

文章编号: 1673 - 9620 (2008) 04 - 0044 - 04

隔离壁萃取精馏塔分离甲乙酮/水*

陈红梅, 叶青, 朱国彪, 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 213016)

摘要: 利用隔离壁萃取精馏塔分离甲乙酮/水的共沸物。考察了溶剂比、回流比和进料速度对分离过程的影响。当溶剂比为 3、回流比为 3.5、进料速度为 1.6 mL/min 时, 塔顶甲乙酮的质量分数达到 98.8%, 塔釜乙二醇质量分数达到 96.3%。利用 Aspen Plus 对该新工艺进行了模拟。结果表明, 模拟值与实验值相一致。此新工艺比常规萃取精馏工艺节能 5.6%。

关键词: 隔离壁萃取精馏塔; 甲乙酮; 水; 模拟

中图分类号: TQ 016 **文献标识码:** A

Study of Separation of 2 - Butanone/ Water with Divided Wall Extractive Distillation Column

CHEN Hong - mei, YE Qing, ZHU Guo - biao, QIU Zhao - rong

(Jiangsu Key Laboratory of Fine Petrochemical Technology, Jiangsu Polytechnic University, Changzhou 213016, China)

Abstract: A divided wall extractive distillation column was used to separate azeotrope of 2 - butanone and water. The influence of ratio of solvent and feed, reflux ratio, flow rate on process was investigated. The mass fraction of 2 - butanone reached 98.8% in top stream and mass fraction of ethylene glycol in bottom stream reached 96.3% under the condition that feed rate was 1.6 mL/min, ratio of solvent and feed was 3, reflux ratio was 3.5. This novel process was simulated by Aspen Plus soft. The results showed that the value of simulation was accordant with the value of experiment. This novel process, compared with conventional extractive distillation process, could save energy consumption up to 5.6%.

Key words: divided wall extractive distillation column; 2 - butanone; water; simulation

甲乙酮是一种优良的溶剂。在涂料、粘结剂、油墨等领域用途也非常广泛。由于在甲乙酮的生产过程中, 与水形成共沸物, 给两者的分离带来困难。目前, 其分离方法有共沸精馏法^[1]和加盐萃取精馏法^[2]。共沸精馏法由于回流量很大, 能耗很高。而加盐萃取精馏法中, 盐水容易使设备腐蚀。

隔离壁塔 (Divided Wall Column, 简称

DWC) 是一种新型的节能塔^[3-9]。DWC 是完全热耦合塔的一种特殊结构, 比热耦合塔少一个塔及相应的管路, 投资及占地面积也相应减少。研究表明, 此塔可节约能耗 30% 左右, 对于某些特殊的体系节能甚至可达 60%, 亦可节约 30% 左右的设备投资。

目前对于隔离壁在萃取精馏方面的应用研究不

* 收稿日期: 2007 - 07 - 16

基金项目: 中国石油化工股份有限公司基金 (X505021); 江苏省教委自然科学基金 (KYZ05010038)

作者简介: 陈红梅 (1982 -), 女, 江苏常州人, 硕士; 联系人: 裘兆蓉。

多, 国内只有 3 篇专利报道了此方面的研究^[10-13]。用隔离壁萃取精馏塔分离甲乙酮/水还未见报道。本研究为隔离壁萃取精馏塔的工业化提供了理论依据和设计参考, 以推动隔离壁萃取精馏塔在石化行业中的应用。

1 实验部分

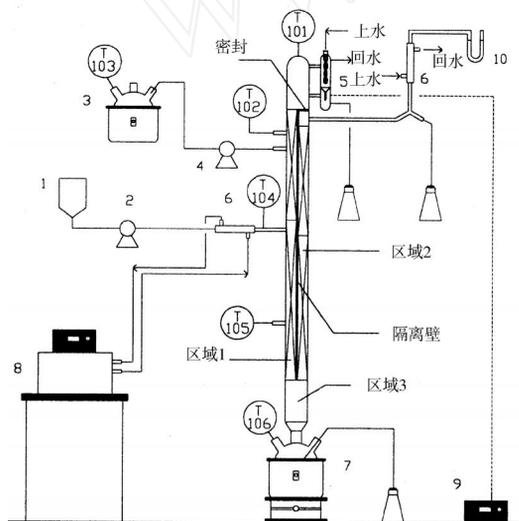
1.1 仪器与药品

仪器: 自制 $\phi 40\text{ mm} \times 3\ 000\text{ mm}$ 不锈钢 DWC 小试装置; 保定兰格恒流泵有限公司生产的 BT100-100M 型蠕动泵; 自制 TC-1 回流比控制器; 宁波市海曙天恒仪器厂的 DC-2006 恒温槽。

药品: 甲乙酮, 分析纯, 上海国药集团化学试剂有限公司生产; 乙二醇 (质量分数 99.5%), 扬子石化公司提供。

1.2 实验装置

在直径 40 mm 高 3 m 的不锈钢塔中装一垂直隔离壁, 见图 1。隔离壁将塔分成 3 个部分: 区域 1、区域 2 和区域 3。其中区域 1 主要进行萃取精馏; 区域 2 主要进行溶剂回收; 区域 3 为区域 1 和区域 2 的公共提馏区。区域 1 和区域 3 称为主塔, 区域 2 称为副塔。



1 - feed tank; 2 - feed pump; 3 - flask; 4 - solvent pump; 5 - funnel; 6 - condenser; 7 - heater; 8 - constant temperature water tank; 9 - TC-1 controller; 10 - U-pipe

图 1 实验装置图

Fig 1 Schematic diagram of experiment

为防止塔左侧的甲乙酮蒸汽进入右侧, 将右侧塔顶密封。萃取剂乙二醇经加热后从塔的左侧上部进料, 原料甲乙酮/水溶液加热至泡点后从塔的左

侧中部进料。萃取剂和原料的进料速度分别由两台蠕动泵控制。回流比由 TC-1 控制^[13]。

1.3 分析方法

用鲁南化工仪器厂 SP-501N 气相色谱分析出料含量, 色谱柱 GDX-103, 柱温 180, 气化室温度 200, TCD 检测器, 检测室温度 200, 载气 H_2 , 流量 40 mL/min。

2 结果与讨论

2.1 溶剂比的影响

在甲乙酮/水溶液进料速度为 1.6 mL/min, 回流比为 3 时, 考察溶剂比对分离过程的影响, 实验结果见图 2。

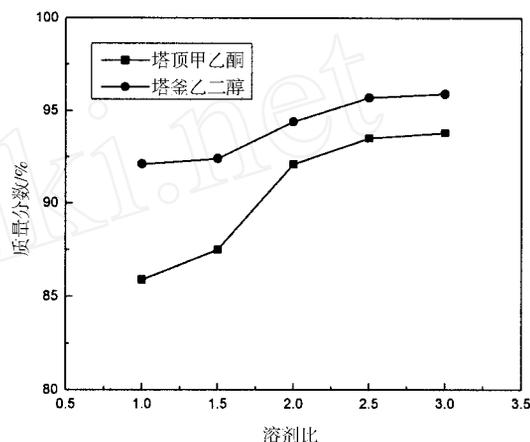


图 2 溶剂比的影响

Fig 2 Influence of ratio of solvent and feed

从图 2 可以看出, 随着溶剂比的增加, 塔顶甲乙酮质量分数和塔釜乙二醇质量分数也随之增加。这是由于随着塔板上的溶剂浓度增加, 萃取效果增强。当溶剂比达到 3 时, 塔顶甲乙酮含量和塔釜乙二醇含量达到最高。当塔板上的溶剂浓度达到相当值后, 其再增加的效果变得相当缓慢。溶剂比越大, 使用的溶剂量就越多, 投资费也就越高。另外, 溶剂比增加, 塔内气液相流量也会增加, 塔的热负荷也在增加。所以合适的溶剂比为 3。

2.2 回流比的影响

在甲乙酮/水溶液进料速度为 1.6 mL/min, 溶剂比为 3 时, 考察回流比对分离过程的影响, 实验结果见图 3。

从图 3 可以看出: 随着回流比的增加, 塔顶甲乙酮和塔釜乙二醇的质量百分数随之增加。当回流

比大于 3.5 时，塔顶甲乙酮含量和塔釜乙二醇含量下降。这是因为在萃取精馏中，回流比对分离能力的影响与普通精馏不同。在隔离壁萃取精馏塔内，由于所用溶剂的挥发度低且用量较大，在塔内基本上维持一固定的浓度值，称为溶剂的恒定浓度。如果回流比太大，则溶剂的恒定浓度下降，降低分离效果。另外，回流比增加，塔的热负荷也会增加。所以合适的回流比为 3.5。

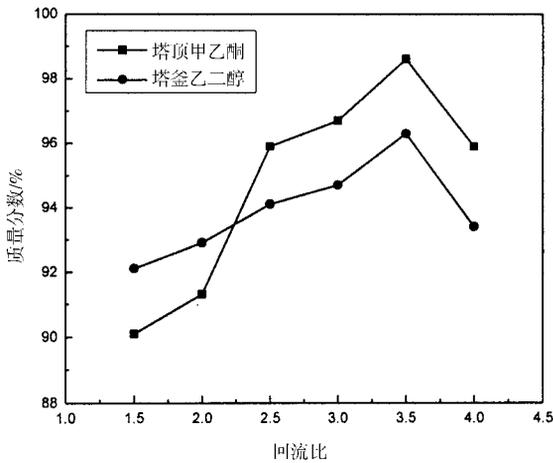


图3 回流比的影响

Fig 3 Influence of reflux ratio

2.3 进料速度的影响

在溶剂比为 3，回流比为 3.5 时，考察进料速度对分离过程的影响，实验结果见图 4。

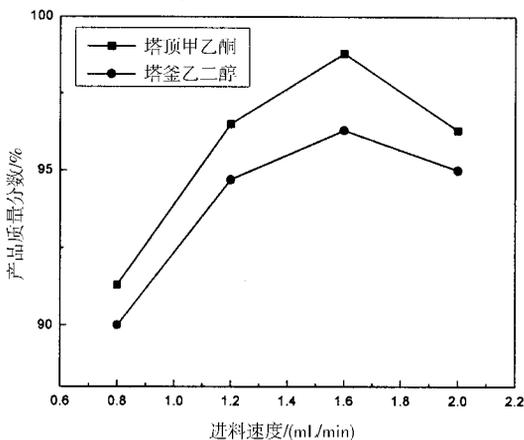


图4 进料速度的影响

Fig 4 Influence of flow rate of feed

从图 4 可以看出：当甲乙酮/水溶液的进料速度增加时，塔顶甲乙酮的质量分数和塔釜乙二醇的质量分数也随之增加，但当进料速度大于 1.6 mL/min 时，塔顶甲乙酮的质量分数及塔釜乙二醇的质量分数会随着进料速度的增加而下降。因为如果进料速度太慢，原料和萃取剂传质不充分，降低分离

效果；而进料速度过快，则甲乙酮还未汽化即被下降的乙二醇带到塔釜，也会降低分离效果。所以最佳的进料速度为 1.6 mL/min。

3 流程模拟

3.1 实验过程的模拟

采用 Aspen Plus 软件对隔离壁萃取精馏塔分离工艺进行模拟计算。物性方法选择 UNIQUAC 模型。模拟结果与实验结果比较见表 1。

表 1 模拟结果与实验结果的对比

	Simulation	Experiment
Top temperature/	79.0	78.0
Bottom temperature/	181.8	182.0
Flow rate of feed/ (mL/min)	1.6	1.6
Ratio of solvent and feed	3	3
Reflux ratio	3.5	3.5
Fraction of 2-butanone in top/ %	99.8	98.8
Fraction of ethylene glycol in bottom/ %	98.8	96.3

从表 1 可以看出，模拟计算结果与实验结果吻合的很好，模拟结果具有很高的可信度。

3.2 与常规萃取精馏工艺的比较

利用 Aspen Plus 对常规萃取精馏工艺进行模拟，流程见图 5。输入实验得出的最佳工艺条件，物性方法选用 UNIQUAC 模型。并与新工艺的模拟结果比较，结果见表 2。

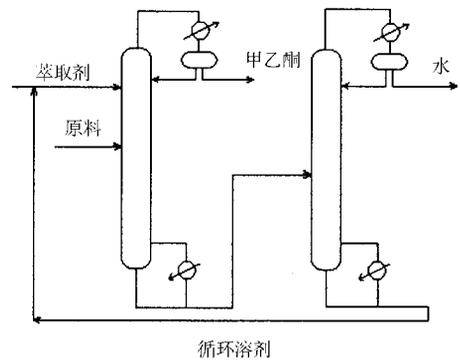


图5 常规萃取精馏工艺

Fig 5 Conventional extractive distillation process

从表 2 可以看出，由于新工艺将萃取精馏和溶剂回收集中在一个塔内进行，减少了常规工艺中萃取精馏塔的塔釜液的返混，所以在达到相同的分离要求时，新工艺节能 5.6%。并且隔离壁萃取精馏塔结构紧凑，减少了设备的占地面积，缩短了管线。

表 2 新工艺与常规萃取精馏的比较

Table 2 Comparison of novel process and conventional extractive distillation

	Conventional	Novel
Number of theoretical trays	30	30
Reflux ratio	3.5	3.5
Ratio of solvent and feed	3	3
Fraction of 2-butanone in top/ %	99.8	99.8
Fraction of ethylene glycol in bottom/ %	98.9	98.8
Heat duty/ (J/s)	151.2	142.8

4 结论

隔离壁萃取精馏塔分离甲乙酮/水的最佳操作条件为: 溶剂比 3, 回流比 3.5, 甲乙酮/水溶液进料速度 1.6 mL/min。此时塔顶甲乙酮的质量分数达到 98.8%; 塔釜乙二醇的质量分数达到 96.3%, 可作萃取剂循环利用。采用 Aspen Plus 对隔离壁萃取精馏塔分离甲乙酮/水工艺实验的最优操作条件进行了模拟计算。结果表明, 模拟结果与实验结果基本一致。采用隔离壁萃取精馏塔可以将萃取精馏和溶剂回收集中在一个塔中进行。比常规萃取精馏工艺减少了一个塔和一个再沸器, 节能 5.6%。并且该塔结构紧凑, 减少了设备占地面积。

参考文献:

- [1] 邱学青, 杨东杰, 沈慧芳, 等. 丁酮-水分离新方法研究 [J]. 化学工程, 1998, 26 (1): 25-29.
- [2] 陈小平, 张珠. 加盐萃取精馏分离甲乙酮-水恒沸物的研究 [J]. 烟台大学学报 (自然科学与工程版), 2002, 15 (2): 128-132.
- [3] 裘兆蓉, 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.
- [4] Harald Rust, Gerd Kaibel. Dividing Wall Column: US, 20010052453 [P]. 2001-12-20.
- [5] Muralikrishna K, Madhavan K P. Development of dividing wall distillation column design space for a specified separation [J]. Chem Eng Res Des, 2002, 80 (3): 155-176.
- [6] 叶青, 裘兆蓉. 分隔壁萃取精馏塔分离醋酸水溶液的模拟 [J]. 化学工程, 2007, 35 (6): 13-16.
- [7] 叶青, 段红, 施凤芹. 分隔壁精馏塔操作特性研究 [J]. 江苏工业学院学报, 2007, 19 (4): 45-48.
- [8] Steacy. Dividing Wall Fractionation Column Control System and Apparatus: US, 6558515 [P]. 2003-05-06.
- [9] 吕向红, 陆恩锡. 热耦蒸馏的热力学分析 [J]. 华南师范大学学报 (自然科学版), 2004 (4): 78-82.
- [10] 叶青, 裘兆蓉, 杨柳新, 等. 具有分隔壁的萃取精馏方法及装置: 中国, 200510041506.8 [P]. 2006-03-15.
- [11] 叶青, 吴卫忠, 裘兆蓉, 等. 利用隔离壁精馏塔萃取精馏分离叔丁醇-水的方法和装置: 中国, 200610086012 [P]. 2007-01-03.
- [12] B·海达. 萃取蒸馏: 中国, 200380105704 [P]. 2006-01-18.
- [13] 袁斌, 裘兆蓉. 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.