

# 正交设计优化分壁式萃取精馏分离 乙酸异丙酯-异丙醇的模拟研究

马春蕾\*, 翟丽军

(太原工业学院化学与化工系, 山西 太原 030008)

**摘要:**利用 Aspen Plus 模拟软件,以 DMSO 为萃取剂,采用分壁式萃取精馏对乙酸异丙酯和异丙醇共沸物进行分离模拟研究,采用正交设计对灵敏度分析结果进行进一步优化,得到乙酸异丙酯和异丙醇质量分数分别为 99.44% 和 99.34%,回收萃取剂质量分数 99.99%。分壁式萃取精馏过程相比于常规双塔萃取精馏再沸器热负荷降低 7.74%,冷凝器热负荷降低 22.81%,实现了有效节能。

**关键词:**乙酸异丙酯;异丙醇;Aspen Plus;分壁式萃取精馏

中图分类号:TQ028.3

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2018)06-0202-04

DOI:10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2018.06.047

## Simulation study on using orthogonal design to optimize extractive distillation separation of isopropyl acetate-isopropanol in dividing wall column

MA Chun-lei\*, ZHAI Li-jun

(Department of Chemistry and Chemical Engineering, Taiyuan Institute of Technology, Taiyuan 030008, China)

**Abstract:** Aspen Plus simulation software is used to simulate the separation process of isopropyl acetate-isopropanol azeotrope by extractive distillation in a dividing wall column (E-DWC), with DMSO as extractant. The model sensitivity analysis results are further optimized by orthogonal design. The mass fractions of isopropyl acetate and isopropanol can reach 99.44% and 99.34%, respectively and the mass fraction of recovered extractant can reach 99.99%. In comparison with extractive distillation in conventional double-column, the heat load of reboiler and condenser by E-DWC are 7.74% and 22.81% lower, respectively. Energy saving is realized effectively.

**Key words:** isopropyl acetate; isopropanol; Aspen Plus; extractive distillation in dividing wall column

乙酸异丙酯是一种具有水果香味的无色透明液体,可用作印刷油墨、涂料等的溶剂及工业上的脱水剂,也是药物生产中的萃取剂及香料组分<sup>[1]</sup>。异丙醇是一种无色透明液体,可用于塑料、香料、制药、化妆品、涂料、电子等多个领域,是一种重要的化工产品 and 原料<sup>[2]</sup>。传统的乙酸异丙酯的生产方法以乙酸和异丙醇为原料在固体酸催化剂或液体催化剂催化下酯化合成,经过后处理得到产品<sup>[3]</sup>,另一种是直接采用乙酸和丙烯为原料合成。传统的采用乙酸和异丙醇为原料制备乙酸异丙酯的方法中需要对反应产物进行分离,但乙酸异丙酯和异丙醇在常压下会形成最低二元共沸物,采用普通的精馏方法无法对二者进行完全分离。常用的分离二元共沸物的方法包括萃取精馏、共沸精馏、变压精馏等。李嘉琪<sup>[2]</sup>采用 DMSO 和离子液体 1-乙基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐为萃取剂,对乙酸异丙酯和异丙醇萃取精馏分离过程进行了研究。韩祯等<sup>[3]</sup>采用热集成变压精馏对乙酸异丙酯-异丙醇物系进行了分离模拟研究。姜占坤等<sup>[4]</sup>报道了由乙醇和离子液体组

成的混合溶剂作为萃取剂对乙酸异丙酯和异丙醇进行分离的方法。萃取精馏法是向精馏塔内连续加入高沸点的溶剂,使得待分离共沸物组分间相对挥发度发生改变,实现共沸物的分离<sup>[5-8]</sup>。分壁式萃取精馏塔通过气液相的互逆流动接触直接实现物料输送和能量传递,由于塔内返混程度减少,提高热力学效率实现节能,等效的分壁式结构和常规双塔萃取精馏塔相比节省了 1 个再沸器的设备投资<sup>[9-13]</sup>。未见分壁式萃取精馏分离乙酸异丙酯和异丙醇的报道,利用 Aspen Plus 软件对乙酸异丙酯和异丙醇混共沸物进行了分壁式萃取精馏过程模拟,DMSO 作萃取剂,优化了影响产品质量和再沸器热负荷的参数,通过正交设计进一步优选各相关参数,为乙酸异丙酯和异丙醇的分壁式萃取精馏分离过程提供参数依据。

### 1 萃取剂的选择

DMSO 是萃取精馏过程中常用的萃取剂<sup>[2,11,14-15]</sup>,文献[2]测定了乙酸异丙酯-DMSO、异丙醇-DMSO 和异丙醇-乙酸异丙酯-DMSO 在常压

收稿日期:2017-11-12

作者简介:马春蕾(1988-),女,硕士,讲师,研究方向为化工、制药分离模拟,通讯联系人,0351-3569476, machunlei2014@163.com。

下的气液平衡数据,通过剩余曲线图分析得知 DMSO 的加入能够打破乙酸异丙酯和异丙醇二元物系的共沸,且通过预测气液相平衡数据,加入摩尔分数 30% 的 DMSO 后乙酸异丙酯和异丙醇之间的共沸现象即可被打破<sup>[2]</sup>。因此可进行利用 DMSO 作萃取剂,采用分壁式萃取精馏分离乙酸异丙酯-异丙醇的研究。表 1 给出了文献[2]由实验数据回归得到的 Wilson 模型二元交互作用参数,为分壁式萃取精馏模拟分离乙酸异丙酯-异丙醇提供了重要参数。

表 1 由实验数据回归得到的 Wilson 模型参数

组分 $i$	组分 $j$	$A_{ij}$	$A_{ji}$	$B_{ij}$	$B_{ji}$
异丙醇	乙酸异丙酯	-4.3709	6.9760	1445.25	-2586.15
异丙醇	DMSO	-1.6656	1.0551	559.96	-206.68
乙酸异丙酯	DMSO	3.1440	-4.8432	-1403.22	1539.26

## 2 分壁式萃取精馏流程

分壁式精馏塔是一种新型的化工分离装置,是热偶精馏的一种,将传统的萃取精馏中萃取精馏塔和溶剂回收塔集中在一塔中,具体由垂直隔板(隔板右侧顶部封闭)将精馏塔隔成 5 个功能不同的区域,分别为隔板左侧由上至下的萃取剂吸收段、萃取精馏段、萃取提馏段,隔板右侧的侧线精馏段和隔板底端到塔釜的公共提馏段,萃取剂从公共提馏段底部采出后供循环使用。但流程模拟软件中没有可供直接使用的模块,需要建立热力学等效模型,具体如图 1 所示。通过图 1 看出具体包括主塔 T1 和副塔 T2,萃取剂 DMSO 从主塔上部进料,待分离共沸物从主塔下部进料,两者之间为萃取精馏段,主塔塔顶得乙酸异丙酯产品,侧线物流 V 中以气相形式部分采出进入副塔,气相蒸汽进入副塔底部作为加热蒸汽,以液相形式返回主塔,实现 DMSO 与异丙醇的分离,DMSO 从主塔底部 W 物流排出供循环使用,异丙醇经副塔提纯后从 T2 顶部采出。

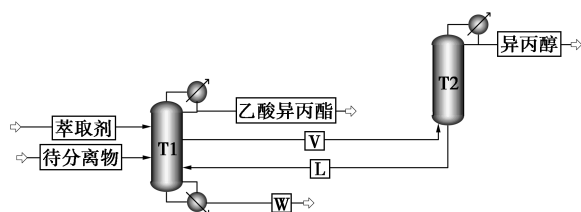


图 1 分壁式萃取精馏塔热力学等效流程

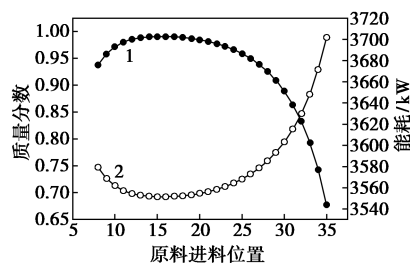
## 3 分壁式萃取精馏模拟与优化

给定初始模拟条件:原料进料量 5 000 kg/h,乙酸异丙酯质量分数为 47.7% (共沸组成),进料温度

20℃;萃取剂 DMSO 进料量 20 000 kg/h,质量分数按 100% 计算,进料温度 20℃;主塔 40 块塔板,萃取剂和原料进料位置分别在第 4 和 15 块塔板,回流比取 2.5,塔顶采出量 2 385 kg/h,主塔侧线采出气相量 3 000 kg/h,采出位置第 35 块塔板;副塔 10 块塔板,回流比取 0.25,均为常压操作。在上述参数基础上,利用软件内置灵敏度分析工具(model analysis tools),研究原料进料位置、萃取剂进料位置、溶剂比、主塔回流比对分离效果和再沸器热负荷的影响,并利用正交设计进行各参数优化选取。要求二者分离后质量分数为 99.0% 以上。

### 3.1 原料进料位置的影响

原料进料位置不同,塔板上气液相负荷不同,塔板的分离效果也会不同,其对乙酸异丙酯质量分数和主塔再沸器热负荷(简称能耗,下同)的影响如图 2 所示。乙酸异丙酯的质量分数呈现先上升后下降的趋势,能耗则是下降后又上升。在第 16 块塔板处乙酸异丙酯质量分数达到最大,且再沸器热负荷最小。这是由于原料进料位置下移后与萃取剂进料位置间的萃取精馏段会变长,使得分离效果变好,但当再向下移时原料进料位置与主塔侧线采出位置较为接近,使得部分进料从隔板下部进入副塔,分离效果相应变差。正交设计选取原料进料位置可为 15、16、17。

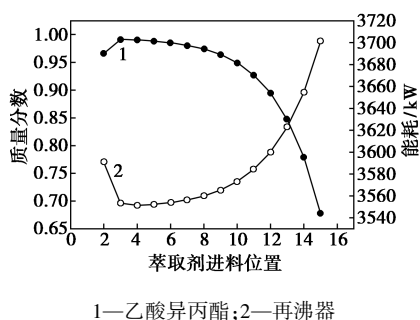


1—乙酸异丙酯;2—再沸器

图 2 原料进料位置的影响

### 3.2 萃取剂进料位置的影响

萃取剂 DMSO 进料位置对乙酸异丙酯质量分数和能耗的影响如图 3 所示。随着萃取剂进料位置的下移,乙酸异丙酯质量分数呈现先上升后下降的趋势,能耗则是先下降后上升。DMSO 在第 3 块塔板处进料时乙酸异丙酯质量分数最大。这是因为萃取剂需在精馏塔的上部位置进料,能够起到维持塔内较高萃取剂浓度的作用,但还需与塔顶有若干块塔板防止萃取剂进入塔顶以起到回收萃取剂的作用,当萃取剂进料位置过于靠下时,萃取剂浓度太小导致分离效果下降且能耗上升,因此正交设计优化时可选取萃取剂进料位置为 3、4、5。

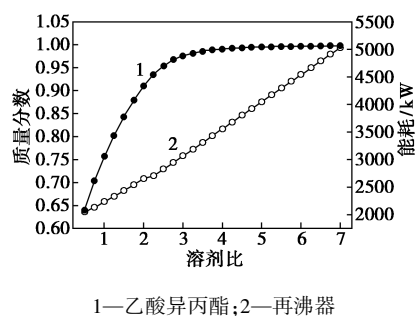


1—乙酸异丙酯;2—再沸器

图 3 萃取剂进料位置的影响

### 3.3 溶剂比的影响

溶剂比(萃取剂进料量与原料进料量质量比)对乙酸异丙酯和异丙醇之间相对挥发度有影响,进而影响产品的纯度,溶剂比对乙酸异丙酯质量分数和能耗影响如图 4 所示。随着溶剂比的增加乙酸异丙酯的质量分数先快速增加后趋于平稳,能耗则是一直增加,这是因为随着溶剂比的增加,相当于萃取剂进料量增大,使得塔内液体量变大,进而使塔釜再沸器热负荷增加,因此溶剂比的选取很关键,正交设计优化时选取溶剂比为 4.0、4.5、5.0。

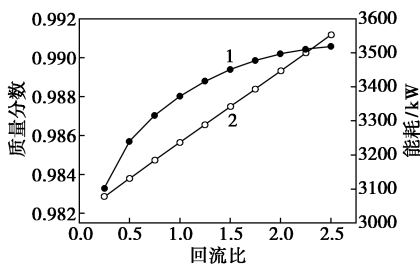


1—乙酸异丙酯;2—再沸器

图 4 溶剂比的影响

### 3.4 回流比的影响

质量回流比对乙酸异丙酯质量分数和能耗的影响如图 5 所示。乙酸异丙酯质量分数和能耗均呈现上升趋势,随着回流比的增大,能耗上升明显,综合产品分离效果和能耗考虑需选取适宜的回流比。正交设计优化时选取回流比为 0.75、1.00、1.25。



1—乙酸异丙酯;2—再沸器

图 5 回流比的影响

### 3.5 正交设计优化分壁式萃取精馏过程

同样对副塔 T2 回流比进行优化,在保证回收萃取剂 DMSO 质量分数在 99.9% 以上前提下,优化 T2 回流比为 0.23。正交设计是科学设计多因素实验的一种方法,利用规格化正交表来安排实验,根据结果利用数理统计方法处理获得科学结论,具有“均匀分散,齐整可比”的特点<sup>[8]</sup>。根据灵敏度分析结果,采用 4 因素 3 水平的正交实验设计,具体为  $L_9(3^4)$  正交表,考察原料进料位置、萃取剂进料位置、溶剂比和回流比 4 个因素对乙酸异丙酯质量分数和能耗的影响,具体因素水平值见表 2。

表 2 正交设计因素水平值

变量	水平		
	1	2	3
原料进料位置(A)	15	16	17
萃取剂进料位置(B)	3	4	5
溶剂比(C)	4	4.5	5
回流比(D)	0.75	1.00	1.25

确定因素水平后根据  $L_9(3^4)$  正交表,且目标函数分别为乙酸异丙酯产品的质量分数和能耗,得到表 3 实验结果。

表 3 正交实验设计及结果

实验	A	B	C	D	质量分数/%	能耗/kW
1	15	3	4	0.75	98.65	3196.14
2	15	4	4.5	1.00	99.19	3514.93
3	15	5	5	1.25	99.36	3812.58
4	16	3	4.5	1.25	99.14	3572.09
5	16	4	5	0.75	99.34	3706.35
6	16	5	4	1.00	98.63	3270.34
7	17	3	5	1.00	99.21	3763.28
8	17	4	4	1.25	98.67	3324.62
9	17	5	4.5	0.75	98.91	3461.22

以主塔 T1 塔顶乙酸异丙酯质量分数为目标函数进行极差分析,如表 4 所示。影响因素由主到次顺序为 CABD,优化组合为 C3A1B2D3,在此条件下乙酸异丙酯质量分数为 99.44%,能耗为 3 812.94 kW。

表 4 以乙酸异丙酯质量分数为目标函数的极差分析

	A	B	C	D
$k_1$	99.07	99.00	98.65	98.97
$k_2$	99.04	99.07	99.08	99.01
$k_3$	98.93	98.97	99.30	99.06
极差	0.14	0.10	0.65	0.09

以主塔 T1 能耗为目标函数进行了极差分析,如表 5 所示。影响因素由主到次顺序为 CDAB,优化

组合为 C1D1A1B1,在此条件下乙酸异丙酯质量分数为 98.65%,能耗为 3 196.14 kW。由于得到的乙酸异丙酯质量分数未达到 99.0%的要求,因此正交设计优化组合为以塔顶乙酸异丙酯质量分数为目标函数得到的优化组合 C3A1B2D3。

表 5 以能耗为目标函数的极差分析

	A	B	C	D
$k_1$	3507.88	3510.50	3263.70	3454.57
$k_2$	3516.26	3515.30	3516.08	3516.18
$k_3$	3516.37	3514.71	3760.74	3569.76
极差	8.49	4.80	497.04	115.19

#### 4 常规双塔萃取精馏过程

为了与分壁式萃取精馏过程分离乙酸异丙酯和异丙醇共沸物进行对比,进行常规双塔萃取精馏分离模拟。初始条件为分壁式萃取精馏过程正交优化后条件,萃取精馏塔萃取剂进料量 25 000 kg/h,理论板数 40,回流比 1.25,原料和萃取剂进料位置分别为 15 和 4;溶剂回收塔塔板数 10,进料位置 5,回流比 0.23。优化后的萃取精馏塔原料和萃取剂进料位置分别为 17 和 4,回流比 1;溶剂回收塔进料位置 5,回流比 1。

#### 5 结果与讨论

表 6 给出了分壁式萃取精馏和常规双塔萃取精馏 2 种流程各项参数,得到的产品质量分数均高于 99.0%,达到了分离要求。但常规双塔萃取精馏要比分壁式萃取精馏多 1 个再沸器的投资。分壁式萃取精馏再沸器热负荷为 3 812.94 kW,冷凝器热负荷共计 1 086.00 kW,常规双塔萃取精馏再沸器热负

表 6 2 种流程参数比较

参数	分壁式萃取精馏		常规双塔萃取精馏	
	主塔 T1	副塔 T2	萃取精馏塔	溶剂回收塔
理论板数/块	40	10	40	10
萃取剂进料位置/块	4	—	4	—
待分离组分进料位置/块	15	10	17	5
回流比	1.25	0.23	1	1
萃取剂进料量/(kg·h <sup>-1</sup> )	25000	—	25000	—
隔板位置/块	35	—	—	—
乙酸异丙酯质量分数/%	99.44	—	99.76	—
异丙醇质量分数/%	—	99.34	—	99.73
DMSO 质量分数/%	99.99	—	—	99.98
再沸器热负荷/kW	3812.94	—	2653.51	1479.26
冷凝器热负荷/kW	481.60	604.40	426.85	980.08

荷为 4 132.77 kW,冷凝器热负荷共计 1 406.93 kW。分壁式萃取精馏过程相比于常规双塔萃取精馏再沸器热负荷降低 7.74%,冷凝器热负荷降低 22.81%。

#### 6 结论

以 DMSO 为萃取剂模拟了分壁式萃取精馏分离乙酸异丙酯和异丙醇共沸物的工艺参数,得到乙酸异丙酯和异丙醇质量分数分别为 99.44% 和 99.34%,回收萃取剂质量分数 99.99%。分壁式萃取精馏过程相比于常规双塔萃取精馏再沸器热负荷降低 7.74%,冷凝器热负荷降低 22.81%。在固定设备投资方面节省 1 个再沸器,具有一定经济优势。为分壁式萃取精馏分离乙酸异丙酯和异丙醇相关研究提供一定参考。

#### 参考文献

- [1] 奚若明,张明国.中国化工医药产品大全(第 1 卷)[M].北京:科学出版社,1991:74-75.
- [2] 李嘉琪.异丙醇和乙酸异丙酯萃取精馏分离的研究[D].天津:天津大学,2016.
- [3] 韩祯,李宏达,高鑫,等.乙酸异丙酯—异丙醇物系的热集成变压精馏分离模拟[J].石油化工,2015,44(6):663-668.
- [4] 姜占坤,刘顺江,孙国新,等.基于混合溶剂作为萃取剂的异丙醇—乙酸异丙酯共沸物精馏分离方法:CN,105061148A[P].2015-11-18.
- [5] 刘建新,肖翔.萃取精馏技术与工业应用进展[J].现代化工,2004,24(6):14-17.
- [6] 崔现宝,杨志才,冯天扬.萃取精馏及进展[J].化学工业与工程,2001,18(4):215-220.
- [7] 刘绪江,张雷.醋酸—水萃取精馏萃取剂的选择及过程模拟和优化[J].现代化工,2015,35(8):165-168.
- [8] 唐建可,马春蕾.正交设计与响应面优化萃取精馏分离苯—噻吩的模拟[J].现代化工,2016,36(12):162-166.
- [9] 包宏宗,武文良.化工计算与软件应用[M].北京:化学工业出版社,2013.
- [10] 任军利.乙醇脱水分壁式萃取精馏工艺研究[J].现代化工,2014,34(7):145-148.
- [11] 马春蕾,唐建可.萃取精馏分离四氢呋喃—水共沸物的模拟研究[J].现代化工,2016,36(9):182-185.
- [12] Dejanović I, Matijašević L, Olujić Ž. Dividing wall column—A breakthrough towards sustainable distilling [J]. Chemical Engineering & Processing Process Intensification, 2010, 49(6): 559-580.
- [13] Dejanović I, Matijašević L, Jansen H, et al. Designing a packed dividing wall column for an aromatics processing plant [J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2011, 50(9): 5680-5692.
- [14] 高孜孜,袁慎峰,陈志荣,等.乙酸乙酯—乙腈萃取精馏的模拟优化[J].计算机与应用化学,2015,32(3):281-284.
- [15] 王婧娴.共沸物系乙酸乙酯—叔丁醇的分离研究[D].天津:天津大学,2012.■