

文章编号: 1673- 9620 (2007) 03- 0015- 04

DWC 分离苯/ 甲苯/ 二甲苯混合物的研究^{*}

钱春健, 叶 青, 黄恒文, 魏 亮, 裘兆蓉

(江苏工业学院 江苏省精细石油化工重点实验室, 江苏 常州 213164)

摘要: 进行 DWC 分离苯/ 甲苯/ 二甲苯 3 组分混合物实验: 在相同操作条件下, 与常规侧线采出精馏塔进行对比, 并通过改变 DWC 的进料位置、侧线采出位置及隔板位置等条件, 考察对分离效果的影响。实验结果表明, 分隔壁精馏塔侧线采出产品纯度高出常规侧线采出塔 28 个百分点以上, 达到 96. 4%。同时, 侧线进料口位置、采出口位置及隔板位置等均对分离效果产生明显影响, 在分离上述 3 组分芳烃混合物时, 当进料位置取进料口 2, 采出位置取采出口 2, 隔板位于塔中部时, 分离效果最佳。

关键词: 分隔壁精馏塔; 效果; 苯; 甲苯; 二甲苯

中图分类号: TE 624

文献标识码: A

Separating Three Components from the Mixture of Benzene/ Toluene/ Dimethyl Benzene by DWC

Q IAN Chun- jian, YE Qing, HUANG Hen- wen, WEI Liang, QIU Zhao- rong

(Jiangsu Key Laboratory of Fine Petrochemical Engineering, Jiangsu Polytechnic University, Changzhou 213164, China)

Abstract: A dividing wall column was used to separate mixture of benzene/ toluene/ dimethyl benzene and compared with traditional side run- off tower in the same operational condition. Influences of feed position, side- draw position and dividing wall position on separation effect were investigated. The results indicated that side- draw product's purity of DWC was 28 percent higher than traditional side run- off tower, could reach 96. 4%. Meanwhile, influences of feed position, side- draw position and dividing wall position on separation effect were obvious. The optimal separation condition was that when the feed position and side- draw position all were position 2, and the dividing wall was in the middle of the DWC to separate above- mentioned arene mixture, the result of separation was optimal.

Key words: dividing wall column; effect; benzene; toluene; dimethyl benzene

分隔壁精馏塔 (Dividing Wall Column 简称 DWC) 是一种完全热耦合精馏塔, 最早由 Eric W Luster 因裂解气的分离提出^[1,2]。其结构特征是在

一精馏塔内部设一垂直隔板, 将精馏塔分成上部公共精馏段、下部公共提馏段及隔板两侧的精馏进料段和侧线采出段四部分。DWC 是热耦精馏塔的一

* 收稿日期: 2006- 11- 02

基金项目: 江苏省自然科学基金资助 (BK2004035); 江苏省高校自然科学基金 (05KBJ530025); 中国石油化工股份有限公司基金资助 (X505021)

作者简介: 钱春健 (1981-), 男, 浙江湖州人, 硕士。

种特殊类型, 两者在热力学上是等效的, 但从结构上看, DWC 是将热耦精馏塔的初分馏塔集成到了一个主塔内, 因此进一步节省了设备投资及占地面积^[3]。

DWC 是热力学上最理想的系统结构^[4]。以分离 3 组分混合物为例, 传统的分离方法是用 2 塔流程, 而采用 DWC, 完成相同的分离任务, 只需 1 个塔就可以了。因此节省了 1 个塔、1 个重沸器、1 个冷凝器、1 个回流分配器及相应管线。相对于分离某些特定的物系, DWC 节能最高可达 60%, 节省设备投资 30%^[5,6]。DWC 所采出的侧线产品质量分数比常规侧线采出精馏塔要高, 当希望得到高纯度的侧线产品时应优先考虑使用 DWC。另外在 DWC 中, 由于物料在再沸器中只被加热一次, 在高温区的停留时间较短, 故该塔型更加适用于对热敏性物料的分离。目前在国外已将 DWC 装置投入到实际的商业生产中, 例如 BASF 公司将其用于分离 C5~C9 馏份 (如图 1 所示)^[7]。而国内尚无关于 DWC 工业化应用的报道。加快这一技术在国内的发展, 对于降低我国的精馏能耗是十分有益的。

DWC 分离苯/甲苯/二甲苯混合物的研究¹

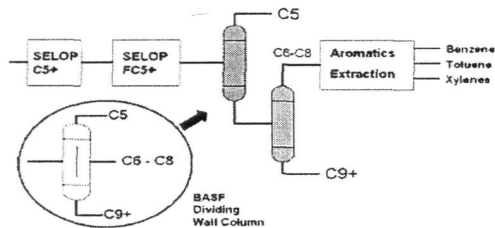


图 1 DWC 应用之一

Fig. 1 One possible dividing wall column application

1 实验部分

1.1 仪器与药品

自制 $\phi 40 \times 3\ 000$ 不锈钢 DWC 小试装置; 自制新型分配比控制器 TC-2^[8]; 保定兰格恒流泵有限公司生产的 BT100-100M 型蠕动泵; 厦门伞光电子技术有限公司生产 AI-708-18 型温度控制仪; 上海国药集团化学试剂有限公司生产的苯 (分析纯)、甲苯 (分析纯)、二甲苯 (分析纯)。

1.2 实验装置

DWC 小试装置 (局部示意图如图 2 所示), 塔釜为 1 000 mL 3 颈烧瓶, 隔板安装在塔的中部位

置 (另外, 可以根据具体要求调节隔板位置)。塔内径 40 mm, 总高 3 000 mm。塔外缠绕石棉绳保温, 外加石棉布, 塔内均填装规格为 $\phi 2$ mm 不锈钢弹簧填料, 填料的等板高度 HETP 为 88 mm。隔板的长度为 1 700 mm, 公共精馏段和公共提馏段的长度都为 400 mm。全塔理论塔板数 29 块, 其中公共精馏段和公共提馏段的理论塔板数都为 5 块。在塔内靠近隔板的上方位置安装一个分配比 (进入隔板两侧液体量之比) 控制器, 实现了对流进隔板两边液体的有效控制。塔顶回流液由回流比控制器控制。同时在相同的条件下自制一常规侧线采出精馏塔。

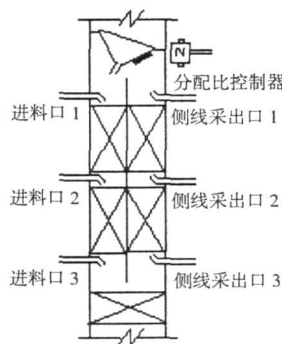


图 2 DWC 实验室小试装置示意图

Fig. 2 The dividing wall distillation column

1.3 实验方法

塔釜加入相同组成的苯/甲苯/二甲苯混合物 400 mL, 加热, 全回流条件下待塔达到稳定操作后, 打开进料泵将待分离苯/甲苯/二甲苯混合物按适当速度送入精馏进料段, 同时, 打开回流比和分配比控制器。塔顶、中间侧线及塔釜连续出料, 每隔 30 min 取样, 以气相色谱分析采出产品的质量分数。常规填料侧线采出塔与 DWC 在相同操作条件下进行对比实验。

1.4 分析方法

采用上海分析仪器厂生产的 1102G 型气相色谱仪分析出料的含量。FID 检测器, 弹性石英毛细管 $30\text{ m} \times 0.32\text{ mm} \times 0.4\text{ }\mu\text{m}$, 固定相为 SE-54, 柱温 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$, 气化温度 $160\text{ }^{\circ}\text{C}$, 检测温度 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$, 载气为 N_2 , 流量为 $40\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。进样量为 $0.1\text{ }\mu\text{L}$ 。用面积归一法计算含量。

2 结果与讨论

2.1 DWC 和常规侧线采出塔分离效果对比

由于经过前期的研究，得出当进料中中间组分的含量占大部，大约在 60% ~ 70% 之间，轻组分/ 中间组分、中间组分/ 重组分间的分离难易相当时，DWC 才具有明显的优势。因此在本试验中，进料各组分的比为 $V(\text{苯}) : V(\text{甲苯}) : V(\text{二甲苯}) = 1:3:1$ ，进料速度为 $1.1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ，及回流比 6:1，分隔壁精馏塔分配比取 1:2 的条件下，进行 DWC 与常规侧线采出塔分离 3 组分混合物效果的对比实验，考察侧线采出产品的质量分数。实验结果见表 1。

表 1 DWC 和常规侧线采出精馏塔侧线产品纯度比较
Table 1 The result of DWC compare with traditional side run-off tower on side product

塔型	侧线采出产品/ %		
	苯	甲苯	二甲苯
DWC	3.3	96.4	0.3
常规侧线采出塔	20.1	67.5	12.4

从表 1 可以看出，在相同的操作条件下分离以上苯/ 甲苯/ 二甲苯混合物，DWC 相对于常规侧线采出塔侧线采出产品的质量分数有明显提高，从常规侧线采出塔的 67.5% 上升到了 96.4%，高出 28.9 个百分点。因此当需要获得高纯度的侧线产品时，DWC 比常规侧线采出塔更加适合。这是由 DWC 的特殊塔结构所决定的。在分隔壁一侧的进料段首先起到了一个预分离塔的作用，当混合物料从进料段的某点进入塔内后，轻组分和一部分中间组分向塔上方移动，重组分和另外一部分中间组分向塔下方移动；完成轻、重组分间的初步分离后，在公共精馏段内再完成轻组分和中间组分间的分离，并使中间组分下降，进入侧线采出段；同时在公共提馏段内完成中间组分和重组分间的分离，中间组分上升，进入侧线采出段，在侧线采出段内完成中间组分的分离。由于隔板的存在，阻止了进料段和侧线出料段间气相和液相物料间的互混，因此经过以上一系列的过程后，侧线就可以得到较高质量分数的产品。

2.2 进料位置对分离效果的影响

在进料比为 $V(\text{苯}) : V(\text{甲苯}) : V(\text{二甲苯}) = 1:3:1$ ，进料速度为 $1.1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ，分配比为 1:2 及回流比 6:1 的条件下，取 3 个不同的侧线进料口，进料口 2 位于进料段正中间处，进料口 1 位于进料口 2 上方 400 mm 处，进料口 3 位于进

料口 2 下方 400 mm 处，通过改变进料位置，考察对分离效果的影响。实验结果见表 2。

表 2 不同进料位置 DWC 分离效果比较

Table 2 Effect of different feed position on separate effect of DWC

进口位置	塔顶出料/ %			侧线出料/ %		
	苯	甲苯	二甲苯	苯	甲苯	二甲苯
进口 1	72.9	16.8	10.3	13.2	85.3	1.5
进口 2	94.9	2.5	2.6	3.3	96.4	0.3
进口 3	96.3	2.2	1.5	20.2	78.2	1.6

通过表 2 的数据可知，进料位置的改变对分离效果有很大影响，当进料位置由上而下依次改变时，塔顶产品的质量分数不断提高，但侧线产品的质量分数取进料口 2 时明显优于其它两个位置。这是由于进料位置的变化引起轻组分/ 中间组分和中间组分/ 重组分两者之间预分离长度的变化，最终影响其分离效果。从实验结果可知，当进料口位于进料段的中间位置时，分离效果是最佳的，在本小试装置塔高的条件下，塔顶采出中苯的质量分数达到了 94.9%，侧线采出中甲苯的质量分数为 96.4%。

2.3 侧线采出位置对分离效果的影响

在进料体积比为 $V(\text{苯}) : V(\text{甲苯}) : V(\text{二甲苯}) = 1:3:1$ ，进料速度为 $1.1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ，进料位置进料口 2，分配比为 1:2 及回流比 6:1 的条件下，取不同的侧线采出点，考察对侧线产品质量分数的影响，得出最佳侧线出料位置。侧线采出点 2 位于侧线采出段正中间处，点 1 位于点 2 上方 400 mm 处，点 3 位于点 2 下方 400 mm 处。实验结果见表 3。

表 3 不同侧线采出位置 DWC 分离效果比较

Table 3 Effect of different side-draw position on separate effect of DWC

DWC	1	2	3
侧线采出甲苯/ %	65.1	96.4	84.9

从表 3 可以看出，在分离以上 3 组分芳烃混合物时，侧线出料口 2 为最佳侧线采出点，其产品的质量分数至少高于其它两个出料口 11 个百分点以上。因此要想侧线出料段具有最佳的分离效果，侧线采出点的位置至关重要。必须根据分离物系的性质灵活调节，也就是根据轻组分/ 中间组分、中间组分/ 重组分之间的相对挥发度，当轻组分/ 中间组分较中间组分/ 重组分难分离时，侧线出料点位置应适当由侧线采出段中部向下移动，反之，则向上移动。

2.4 隔板位置变化对分离效果的影响

由于隔板位置和长度是一个很重要的变量,对分离所得产品的纯度有很大影响,因此需要慎重选取。一般可以根据分离物系的性质和分离要求来进行调节。本研究进行了不同分隔壁位置的对比实验。隔板位置有3种情况,由塔中部延伸至塔顶、塔中部位置和由塔中部延伸至塔釜(分别记为位置1、位置2、位置3)。在进料比为 $V(\text{苯}):V(\text{甲苯}):V(\text{二甲苯})=1:3:1$,进料速度为 $1.1\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$,进料位置进料口2,分配比为1:2及回流比6:1的条件下,3种隔板位置其塔顶和侧线采出产品质量分数的变化见表4。

表4 不同隔板位置 DWC 分离效果比较

Table 4 Effect of different dividing- wall position on separate effect of DWC

分隔壁位置	塔顶/ %			塔中/ %		
	苯	甲苯	二甲苯	苯	甲苯	二甲苯
1	61.2	38.8	/	14.0	83.5	2.5
2	94.9	2.5	2.6	3.3	96.4	0.3
3	100.0	/	/	13.6	86.4	/

从表4可以看出,在上述分离过程中,隔板在塔中部的DWC分离效果最好,塔顶和侧线产品的质量分数分别比隔板延伸至塔顶的高33.7%和12.9%,虽然,当隔板由塔中部延伸至塔釜时,由于延长了上部公共精馏段,塔顶所得产品纯度达到了100%,但由于少了公共提馏段,侧线采出中甲苯的含量较低。这是由于隔板位置的变化引起了塔内各分离段长度的变化。当隔板向精馏塔底部延长时,可有效阻止轻组分从分隔壁下端进入侧线出料一侧,但中间组分从下段进入侧线出料侧也变得困难起来,这样使得更多的中间组分从分隔壁的上端进入侧线出料段,给侧线出料段上部的分离带来困难,影响产品的纯度。反之,若将隔板向塔上部延伸,阻止了重组分从分隔壁上端进入侧线采出段,但同时也增加了中间组分进入侧线段的困难。因此由实验结果,在分离苯/甲苯/二甲苯芳烃混合物时,隔板应放置在精馏塔的中部。

因此,综合考虑塔顶、侧线所得产品的纯度,在分离苯/甲苯/二甲苯混合物时,隔板应放置在精馏塔的中部。

3 结 论

(1) 在分离苯、甲苯、二甲苯三组分混合物

时,当进料比 $V(\text{苯}):V(\text{甲苯}):V(\text{二甲苯})=1:3:1$ 时,用DWC的分离效果明显优于常规侧线采出塔,在本小试装置塔高的条件下,侧线中甲苯的质量分数从67.5%上升到96.4%,高出28.9个百分点。因此与常规侧线采出塔相比,DWC更加适用于对侧线产品要求较高的混合物的分离。

(2) 进料位置对分离效果的影响:当取3个不同的进料位置,进料点分别沿进料段由上而下变化时,塔顶产品苯的质量分数依次提高,从72.9%上升到了96.3%,但侧线产品甲苯的质量分数以进料口2时最高,考虑塔顶和侧线产品的纯度,最佳进料位置应取进料口2。

(3) 最佳侧线采出点位置,应根据轻组分/中间组分、中间组分/重组分之间的分离难易决定。在分离上述芳烃混合物时,侧线出料口2的甲苯质量分数比出料口1和3分别高出31.3%、11.5%,因此最佳侧线采出点为侧线出料口2。

(4) 隔板的位置和长度通常随被分离物系性质和对各采出点产品纯度要求的变化而变化。在本分离过程中,隔板放置在塔中部位置分离效果最佳。

参考文献:

[1] Rakesh A Grawal, Zbigniew T Fidkow Ski. More operable arrangements of full themally coupled distillation columns [J]. A IChE Journal, 1998, 44 (11): 2 565- 2 568.

[2] Eric W Luster. Apparatus for Fractionating Cracked Products [P]. US: 1915681, 1933- 06- 27.

[3] Mic Michael A Schultz, Douglas G Stewart. Reduce costs with dividing- wall columns [J]. CEP, 2002, (5): 64- 71.

[4] Lestak F, Collins C. Advanced distillation saves energy and capital [J]. Chem Eng, 1997, 104 (7): 72- 76.

[5] 袁兆蓉, 叶青, 李成益. 国内外分隔壁精馏塔现状与发展趋势 [J]. 江苏工业学院学报, 2005, 17 (1): 58- 61.

[6] Parkinson G. The Divide in Distillation [J]. Chem Eng, 1999, 106 (4): 32- 35.

[7] Becker H. Partitioned distillation columns- why, when, and how [J]. Chem Eng, 2001, 108 (1): 68- 74.

[8] 袁斌, 袁兆蓉. 分配比自控器在分割壁塔中的设计和应用 [J]. 江苏工业学院学报, 2005, 17 (4): 36- 38.