

分壁式萃取精馏分离乙腈-正丙醇的模拟研究

马春蕾*, 唐建可, 王琦

(太原工业学院化学与化工系, 山西 太原 030008)

摘要:利用 Aspen Plus 软件, 采用 *N,N*-二甲基甲酰胺作萃取剂, 研究了分壁式萃取精馏和常规双塔萃取精馏方法对该混合物的分离, 均能实现混合物的有效分离。其中分壁式萃取精馏得到正丙醇和乙腈的质量分数分别为 99.12% 和 99.59%。和常规双塔萃取精馏相比, 分壁式萃取精馏流程再沸器热负荷降低 11.02%, 冷凝器热负荷降低 17.69%, 实现了有效节能。

关键词:乙腈; 正丙醇; 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(2017)04-0175-04

DOI: 10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2017.04.043

Simulation of the separation of acetonitrile and *n*-propanol by extractive distillation in dividing wall column

MA Chun-lei*, TANG Jian-ke, WANG Qi

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

Abstract: Aspen Plus simulation software is used to simulate the separation process of acetonitrile and *n*-propanol by extractive distillation in dividing wall column (E-DWC) and in conventional double-column, using *N,N*-dimethylformamide as extractive agent. The mass fraction of *n*-propanol and acetonitrile can reach 99.12% and 99.59% by E-DWC, respectively. In comparison with extractive distillation in conventional double-column, energy saving of reboiler and condenser using E-DWC are reduced by 11.02% and 17.69%, respectively. Energy saving is effectively realized.

Key words: acetonitrile; *n*-propanol; Aspen Plus; extractive distillation in dividing wall column

乙腈和正丙醇是化工和制药工业中重要的精细化学品和广泛使用的有机溶剂, 广泛用作液相色谱分离过程中的流动相^[1-2]。工业生产会产生乙腈和正丙醇废液, 不对其分离而直接排放会造成资源浪费和环境污染, 因此有必要研究二者的分离来进行回收利用。常压下, 乙腈和正丙醇会形成二元共沸物, 普通的精馏方法难以将其分离。赵含雪等^[1]研究了间歇萃取精馏分离乙腈-正丙醇的实验, 仅得到质量分数 98.6% 的乙腈产品。何玉平等^[3]采用加盐萃取精馏法分离乙腈-正丙醇, 但存在对设备要求高和盐难以回收利用的问题。萃取精馏是通过向精馏塔内连续加入高沸点的溶剂, 使共沸物中组分间相对挥发度发生变化, 进而使共沸物得以分离, 具有操作费用低、污染少、溶剂易回收等优点^[4-8]。分壁式萃取精馏是一种新的热耦合精馏技术, 实现了在 1 个塔内共沸物的分离, 和常规萃取精馏相比可进一步降低能耗和减少设备投资^[9-10]。采用 Aspen Plus 模拟软件对乙腈-正丙醇的分壁式萃取精馏流程进行了模拟, 对影响产品纯度和能耗

的参数进行了优化, 以期对乙腈和正丙醇的分离工艺操作提供参数依据。

1 萃取剂的选择

曾红等^[2]对乙腈-正丙醇-*N,N*-二甲基甲酰胺 (DMF) 体系的等压气液平衡进行了研究, 其中 DMF 是萃取精馏中常用的萃取剂^[11-13], 为萃取精馏模拟计算 DMF 作萃取剂分离乙腈-正丙醇提供了重要的基础数据。表 1^[2] 给出了由实验数据回归得到的 NRTL 模型参数, 由于通过气液平衡实验拟合得到的二元交互作用参数 Δg_{ij} 和 Δg_{ji} 与 Aspen Plus 软件及 ChemCAD 软件中内置的 NRTL 模型中有差别, 因此在使用时需除以 $R[8.3145 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})]$ 。利用 ChemCAD 软件绘制乙腈和正丙醇体系加入萃取剂 DMF 前后的二元气液平衡相图, 图 1 为乙腈和正丙醇的二元气液平衡相图, 可以看出两组分存在共沸现象, 图 2 为加入萃取剂 DMF (摩尔分数 60%) 后正丙醇-乙腈-DMF 三元混合物气液平衡相图 (无溶剂基), 可以看出加入摩尔分数 60% DMF 后正丙醇和

收稿日期: 2016-08-15; 修回日期: 2017-02-06

基金项目: 太原工业学院院级青年科学基金项目 (2016LQ20)

作者简介: 马春蕾 (1988-), 女, 硕士, 助教, 主要从事化工、制药分离模拟研究, 通讯联系人, 0351-3569476, machunlei2014@163.com。

乙腈的共沸明显被打破。

表 1 由实验数据回归得到的 NRTL 模型参数

组分 i	组分 j	$\Delta g_{ij}/(\text{J}\cdot\text{mol}^{-1})$	$\Delta g_{ji}/(\text{J}\cdot\text{mol}^{-1})$	α_{ij}
乙腈	正丙醇	1915.91	1690.51	0.3
乙腈	DMF	3012.26	-3492.66	0.3
正丙醇	DMF	78.87	4888.34	0.3

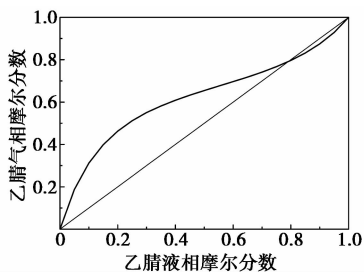


图 1 乙腈-正丙醇气液平衡相图

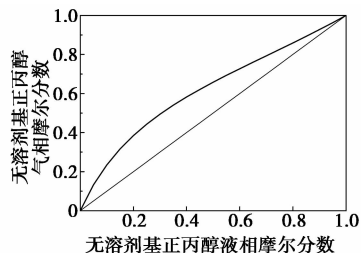


图 2 正丙醇-乙腈-DMF 三元混合物气液平衡相图(无溶剂基)

剩余曲线图是判断萃取精馏分离是否可行的一种较为简单的方法,图 3 给出了采用 NRTL 模型绘制的乙腈-正丙醇-DMF 在 101.325 kPa 下的剩余曲线图,可以看出图中有 1 个不稳定的节点(乙腈和正丙醇的共沸点)和 1 个稳定的节点(萃取剂 DMF)以及 2 个鞍点(乙腈和正丙醇顶点),剩余曲线均为最低共沸点指向萃取剂的方向,最终汇集为一点,可知塔釜萃取剂摩尔分数逐渐增加,最终塔釜中只剩下萃取剂,因此 DMF 是分离乙腈和正丙醇有效的萃取剂。

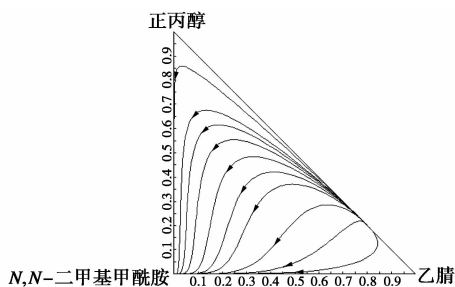


图 3 乙腈-正丙醇-DMF 在 101.325 kPa 下的剩余曲线图

2 分壁式萃取精馏流程

分壁式精馏塔作为一种新型的化工分离装置,具有节省设备投资和节省能耗的优点。分壁式精馏塔是热偶精馏的一种,它将常规萃取精馏的萃取精馏塔和溶剂回收塔集中在一塔内,由垂直隔板将精馏塔隔成 5 个区域,隔板右侧顶部封闭,5 个区域具体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下端下部的公共提馏段,萃取剂从公共提馏段底部采出后循环使用。其热力学等效模拟流程如图 4 所示,包括主塔 T1 和副塔 T2,萃取剂 DMF 从主塔上部位置进料,混合物从主塔下部进料,两者之间即为萃取精馏段,主塔塔顶得高纯度正丙醇,侧线物流 V 中以气相形式采出进入副塔进行萃取剂回收,气相蒸气进入副塔底部作为加热蒸气,以液相形式返回主塔,实现萃取剂与乙腈的分离,萃取剂从主塔底部排出供循环使用,根据损失可进行适当补充,乙腈经副塔提纯后从其顶部采出。和常规萃取精馏相比,分壁式萃取精馏节省了 1 个再沸器的投资,可避免返混现象,因此具有独特优势。

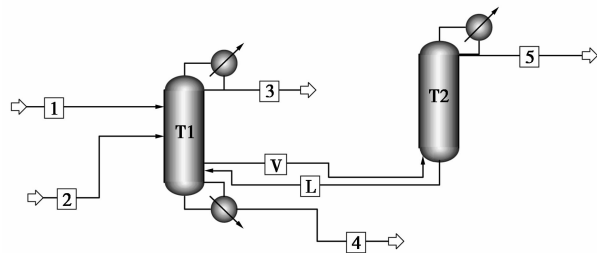


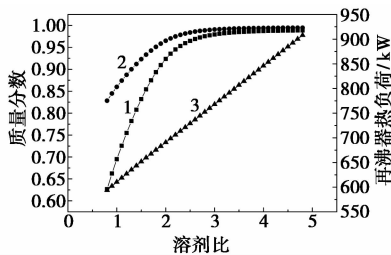
图 4 分壁式萃取精馏塔热力学等效流程

3 分壁式萃取精馏模拟与优化

初始模拟条件:原料进料量 1 000 kg/h,乙腈质量分数为 68.5%,进料温度 298.15 K,萃取剂 DMF 进料量 2 000 kg/h,质量分数按 100% 计算,主塔 39 块理论板,萃取剂和原料分别在第 8 和 21 块塔板进料,回流比为 2.6,塔顶采出量 315 kg/h,主塔侧线采出量 1 300 kg/h,采出位置第 32 块塔板,副塔 32 块理论板,回流比取 0.9,均为常压操作。以上述参数为基础,利用灵敏度分析工具(model analysis tools),研究溶剂比、萃取剂进料位置、原料进料位置、主塔回流比对分壁式萃取精馏分离效果和再沸器热负荷的影响。要求产品质量分数均达 99.0% 以上。

3.1 萃取剂进料量的影响

萃取剂进料量对乙腈和正丙醇之间相对挥发度有影响,定义萃取剂进料量与原料进料量的质量比为溶剂比,溶剂比对产品质量分数和再沸器热负荷的影响如图5所示。随着溶剂比的增加正丙醇和乙腈质量分数先快速增加后逐渐平稳,再沸器热负荷一直增加,是因为随着萃取剂用量的增加,塔内液体量变大,使得塔釜再沸器热负荷增加,因此需选取合适的溶剂比,当溶剂比为4.0时再增加溶剂比对产品质量分数影响不大,但再沸器热负荷继续增加,因此合适的溶剂比为4.0。

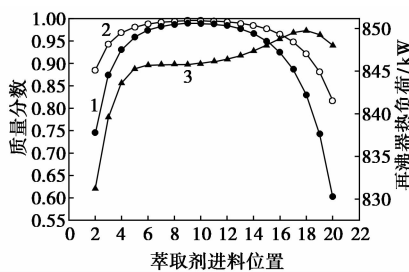


1—正丙醇;2—乙腈;3—再沸器

图5 溶剂比的影响

3.2 萃取剂进料位置的影响

萃取剂 DMF 进料位置对产品质量分数和再沸器热负荷的影响如图6所示。随着萃取剂进料位置的下移,正丙醇和乙腈的质量分数先上升后下降,再沸器热负荷先上升后下降。DMF 最佳进料位置为第9块塔板,萃取剂应在精馏塔上部进料,这是为了维持塔内萃取剂一定的浓度,但应与塔顶有若干块塔板以起到回收萃取剂的作用,因此合适的萃取剂进料位置为9。



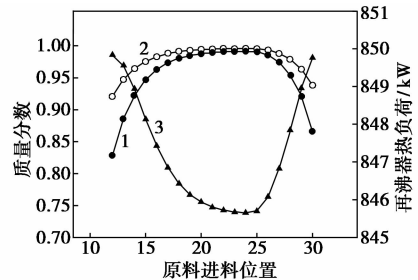
1—正丙醇;2—乙腈;3—再沸器

图6 萃取剂进料位置的影响

3.3 原料进料位置的影响

原料进料位置对产品质量分数和再沸器热负荷的影响如图7所示。正丙醇和乙腈质量分数先上升后下降,再沸器热负荷则是先下降后上升。在24块塔板处进料时,两者质量分数均达到最大值,且再沸器热负荷最小,从产品质量和能耗角度考虑确定合

适的原料进料位置为24块塔板。这是因为原料进料位置下移后与萃取剂进料位置之间的萃取精馏段变长,因此分离效果变好,但当原料进料位置与主塔侧线采出位置较为接近时,一部分原料会从隔板下部直接进入副塔,使分离效果变差。

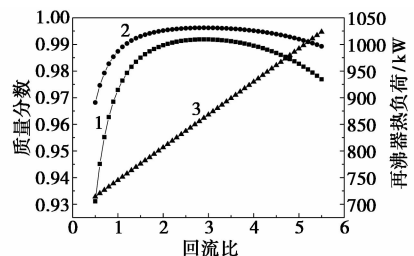


1—正丙醇;2—乙腈;3—再沸器

图7 原料进料位置的影响

3.4 回流比的影响

回流比对产品质量分数和再沸器热负荷的影响如图8所示。正丙醇和乙腈质量分数先上升后下降,再沸器热负荷则一直上升,因此需选取适宜的回流比。两者质量分数在回流比为2.9时达到最大,但与回流比为2.7时相差很小,再沸器热负荷则是增加了12.3 kW,从分离效果和能耗考虑选择回流比为2.7。



1—正丙醇;2—乙腈;3—再沸器

图8 回流比的影响

3.5 分壁式萃取精馏与常规双塔萃取精馏的比较

同样对副塔 T2 理论塔板数进行优化。表2列出了常规双塔萃取精馏和分壁式萃取精馏分离乙腈和正丙醇各项参数,2种流程得到的两者质量分数均高于99.0%,实现了有效分离。但双塔萃取精馏要比分壁式萃取精馏多使用8块塔板,且多1个再沸器的投资。分壁式萃取精馏再沸器热负荷为851.80 kW,冷凝器热负荷共计489.01 kW,双塔萃取精馏再沸器热负荷共计957.27 kW,冷凝器热负荷共计594.08 kW。和双塔连续萃取精馏相比分壁式萃取精馏再沸器热负荷降低11.02%,冷凝器热负荷降低17.69%。

表 2 2 种流程参数比较

参数	常规双塔萃取精馏		分壁式萃取精馏	
	萃取精馏塔	溶剂回收塔	主塔 T1	副塔 T2
理论板数/块	33	20	39	6
萃取剂进料位置/块	10	—	9	—
待分离组分进料位置/块	26	8	24	6
回流比	2.8	1.6	2.7	0.9
萃取剂进料量/(kg·h ⁻¹)	4000	—	4000	—
隔板位置/块	—	—	32	—
正丙醇质量分数/%	99.43	—	99.12	—
乙腈质量分数/%	—	99.74	—	99.59
DMF 质量分数/%	—	99.97	99.89	—
再沸器热负荷/kW	540.98	416.29	851.80	—
冷凝器热负荷/kW	230.16	363.92	224.09	264.92

4 结论

模拟优化了分壁式萃取精馏和常规双塔萃取精馏分离乙腈和正丙醇混合物的工艺参数,两者均能实现混合物有效分离,分壁式萃取精馏得到正丙醇和乙腈的质量分数分别为 99.12% 和 99.59%。和常规双塔萃取精馏相比分壁式萃取精馏再沸器热负荷降低 11.02%,冷凝器热负荷降低 17.69%,在设备投资方面节省 1 个再沸器,在经济上具有较大优势。分壁式萃取精馏在分离乙腈和正丙醇混合物方

面更有优势。

参考文献

- [1] 赵含雪,白鹏,高瑞昶,等. 萃取精馏分离乙腈-正丙醇的研究[J]. 化学工业与工程,2014,31(6):35-40.
- [2] 曾红,姚舜,刘其松,等. 乙腈-正丙醇-N,N-二甲基甲酰胺体系的等压汽液平衡[J]. 高校化学工程学报,2011,25(3):365-369.
- [3] 何玉平,蒋安元. 加盐萃取精馏法分离乙腈和正丙醇的混合物[J]. 邵阳学院学报:自然科学版,2005,2(2):109-110.
- [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] 侯涛,高晓新. 甲苯-乙醇共沸体系的萃取精馏模拟与优化[J]. 石油化工高等学校学报,2012,25(4):21-23.
- [6] Gil I D, García L C, Rodríguez G. Simulation of ethanol extractive distillation with mixed glycols as separating agent [J]. Brazilian Journal of Chemical Engineering,2014,31(1):259-270.
- [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] 张浩,徐红,戴昕,等. 萃取精馏分离三甲氧基硅烷和甲醇的模拟和优化[J]. 现代化工,2015,35(1):163-165.
- [9] 包宗宏,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] 张于弛. DMF 萃取精馏精制高纯度甲缩醛的模拟研究[J]. 计算机与应用化学,2012,29(11):1343-1346.
- [12] 李文秀,史航,张志刚,等. 带有中间贮罐间歇萃取精馏实验研究[J]. 化学工程,2008,36(10):9-12.
- [13] 唐颖. 间歇萃取精馏分离环己烷-四氢呋喃的研究[D]. 天津:天津大学,2007. ■

两种索尔维 Ryton[®] PPS 牌号通过饮用水接触监管审批, 可用于供水、供暖和卫浴领域应用

2017年3月14日,索尔维宣布其两款 Ryton[®] 聚苯硫醚(PPS)材料满足 NSF 61(美国)、WRAS(英国)、W270 DVGW 和 KTW(德国)、ACS(法国)和 DM 174(意大利)认证要求,可用于饮用水接触产品。

索尔维的 R-4-242-NA(本色)和 R-4-242-BL(黑色)这两种新的玻纤填充(40%) Ryton[®] PPS 材料,可取代金属以及其它竞争性工程塑料,有效应对了饮用水处理领域终端产品所面临的重大挑战,包括热量表和水表、水泵、锅炉部件、水龙头、滤芯以及平衡阀和其它阀件。这两种牌号的

材料均得益于玻纤上浆新工艺,与市场上其它绝大部分市售 PPS 相比具有明显的优势,尤其是在高压热水系统应用中。

新的 Ryton[®] PPS 牌号融合了不同的优秀机械性能组合,包括优异的抗热水和蒸汽蠕变性能,耐高温化学和热氧化性能,同时还具有出色的尺寸稳定性,包括吸水性能极低或不吸水、在高达 140℃(284°F)的温度下具有卓越的耐长时间暴露于热水中的特性。此外,两种材料还具有极低的粘度,方便设计和注塑加工成高度复杂/薄壁的部件。