

超重力萃取精馏传质性能研究

李道明^{1,2}, 栗秀萍^{1,2*}, 刘有智^{1,2}, 李 宁^{1,2}, 宋子彬^{1,2}

(1. 中北大学化工与环境学院, 山西 太原 030051;
2. 山西省超重力化工工程技术研究中心, 山西 太原 030051)

摘要: 利用填装星型填料的 HERPB 加入醋酸钾分离乙醇/水物系, 在超重力因子 β 为 21 ~ 188、回流比 R 为 1.0 ~ 3.5、原料流量 F 为 1.24 ~ 2.50 kmol/h、进料摩尔分数 x_f 为 0.064 6 ~ 0.242 5、溶盐量 S 为 5 ~ 25 g/L、0.1 MPa 和室温进料操作条件下对其传质性能进行研究。结果显示, 整个实验过程中高效旋转精馏床 (HERDB) 运行平稳。高效旋转精馏床的传质效果随超重力因子 β 和原料液流量 F 先增加后减小; 随溶盐量 S 和原料液浓度 x_f 的增加而提升; 随回流比 R 的增大而降低。实验的最佳操作条件为 $\beta = 83.609 4$ 、 $R = 1.5$ 、 $F = 1.731 7$ kmol/h、 $x_f = 0.242 5$ 、 $S = 25$ g/L, 精馏段、提馏段和整个系统的 HETP 分别为 3.75、7.61、4.29 mm, 小于超重力精馏传质单元高度。建立了超重力萃取精馏的经验模型, 偏差在 $\pm 5\%$ 以内, 平均偏差为 4.42%。

关键词: 高效旋转精馏床; 萃取精馏; 乙醇/水; 传质性能

中图分类号: TQ053.5

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2016)02-0133-04

DOI: 10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2016.02.034

Study on the process of mass transfer property of high gravity distillation with extractive agent

LI Dao-ming^{1,2}, LI Xiu-ping^{1,2*}, LIU You-zhi^{1,2}, LI Ning^{1,2}, SONG Zi-bin^{1,2}

(1. College of Chemical and Environmental, North University of China, Taiyuan 030051, China; 2. Research Center of Shanxi Province for High Gravity Chemical Engineering and Technology, Taiyuan 030051, China)

Abstract: Using Pall ring packing and potassium acetate as an extracting agent, separation of ethanol/water system by using high gravity technology with salt was studied, under the conditions of atmospheric pressure and ambient temperature, average high gravity factor of 21 - 188, reflux ratio of 1.5 - 3.5, feedstock flux of 1.24 - 2.50 kmol/h, mole concentration of feedstock of 0.064 6 - 0.242 5, salt consumption of 5 - 25 g/L. The results indicated that HERDB runs smoothly. The number of theoretical plate N_T of four-stage higeed distillation equipment increases with the advance of S and x_f . It decreases with the advance of R , while NTP increases first then decreases with the advance of β and F . The optimal operating conditions for the experiment are $\beta = 83.609 4$, $R = 1.5$, $F = 1.731 7$ kmol/h, $x_f = 0.242 5$, $S = 25$ g/L, the height of mass transfer unit of distillation section, stripping section and the whole system is 3.75 mm, 7.61 mm and 4.29 mm, which is less than HETP of HERDB. An empirical model for the distillation of high gravity distillation with salt was established. The deviation was within 5%, and the average deviation was 4.42%.

Key words: high effective rotating packed bed; extractive distillation; ethanol/water; mass transfer property

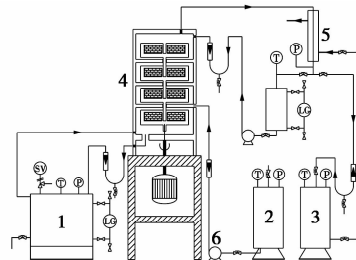
萃取精馏是分离共沸物系的有效方法, 由于其可增大分离物系相对挥发度, 分离效果得以提升^[1]。但是盐用量大、易堵塞腐蚀管道等问题, 一定程度上限制了它的使用^[2]。超重力精馏技术是一种新型的分离技术, 具有能耗低、传质效率高、体积小等优点, 一经提出, 便引起了广泛的关注^[3-6]。若在高效旋转精馏床 (HERDB) 内进行萃取精馏, 盐类不需要于塔内流动, 而且高速旋转过程中产生强大的剪切力, 使得设备不易产生结垢现象, 在工业生产中更具推广性。

本文中在 HERDB 中利用萃取精馏分离乙醇-水物系, 研究各操作条件对理论塔板数 NTP、单元塔板高度 HETP 和塔顶产品纯度 x_d 的影响, 并建立了经验模型, 以期为工业上实现超重力溶盐精馏提供有益的参考。

1 研究方法

1.1 工艺流程

采用如图 1 所示的超重力萃取精馏装置, 精馏塔包括 4 层星型填料。含盐原料液在泵的作用下由原料液储存罐进入到 HERDB 第三、四层填料的



1—再沸器; 2—原料液罐; 3—产品储罐; 4—HERDB;
5—冷凝器; 6—泵

图 1 多级超重力精馏实验工艺流程图

收稿日期: 2015-07-08; 修回日期: 2015-12-02

作者简介: 李道明 (1989-), 男, 硕士生; 栗秀萍 (1972-), 女, 博士, 教授, 研究方向为超重力精馏技术, 通讯联系人, 0351-3921986, lxpzhongxin

@126.com。

液体入口处,通过液体分布器均匀地分布在填料内侧。原料液在强大离心力和填料摩擦的共同作用下被撕裂成液膜、液滴、液丝从填料外部甩出,由 HERDB 底部进入再沸器。再沸器中的原料液在电磁加热器的作用下产生上行蒸气,由填料外侧向内侧与液体逆流接触,实现气液间的传热传质。蒸气继续上行,从 HERDB 顶部进入冷凝器,冷凝后的液体进入缓冲罐,部分液体再次回流至 HERDB,部分液体进入产品罐。

1.2 主要设备性能及工艺参数

本研究采用的高效旋转填料床为立式逆流结构,其主要部件及星型填料的性能如表 1 所示。

表 1 HERDB 及填料的主要性能

HERDB	材料	塔高/mm	气相管进/出口 直径/mm	液相管进/出口 直径/mm
	不锈钢	640	56/56	10/56
填料	空隙率	比表面积/ (m ² ·m ⁻³)	单层轴向 高度/mm	堆积密度/ (kg·m ⁻³)
	0.9545	276.9	100	415.9

1.3 分析方法

通过理论塔板数 NTP、理论塔板高度 HETP 和塔顶产品纯度对传质效果进行表征。其中 NTP 通过 Matlab 软件计算^[7],而 HETP 为填料的径向厚度与理论塔板数之比;塔顶产品纯度利用 GC7900 气相色谱仪测量^[8]。

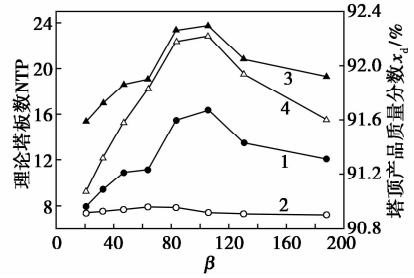
2 实验结果与讨论

2.1 超重力因子对传质性能的影响

超重力因子 β 指的是超重力场下任意处的离心加速度与重力加速度的比值,是衡量 HERDB 内超重力场强度的重要指标^[9]。将实验条件设定为 $R = 1.5$ 、 $F = 1.7317 \text{ kmol/h}$ 、 $x_f = 0.0646$ 、 $S = 5 \text{ g/L}$,通过调节变频器转数改变超重力场强度,考察 β 对理论塔板数 NTP 和塔顶产品质量分数 x_d 的影响。

由图 2 可知,系统 NTP 和 x_d 随 β 的增大呈现先升高后降低的趋势。分析其原因,精馏是传热传质同时进行的操作过程。随着 β 的增大,超重力场逐渐增强,液体会形成相界面更大的液滴、液丝、液膜,削弱气液间的传质传热阻力,强化了传热传质过程,导致 NTP 和 x_d 增大;但若 β 继续增大,填料中的液相还没有和气相充分地有效接触便已被沿着填料径向甩出,不利于有效的传热传质的发生,从而导致 NTP 和 x_d 降低。最优 NTP 和 x_d 分别为 23.7791 和 92.22%。提馏段 NTP 并未呈现出精馏段 NTP 明显

的变化。对于乙醇/水二元体系的气液平衡曲线提馏段 NTP 本身较少,仅为 1 层,导致其 NTP 随 β 变化不明显。



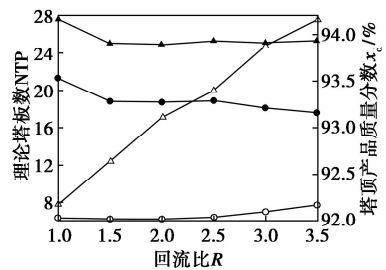
1—精馏段 NTP;2—提馏段 NTP;3—系统 NTP;
4—塔顶产品质量分数 x_d

图 2 高效旋转精馏床的 NTP 和 x_d 随超重力因子 β 的变化关系

在实验操作条件下,精馏段 HETP 为 37.87 ~ 40.84 mm,提馏段 HETP 为 6.12 ~ 12.57 mm,系统 HETP 为 16.82 ~ 26.05 mm。

2.2 回流比对传质性能的影响

将实验条件设定为 $\beta = 83.6094$ 、 $F = 1.7317 \text{ kmol/h}$ 、 $x_f = 0.0646$ 、 $S = 5 \text{ g/L}$ 的条件下,通过转子流量计来调节塔顶产品和回流液流量考察回流比 R 对理论塔板数 NTP 和塔顶产品质量分数 x_d 的影响。



1—精馏段 NTP;2—提馏段 NTP;3—系统 NTP;
4—塔顶产品质量分数 x_d

图 3 高效旋转精馏床的 NTP 和 x_d 随回流比 R 的变化关系

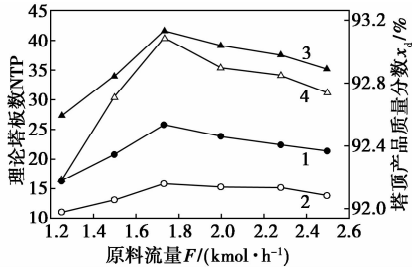
由图 3 可见,系统 NTP 随着回流的增加在开始阶段时有明显的下降。在此之后,随着回流比的增加则无明显的变化。而塔顶产品的质量分数 x_d 随着回流比的增加呈现递增的趋势。分析其原因,当回流比增加时,所得到的上行蒸气所含轻组分纯度高,下行液体所含轻组分含量低。随着回流液的增加,填料润湿面积不断增大,相间有效接触面积增大,有利于传质传热;回流比继续增加,精馏段的传质性能得到强化,但对于提馏段,液膜厚度相应增大,不利于传质进行。最优 NTP 和 x_d 分别为 27.6222 和 94.16%。

在实验操作条件下,超重力萃取精馏实验精馏段

HETP 为 14.08 ~ 17.03 mm, 提馏段 HETP 为 12.95 ~ 16.14 mm, 系统 HETP 为 14.48 ~ 16.05 mm。

2.3 进料液流量对传质性能的影响

将实验条件设定为 $\beta = 83.6094$ 、 $x_f = 0.0646$ 、 $S = 5 \text{ g/L}$ 、 $R = 1.5$, 通过转子流量计来调节原料流量考察其对理论塔板数 NTP 和塔顶产品质量分数 x_d 的影响。



1—精馏段 NTP; 2—提馏段 NTP; 3—系统 NTP;
4—塔顶产品质量分数 x_d

图4 高效旋转精馏床的 NTP 和 x_d 随原料流量 F 的变化关系

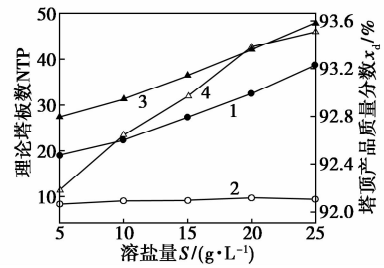
从图4中可以看出,随着原料流量上升,NTP 和 x_d 都呈现出先增加后降低的趋势,即存在着最优原料流量操作条件,最优流量为 1.7317 kmol/h,此时 NTP 和 x_d 分别是 41.5864 和 93.09%。分析其原因,液量增加时,气量无明显变化,产生出更多的填料润湿表面,形成更多的气液有效接触面积,提升了传热、传质效果。但当液量继续增加时,无法产生更大的相间接触面积,反而增加了传质传热阻力,使得系统的总传质性能下降,从而形成了先增加后下降的趋势。

在实验操作条件下,多级超重力萃取精馏实验精馏段 HETP 为 7.76 ~ 12.31 mm,提馏段 HETP 为 12.65 ~ 18.07 mm,系统 HETP 为 9.62 ~ 14.64 mm。与栗秀萍等^[9]在 F 对传质性能影响的研究得出的实验结果精馏段 HETP (9.6 ~ 18.5 mm)、提馏段 HETP (36.3 ~ 65.2 mm) 相比较,说明溶盐对于提馏段的影响要大于精馏段的影响。

2.4 溶盐量对传质性能的影响

将实验条件设定为 $\beta = 83.6094$ 、 $x_f = 0.0646$ 、 $F = 1.7317 \text{ kmol/h}$ 、 $R = 1.5$, 溶盐量 S 对理论塔板数 NTP 和塔顶产品质量分数 x_d 的影响如图5所示。随着醋酸钾用量增加,NTP 和 x_d 都呈现出递增的趋势。从宏观角度分析是由于醋酸钾在乙醇和水中的溶解度不同,使水的蒸汽压下降更多,乙醇对水的相对挥发度提高了;微观角度来看,醋酸钾是强电解质,在水中离解为离子,在其电场作用下,极性、介电常数较乙醇更大的水较多地集聚在离子周围,从而

提高了乙醇对水的相对挥发度。

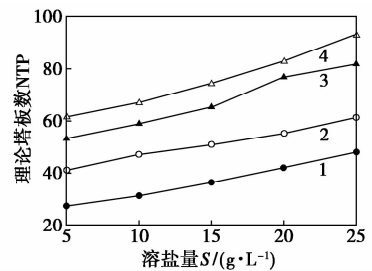


1—精馏段 NTP; 2—提馏段 NTP; 3—系统 NTP;
4—塔顶产品质量分数 x_d

图5 NTP 和 x_d 随 S 的变化关系

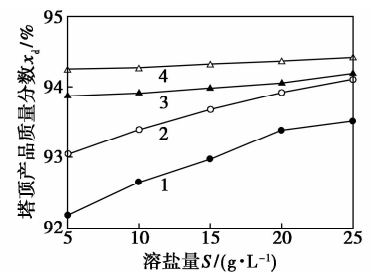
在实验操作条件下,多级超重力萃取精馏实验精馏段 HETP 为 7.76 ~ 15.81 mm,提馏段 HETP 为 10.36 ~ 11.99 mm,系统 HETP 为 8.33 ~ 14.64 mm。

图6和图7考察了不同质量浓度原料液,溶盐量对 NTP 和 x_d 的影响。随着原料液质量浓度的增加,塔顶产品质量分数增加但增幅减小。分析其原因,乙醇/水体系常压下理论上可以达到的最优分离效果为其恒沸组成 95.6% (质量分数)。在本实验溶盐量范围内,高效旋转精馏床虽未打破其共沸点,但传质性能得到了一定的提高,接近了恒沸组成。



1— $x_f = 0.0646$; 2— $x_f = 0.1154$; 3— $x_f = 0.1740$; 4— $x_f = 0.2425$

图6 NTP 随 S 的变化关系



1— $x_f = 0.0646$; 2— $x_f = 0.1154$; 3— $x_f = 0.1740$; 4— $x_f = 0.2425$

图7 x_d 随 S 的变化关系

2.5 经验模型建立

研究结果显示,超重力精馏的传质性能通过原料流量 F 、超重力因子 β 、回流比 R 、回流量 L 、原料液和产品轻组分摩尔分数 x_f 和 x_d 、溶盐量 S 呈幂指关系^[10]。通过因次分析法来分析,将回流量 L 与

原料流量 F 的比值 Q 作为一个无量纲来分析,得到如下的表达式:

$$N_T = 141.74\beta^{0.13814}R^{0.06539}Q^{0.08426}S^{0.08664}x_f^{0.77725}x_d^{9.01308}$$

将实验值和计算值比较,如图8所示,偏差在

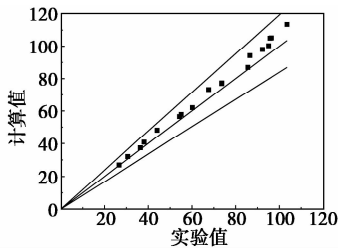


图8 超重力溶盐精馏实验结果与模型计算值比较图

$\pm 5\%$ 以内,平均偏差为 4.42%。说明该关联式与实验数据基本吻合。

3 与其他精馏传质性能比较

超重力精馏与超重力萃取精馏的传质性能比较如表2所示。

由表2可知,李俊妮和本文中的传质单元高度相当,但超重力萃取精馏的分离效果更优。超重力萃取精馏的传质单元高度(4.3~26.1 mm)优于超重力精馏(19.5~31.4 mm)和超重力减压精馏(8.5~45.0 mm),可见利用 HERDB 进行萃取精馏确实提升了传质性能。

表2 超重力精馏与超重力萃取精馏的传质性能比较

研究者	精馏技术	填料	分离物系	填料设置状况	塔顶分离效果/%	传质单元高度/mm
高鑫 ^[11]	超重力精馏	金属丝网	乙醇/水	2	89	19.5~31.4
计建炳等 ^[12]	超重力精馏	折流板	乙醇/水	2	95	40~50
张振舫 ^[13]	超重力精馏	翅片导流板	乙醇/水	4	93.3	22.9~38.2
李俊妮 ^[14]	超重力精馏	星型填料	乙醇/水	4	94.2	9.9~17.7
宋子彬 ^[15]	超重力减压精馏	金属丝网	乙醇/水	1	95.7	8.5~45.0
黄翔羚 ^[1]	超重力萃取精馏	金属编织丝网	乙醇/水	1	80.5	25~40
林幸如 ^[2]	超重力萃取精馏	金属丝网	甲醇/乙醇	1	77.4	30~90
本文	超重力萃取精馏	星型填料	乙醇/水	4	94.98	4.3~26.1

4 结论

利用填装星型填料的 HERPB 加入醋酸钾分离乙醇/水物系,整个实验过程中 HERDB 运行平稳。HERDB 的传质效果随超重力因子 β 和原料液流量 F 先增加后减小;随溶盐量 S 和原料液浓度 x_f 的增加而提升;随回流比 R 的增大而降低。本次多级超重力精馏实验的最佳操作条件为 $\beta = 83.6094$ 、 $R = 1.5$ 、 $F = 1.7317$ kmol/h、 $x_f = 0.2425$ 、 $S = 25$ g/L,精馏段、提馏段和整个系统的 HETP 分别为 3.75、7.61、4.29 mm,传质效果优于超重力精馏。建立了超重力溶盐精馏的经验模型,偏差在 $\pm 5\%$ 以内,平均偏差为 4.42%,为工业上实现超重力溶盐精馏提供有益的参考。

参考文献

[1] 黄祥羚. 高速旋转填充床于分离乙醇-水共沸混合物之研究[D]. 台北:国立中央大学,2003.
 [2] 林幸如. 高速旋转填充床于分离共沸混合物之研究[D]. 台北:国立中央大学,2002
 [3] Lin C C, Ho T J, Lui W T. Distillation in a rotating packed bed [J]. J Chem Eng Jpn, 2002, 35(12): 1298-1304.

[4] Li X P, Liu Y Z, Li Z Q, et al. Continuous distillation experiment with rotating packed bed [J]. Chin J Chem Eng, 2008, 16(4): 656-662.
 [5] Chia C L, Tsung J H, Wen T L. Distillation in a rotating packed bed [J]. Journal of Chemical Engineering of Japan, 2002, 35(12): 1298-1304.
 [6] Trevor K, James R F. Distillation studies in high gravity contactor [J]. Ind Eng Chem Res, 1996, 35: 4646-4655.
 [7] 李俊妮, 栗秀萍, 刘有智. 分段抛物插值算法在精馏塔设计中的应用研究[J]. 计算机与应用化学, 2012, 29(5): 611-614.
 [8] 董慧茹. 仪器分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 1999: 69-70.
 [9] 栗秀萍, 李俊妮, 刘有智, 等. 多级超重力精馏过程的传质性能[J]. 化学工程, 2013, 41(5): 14-18.
 [10] 刘有智. 超重力化工过程与技术[M]. 北京: 国防工业出版社, 2009.
 [11] 高鑫. 新型多级逆流式超重力旋转床精馏性能研究[D]. 北京: 北京化工大学, 2010.
 [12] 计建炳, 俞云良, 徐之超. 折流式旋转床-超重力场中的湿壁群[J]. 现代化工, 2005, 18(5): 52-58.
 [13] 张振舫. 翅片导流板填料在旋转床中的流体力学模拟与精馏性能研究[D]. 太原: 中北大学, 2011.
 [14] 李俊妮. 不同填料的超重力精馏性能研究[D]. 太原: 中北大学, 2013.
 [15] 宋子彬. 超重力减压精馏分离乙醇-水实验研究[D]. 太原: 中北大学, 2015. ■