“卷式扩散渗析装置”的设计、调试和实验内容体系的确定。自2015年春季用于本科教学，教学效果良好。下面介绍具体的建设思路和做法。

2 自制仪器的建设

自制实验教学仪器的核心部分是要有自主产权的产品。对于作为卷式扩散装置核心元件的卷式扩散膜组件，这一部分化工基础实验室仍然要从功能膜实验室借力，图1是功能膜研究室制作的不同面积、不同尺寸的膜组件，图2是成品的膜组件实物图。膜组件已经获得国家专利(201010144042.4)。



图1 不同尺寸的卷式扩散膜组件

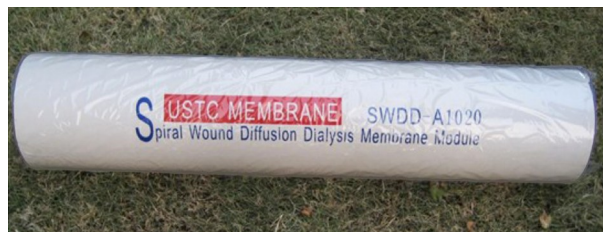


图2 卷式扩散渗析膜组件实物图

科研工作的实验过程和在传统授课模式下的实验教学过程有本质的区别，教学仪器要求便于操作和讲解。图3是科研仪器和教学仪器的实物图，通过废液罐、纯水罐、蠕动泵、残液罐、回收酸罐以及管路阀门的规范化使用，使得卷式扩散渗析膜装置适合用于本科实验教学。

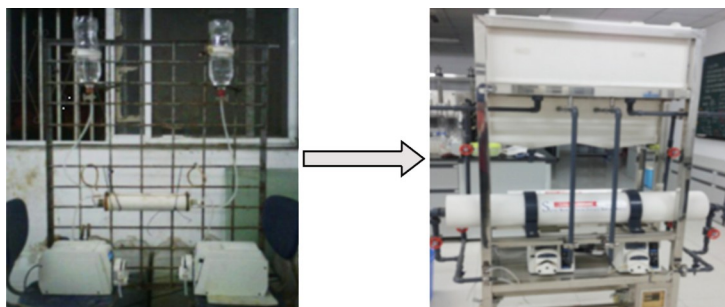


图3 科研仪器(左)和教学仪器(右)实物图

3 实验内容的探索

3.1 实验原理

扩散渗析以浓度差为推动力，理论上不消耗能量(除泵输送液体外)，具有操作简单、可连续化作业等优点，在湿法冶金、有色金属加工、废酸(碱)回收、苦咸水淡化、海水浓缩及化工和制药分离等领域有着广泛的应用前景。如利用阴离子膜扩散渗析，由于阴离子膜对高价金属离子的排斥和对酸根阴离子的优先选择性透过可实现酸和金属离子的良好分离，回收的酸可返回初始工序重复使用，残液由于酸的浓度很低可直接提取金属，可以解决我国的钢铁酸洗废液、钛白粉废液、冶金废液、金属电解废液、精细化学品生产废液等的排放问题，实现这些行业的节能减排；同样，利用阳离子膜扩散渗析，借助于阳离子膜对高价阴离子的排斥和对金属阳离子的优先选择性透过可实现碱与金属离子的良好分离，在钨钼工业、铝业和造纸工业具有广泛的应用。

考虑本科生实验教学内容可操作性、重复性等特点，实验选用硫酸和亚铁盐体系，模拟工业钛白废液。回收酸盐废液中的无机酸采用的是阴离子交换膜扩散渗析法(图4)，阴离子交换膜是有选择

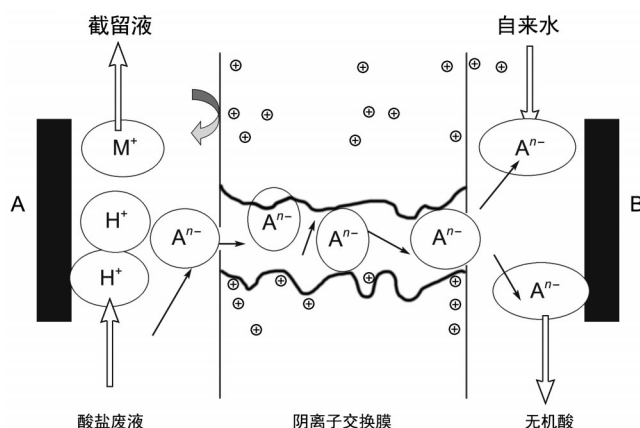


图4 扩散渗析原理

透过性的, 首先阴离子膜的骨架本身带正电荷, 在溶液中能够吸引带负电荷的水合离子, 而排斥带正电荷的水化离子, 故在浓度差的作用下, 废液侧的无机酸根离子被吸引而顺利地透过膜进入水的一侧。其次根据电中性要求, 带正电荷的离子也有透过膜的趋势, 由于氢离子的水化离子半径较小, 电荷较少, 而金属离子的水化离子半径较大, 又是多价态的, 因此氢离子会优先通过膜, 如此, 废液中的无机酸就被分离出来。

酸回收率计算公式如下:

$$\eta = \frac{c_{\text{rH}} Q_{\text{r}}}{c_{\text{jH}} Q_{\text{j}} + c_{\text{rH}} Q_{\text{r}}}$$

式中 c_{rH} 为回收酸液中硫酸的浓度, Q_{r} 为回收酸液的流量, c_{jH} 为残液中的酸浓度, Q_{j} 为残液的流量。

铁离子的截留率计算公式如下:

$$\eta = \frac{c_{\text{rFe}} Q_{\text{j}}}{c_{\text{jFe}} Q_{\text{j}} + c_{\text{rFe}} Q_{\text{r}}}$$

式中 c_{jFe} 为残液中亚铁离子的浓度, Q_{j} 为截留液的流量, c_{rFe} 为回收酸液中亚铁离子的浓度, Q_{r} 为回收酸液的流量。

3.2 实验试剂

0.5 mol·L⁻¹ FeSO₄和 2 mol·L⁻¹ H₂SO₄混合溶液(模拟钛白废酸液)、0.05 mol·L⁻¹ KMnO₄标准溶液、0.2 mol·L⁻¹ Na₂CO₃标准溶液、甲基橙指示剂。

3.3 实验装置

本实验装置是自主研发的实验教学设备, 装置由合肥科佳高分子材料有限公司加工, 整个装置主要包括卷式扩散渗析膜组件 2 只(有效面积分别为 1 m²、5 m²), 蠕动泵 2 只(河北保定兰格恒流泵有限公司提供), 4 只溶液罐(3 L 左右), 整个装置示意图见图 5。

3.4 实验步骤

具体实验步骤如下:

(1) 流道的冲洗与排气。

实验前, 开启两侧蠕动泵的阀门, 用废酸液和纯水分别冲洗两侧的流道, 直至将流道内的气泡排尽为止。其中一台设备中废酸液从左侧的中心管进入, 自来水从右侧的测流管进入, 两股液体在组件内部形成螺旋式逆流流动; 另一台设备中废酸液从左侧的中心管进入, 自来水从右侧的中心管进入, 两股液体在组件内部形成螺旋式顺流流动。

(2) 废液和纯水。

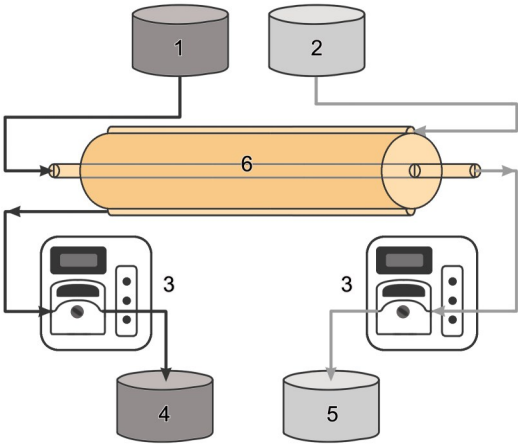


图5 卷式扩散渗析装置示意图
1-废液罐；2-纯水罐；3-蠕动泵；4-残液罐；5-回收酸罐；6-卷式组件

待两侧流道中的气泡排尽后，关闭蠕动泵的阀门，将废液罐与纯水罐中分别注入相等体积的废液与纯水。

- (3) 控制流速。
调节两侧蠕动泵的流速，保证流速比为1 : 1，两侧流速可为20 mL·min⁻¹，开启蠕动泵，实验开始。
- (4) 浓度监测。
实验过程中，以10 min为时间间隔，在图5所示的两个流道的出口4、5取样，待分析。
- (5) 当两侧的浓度稳定后，放入5 L纯水冲洗设备，结束实验。

3.5 结果分析

实验中硫酸浓度和铁离子浓度由滴定方法测定，硫酸浓度用标准的Na₂CO₃溶液滴定，并以甲基橙作为指示剂，亚铁离子浓度是用标准的KMnO₄溶液滴定。计算截留率和回收率，相关结果一并记录在如表1所示的表格中。

表1 实验结果记录表

<i>t</i> /min	<i>C</i> _{jFe} /(mol·L ⁻¹)	<i>C</i> _{jH} /(mol·L ⁻¹)	<i>C</i> _{rFe} /(mol·L ⁻¹)	<i>C</i> _{rH} /(mol·L ⁻¹)	<i>η</i>	<i>R</i>
初始值						
10						
20						
30						
40						
50						
60						
...						

进行Fe²⁺与H⁺浓度的分析，绘制两侧Fe²⁺/H⁺浓度-时间变化图，通过回收率和截留率数据，讨论顺流和逆流两种流动方式对扩散渗析效果的影响。

通过教学实践，上述实验的内容安排满足了在规定的课时内完成规定的实验步骤的基本要求。同时在具体的实验过程中采用小组合作的方式进行实验，即两组学生分别完成顺流或逆流操作方式，实验结束后两组实验结果放在一起进行分析，书写实验报告。通过小组合作的方式，学生熟悉了扩散渗析技术的基本原理、卷式扩散渗析膜组件的结构及基本操作流程，了解了时间对卷式扩散

渗析膜组件内流体流动方式对分离性能的影响,熟悉了扩散渗析技术在钛白废酸行业中的应用,并且通过实验数据的分析可以得到有效的实验结论。卷式扩散渗析实验的内容安排适合本科生的实验教学。

4 结 语

作为理科学院的化工基础实验无法做到实验项目的大型化,但是却可以通过教学和科研工作进行有机的结合,形成具有特色又紧跟学科前沿的教学仪器和实验内容。本实验项目在建设过程中具体的建设思路和做法为:(1)利用科研实验室现有膜组件的制备工艺,设计一套适合本科教学的实验仪器;(2)利用正在进行的科研项目选择合适的分离体系,用于实验教学;(3)实现实验教学仪器的自主创新;(4)保证实验内容紧跟科研前沿。通过2015年度在本科生教学的实践过程,本套实验教学设备规范、易于操作,实验教学步骤安排紧凑合理,实验教学内容紧跟学科前沿,是一个值得推广的实验教学项目。希望本文的工作能对理科化学专业化工基础实验建设有一定的启示作用。

参 考 文 献

- [1] 冯红艳,傅延勋,杨伟华,徐铜文.大学化学化工课程报告论坛论文集.北京:高等教育出版社,2012.
- [2] 冯红艳,徐铜文,王晓林,杨伟华.大学化学, **2015**, 30 (1), 59.
- [3] 冯红艳,杨伟华,徐铜文.化工高等教育, **2014**, No. 1, 67.
- [4] 冯红艳,徐铜文,杨伟华,傅延勋.化学工程实验.合肥:中国科学技术出版社,2014.