

# 环丁砜纯度对粗苯加氢油萃取精馏系统的影响及技术优化

曹继温\*, 孙其红

(唐山中润煤化工有限公司, 河北 唐山 063611)

**摘要:**对粗苯加氢油萃取精馏操作过程的关键影响因素环丁砜溶剂质量进行了分析研究,阐述了溶剂纯度对萃取精馏过程分离效率的影响,确定了一定的溶剂纯度条件下最佳粗苯加氢油萃取精馏操作控制参数,实施了现有塔器高效塔内件技术改造,在稳定生产的基础上,大大提高了系统的加工能力,对萃取精馏装置的技术升级和萃取精馏过程的操作调整具有指导意义。

**关键词:**萃取精馏;溶剂纯度;技术改造;参数优化

中图分类号:TQ241.1

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2018)12-0188-04

DOI:10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2018.12.042

## Impact of sulfolane purity on extractive distillation system for crude benzene hydrogenation oil and concerning technical optimization

CAO Ji-wen\*, SUN Qi-hong

(Tangshan Zhongrun Coal Chemical Co., Ltd., Tangshan 063611, China)

**Abstract:** Based on the characteristic of the crude benzol hydrogenation oil extractive distillation operation process, this paper expounds the effect of sulfolane solvent quality, the key influence factors, on the separation efficiency of the process. The optimal operating parameters are determined for the crude benzol hydrogenation oil extractive distillation operation process under the certain solvent purity. A technical renovation is executed to the high efficiency tray within the existing tower, which improves greatly the processing ability of the system. It has guiding significance to upgrade technology for the extractive distillation unit and adjust the operating parameters for the extractive distillation process.

**Key words:** extractive distillation; solvent purity; technical renovation; parameter optimization

近年来,国内粗苯加氢精制装置中萃取精馏系统多采用以环丁砜为溶剂的萃取精馏工艺技术<sup>[1-6]</sup>,随着生产进行,环丁砜溶剂劣质化问题引起了广泛重视,科技工作者对生产过程中环丁砜溶剂劣质化的原因和机理进行了较深入的研究,并提出了溶剂再生、提纯技术等<sup>[7-10]</sup>诸多防范措施,但循环溶剂仍不能达到新溶剂指标,环丁砜溶剂纯度成为制约生产的主要指标。研究不同环丁砜溶剂纯度对萃取精馏过程的影响,同时配合塔内件的技术改造,优化生产控制参数,可以更好地指导生产实践,具有广泛的指导意义。

系统脱除芳烃组分,之后回送入萃取精馏塔,工艺流程见图 1。

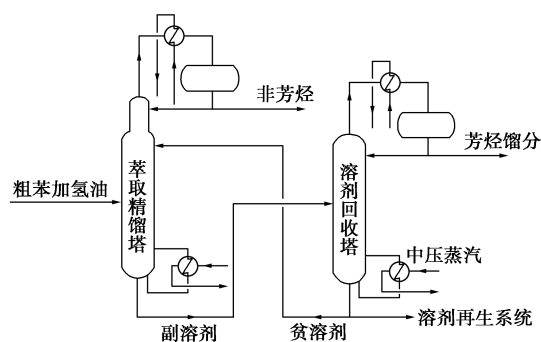


图 1 工艺流程

### 1 工艺流程及萃取精馏塔操作参数

粗苯加氢油进入萃取精馏塔后,在溶剂环丁砜的作用下,芳烃组分与非芳烃组分得以有效分离,非芳烃自塔顶采出冷却后,一部分用于回流,一部分作为产品采出,富含芳烃组分的富溶剂进入溶剂回收

系统脱除芳烃组分,之后回送入萃取精馏塔,工艺流程见图 1。某公司粗苯加氢油萃取精馏系统设计加工能力 11.5 t/h,其中主要设备萃取精馏塔由上下两段组合而成,上段短而细,高 5.5 m,直径 0.6 m,内设 10 层一体式浮阀塔板,下段长而粗,高 58.578 m,直径 1.8 m,内设 77 层浮阀塔板,粗苯加氢油从第 54 层

收稿日期:2018-05-18;修回日期:2018-10-09

作者简介:曹继温(1970-),男,硕士,高级工程师,研究方向为化学工程,通讯联系人,gxlshenglin@126.com。

塔板进塔,循环溶剂从第11层塔板进塔,主要设计操作参数见表1。

表1 设计操作参数

项目	设计参数	项目	设计参数
回流比	0.8	进料温度/°C	95
溶剂比	7.1	溶剂温度/°C	115
塔顶压力/kPa	80	灵敏板温度/°C	146
塔顶温度/°C	84	塔底温度/°C	164

## 2 环丁砜溶剂纯度对萃取精馏的影响分析

该萃取精馏系统投入运行后,随着生产过程的进行,溶剂环丁砜质量分数呈现出不断降低的趋势,通过采用气相色谱法对环丁砜纯度进行了跟踪测定<sup>[11-12]</sup>,得到2013年3月—9月环丁砜溶剂纯度数据见表2。

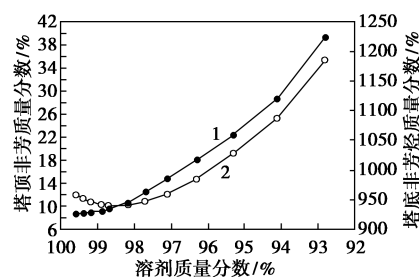
表2 环丁砜质量分数 %

日期	3月20日	4月5日	4月20日	5月5日
质量分数	99.6	99.4	99.2	98.9
日期	5月20日	6月5日	6月20日	7月5日
质量分数	98.7	98.2	97.7	97.1
日期	7月20日	8月5日	8月20日	9月5日
质量分数	96.3	95.3	94.1	92.8

随着溶剂纯度的降低,萃取精馏塔塔顶温度、塔顶非芳烃含苯量、塔底非芳烃含量、塔底热负荷操作参数的变化见图2。

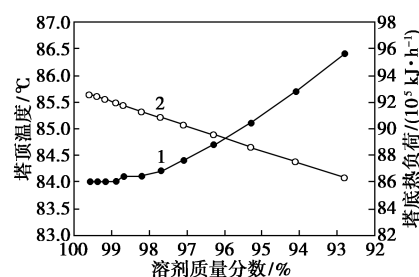
由图2可见,随着该装置萃取精馏系统溶剂纯度的逐渐降低,塔顶非芳烃产品中苯质量分数不断升高,塔底富溶剂中的非芳烃质量分数先缓慢降低后快速上升,塔顶温度逐渐升高,塔底热负荷逐渐降低。

随着环丁砜溶剂纯度的降低,萃取塔塔顶温度不断升高,说明自塔顶馏出的气相组成发生了很大的变化,与塔顶产品非芳烃中苯质量分数数据相对应,在循环溶剂量一定时,其纯度对塔顶非芳烃苯质量分数有明显的影 响,溶剂纯度降低,导致萃取精馏塔内溶剂浓度降低,塔顶非芳烃含苯量升高,造成芳烃损失,塔底富溶剂中的非芳烃质量分数先缓慢降低后快速上升,说明溶剂纯度大于一定值时对塔分离效率影响不大,塔底非芳烃随溶剂量而减少,但溶剂纯度低于一定值后,萃取塔的分 离效率逐渐降低,



1—塔顶非芳烃含苯质量分数;2—塔底非芳烃质量分数

(a)



1—塔顶温度;2—塔底热负荷

(b)

图2 不同环丁砜质量分数操作参数的变化

一般要保证萃取精馏能取得良好效果,需使溶剂质量分数保持在98.5%以上,塔底热负荷逐步降低,原因是环丁砜组分的进料量有所降低,即实际容积比有所降低,由于萃取精馏过程的溶剂量较原料量相比很大,故塔底热负荷与溶剂质量分数几乎呈线性关系。

溶剂纯度降低至一定程度后,不仅塔顶非芳烃产品中苯质量分数和塔底富溶剂中的非芳烃质量分数严重超出设计指标,且萃取精馏塔运行失稳,主要体现在塔压力梯度紊乱,引起温度梯度失衡,每隔几天就要降低生产负荷进行调整。

经过对溶剂再生系统进行强化,调整再生操作参数,加强了溶剂再生效果,同时对溶剂回收塔的操作也进行了严格控制,该装置环丁砜质量分数基本可以保持在95.5%左右,但萃取塔不能稳定运行,且塔顶非芳烃中苯质量分数及塔底非芳烃质量分数严重超标。

## 3 技术改造和参数优化

### 3.1 技术改造

为了使萃取精馏系统安全稳定运行,研究选用更加高效的CJST塔板<sup>[13-14]</sup>对萃取塔内件进行了技术改造,采用Aspen Plus软件针对非芳烃-芳烃体系的萃取精馏过程进行了数据模拟<sup>[15-16]</sup>,经计算出萃取塔水力学参数见表3、表4。

表 3 萃取精馏塔精馏段水力学参数

项目	100%负荷	60%负荷	120%负荷
模拟结果			
气相流量/(m <sup>3</sup> ·h <sup>-1</sup> )	3305.36	1983.22	3966.43
气相密度/(kg·m <sup>-3</sup> )	1.38	1.38	1.38
液相流量/(m <sup>3</sup> ·h <sup>-1</sup> )	127	76.2	152.4
液相密度/(kg·m <sup>-3</sup> )	1138.00	1138.00	1138.00
原有设备参数			
塔径/m	1.80	1.80	1.80
板间距/m	0.50	0.50	0.50
溢流型式	双	双	双
出口堰高/m	0.01	0.01	0.01
堰长(Lw)/m	2.61	2.61	2.61
降液管底隙/m	0.05	0.05	0.05
降液管面积/m <sup>2</sup>	0.25	0.25	0.25
塔板开孔率/%	3.71	3.71	3.71
流体力学计算数据			
空塔气速	0.36	0.22	0.43
液流强度/(m <sup>3</sup> ·m <sup>-1</sup> ·h <sup>-1</sup> )	49.00	29.40	58.80
板孔气速/(m·s <sup>-1</sup> )	9.74	5.84	11.69
板孔动能因子	11.44	6.86	13.73
液体停留时间/s	6.98	11.64	5.82
降液管中清液层高度/mm	98.22	58.93	117.86
降液管底隙流速/(m·s <sup>-1</sup> )	0.33	0.20	0.39
塔板压降/Pa	655.49	393.30	786.59
液体表面张力/(dyn·cm <sup>-1</sup> )	38.50	38.50	38.50
雾沫夹带量/(kg·kg <sup>-1</sup> )	0.008	0.005	0.009
泛点率/%	12.58	7.55	15.09

表 4 萃取精馏塔提馏段水力学参数

项目	100%负荷	60%负荷	120%负荷
模拟结果			
汽相流量/(m <sup>3</sup> ·h <sup>-1</sup> )	11192.17	6715.30	13430.60
汽相密度/(kg·m <sup>-3</sup> )	2.22	2.22	2.22
液相流量/(m <sup>3</sup> ·h <sup>-1</sup> )	156.8	90.84	181.68
液相密度/(kg·m <sup>-3</sup> )	1089.00	1089.00	1089.00
原有设备参数			
塔径/m	2.00	2.00	2.00
板间距/m	0.60	0.60	0.60
溢流型式	双	双	双

出口堰高/m	0.01	0.01	0.01
堰长(Lw)/m	2.776	2.776	2.776
降液管底隙/m	0.04	0.04	0.04
降液管面积/m	0.28	0.28	0.28
塔板开孔率/%	7.64	7.64	7.64
流体力学计算数据			
空塔气速/(m·s <sup>-1</sup> )	0.99	0.59	1.19
液流强度/(m <sup>3</sup> ·m <sup>-1</sup> ·h <sup>-1</sup> )	54.07	32.44	64.89
板孔气速/(m·s <sup>-1</sup> )	12.95	7.77	15.54
板孔动能因子	19.30	11.58	23.16
液体停留时间/s	7.86	13.10	6.55
降液管中清液层高度/mm	131.61	78.97	157.93
降液管底隙流速/(m·s <sup>-1</sup> )	0.37	0.22	0.45
塔板压降/Pa	1022.87	613.72	1227.45
液体表面张力/(dyn·cm <sup>-1</sup> )	34.29	34.29	34.29
雾沫夹带量/(kg·kg <sup>-1</sup> )	0.091	0.055	0.110
泛点率/%	44.75	26.85	53.70

根据计算结果,对萃取精馏塔进行了技术改造,原萃取精馏塔壳体利用,上段 10 层一体式浮阀塔板保持不变,下段更换为 70 层 CJST 塔板,循环溶剂仍从第 11 层塔板进塔,粗苯加氢油改自第 49 层塔板进塔。

### 3.2 参数确定和优化

溶剂质量分数控制 95.5%,保持装置加工能力 11.5 t/h,以溶剂比、溶剂温度、回流比作为可调参数,以塔顶非芳烃中苯质量分数(≤10%)、塔底非芳烃质量分数(≤10<sup>-3</sup>)为质量控制指标,同时监控塔顶温度、灵敏板温度、塔底温度,以塔底热负荷为考察指标,在数据模拟的基础上,利用实验选择装置最佳操作条件,实验方案及结果见表 5。

表 5 实验方案及结果

序号	溶剂比	溶剂温度/℃	回流比	塔顶温度/℃	塔底温度/℃	塔顶苯质量分数/%	塔底非芳烃质量分数/10 <sup>-6</sup>	塔底热负荷/(10 <sup>8</sup> J·h <sup>-1</sup> )
1	7.3	115	0.9	84.5	164.3	10.44	1036	91.63
2	7.3	115	0.8	84.3	164.2	9.16	1011	91.63
3	7.3	110	0.9	83.9	164.5	7.16	952	93.51
4	7.3	110	0.8	83.7	164.5	6.39	921	93.51
5	7.3	110	0.7	84.2	164.4	8.24	998	93.51

续表

序号	溶剂比	溶剂温度/℃	回流比	塔顶温度/℃	塔底温度/℃	塔顶苯质量分数/%	塔底非芳烃质量分数/ $10^{-6}$	塔底热负荷/ $(10^8 \text{ J} \cdot \text{h}^{-1})$
6	7.2	115	0.9	84.7	164.1	11.68	1084	90.75
7	7.2	115	0.8	84.3	164.1	9.89	1044	90.75
8	7.2	110	0.9	84.1	163.9	8.54	995	92.59
9	7.2	110	0.8	83.9	163.9	7.64	968	92.59
10	7.2	110	0.7	84.2	163.9	9.37	1032	92.59
11	7.1	115	0.9	85.5	163.7	13.26	1137	89.83
12	7.1	115	0.8	85.1	163.7	12.63	1118	89.83
13	7.1	110	0.9	84.5	163.6	10.92	1058	91.67
14	7.1	110	0.8	84.3	163.5	9.97	1032	91.67
15	7.1	110	0.7	84.9	163.5	12.13	1124	91.67

由表4可见,序号3、4、5、8、9方案均能满足产品质量要求,而序号8、9方案塔底蒸汽消耗量最低,比较序号8、9方案,序号9方案质量更好,更利于生产稳定运行,因此,选择最佳操作条件为:溶剂比7.2、溶剂温度110℃、回流比0.8。

### 3.3 研究效果

通过技术改造,在保持循环溶剂质量分数 $\geq 95.5\%$ 的情况下,粗苯加氢油进料量11.5 t/h,萃取精馏系统达到稳定运行,生产操作参数见表6。

表6 生产操作参数

进料温度/℃	溶剂比	溶剂温度/℃	回流比
95	7.2	110	0.8
塔顶压力/kPa	塔顶温度/℃	灵敏板温度/℃	塔底温度/℃
78	93.9	146.0	163.9

在系统稳定运行的情况下,逐步增加进料量至14.4 t/h,此时加工能力提升超过25%,萃取精馏塔仍能稳定运行,各种操作参数均保持稳定,仅塔顶压力升高至80 kPa,萃取塔顶非芳烃含苯量和塔底富溶剂中的非芳烃含量基本稳定。通过技术改造,萃取精馏系统不但能够稳定运行,保证了产品质量,而且加工能力大幅提高,年创效达500万元,经济效益显著。

## 4 结论

(1)萃取精馏系统的萃取溶剂用量很大,溶剂比、溶剂温度及溶剂纯度是保证萃取精馏系统安全

稳定操作的最重要因素。

(2)溶剂质量分数保持在98.5%以上,萃取精馏系统的生产操作能达到最佳效果。

(3)粗苯加氢精制装置运行中,应随时监控并通过有效的溶剂再生和溶剂回收操作控制环丁砜溶剂劣化。

(4)控制溶剂质量分数在95.5%以上,通过合理的技术改造,可以实现系统稳定运行,保证产品质量。

(5)采用高效的塔内件对现有塔器进行技术改造,不但可以实现系统稳定运行,而且可以大大提高系统加工能力。

## 参考文献

- [1] 王春蓉. 精馏分离技术的分类及应用研究[J]. 矿冶, 2010, 19(2): 55-56.
- [2] 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.
- [3] 刘艳杰, 王桂英, 高维平. 萃取精馏分离乙醇-甲苯共沸体系的模拟与优化[J]. 计算机与应用化学, 2015, 32(4): 431-434.
- [4] 张春勇, 郑纯智, 唐江宏, 等. 萃取精馏分离甲基环己烷和甲苯工艺过程的模拟[J]. 石油化工, 2011, 40(5): 532-535.
- [5] Lee F M, Gentry J C. Don't overlook extractive distillation[J]. Chem Eng Prog, 1997, 93(10): 56-64.
- [6] Lang P, Lelkes z, Moszkowicz P, et al. Different operational polldes for the batch extractive distillation[J]. Compute Chem Eng, 1995, 19: 645-650.
- [7] 赵国雄. 芳烃抽提装置溶剂环丁砜劣化因素探讨[J]. 石油炼制与化工, 1994, 25(5): 44-48.
- [8] 顾佩英. 芳烃抽提中环丁砜的劣化及其影响[J]. 石油加工, 2000, 16(4): 19-24.
- [9] 刘国军, 王宏伟. 环丁砜降解对芳烃生产的影响及解决措施[J]. 四川化工, 2012, 15(4): 25-26.
- [10] 刘庆梅, 赵敏, 马红杰, 等. 芳烃抽提装置换热器腐蚀结垢原因分析与对策[J]. 腐蚀与防护, 2008, 29(7): 418-420.
- [11] 温利新, 刘天才. 气相色谱法测定芳烃抽提溶剂环丁砜中的烃含量[J]. 石油化工, 2003, 32(1): 62-64.
- [12] 豆祥辉, 祁良才, 张爱东. 气相色谱法测定工业环丁砜中杂质含量[J]. 甘肃科技, 2005, 21(10): 115-116.
- [13] 柴云富, 王东. 高效径向侧喷塔盘在焦化厂氨氮塔中的应用[C]. 中国煤炭加工和综合利用技术、市场、产业化发展战略研讨会论文集, 2007: 295-297.
- [14] 薛东台. CJST塔板在纯苯塔改造中的应用[J]. 石油和化工设备, 2007, 6(3): 64-65.
- [15] 杨继红, 盖起贤, 施南华, 等. 萃取最小溶剂比的计算机图解[J]. 化学研究与应用, 1998, 10(3): 311-315.
- [16] 赵文生, 王学文, 渠杰, 等. 芳烃装置抽提塔的模拟与优化[J]. 吉林化工学院学报, 2003, 20(1): 29-32. ■