

文章编号: 2095—0411 (2012) 04—0033—04

间歇萃取精馏分离叔丁醇与水共沸物的研究^{*}

缪英¹, 张春林², 叶青^{2,3}

(1. 常州大学 基建处, 江苏 常州 213164; 2. 上海制皂(集团)如皋有限公司, 江苏 如皋 226521; 3. 常州大学 石油化工学院, 江苏 常州 213164)

摘要: 采用间歇萃取精馏分离叔丁醇水混合物, 选用乙二醇为萃取剂。研究了回流比、溶剂进料流速、溶剂进料温度等对分离叔丁醇水混合物的影响。最佳操作条件为: 回流比为2、溶剂进料温度为90℃、溶剂进料流速为5.1g/min, 在此条件下, 叔丁醇质量分数可达98.41%。同时用 Aspen Plus 软件对间歇萃取精馏过程进行模拟, 结果表明实验结果与模拟结果基本一致。

关键词: 叔丁醇; 间歇萃取精馏; 模拟

中图分类号: TQ 028.3

文献标识码: A

Study of Separating Tert—Butyl Alcohol—Water by Batch Extractive Distillation

MIAO Ying¹, ZHANG Chun—lin², YE Qing^{2,3}

(1. Section of Capital, Changzhou University, Changzhou 213164, China; 2. Shanghai Soap (group) Rugao Co., Ltd., Rugao 226521, China; 3. School of Petrochemical Engineering, Changzhou University, Changzhou 213164, China)

Abstract: Batch extractive distillation process was chosen to separate tert—butyl alcohol—water mixture and the ethylene glycol as solvent. The effect of reflux ratio, solvent feeding speed and solvent feeding temperature was analyzed. The best operating conditions were that the reflux ratio was 2, solvent feeding speed was 5.1g/min, the solvent feeding temperature was 90℃. Under those conditions, the mass fraction of tert—butyl alcohol could reach 98.41%. The batch extractive distillation column was simulated by Aspen plus software, and an agreement was found between the predicted and the experimental data.

Key words: tert—butyl alcohol; batch extractive distillation; simulation

间歇萃取精馏作为一种特殊的精馏方法, 适用于共沸物系和沸点接近的物系的分离, 是近年来发展起来的具有间歇精馏和萃取精馏特点的新型分离过程^[1—4]。间歇萃取精馏是通过向精馏塔上部加入溶剂(或称萃取剂)来增大共沸物之间的相对挥发度, 使分离得以实现的一种特殊间歇精馏技术。间歇萃取精馏设备简单、投资较小; 可单塔分离多组

分混合物^[5—8]; 设备通用性强, 可用同一塔处理种类和组成不同的物系; 对于近沸物和共沸物的分离, 与共沸精馏相比操作过程简单, 有较好的经济性。由于间歇萃取精馏的这些优点, 它适用于精细化工、制药、溶剂回收、天然产物提取等产量小、品种多的生产, 并且具有广泛的应用前景^[9—15]。

叔丁醇在化工、医药等领域应用广泛, 通常由

^{*} 收稿日期: 2012—11—01

作者简介: 缪英(1969—), 女, 江苏武进人, 高级工程师; 通讯联系人: 叶青。

水合法或水解法制得。故在产品中均含有一定的水分,且叔丁醇-水构成共沸体系。其共沸组成为 $m(\text{叔丁醇})/m(\text{水})=88.2/11.8$ 。分离叔丁醇水溶液的方法有:盐析分离、渗透蒸发膜分离法、共沸精馏法及萃取精馏法^[16]。本文采用间歇萃取精馏的方法分离叔丁醇水体系,由 Aspenplus 模拟软件对实验结果进行指使拟合得到最佳工艺条件。

1 实验部分

1.1 实验方法

间歇萃取精馏装置如图 1 所示。塔釜、塔柱及冷凝器均为玻璃材质,塔釜容积 1 000 mL,塔内径为 30 mm,填料为玻璃弹簧,萃取精馏塔中填料层高度为 1 700 mm,测定理论板数为 7 块。首先在塔釜加入叔丁醇为 82% 的叔丁醇-水溶液,塔釜加热并进行全回流操作一段时间后,以一定流速加入经过加热的乙二醇,继续全回流一段时间后,以一定回流比采出叔丁醇,当塔顶温度开始下降后,停止收集产品。每隔 5 min 记录一次塔釜、塔顶、上段和下段的温度。塔顶接收器收集馏出液,30 min 取 1 次样,用气相色谱仪测定其组成。

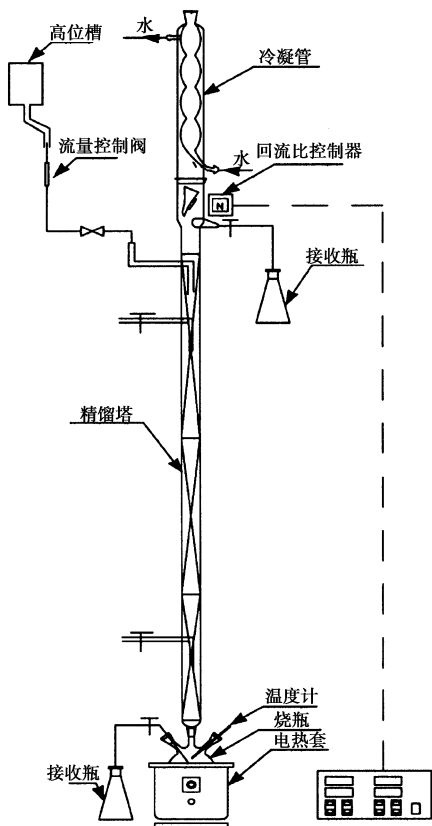


图 1 实验装置简图

Fig. 1 Diagram of the experimental equipment

1.2 分析方法

采用上海海欣色谱有限公司生产的 GC-950 型气相色谱仪分析。色谱条件为 TCD 检测器,柱温 180℃,汽化温度 200℃,检测室温度 180℃,载气为 H₂。进样量为 0.1 μL。用面积归一法计算含量。

2 工艺过程的模拟

采用 Aspen Plus 软件对该分离过程进行模拟,物性方法选用 UNIFAC 活度系数模型。Aspen Plus 中的 Batchfrac 的单元操作模块能够模拟间歇萃取精馏装置的物料和热量平衡。

3 结果与讨论

3.1 回流比的影响

在溶剂进料位置为第二块板、溶剂进料温度为 90℃,溶剂进料速率为 5.1 g/min 的条件下,改变回流比进行实验。同时,在相同的条件下对过程进行了模拟。实验与模拟结果如图 2 所示。

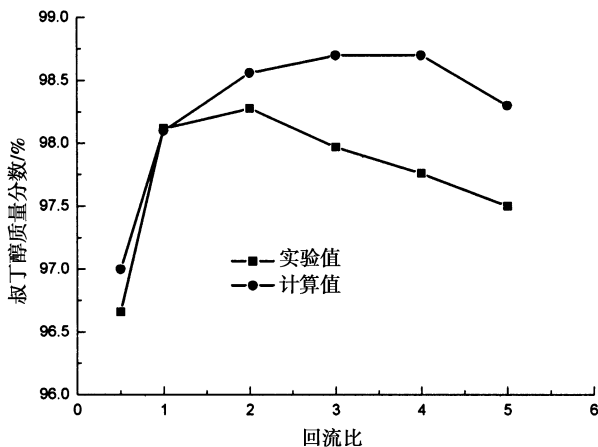


图 2 回流比对分离效果的影响

Fig. 2 Influence of reflux ratio on the product

由图 2 可知,当回流比小于 2 时,塔顶叔丁醇质量分数随着回流比的增大而增大,此时实验值和模拟值相差不大,在实验中当回流比大于 2 时,塔顶叔丁醇质量分数随着回流比的增大而减小。模拟结果中当回流比在 2-4 时,塔顶叔丁醇的质量分数基本保持不变,当回流比大于 4 后,塔顶叔丁醇质量分数随着回流比的增大而减小。这是因为,随着回流比的增大,塔顶叔丁醇的质量分数增大,但回流比过大,会使塔内的乙二醇稀释,从而塔顶叔丁醇浓度降低。故综合考虑,选取回流比为 2。

3.2 溶剂进料速率的影响

在回流比为 2、溶剂进料位置为第 2 块板、溶剂进料温度为 90℃，改变溶剂进料速率分别进行实验。同时，在相同的条件下对分离过程进行模拟。实验与模拟结果如图 3 所示。

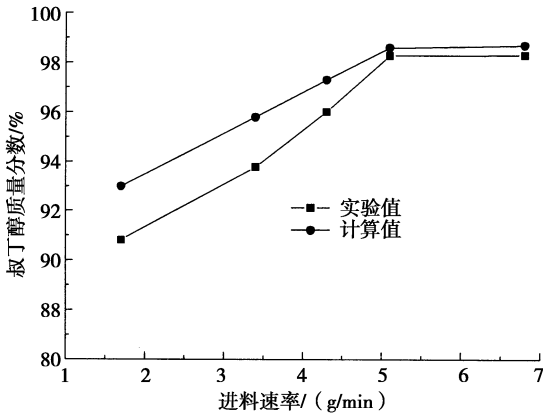


图 3 溶剂进料速率对分离效果的影响

Fig. 3 Influence of solvent feeding speed on the product

由图 3 可知，实验结果与模拟结果相差不大，并且变化趋势基本一致。在间歇萃取精馏过程中，总的操作时间基本不变，故改变溶剂的进料速率实际是改变了操作过程的溶剂比，溶剂的进料速率快，溶剂比就较大。随着溶剂比的增大，塔顶叔丁醇质量分数平缓上升。这是因为溶剂比越大，同一时间内进入塔内的溶剂越多，萃取能力就越强，叔丁醇水就容易分离，塔顶叔丁醇质量分数就越大。但是，溶剂比越大，对塔的负荷也就越大，由于本装置为间歇精馏，溶剂比过大，进入塔内的溶剂则过多，增加塔釜的操作负荷，故综合考虑，在实验过程的所选的溶剂的进料速率为 5.1 g/min，此时的溶剂比为 3。

3.3 溶剂进料温度的影响

在溶剂进料速率为 5.1 g/min、回流比为 2、溶剂进料位置为第 2 块板的条件下，改变溶剂进料温度进行实验。同时，在相同的条件下对分离过程进行了模拟。实验与模拟结果如图 4 所示。

由图 4 可知，当溶剂的进料温度为 25℃ 时，实验结果与模拟结果相差较大，进料温度为 25℃ 时，塔顶叔丁醇质量分数为 88.2%，是叔丁醇和水的共沸组成，即此萃取精馏没有达到任何分离效果，溶剂的进料温度升高后，才有分离效果。但在模拟过程中，溶剂的进料温度对叔丁醇的质量分数影响很小，这主要是因为模拟过程中计算是在完全

的热量平衡及物料平衡的条件下进行计算的，但在实验操作过程中，常温下的溶剂进料使塔内蒸汽被冷凝下来，破坏了汽液平衡，会影响进料位置上下的温度及物料平衡，导致分离效果很差。当溶剂的温度升高后，实验与模拟结果趋势一致。故将进料温度控制在 90℃ 左右。

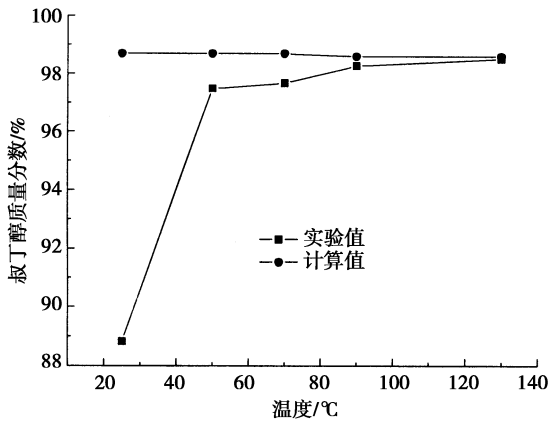


图 4 溶剂进料温度对分离效果的影响

Fig. 4 Influence of solvent feeding temperature on product

3.4 塔顶馏分质量分数的变化

在回流比为 2，溶剂进料速率为 5.1 g/min，溶剂进料位置为第 2 块板，进料温度 90℃，塔顶馏分的质量分数随时间的变化曲线的实验与模拟结果如图 5 所示。

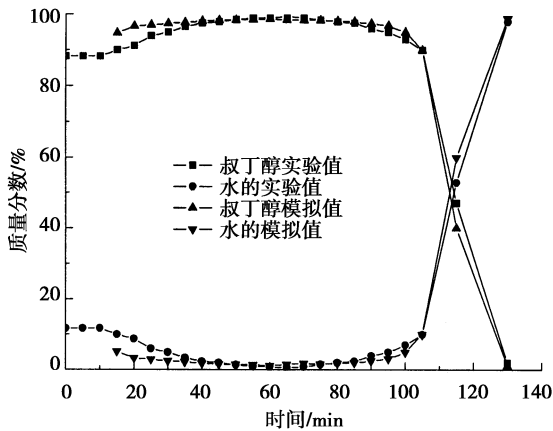


图 5 精馏时间与塔顶产品组成关系图

Fig. 5 Diagram of composition on different time

由图 5 可知，实验结果与模拟结果相差不大，并且变化趋势基本一致。在无溶剂加入时的全回流 10min 内，塔顶叔丁醇质量分数保持 88.2%（共沸组成）不变。当开始加入乙二醇时，塔顶叔丁醇质量分数迅速升高。随着乙二醇持续加入，塔顶叔丁醇质量分数达到最大值且变化趋于平缓，到 120min 左右时，塔顶叔丁醇质量分数开始急剧下

降,而水的质量分数上升。这是因为随着乙二醇的加入,叔丁醇水共沸物被破坏,使得叔丁醇和水容易分离,从而使得塔顶叔丁醇浓度增大。随着实验的继续,当叔丁醇全部蒸出时,塔顶叔丁醇质量分数降为 0。

4 结 论

本文采用间歇萃取精馏塔分离叔丁醇水混合物,并用 Aspen plus 软件对过程进行了模拟,模拟数据与实验结果基本吻合。研究了回流比、溶剂进料流速、溶剂进料温度对塔顶叔丁分离效果的影响。得到了间歇萃取精馏塔分离叔丁醇水混合物适宜的操作条件为:回流比为 2、溶剂进料温度为 90℃、溶剂进料速率为 5.1 g/min,在此条件下,叔丁醇质量分数可达 98.41%。

参考文献:

- [1] 白鹏, 部慧雄, 朱思强. 分批萃取精馏技术的研究进展 [J]. 石油化工, 2001, 30 (7): 563—566.
- [2] Berg L, Yeh An-I. The unusual behavior of extractive distillation—reversing the volatility of the acetone—*isopropyle* [J]. *AIChE*, 1985, 31 (3): 504—506.
- [3] Lelkes Z, Lang P. Batch extractive distillation: the process and the operational policies [J]. *Chem Eng Sci*, 1998, 53 (7): 1331—1348.
- [4] Meadows E L. Multicomponent batch distillation calculations on a digital computers [J]. *Chem Eng Prog Symp Ser*, 1963, 59: 48—57.
- [5] 肖斌, 肖文, 罗建军, 等. 间歇萃取精馏技术和进展 [J]. 广州化工, 2002, 30 (1): 34—37.
- [6] 张志刚, 徐世民, 李鑫钢, 等. 常规间歇萃取精馏分离苯—环己烷的研究 [J]. *化学工程*, 2006, 34 (4): 5—8.
- [7] 李扬, 袁苏霞, 吕效平. 间歇萃取精馏分离碳酸二甲酯与甲醇恒沸物 [J]. *化工进展*, 2008, 27 (9): 1400—1403.
- [8] 许保云, 张卫江, 时彦卫, 等. 间歇萃取精馏制备高纯甲醇模拟与实验研究 [J]. *化学工程*, 2007, 35 (6): 8—11.
- [9] Lei Z G, Li C Y, Li Y X, et al. Separation of acetic acid and water by complex extractive distillation [J]. *Sep Pur Tech*, 2004, 36: 131—138.
- [10] 华超, 李鑫钢, 徐世民, 等. N—甲酰吗啉—乙二醇混合溶剂间歇萃取精馏苯—甲基环戊烷的研究 [J]. *天然气化工*, 2006, 31: 22—27.
- [11] 黄路, 叶青, 孙文雅. 间歇精馏分离异丙醇—水二元共沸物的模拟 [J]. *常州大学学报: 自然科学版*, 2011, 23 (3): 33—36.
- [12] Hasebe S, Kurooka T, Hashimoto I. Comparison of the Separation Performances of a Multi—Effect Batch Distillation System and a Continuous Distillation System [M]. Denmark: *ProcIFAC—Dycord*, 1995.
- [13] Athanasios I P, Patrick L. Efficient integration of optimal solvent and process design using molecular clustering [J]. *Chem Eng Sci*, 2006, 61: 6316—6336.
- [14] Xu S L, Wang H Y. A new entrainer for separation of tetrahydrofuran—water azeotropic mixture by extractive distillation [J]. *Chem Eng Pro*, 2006, 45: 954—958.
- [15] Sorensen E, Prenzler M. A cyclic operating policy for batch distillation—theory and practice [J]. *Comput Chem Eng*, 1997, 21 (S): 1215—1220.
- [16] 韩萍芳, 余锦锦, 徐宁, 等. 碳酸钾盐析分离叔丁醇—水体系及工业化试验 [J]. *化工进展*, 2004 (8): 345—348.