

信息技术应用

Kaibel 分壁精馏塔分离醇类四元混合物实验研究

华涛, 伍祥, 何桂春, 凌昊*

(华东理工大学化学工程联合国家重点实验室, 上海 200237)

摘要:以甲醇、乙醇、正丙醇和正丁醇为研究对象, 根据严格稳态模拟结果建成小试实验装置, 并考察了 KDWC 的开车、连续进料和进料组成变化过程。KDWC 开车流程可分为 3 个阶段: 全回流、间歇精馏和进料平衡阶段; 连续等摩尔进料时四组产品摩尔分数均可达到设计值 90%, 相同条件下模拟值和实验结果具有良好的 consistency, 上侧线中甲醇杂质和下侧线中丁醇杂质含量略有偏差; 进料组成发生 $\pm 20\%$ 的变化后, 可在分液比恒定的情况下实现产品的平稳控制。

关键词:分壁精馏塔; 四组分; 稳态; 实验; 模拟

中图分类号: TQ202

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2018)10-0218-04

DOI: 10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2018.10.049

Experimental study on separation of four alcohols by Kaibel divided-wall distillation column

HUA Tao, WU Xiang, HE Gui-chun, LING Hao*

(State Key Laboratory of Chemical Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China)

Abstract: A lab-scale experimental device containing a Kaibel divided-wall distillation column (KDWC) is built for separating a mixture consisting of methanol, ethanol, *n*-propanol and *n*-butanol based on the results of rigorous steady-state simulation. The processes of start-up, continuous feeding and changes of feed compositions of KDWC are well investigated. The start-up procedure can be divided into three stages including overall reflux ratio, batch distillation and feeding balance. The equal mole fraction of 4-component mixture can be separated into four pure products with mole purity of 90%. Subsequently, a rigorous steady-state model is studied by means of Aspen Plus, the comparison shows that the simulated results agree well with the experimental results under the same conditions, but the contents of methanol impurity in the upper side-stream and butanol in the lower side-stream have small deviations. Given $\pm 20\%$ disturbances in feed composition, a smooth product control can be achieved in a constant liquid separation ratio.

Key words: Kaibel divided-wall distillation column; four-component; steady-state; experiment; simulation

分壁精馏塔 (divided wall column, DWC) 是典型的化工过程强化设备, 具有巨大的节能潜力^[1-2], 可用于三组分、四组分、甚至五组分混合物的清晰分割。目前三组分 DWC 在设计、控制及应用^[3-7]方面均已得到了广泛的研究与发展。

1987 年 Kaibel^[8] 提出一种可用于四组分的 DWC 结构 (kaibel divided wall column, KDWC), 和典型的三组分 DWC 相比, KDWC 增加了一条侧线采出。随后 Skogestad 课题组^[9-10] 首先进行了 KDWC 的稳态和动态研究, 一些研究者也提出了行之有效的 KDWC 设计方案^[11-13]。蔺锡钰等^[14] 将 KDWC 用于芳烃分离过程并提出了组分控制策略。段圆梦等^[15] 研究了两隔板 DWC 的分离规律, 结果表明该结构较 KDWC 可提供更高的节能效率。张英等^[16]

提出了强化 Petlyuk 精馏塔的控制方案, 并取得了良好的控制效果。

在精馏过程中, 精馏塔的开车也是一个具有挑战性的课题, 涉及到塔内复杂的传质、传热问题。1988 年, Ruiz 等^[17] 将精馏塔的开车过程分为不连续、半连续和连续 3 个阶段。Myungwan 等^[18] 采用非线性波动模型研究了精馏塔开车的双组分控制方案。Werle 等^[19] 采用分段加热的方法, 该方案可减少装置 40% 的开车时间和 30% 的开车能耗。Alexandru 等^[20] 采用动态建模的方案优化了三组分 DWC 的开车时间, 但目前关于 KDWC 开车方案的研究仍然鲜有报道。

本文中以甲醇、乙醇、正丙醇和正丁醇四元混合物为研究对象。在严格稳态模拟的基础上设计了小

收稿日期: 2018-04-12; 修回日期: 2018-07-22

基金项目: 国家自然科学基金项目 (21476081); 上海市教育委员会科研创新重点项目 (14ZZ058)

作者简介: 华涛 (1993-), 男, 硕士生; 凌昊 (1972-), 男, 教授, 研究方向为石油加工和过程强化, 通讯联系人, 021-64252328, linghao@ecust.edu.cn。

试实验装置,对 KDWC 开车方案及稳态实验进行研究,并验证模拟与实验结果的一致性。最后,考察了进料组成发生±20%变化时 KDWC 的分离效果。

1 小试装置设计

1.1 稳态模拟

使用 Aspen Plus 中的 RadFrac 模块对 KDWC 进行严格的稳态模拟,物性方法选择 WILSON。规定 4 个产品的摩尔分数均为 90%,4 种物质的相对挥发度 $\alpha_M/\alpha_E/\alpha_P/\alpha_B$ 为 6.98/4.55/2.17/1。进料的摩尔组成为 0.25:0.25:0.25:0.25,流量为 4.0 kg/h,进料温度为 83℃,精馏塔采用常压操作,塔板压降为 0.686 8 kPa。稳态模拟流程采用 Luyben 等^[21]、Deanovic I 等^[22]提出的方案进行优化。图 1 给出了优化后的设备及操作参数,全塔共包含 39 块理论板,其中预分馏段(C11)和侧线段(C22)为 24 块,精馏段(C21)为 8 块,提馏段(C23)为 7 块。同时,本文中规定分液比(β_L)的值为液相自精馏段回流至预分馏段中所占比例,分气比(β_V)的值为气相自提馏段上升至预分馏段中所占比例。

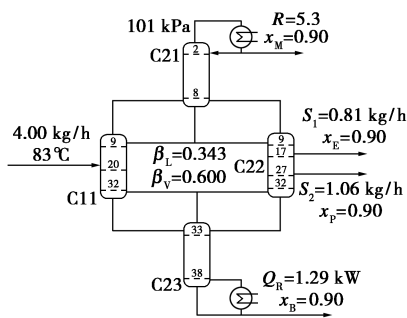
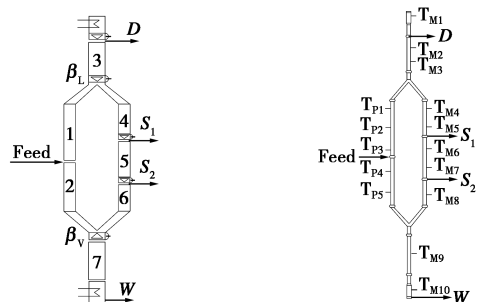


图 1 KDWC 稳态设计

1.2 小试设备简介

KDWC 小试装置如图 2(a)所示,全塔由 7 段塔节组成,1、2 节为预分馏段,第 3 节为精馏段,4~6



(a) KDWC 装置图解

(b) 测温点分布

D—塔顶采出量;S₁—上侧线采出量;S₂—下侧线采出量;W—塔釜采出量;T_P—预分馏段测温点;T_M—主塔段测温点

图 2 KDWC 实验装置设计

节为侧线段,第 7 节为提馏段。精馏段和提馏段直径为 90 mm,预分馏段为 70 mm,侧线段为 60 mm,全塔高度为 6.4 m,精馏塔采用常压操作。如图 2(b)所示,全塔设 15 个测温点,其中预分馏段为 5 个,主塔段为 10 个,选用 6 mm×6 mm 的 θ 环填料。

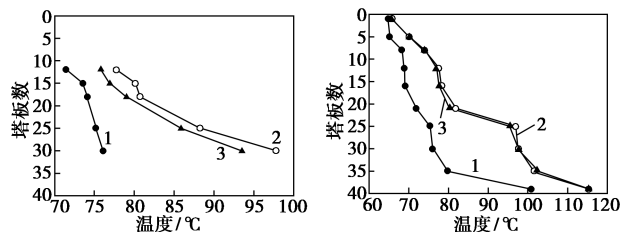
原料和产品组成采用 GC1120 气相色谱仪进行分析。色谱条件及分析方法:氢火焰离子检测器(FID);毛细管色谱柱:PEG-20M 30 * 0.32 * 0.5;色谱条件:柱箱温度 70℃,气化温度 160℃,检测器温度 200℃,进样量为 0.1 μ L,采用峰面积归一化法进行产品质量分析。

2 开车及连续进料实验

2.1 KDWC 开车流程

KDWC 开车流程可分为 3 个阶段:全回流阶段、间歇精馏阶段和进料平衡阶段。

(1)全回流阶段。在精馏塔的开车阶段,全回流易于操作且能够初步建立起塔内的气液循环,为后续操作提供便捷。从图 3 可以看出,KDWC 在全回流操作稳定后塔体温度整体较低,提馏段以上的位置温度均低于 80℃,说明此时塔内轻组分较多。若此时向塔内进料则容易造成轻组分在塔内积累,大大延长装置开车时间,因此在进料前可采用间歇精馏的方法拔出部分塔内的轻组分。



(a) 预分馏段温度分布

(b) 主塔段温度分布

1—全回流阶段;2—间歇精馏阶段;3—进料平衡阶段

图 3 KDWC 开车阶段温度分布

(2)间歇精馏阶段。该阶段仍为无进料状态,操作过程可分为以下 3 个步骤:①开始塔顶产品采出并同时同时进行产品质量分析,待塔顶产品摩尔分数降至 90%左右时停止采出;②开始上侧线产品采出,随着上侧线产品的不断采出塔体温度也随之升高,此时须适当调节分液比以防止过多的丙醇组分自预分馏段顶部越过隔板进入上侧线产品中,待上侧线产品摩尔分数达到 90%附近时即可停止上侧线产品采出;③开始下侧线产品采出,直到塔釜产品摩尔分数升至 90%时为止。从图 3 可以看出,和全回流阶段相比,间歇精馏阶段塔内温度明显升高,且

和进料阶段的温度较为接近。

(3) 进料平衡阶段。间歇精馏完成后即可将原料预热后进入塔内,为了减小进料造成塔内温度发生大的波动,可将进料量由低到高逐渐升高至实验所要求的处理量,同时打开塔顶、侧线产品采出并对各产品摩尔分数进行分析。实验中采用回流比调节塔顶产品的摩尔分数、上侧线采出量调节乙醇产品的摩尔分数、下侧线采出量调节塔釜产品摩尔分数、塔釜负荷调节下侧线产品摩尔分数、分液比调节上侧线中甲醇杂质含量。

2.2 结果分析

KDWC 在进料平衡阶段稳定后即同时进入稳态的连续生产阶段,此时装置进料量为 4.0 kg/h,塔釜加热功率为 2.2 kW、回流比为 5.5、分液比为 0.4,上侧线采出量为 0.77 kg/h,下侧线采出量为 1.07 kg/h。

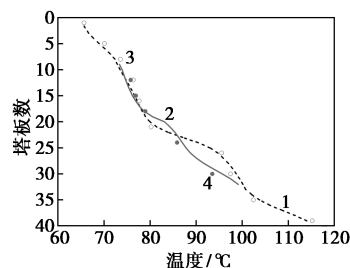
表 1 为模拟和实验的产品结果对比,本工作使用 Aspen Plus 在同一工况下进行稳态模拟,其中塔板压降修正为 0.01 kPa。由于设备制造的原因,实验中分气比的值为 0.63,略高于模拟值 0.60,其他条件与实验值保持一致。由于塔釜加热量会有相当一部分耗散于环境中,因此实际塔釜加热功率高于模拟值,本文中在保持其他参数与实验值一致的前提下,在模拟时调整塔釜负荷至塔顶产品摩尔分数与实验值相同为止,此时塔釜负荷模拟值为 1.32 kW。

表 1 稳态实验与模拟产品结果(摩尔分数) %

组分	进料组成	塔顶		上侧线		下侧线		塔釜	
		实验	模拟	实验	模拟	实验	模拟	实验	模拟
甲醇	25.0	90.4	90.4	8.3	4.8	0	0	0	0
乙醇	25.0	9.6	9.6	90.6	92.9	8.7	7.1	0	0
丙醇	25.0	0	0	1.1	2.3	90.6	88.6	10.3	12.5
丁醇	25.0	0	0	0	0	0.7	4.3	89.7	87.5

从表 1 中可以看出,实验中 4 组产品的摩尔分数均达到了 90% 的设计要求。但上侧线中甲醇杂质含量实验值略高于模拟值,分别为 8.3%、4.8%;同时,下侧线中丁醇杂质含量也略有差异,实验中丁醇杂质摩尔分数为 0.7%,对应的模拟值为 4.3%。由于模拟时采用板式塔,塔板压降和实际值并不完全一致;实验中色谱分析结果也存在一定的误差。这些因素在一定程度上导致了模拟结果和实验结果间存在偏差。

图 4 为实验和模拟过程的温度分布,从图 4 中可以看出,模拟温度分布和实验值具有良好的一致性。同时,隔板下部预分馏段和主塔段温度差异较为明显,若以隔板形式设计 KDWC 则需要考虑隔板两侧的传热问题。



1—主塔段模拟值;2—预分馏段模拟值;
3—主塔段实验值;4—预分馏段实验值

图 4 稳态实验与模拟温度分布

值得注意的是,由于实验室高度的限制,本实验装置的理论板数为 39 块,4 组产品的摩尔分数可同时达到 90%。若增加 KDWC 的理论板数并提高塔釜负荷,则可以获得摩尔分数更高的产品。限于文章篇幅,故暂不对获取更高摩尔分数的产品进行考察。

3 进料组成变化实验

在等摩尔稳态实验的基础上,进一步考察了进料组成发生 $\pm 20\%$ 变化后 KDWC 的分离效果。以原料中甲醇组分的变化为例,原料组成中甲醇摩尔分数增加 20% 表示甲醇的摩尔分率从 0.25 增加到 0.30,其他组分摩尔分数的变化按原组分摩尔比进行计算,各组分摩尔分数之和为 1。为了防止进料组成发生变化后,丙醇组分自预分馏段顶部越过隔板影响到上侧线产品的摩尔分数,将上述稳态实验中的分液比由 0.40 调至 0.43。

表 2 为进料组成变化后实验与模拟中各产品的摩尔分数结果,从表 2 中可以看出,进料组成发生 $\pm 20\%$ 变化后各产品的摩尔分数仍可维持在 90% 附近,实验中各产品摩尔分数均介于 88.6%~92.6%。同一条件下的模拟结果表明,实验中上侧线甲醇杂质含量略高于模拟值,下侧线中的丁醇杂质含量略低于模拟值。从表中还可以看出,当进料中乙醇组分减少 20% 时,上侧线中乙醇产品的摩尔分数模拟值和实验值偏差达到 5.0%;当进料中丙醇组分增加 20% 时,两者乙醇产品的摩尔分数存在 4.3% 的偏差。

表2 进料组成变化 $\pm 20\%$ 实验与模拟产品结果
(摩尔分数) %

组分	进料组成	塔顶		上侧线		下侧线		塔釜	
		实验	模拟	实验	模拟	实验	模拟	实验	模拟
M+20%									
甲醇	30.0	90.1	90.1	8.8	2.8	0	0	0	0
乙醇	23.3	9.9	9.9	90.0	91.9	7.5	7.5	0	0
丙醇	23.3	0	0	1.2	5.3	91.9	88.3	8.6	8.7
丁醇	23.4	0	0	0	0	0.6	4.2	91.4	91.3
M-20%									
甲醇	20.0	90.9	90.9	5.8	3.6	0	0	0	0
乙醇	26.6	9.1	9.1	92.6	94.0	6.9	5.8	0	0
丙醇	26.7	0	0	1.6	2.4	92.5	89.9	8.8	11.2
丁醇	26.7	0	0	0	0	0.6	4.3	91.2	88.8
E+20%									
甲醇	23.3	90.2	90.2	8.5	3.3	0	0	0	0
乙醇	30.0	9.8	9.8	90.3	92.3	9.3	8.3	0	0
丙醇	23.3	0	0	1.2	4.4	90.2	88.5	10.0	9.7
丁醇	23.4	0	0	0	0	0.5	3.2	90.0	90.3
E-20%									
甲醇	26.6	90.4	90.4	9.0	2.7	0	0	0	0
乙醇	20.0	9.6	9.6	89.6	94.6	8.1	6.0	0	0
丙醇	26.7	0	0	1.4	2.7	91.1	88.9	9.8	12.5
丁醇	26.7	0	0	0	0	0.8	5.1	90.2	87.5
P+20%									
甲醇	23.3	90.3	90.3	8.3	2.6	0	0	0	0
乙醇	23.3	9.7	9.7	90.4	94.7	8.0	6.2	0	0
丙醇	30.0	0	0	1.3	2.7	91.2	89.1	10.0	13.2
丁醇	23.4	0	0	0	0	0.8	4.7	90.0	86.8
P-20%									
甲醇	26.6	90.0	90.0	10.6	2.9	0	0	0	0
乙醇	26.7	10.0	10.0	88.6	91.9	7.3	9.5	0	0
丙醇	20.0	0	0	0.8	5.2	92.2	88.0	9.2	11.7
丁醇	26.7	0	0	0	0	0.5	2.5	90.8	88.3
B+20%									
甲醇	23.3	90.8	90.8	7.4	3.2	0	0	0	0
乙醇	23.3	9.2	9.2	91.9	93.2	8.2	6.9	0	0
丙醇	23.4	0	0	0.7	3.6	91.0	88.0	10.3	10.3
丁醇	30.0	0	0	0	0	0.8	5.1	89.7	89.7
B-20%									
甲醇	26.6	89.8	89.8	6.4	3.5	0	0	0	0
乙醇	26.7	10.2	10.2	92.6	94.8	8.5	7.0	0	0
丙醇	26.7	0	0	1.0	1.7	91.1	90.0	8.9	10.6
丁醇	20.0	0	0	0	0	0.4	3.0	91.1	89.4

4 结论

(1) 采用自制的 KDWC 小试实验装置进行稳态实验,并将 KDWC 开车流程分为 3 个阶段,全回流阶段、间歇精馏阶段及进料平衡阶段,间歇精馏过程能够建立良好的塔内温度分布,有效缩短 KDWC 的开车时间。

(2) 稳态实验结果表明,基于平衡级模型的严格稳态模拟结果和实验值具有良好的一致性,各产品摩尔分数均达到设计要求,上侧线中的甲醇杂质及下侧线中的丁醇杂质含量略有差别。

(3) 进料组成发生 $\pm 20\%$ 变化后,适当提高分液比能够使产品摩尔分数维持在 90%附近,各产品的摩尔分数均处于 88.6%~92.6%。

参考文献

- [1] Stankiewicz A, Moulijn J A. Process intensification [J]. Ind Eng Chem Res, 2002, 41: 1920-1924.
- [2] Yildirim, Kiss A A, Kenig E Y. Dividing wall columns in chemical process industry: A review on current activities [J]. Separation & Purification Technology, 2011, 80(3): 403-417.
- [3] Ling H, Luyben W L. New control structure for divided-wall columns [J]. Ind Eng Chem Res, 2009, 48: 6034-6049.
- [4] Ling H, Luyben W L. Temperature control of the BTX divided-wall column [J]. Ind Eng Chem Res, 2010, 49: 189-203.
- [5] Ling H, Cai Z, Wu H, et al. Remixing control for divided-wall columns [J]. Ind Eng Chem Res, 2011, 50(22): 12694-12705.
- [6] 孙兰义, 王汝军, 李军, 等. 反应精馏隔壁塔的模拟研究 [J]. 化学工程, 2011, 39(7): 1-4.
- [7] 郭艳姿. 分壁精馏塔分离对二甲苯吸附抽出液的工艺分析 [J]. 现代化工, 2013, 33(6): 117-120.
- [8] Kaibel G. Distillation columns with vertical partitions [J]. Chem Eng Technol, 1987, 10(1): 92-98.
- [9] Ghadrani M, Halvorsen I J, Skogestad S. Optimal operation of kaibel distillation columns [J]. Chem Eng Res Des, 2011, 89(8): 1382-1391.
- [10] Dwivedi D, Strandberg J P, Halvorsen I J, et al. Steady state and dynamic operation of four-product dividing-wall (Kaibel) columns: Experimental verification [J]. Ind Eng Chem Res, 2012, 51(48): 15696-15709.
- [11] Ivar J Halvorsen, Sigurd Skogestad. Minimum energy consumption in multicomponent distillation. 3. More than three products and generalized petlyuk arrangements [J]. Industrial and Engineering Chemistry Research, 2003, 42(3): 616-629.
- [12] 宋二伟, 王二强. Kaibel 隔板塔筒捷设计和稳态分析 [J]. 计算机与应用化学, 2017, (2): 103-108.
- [13] 王志锋, 沈海涛, 潘蓉, 等. 分壁精馏塔分离四元醇体系的稳态研究 [J]. 石油学报: 石油加工, 2017, (1): 115-123.

(下转第 223 页)

随之而来的代价是流动阻力增大,膜组件轴向压力降升高,系统能耗显著增加。本文中设计了一种具有梯形截面的螺旋型湍流促进器,通过 CFD 进行数值模拟,考察了新型螺旋型湍流促进器的强化效果及流动阻力,并将其与文献中常见的半圆形截面螺旋型湍流促进器做比较,研究新型湍流促进器的强化效果以及能耗大小,并分析了新型螺旋型湍流促进器强化传质的流体动力学机制。

1 几何模型建立及参数设定

管式膜物理模型如图 1(a)所示,设定湍流促进器长度为 65 mm,膜管长 85 mm,湍流促进器与膜管出入口之间距离均为 10 mm。边界条件设置为:入口处采用速度入口边界条件,出口处采用压力出口边界条件,进口速度 0.5 m/s,出口压力在 0.04 ~ 0.10 MPa 变化。模拟膜管部分设置为多孔介质,流体可以通过。由于流体在管式膜中流动为湍流,使用湍流模型进行计算,需要设定进出口边界上的湍流参数。对于湍流参数的设定,本文中选择不 Intensity and Hydraulic Diameter(湍流强度 I 和水利直径 DH)的组合模式。假定流体在进口处已经发展完全,故按照完全发展流体流动特征设置湍流强度以及水利直径。采用非结构网格对模型进行网格划分,经过网格无关性分析后,最终确定的网格模型如图 1(b)所示。

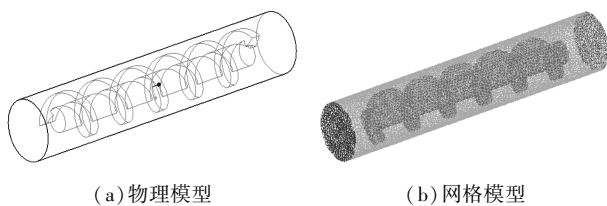


图 1 管式膜物理模型与网格模型

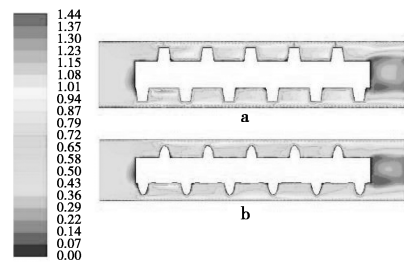
(上接第 221 页)

- [14] 蔺锡钰,吴昊,凌昊,等. Kaibel 分壁精馏塔分离芳烃的稳态和动态模拟[J]. 化工学报, 2015, 66(4): 1353-1362.
- [15] 段圆梦,沈海涛,凌昊. Agrawal 分壁精馏塔分离芳烃的稳态和动态研究[J]. 石油学报: 石油加工, 2017, 33(6): 1072-1081.
- [16] 张英,王志锋,沈海涛,等. 强化 Petlyuk 分壁精馏塔分离四元混合醇的动态控制[J]. 石油学报: 石油加工, 2017, 33(2): 281-290.
- [17] Ruiz C A, Cameron I T, Gani R. A generalized dynamic model for distillation columns-III. Study of startup operations[J]. Analytical Biochemistry, 1988, 12(1): 1-14.
- [18] Myungwan Han, Sunwon Park. Startup of distillation columns using nonlinear wave model based control [J]. IFAC Proceedings

2 模拟结果分析

2.1 膜管内速度云图分析

图 2 为梯形与半圆形截面的螺旋型湍流促进器流场轴向截面速度云图。由图可知,在梯形截面的螺旋型湍流促进器的作用下,膜内产生了高速的流场,原因是梯形截面的螺旋型湍流促进器极大地减小了流道内的有效流通面积。安装梯形截面的螺旋型湍流促进器后,膜面附近没有流动死区或滞留区,促进了流体的流动,增加了流体的湍动程度从而有利于降低浓差极化现象,提高膜的渗透通量,降低膜污染。



a—梯形截面, b—半圆形截面

图 2 梯形与半圆形截面的螺旋型湍流促进器流场轴向截面速度云图

对比 2 种截面的螺旋型湍流促进器的流场速度云图,安装梯形截面螺旋型湍流促进器的流场速度最大值为 1.44 m/s,安装半圆形截面螺旋型湍流促进器的流场速度最大值为 1.17 m/s。即梯形截面螺旋型湍流促进器对流体速度的增强作用要优于半圆形截面螺旋型湍流促进器。

2.2 壁面剪切力分析

从壁面剪切力云图(图 3)中可以看出壁面剪切力呈上下起伏的波动状态,在整个流道范围内,壁面

Volumes, 1997, 30(9): 659-665.

- [19] Werle, Leandro, Marangoni, et al. Application of a new startup procedure using distributed heating along distillation column [J]. Chemical Engineering and Processing, 2009, 48(11/12): 1487-1494.
- [20] Alexandru Woinaroschy, Raluca Isopescu. Divided wall distillation column: Dynamic modeling and control[J]. Computer Aided Chemical Engineering, 2008, 25(8): 313-318.
- [21] Luyben W L. Distillation design and control using Aspen simulation [M]. New York: John Wiley & Sons Inc, 2006: 790-803.
- [22] Deanovic I, Matija Ević L J, Halvorsen I J, et al. Designing four-product dividing wall columns for separation of a multicomponent aromatics mixture [J]. Chem Eng Res Des, 2011, 89(8): 1155-1167. ■