

# 隔壁塔分离乙醇-正丙醇-正丁醇体系

杨兵兵<sup>1,2</sup>, 李 扬<sup>1,2</sup>, 范 赢<sup>1,2</sup>, 孙 姣<sup>1,2\*</sup>, 陈文义<sup>1,2</sup>

(1. 河北工业大学过程装备与控制工程系, 天津 300130;

2. 河北工业大学工程流动与过程强化研究中心, 天津 300130)

**摘要:**以乙醇-正丙醇-正丁醇为分离体系, 研究回流比、气液分配比等操作参数对隔壁塔分离效果的影响。将常规双塔精馏序列转化为隔壁精馏序列并保证各操作参数的最优值, 利用 Aspen Plus 模拟软件对乙醇-正丙醇-正丁醇三组元的常规精馏序列和隔壁塔精馏序列进行模拟分析, 探究隔壁精馏工艺最佳操作区域及节能效果, 模拟结果表明, 在满足分离要求下, 气液分配比存在一个相互关联关系, 使隔壁塔精馏序列存在一个再沸器热负荷最小的最佳操作区域。与常规精馏序列相比, 完成相同的分离任务, 隔壁塔精馏序列再沸器节能 6 954. 368 kW, 冷凝器热负荷减少 2 934. 291 kW。结果表明, 隔壁塔精馏序列不但提高了热力学效率、降低了能耗, 并且大幅降低设备投资。

**关键词:**隔壁塔; 蒸馏; 优化; 节能

中图分类号: TQ028

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2018)08-0217-04

DOI: 10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2018.08.048

## Separation of ethanol-*n*-propanol-*n*-butanol system by dividing wall column

YANG Bing-bing<sup>1,2</sup>, LI Yang<sup>1,2</sup>, FAN Ying<sup>1,2</sup>, SUN Jiao<sup>1,2\*</sup>, CHEN Wen-yi<sup>1,2</sup>

(1. Department of Process Equipment and Control Engineering, Hebei University of Technology,

Tianjin 300130, China; 2. Research Center of Engineering Fluid and Process Enhancement,

Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China)

**Abstract:** The effects of reflux ratio, gas-liquid ratio and other operation parameters on the separation efficiency of dividing wall column (DWC) are studied by taking ethanol-*n*-propanol-*n*-butanol mixture as separation objective. The conventional two-column distillation sequence is transformed into the DWC distillation sequence while various operation parameters are ensured at the optimal values. Both the conventional two-column and DWC distillation sequences for the three-component mixture of ethanol-*n*-propanol-*n*-butanol are simulated with Aspen Plus to explore the optimum operation region and energy conversation efficiency for DWC distillation process. The result demonstrates there is an inter-related relationship between  $R_V$  and  $R_L$  under the premise of meeting separation requirements, which causes the DWC distillation sequence to have an optimum operation region where the heat load of reboiler is the minimum. Compared with the conventional two-column distillation sequence, the reboiler and the condenser of DWC distillation sequence can save energy by 6 954. 368 kW and 2 934. 291 kW, respectively when completing the same separation task. The results show that DWC distillation sequence improves the thermodynamic efficiency, reduces the energy consumption and cut down greatly the equipment investment.

**Key words:** dividing wall column; distillation; optimization; energy conservation

精馏是化工生产中应用最广泛的化工单元操作之一, 能耗约占全球能耗的 3%<sup>[1]</sup>, 占整个化工过程能耗的 40%~70%。精馏过程的巨大能耗及较低的热力学效率直接影响了化工产品成本及化工过程工业的发展。如果在精馏过程中采用节能技术, 所节约的能量以及产生的经济效益将极为可观。隔壁塔作为精馏过程集成强化的一个有效手段, 近年来逐渐成为工程领域专家们研究的热点。

隔壁精馏塔 (dividing wall column, DWC) 作为一种新型的节能精馏装置<sup>[2-3]</sup>, 常规隔壁精馏结构

是在普通精馏塔中部设置一块垂直隔板, 将塔分成 4 个区域<sup>[4-5]</sup>: 公共精馏段 (隔壁顶部)、公共提馏段 (隔壁底部)、预分离段 (隔板左侧) 以及侧线精馏段 (隔板右侧)。这种特殊塔结构实现了塔内多股物流的传质、传热, 以及单塔多组分的分离<sup>[6-7]</sup>, 不但提高了热力学效率、降低能耗, 而且减少了设备投资<sup>[8-10]</sup>。

对于乙醇-正丙醇-正丁醇三组元分离体系, 常规的分馏序列采用双塔工艺, 在建造和运行方面都很简单, 由于没有进行节能处理, 分离的能耗很高,

收稿日期: 2018-01-19; 修回日期: 2018-06-05

基金项目: 国家自然科学基金项目 (11602077, 11572357); 河北省科技计划项目 (16824316D); 河北省科技型中小企业创新英才项目 (169A76334H); 河北省科技支撑计划项目 (11230909D-5)

作者简介: 杨兵兵 (1993-), 男, 硕士生; 孙姣 (1978-), 女, 博士, 副教授, 研究方向为工程流动与过程强化, 通讯联系人, sunjiao@hebut.edu.cn。

塔的分离负荷很大,针对双塔工艺的部分缺点,本文中搭建乙醇-正丙醇-正丁醇三组元隔壁塔模型,从隔壁塔顶得到乙醇,塔釜得到正丁醇,侧线得到正丙醇,探究隔壁塔精馏技术的可行性,并针对隔板气<sup>[11-12]</sup>、液分配比<sup>[13-15]</sup>对隔壁塔产品质量及能耗的影响进行深入研究,探究隔壁两侧气液分配比的关联性,探寻隔壁塔的最佳操作工况,其中液相分配比<sup>[16]</sup>定义为  $R_L = Q_{L,12}/L$ ,气相分配比为  $R_V = Q_{V,12}/V$ 。

## 1 搭建常规精馏序列和隔壁塔

图 1 为乙醇-正丙醇-正丁醇三组元常规精馏直接序列,该流程主要包括 2 个精馏塔及两塔附属的再沸器和冷凝器。图 2 为隔壁塔流程,该流程主要包括主塔、副塔及主塔冷凝器、再沸器。本文中提出的隔壁塔设计以常规精馏序列为基础,两者的进料状态、产品纯度以及塔压力等操作条件均相同,与常规精馏序列的不同在于隔壁精馏序列副塔的塔顶没有冷凝器,塔釜没有再沸器,通过增加 4 股互连物流提供隔壁精馏塔副塔的塔底蒸气和塔顶回流,流程更加复杂,可以直接分离三组分混合物。

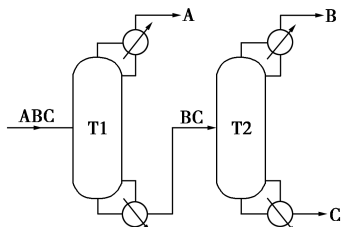


图 1 常规精馏序列

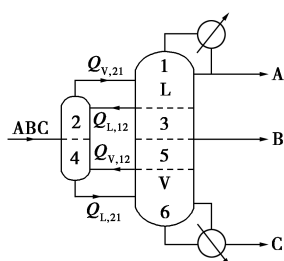


图 2 隔壁精馏序列结构

隔壁精馏塔的搭建按照 Salvador 等提出的 Petlyuk 塔简捷计算的三塔模型<sup>[17-18]</sup>,可以通过互连物流来实现主塔与副塔之间的气液交换,从主塔精馏段采出一股液相物流  $Q_{L,12}$  进入副塔的顶部,为副塔提供液相回流,从主塔的提馏段采出一股气相物流  $Q_{V,12}$  进入副塔底部,为副塔提供蒸汽,通过互连物流的方式代替常规精馏序列中 T2 塔的冷凝器

和再沸器,提高热力学效率,同时在适当的位置采出侧线产品,减少常规精馏序列中间组分的返混效应,进一步提高精馏序列的热力学效率。由于 Petlyuk 和隔壁塔的温度曲线、热负荷以及性能等都是相同的,因此在热力学上,可认为两者是等效的,以 Petlyuk 塔代替隔板塔进行模拟计算。

## 2 精馏序列严格模拟计算

常规精馏序列的严格模拟过程采用 Aspen Plus 软件中 2 个 RadFrac 模块相互连接建立流程,如图 1 所示;隔壁精馏塔的严格模拟过程采用 Aspen Plus 软件 Multifrac-Petlyuk 模块进行,流程图如图 2 所示;在 2 精馏序列中 A 代表乙醇, B 代表正丙醇, C 代表正丁醇,进料状态均为饱和液体常压进料,进料流量 1 000 kmol/h,进料摩尔比  $n(\text{乙醇}):n(\text{正丙醇}):n(\text{正丁醇})=3:5:2$ ,系统操作压力为 0.1 MPa,分离要求均为乙醇质量分数  $\geq 99\%$ ,正丙醇质量分数  $\geq 98\%$ ,正丁醇质量分数  $\geq 97.5\%$ 。

图 1 所示的常规精馏序列中, T1 塔的理论塔板为 27 块, T2 塔的理论塔板数为 20 块, T1 塔在第 8 块板进料,塔顶得到乙醇产品, T2 塔由第 11 块塔板进料,塔顶得到正丙醇产品,塔釜得到正丁醇产品。图 2 所示的隔壁精馏序列中,主塔为 47 块塔板,预分离塔为 23 块塔板,预分离塔顶物流与主塔的联接位置 N1 选取第 14 块塔板(基于主塔),互连物流 N2 选取基于主塔的第 39 块板为预分离塔塔底物流与主塔的联接位置。塔顶得到乙醇产品,塔釜得到正丁醇产品,侧线采出正丙醇产品。经过严格模拟计算得常规精馏序列和隔壁精馏序列各塔的详细操作参数如表 1 所示。

表 1 常规精馏序列和隔壁精馏序列各塔操作参数

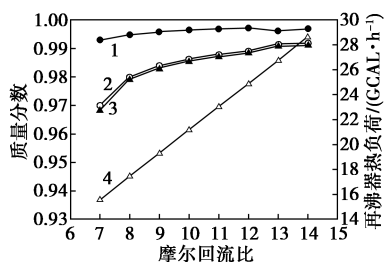
参数	常规精馏序列		隔壁精馏序列	
	T1 塔	T2 塔	主塔	预分离塔
理论板数/块	27	20	47	23
进料温度/℃	20	97	—	20
进料位置	8	11	—	11
塔顶流量/(kmol·h <sup>-1</sup> )	200	500	200	—
塔釜流量/(kmol·h <sup>-1</sup> )	800	300	300	—

## 3 隔壁精馏工艺最佳操作区间模拟探究

### 3.1 主塔回流比的优化

隔壁精馏塔的能耗以及产品的纯度与主塔回流比有较大关联,图 3 展示了隔壁精馏塔产品纯度与

主塔回流比的关系。在气液分配比固定的情况下,随着回流比的增加,乙醇、正丙醇、正丁醇的质量分数均增加,当 $R$ 大于10时,3产品的质量分数增加平缓,而随着回流比 $R$ 的增加,再沸器和冷凝器的热负荷将按比例增大,从而增加塔的操作费用,不满足经济性要求,当回流比等于10时,乙醇、正丙醇、正丁醇的质量分数满足分离要求,综合考虑,决定回流比 $R$ 为10。

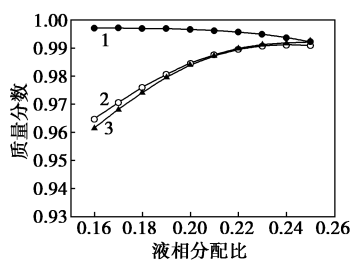


1— $C_2H_6O$ ; 2— $C_3H_8O$ ; 3— $C_4H_{10}O$ ; 4—再沸器热负荷

图3 摩尔回流比对隔壁精馏塔产品质量分数的影响

### 3.2 气液分配比的影响

图4反映了当主塔回流比为10时,液相分配比 $R_L$ 对隔壁塔分离效果的影响,由图4可以看出,乙醇质量分数随液相分配比 $R_L$ 的增加而减小,正丙醇和正丁醇随液相分配比 $R_L$ 的增加先增大后减小,这是由于塔内公共精馏段下降的液相物流在隔壁两侧进行分配时,必须同时满足隔壁两侧的气液平衡关系,才能取得最佳的分离效果。



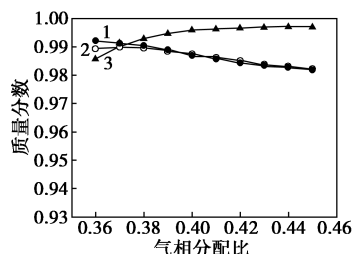
1— $C_2H_6O$ ; 2— $C_3H_8O$ ; 3— $C_4H_{10}O$

图4 液相分配比 $R_L$ 对隔壁塔三产品质量分数的影响

液相分配比 $R_L$ 在 $[0.230, 0.250]$ 时,三产物质量分数均已处于较高水平,再增加分配比会导致三产品品质降低,故液相分配比 $R_L$ 选择在 $[0.230, 0.250]$ 范围较好。

图5反映了当主塔回流比为10,液相分配比 $R_L$ 为0.240时,气相分配比 $R_V$ 对隔壁塔分离效果的影响。由图5可以看出,乙醇质量分数随气相分配比

$R_V$ 增加而增大,正丙醇和正丁醇质量分数随气相分配比 $R_V$ 增大而减小。当 $R_V$ 大于0.42时,三产品质量分数变化趋于平缓,此时气相分配比 $R_V$ 的增加对分离效果的影响甚微,综合考虑,气相分配比 $R_V$ 选择在 $[0.41, 0.43]$ 范围比较好。

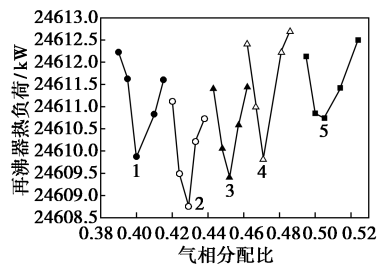


1— $C_2H_6O$ ; 2— $C_3H_8O$ ; 3— $C_4H_{10}O$ ;

图5 气相分配比 $R_V$ 对隔壁塔三产品质量分数的影响

### 3.3 隔壁塔精馏操作的能耗分析

以操作的最低能耗为优化目标,在满足三产品的分离要求下,考察气液分配比对再沸器的影响,模拟结果如图6所示。图6表示了气液分配比对再沸器的影响,当主塔回流比、液相分配比一定时,随着气相分配比 $R_V$ 的增加,再沸器热负荷先减少后增加,存在一个最小值,不同液相分配比 $R_L$ 下的再沸器热负荷最小值也随着 $R_V$ 的变化先减小后增大。



1— $R_L=0.23$ ; 2— $R_L=0.24$ ; 3— $R_L=0.30$ ;

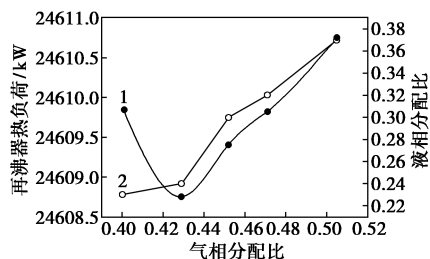
4— $R_L=0.32$ ; 5— $R_L=0.37$

图6 气液分配比对再沸器热负荷的影响

由图6的变化规律可以看出,在满足产品分离要求的情况下,气液分配比对再沸器热负荷有显著的影响,当 $R_L$ ( $R_V$ )一定时,气(液)相分配比 $R_V$ ( $R_L$ )在某个范围内存在最佳操作点,使再沸器热负荷最小;当调节气液分配比 $R_V$ 、 $R_L$ 使隔壁两侧气液分配比相匹配时,隔壁塔存在一个最佳操作区域使隔壁塔再沸器热负荷最小,此操作点附近再沸器热负荷变化剧烈,且 $R_V$ 与 $R_L$ 值相互对应。

图7中的曲线表示在不同 $R_V$ 下的再沸器热负荷最小值的变化趋势,直线表示在与此 $R_V$ 相对应

的  $R_L$  值,由图 7 可以看出,当  $R_L$  在  $[0.23, 0.24]$  范围内,  $R_V$  在  $[0.42, 0.44]$  范围内,再沸器的热负荷较小,曲线变化较平缓,操作的稳定性好,此范围即为该物系的最佳操作区间,在实际操作中,当液(气)相分配比  $R_L(R_V)$  在线调节比较困难时,可以根据  $R_V$  与  $R_L$  之间一一对应的关系,调节  $R_V(R_L)$ ,使隔壁塔处于相对的最佳工况,减低再沸器的热负荷,降低能耗,提高热力学效率。



1—再沸器热负荷;2—液相分配比

图 7 气液分配最佳

### 3.4 常规精馏序列与隔壁精馏序列热力学计算结果

表 2 为常规精馏序列和隔壁精馏序列的热力学计算结果。由表 2 可知,对于乙醇-正丙醇-正丁醇三组元分离过程,常规精馏序列与隔壁精馏序列的最小分离功基本相同。这是由于最小分离功是一个状态函数,其值只与进出系统的各物流的有效能的差值有关,本案例中常规精馏序列与隔壁精馏序列的初始参数及分离要求是相同的,因此最小分离功是相等的。

表 2 常规精馏序列与隔壁精馏序列热力学计算结果

参数	常规精馏序列		隔壁精馏序列	
	T1 塔	T2 塔	主塔	副塔
总冷凝器负荷/kW	26741.9475		23807.657	
总再沸器负荷/kW	31560.6113		24606.2433	
最小分离功/kW	42.249		42.249	
有效能损失/kW	1182.739		800.449	
总输入有效能/kW	1224.988		842.698	
热力学效率/%	3.45		5.01	
节能效果/%	0(标准)		31.14	

但是常规精馏序列的有效能损失为 1 182.739 kW,隔壁精馏序列的有效能损失为 800.449 kW,比常规精馏序列少得多,同时,由于有效能损失的增加,总有效能输入要相应增加才能满足分离要求,因此常规精馏序列总的有效能输入为 1 224.988 kW,

隔壁精馏序列总的有效能输入为 842.698 kW,常规精馏序列再沸器总负荷为 31 560.611 3 kW,隔壁精馏序列再沸器热负荷为 24 606.243 3 kW,后者比前者节能约 22.03%,常规精馏序列的热力学效率为 3.45%,隔壁精馏序列的热力学效率为 5.01%,后者比前者提高了 31.14%。

## 4 结论

(1)结果表明,分离乙醇-正丙醇-正丁醇三组元时,当主塔回流比  $R$  为 10,液相分配比  $R_L$  为 0.240,气相分配比  $R_V$  为 0.425 时,隔壁精馏序列的分离效果较好,且能耗较低。

(2)模拟计算表明,分离乙醇-正丙醇-正丁醇三组元混合物时,在满足分离要求的情况下,存在一个使隔壁塔再沸器热负荷最小的操作区间,此操作区域  $R_L$  为  $[0.23, 0.24]$ ,  $R_V$  为  $[0.42, 0.44]$ ,且  $R_L$  与  $R_V$  相互关联,且一一对应。

(3)通过模拟得出,分离乙醇-正丙醇-正丁醇三组元混合物时,隔壁精馏序列节能效果明显,与常规精馏序列相比冷凝器热负荷减少 2 934.29 kW,再沸器节能 6 954.368 kW,且节省了 1 个冷凝器、再沸器及相关附属设备,大大减低设备投资费用。

## 参考文献

- [1] Premkumar R, Rangaiah G P. Retrofitting conventional column systems to dividing-wall Columns[J]. Chemical Engineering Research & Design, 2009, 87(1): 47-60.
- [2] Yang Youqi. Simulation study of operational performance of thermally coupled distillation[J]. Journal of Chemical Industry & Engineering(China), 1990, 41(21): 491-497.
- [3] And B G R, Kraslawski A. Optimal design of distillation flowsheets with a lower number of thermal couplings for multicomponent separations[J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2002, 41(23): 5716-5726.
- [4] Luster E W. Apparatus for fractionating cracked products: US, 1915681[P]. 1933-03-29.
- [5] Schultz M A, Stewart D G, Harris J M, et al. Reduce costs with dividing-wall columns[J]. Chemical Engineering Progress, 2002, 98(5): 64-71.
- [6] Kolbe B, Wenzel S. Novel distillation concepts using one-shell columns[J]. Chemical Engineering & Processing Process Intensification, 2004, 43(3): 339-346.
- [7] Parkinson G. New wrinkles for an age-old technology[J]. Chemical Engineering Progress, 2005, 101(7): 10-12.
- [8] Muralikrishna K, Madhavan V K P, Shah S S. Development of dividing wall distillation column design space for a specified separation[J]. Chemical Engineering Research & Design, 2002, 80(2): 155-166.

(下转第 222 页)

酯、水、苯等形成共沸物由塔顶采出后,部分回流,部分循环至 C3 罐。C1 塔釜水解产物醋酸和甲醇送入 C2 回收塔。在 C2 回收塔中,高浓度甲醇侧线采出,塔釜为含水醋酸产品,塔顶蒸气进入塔顶冷凝器冷凝,冷凝液大部分回流至 C3 罐。

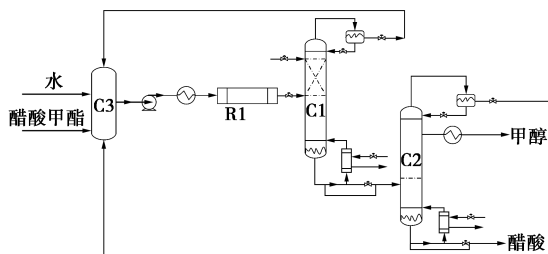
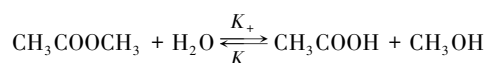


图 1 醋酸甲酯水解工艺流程

## 1.2 反应动力学

醋酸甲酯水解过程是典型的可逆反应过程(A+B-C+D),反应方程式如下:



在催化水解醋酸甲酯过程中,采用 Amberlyst35 型树脂作为固体催化剂催化水解醋酸甲酯,宏观动力学方程<sup>[10]</sup>为:

$$r = m(K_+ w_a w_b - K_- w_c w_d)$$

其中:

$$K_+ = 1.161 \times 10^5 \exp(-58600/RT)$$

$$K_- = 1.648 \times 10^4 \exp(-47980/RT)$$

式中, $r$  为反应速率; $K_+$  和  $K_-$  分别为正反应与逆反应的反应速率常数; $m$  为催化剂质量; $w_a$ 、 $w_b$ 、 $w_c$ 、 $w_d$  分

别为反应物醋酸甲酯、水、甲醇和醋酸的质量分数; $T$  为温度; $R$  为摩尔气体常数。

## 2 厂级控制结构设计

### 2.1 经济厂级控制结构(CS1)设计

基于“Top-Down”设计准则的经济厂级控制采用自上而下的设计思路,具体步骤<sup>[7-9,11]</sup>如下。

(1) 确定控制目标和控制自由度:在稳态优化设计基础上,根据工艺要求,合理确定产品质量和目标产物作为设计控制结构的控制目标,并确定控制系统的被控变量。

(2) 经济控制回路设计:选择与经济指标相关或间接相关的被控变量设计经济控制回路。所述的经济指标为产物的产量和质量,所述的与经济指标相关的被控变量通常是工艺的进料量、精馏塔的上升蒸气量和产物纯度(或不纯度)。

(3) 平衡控制回路设计:选择与生产过程密切相关的温度、压力、液位过程变量以及经济控制回路剩余的控制自由度设计平衡控制回路。

(4) 扰动运行,分析控制结构性能,若性能差则重新设计平衡控制回路中不常规的回路。

#### 2.1.1 控制目标与被控变量

醋酸甲酯水解回收工艺在生产指标上有 2 个控制目标:①侧线采出甲醇质量分数大于 97%;②C2 塔底采出醋酸质量分数>10%。

在醋酸甲酯水解回收工艺中,有 15 个被控变量,分别是 C1 塔和 C2 塔塔顶、塔底液位 L1~L4,

(上接第 220 页)

- [9] Suphanit B, Bischoff A, Narataruksa P. Exergy loss analysis of heat transfer across the wall of the dividing-wall distillation column[J]. Energy, 2007, 32(11): 2121-2134.
- [10] Hernández S, Segovia-Hernández J G, Rico-Ramírez V. Thermodynamically equivalent distillation schemes to the Petlyuk column for ternary mixtures[J]. Energy, 2006, 31(12): 2176-2183.
- [11] Sun J, Ge H, Chen W, et al. CFD simulation and experimental study on vapour splitter in packed Divided Wall Column[J]. Canadian Journal of Chemical Engineering, 2016, 93(12): 2261-2265.
- [12] Huaqiang G, Xiangwu C, Nan C, et al. Experimental study on vapour splitter in packed divided wall column[J]. Journal of Chemical Technology & Biotechnology, 2016, 91(2): 449-455.
- [13] Sun D. New progress in separation technique of packed column[J]. Chemical Industry & Engineering Progress, 2002, 21(10): 769-772.

- [14] Qin Z G. Design and type selection of liquid distribution in filling layers of filling column[J]. Modern Chemical Industry, 2003, (S1): 221-224, 227.
- [15] Liu D Y. Revamping and application of liquid distributor[J]. Modern Chemical Industry, 2002, (2): 42-43, 45.
- [16] Fang J, Wang B, Chunli L I, et al. Separation of dichloromethane-acetonitrile-water-hexamethyl disiloxane with dividing wall column by azeotropic distillation[J]. Ciesc Journal, 2013, 64(3): 963-969.
- [17] Gong C, Yu A, Luo Y, et al. Design, simulation and optimization of fully thermally coupled distillation column[J]. Ciesc Journal, 2012, 63(1): 59-59.
- [18] Gómez-Castro F I, Segovia-Hernández J G, Hernández S, et al. Dividing wall distillation columns: Optimization and control properties[J]. Chemical Engineering & Technology, 2010, 31(9): 1246-1260. ■