

Efficiency Analysis of Dimethyldichlorosilane as an Azeotropic Agent in Turpentine Alkene Extraction

Wei Chen Wentao Ding Wenlian Zhou

Zhejiang Zhengrong Spice Co., Ltd., Quzhou, Zhejiang, 324300, China

Abstract

This paper studies the use of dimethyldichlorosilane as a coboiling agent in the extraction of turpentine alkene. The effects on the extraction efficiency and ene purity were analyzed in depth. The experimental design considerations include different temperatures, the dimethyldichlorosilane concentration, and the extraction time, which are optimized for the ene extraction rate. Dimethyldichlorosilane was found to have the ability to reduce the ene extraction temperature and increase the separation efficiency. Find out the advantages of the azeotropic extraction method, and reveal its potential in solvent recovery and environmental protection. After multiple extraction and distillation, the purity and recovery rate of ene are optimized, providing a new technical path for the efficient extraction of turpentine ene.

Keywords

dimethyldichlorosilane; azeotropic extraction; ene extraction; extraction efficiency; purity control

二甲基二氯硅烷作为共沸剂在松节油萜烯提取中的效率分析

陈渭 丁文涛 周文莲

浙江正荣香料有限公司, 中国·浙江衢州 324300

摘要

本文研究了二甲基二氯硅烷作为共沸剂在松节油萜烯提取中的使用。深入分析了其对提取效率和萜烯纯度的影响。实验设计的考虑包括不同温度、二甲基二氯硅烷浓度以及提取时间, 这些因素对萜烯提取率是有优化作用的。发现二甲基二氯硅烷具备降低萜烯提取温度并增加分离效率的能力。为共沸萃取方法找出优势所在, 并揭示其在溶剂回收和环保方面存在潜力。经过多次提取与精馏结合, 优化了萜烯的纯度与回收率, 为松节油萜烯的高效提取提供了新的技术路径。

关键词

二甲基二氯硅烷; 共沸萃取; 萜烯提取; 提取效率; 纯度控制

1 引言

松节油作为一种重要的天然有机溶剂和香料源, 广泛应用于化妆品、医药、食品等行业, 其中萜烯是其主要的活性成分之一。尽管水蒸气蒸馏、溶剂萃取等作为传统的萜烯提取方法存在, 但常被低效率、高能耗和溶剂残留问题困扰。因此, 对于新兴分离技术—共沸萃取法来说, 由其提升的提取效率并解决了现有技术不足赢得了日益增多的关注度。二甲基二氯硅烷, 作为一种常见的共沸剂, 具有良好的挥发性和溶解性, 可以有效地与萜烯形成共沸混合物, 从而降低提取过程中的温度要求, 减少能源消耗, 并且提高萜烯的纯度。研究二甲基二氯硅烷在松节油萜烯提取中的应用, 能够优化现有的萃取工艺, 提升提取效率, 并为工业化生产提供理论依据和技术支持。因此, 探讨二甲基二氯硅烷共沸萃取在萜

烯提取中的效率及优化策略, 具有重要的实际意义和应用价值。

2 二甲基二氯硅烷共沸提取原理

2.1 共沸现象的基本原理

通常在特定的液体混合物中会出现共沸现象, 其定义为液体混合物中的溶质和溶剂, 在一定温度和压力条件下, 蒸气组成保持恒定, 使得液体与蒸气的构成无异。这种混合物的沸腾点被称为共沸点, 它指的是在固定压力下, 混合物同时达到最大热度喷发状态的极值点。而此时由于达到了临界状态, 故即便是温度升高也不再影响它们构成比率的变化。分子间相互作用差异大可引起挥发性显著改变。对于松节油中的萜烯提取, 共沸现象的引入能够通过选择适当的共沸剂来降低萜烯的提取温度。共沸剂在萃取过程中与萜烯形成低沸点的共沸混合物, 从而在较低温度下实现萜烯的蒸发和分离。

【作者简介】陈渭(1985-), 男, 中国浙江衢州人, 本科, 工程师, 从事林产化工研究。

2.2 二甲基二氯硅烷作为共沸剂的特性

二甲基二氯硅烷(DMDCS)有机硅化合物,在其化学结构中,存在着硅-氯键。这种特性赋予了它在某些条件下与多种有机化合物制成共沸混合物的能力。其低沸点和强挥发性展现了令人瞩目的物理特性——在萃取过程中,作为一种策略,它能够与蒎烯非常迅速地同步蒸发,有效精确地降低提取温度并减少消耗能量。选择如此紧密相关且绝妙无比:对松节油中蒎烯溶解度高的二甲基二氯硅烷作为媒介,在温度偏低时也可推动蒎烯的挥发,并实现优良分离效果。与松节油中的蒎烯相互作用时,二甲基二氯硅烷通过形成共沸混合物降低了蒎烯的沸点,使得蒎烯可以在低于其常规沸点的条件下被提取出来,避免了高温对蒎烯本身及其他热敏性成分的破坏。

2.3 共沸剂在蒎烯提取中的作用机制

在蒎烯提取过程中,共沸剂的作用通过降低沸点、增强挥发性和促进溶解性等方面展现出来。对于蒎烯的蒸发与分离,往往需要其与溶剂或共沸剂之间的相互关系,更重要的是,在低沸点溶剂存在时,高效分离蒎烯变得行之有效。原本属于共沸萃取环节里的步骤,由共沸剂与蒎烯生成一种混合物,导致了对应问候温度下较少受损失而做到了减少让自身转化为气态所需高温带给成草香素不必要的影。蒎烯的萃取效果得以增强,二甲基二氯硅烷的高溶解性和良好挥发性居功至伟,同时也提升了一定程度上的选择性。在蒎烯萃取过程中,温度和压力成为共沸现象与提取效率影响最大的关键因素。将温度保持在较低状态可以有效减少蒎烯损失,并降低能耗,使整个萃取过程更显节能高效。而通过适当调节压力,则有助于控制共沸点变化,优化共沸萃取过程并进一步提升其提取效率。

3 二甲基二氯硅烷共沸萃取实验设计与结果

3.1 实验设计与操作步骤

蒎烯提取过程,透过实验室规模的共沸萃取设备完成。玻璃搅拌反应釜扮演了实验使用反应器的角色,其容积为1L,并能加热、冷却以及搅拌。在精密控制温度和压力上,反应釜配备了温度传感器和压力表。水浴恒温装置负责维持常态与温度调节同时自动调节阀对压力进行调整。该次实验在60℃至120℃的温度范围内操作,而压力则保持在常压至1.2 MPa之间,这样做是为了观察并探究温度与压力如何影响共沸萃取效果的变化情况。

在不同的实验组中,二甲基二氯硅烷的浓度分别设定为5%、10%、15%和20%(体积比),实验温度为80℃、100℃、120℃,提取时间设定为1小时、2小时和3小时。样品收集方式为定时取样,提取后的液相通过分液漏斗进行分层处理,分离出萃取相。每次实验完成后,收集蒎烯溶液并进行分析。样品分析使用气相色谱(GC)法,采用毛细管柱(30m × 0.25mm × 0.25μm)进行分离,载气为氮气,

流速设定为1.0 mL/min,进样口温度为250℃,检测器温度为280℃,进样量为1μL。

3.2 提取效率的计算与分析

提取效率是衡量共沸萃取过程效果的重要指标,通常通过计算提取物中目标成分的质量与原料质量之间的比值来得出。提取效率的公式如下:

$$\eta = \frac{m_{\text{蒎烯}}}{m_{\text{原料}}} \times 100\%$$

其中, η 为提取效率; $m_{\text{蒎烯}}$ 为提取的蒎烯质量, g ; $m_{\text{原料}}$ 为原料松节油的质量, g 。在每次实验中,取样后使用气相色谱分析得到蒎烯的质量,通过与原料松节油的质量进行比较,计算出提取效率。

3.3 实验结果与数据分析

通过对不同实验条件下的蒎烯提取效果进行系统分析,得出了一系列实验数据。不同二甲基二氯硅烷浓度与温度条件下的蒎烯提取率如表1所示。

表1 不同二甲基二氯硅烷浓度与温度下蒎烯提取效率

二甲基二氯硅烷浓度 / %	温度 / °C	提取效率 / %
5	80	48.2
5	100	52.5
5	120	49.6
10	80	56.8
10	100	62.3
10	120	61.1
15	80	65.4
15	100	70.9
15	120	68.5
20	80	67.8
20	100	72.5
20	120	71

从上面表格可以看出,随着温度的提高,提取效率显著上升,尤其在10%和15%的二甲基二氯硅烷浓度下,100℃时提取效率达到最高。

4 二甲基二氯硅烷共沸萃取的效果优化与分析

4.1 影响因素的系统分析

在共沸萃取过程中,温度、时间和二甲基二氯硅烷浓度是影响蒎烯提取效果的关键因素。提取效率与温度和时间呈现密切的正相关关系。在一定范围内,温度的升高能够显著增加蒎烯的挥发速率,从而提高提取效率。然而,温度过高时,二甲基二氯硅烷及蒎烯的蒸发损失会增加,导致提取效率的下降。从实验结果可以看出,100℃是一个优化温度,既能够充分挥发蒎烯,又能避免溶剂的过度损耗。

4.2 二甲基二氯硅烷共沸萃取的优势

传统的水蒸气蒸馏法和溶剂萃取法,相对于二甲基二氯硅烷共沸萃取法,其优势并不明显。前者虽有较高的温度

需求,也容易引发目标成分与水分共同蒸馏出来,致使得提取效率不稳定且低纯度问题突出;后者虽能提升目标成分的提取效率,但大量使用有机溶剂,并困扰着溶剂回收利用难以实现与环境污染几个问题。在这样一种情况下,二甲基二氯硅烷共沸萃取法在较低温度下即可有效分离蒎烯,在挥发性强的溶剂中留有极少残余量,并节约了处理环境污染的资源及时间。

4.3 提取过程中纯度与回收率的控制

在本实验中,通过控制共沸萃取的操作条件,可以有效地提高蒎烯的纯度并优化其回收率。蒎烯的纯度主要取决

于共沸萃取过程中蒎烯与其他挥发性成分(如松节油中的其他萜烯类化合物)的分离效率。在实验过程中,随着二甲基二氯硅烷浓度和提取温度的优化,蒎烯的纯度得到了显著提高。尤其在温度为100℃、二甲基二氯硅烷浓度为10%时,蒎烯的纯度可达到98%以上。不同提取条件下蒎烯的纯度和回收率如表2所示。

从上面表格可以看出通过精细化控制共沸萃取的操作条件,蒎烯的纯度与回收率得到了进一步优化。温度和时间的合理组合不仅提高了蒎烯的提取效率,也改善了蒎烯的纯度。

表2 不同提取条件下蒎烯的纯度与回收率

二甲基二氯硅烷浓度 /%	提取温度 /℃	提取时间 /h	蒎烯纯度 /%	蒎烯回收率 /%
5	80	1	89.5	68.3
10	100	2	96.3	72.5
15	120	2	98.1	78.2
20	100	3	97.8	83.6

5 结论

本文对二甲基二氯硅烷在松节油蒎烯提取中作为共沸剂的应用进行了深入探索,同时对共沸萃取的原理、影响元素及其优点做出系统性分析。实验结果明确展示出温度、时间和二甲基二氯硅烷浓度对提取效率产生重大影响,而其中温度和浓度经过优化后能有效提升蒎烯的纯度与提取效果。以传统提取方式比较,使用二甲基二氯硅烷共沸萃取法会在规模上、纯净度上提升,并且在溶剂回收方面展现出显著的优越性。进一步分析还指出,通过优化操作情况可使得蒎烯纯净程度及回收水平达到理想状态。该研究为松节油蒎烯的高效提取提供了理论支持和实践指导,具有重要的工业应用潜力。

参考文献

- [1] 周立刚,阮金俊,胡晓雨,等.提高二甲基二氯硅烷水解物裂解效率的方法探讨[J].云南化工,2024,51(8):90-92.
- [2] 王鑫.直接法合成二甲基二氯硅烷的反应机理与收率影响研究[J].粘接,2023,50(11):118-121.
- [3] 辛海亮.二甲基二氯硅烷水解物本体法裂解反应的研究[J].精细与专用化学品,2023,31(10):62-64.
- [4] 杨典,王芳,万焯,等.分离三氯氢硅中甲基二氯硅烷的研究进展[J].无机盐工业,2021,53(3):30-33+72.
- [5] 钟伟.萃取精馏分离纯化二甲基二氯硅烷的研究[D].青岛:青岛科技大学,2012.