

两级分离式超重力精馏实验研究

张振翀, 栗秀萍, 刘有智

(山西省超重力化工工程技术研究中心, 山西太原 030051)

摘要:在常压下以乙醇/水体系为研究对象进行了两级分离式超重力精馏中试。分别考察了超重力因子 β 、回流比 R 、原料液流量 F 对整个系统、精馏段和提馏段理论塔板数(NTP)的影响。在中试实验的基础上建立了超重力精馏的传质数学模型,并应用逐步回归法分析得出了对超重力精馏传质显著性影响由高到低依次为:馏出液摩尔分率、超重力因子、回流比、馏出比、进料摩尔分率。

关键词:超重力;精馏;传质;理论塔板数

中图分类号:TQ028.13

文献标识码:A

文章编号:0253-4320(2010)04-0079-03

Study on super two-phase separate gravity distillation

ZHANG Zhen-chong, LI Xiu-ping, LIU You-zhi

(Research Center of Shanxi Province for High Gravity Chemical Engineering and Technology, Taiyuan 030051, China)

Abstract: A super two-phase separate gravity distillation process with pilot scale is conducted at atmospheric pressure using ethanol/water solution system. The influencing factors of super gravity factor β , reflux ratio R and feedstock F on the number of theoretical plates (NTP) of the whole system, rectifying section and stripping section are studied, respectively. A mathematical mass transfer model of super gravity distillation is established based on the pilot test. The influencing factor on mass transfer of super gravity distillation is analyzed with the method of stepwise regression, and the effects of various factors are in the following descending order: mole distillate fraction x_d > super gravity factor β > reflux ratio R > distillate ratio Q > mole feedstock fraction x_f .

Key words: super gravity; distillation; mass transfer; number of theoretical plates

精馏是化工生产中应用最为广泛的分离操作单元^[1]。在传统塔设备中,存在诸如气液接触面积小、传质系数低、设备体积庞大、造价及运行费用高等缺点^[2-3]。因此,对新精馏设备的研究具有极其重要的意义。

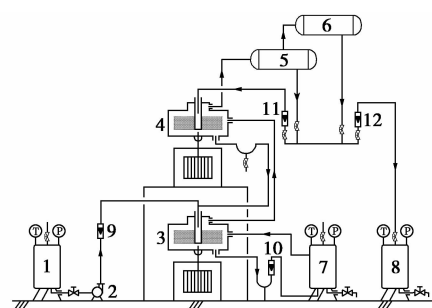
超重力精馏设备的气液两相由于接触面积大且相界面能快速更新,使得传质效率比传统塔设备提高了1~2个数量级,且在设备体积、塔板压降等方面都具有传统塔设备无法比拟的优势^[3]。

本文中利用乙醇/水体系为研究对象,在常压下进行两级分离式超重力精馏中试实验,较系统地研究了超重力精馏中超重力因子、回流比及原料液流量对传质性能的影响,并且在实验研究基础上建立了该精馏过程的传质数学模型,应用逐步回归法讨论了超重力因子、馏出比、回流比、进料摩尔分率以及馏出摩尔分率对传质的显著性影响。以期能够对超重力精馏的进一步工业化应用提供参考。

1 试验

1.1 试验流程

两级分离式超重力精馏中试流程如图1所示。



1—原料液罐;2—泵;3—RPB1;4—RPB2;5—分凝器;
6—全凝器;7—再沸器;8—产品罐;9,10,11,12—转子流量计

图1 两级分离式超重力精馏中试流程示意图

图1中的RPB1作为精馏塔的提馏段,RPB2作为精馏塔的精馏段。实验开始,加热再沸器,原料液被泵压入RPB1的液体进料口处,通过液体分布器

收稿日期:2009-12-24;修回日期:2010-03-08

基金项目:高等学校博士学科专项科研基金(20060110003);山西省研究生创新基金资助项目(200611018);山西省高校开发项目(20091127)

作者简介:张振翀(1985-),男,硕士生,0351-3921650,imperialguard@163.com;栗秀萍(1972-),女,副教授,从事化学工程与工艺领域的研究。

后由填料层内侧向填料层外侧流动。从填料层外边缘离开后液体经 RPB1 底部的液体收集管流入再沸器。流入再沸器的液体一部分作为塔底产物被收集,另一部分则被加热为上行蒸汽进入 RPB1。

同时,RPB1 中的蒸汽以从填料层外侧向内侧与液体呈逆流方向进行传质与传热。蒸汽在到达填料层内边缘后,由 RPB1 的顶部导管进入作为精馏段的 RPB2 内部。而由 RPB2 进入冷凝器的蒸汽分为 2 部分,一部分当作回流液再次进入 RPB2,另一部分作为塔顶产品进入产品罐。

1.2 试验条件

试验中使用的原料液流量为 15 ~ 30 L/h;原料液质量分数为 15% ~ 30%;旋转填料床转速为 400 ~ 1 000 r/min;回流比为 1.0 ~ 2.5。

本试验选用的转箍与丝网填料的物理性质列于表 1 与表 2。

表 1 转箍物理性质

外转箍半径/mm	内转箍半径/mm	转箍垂直高度/mm
128	43.5	41

表 2 填料丝物理性质

填料丝直径/mm	填料比表面积/ $\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$	填料空隙率/%	材质
0.285	>300	>90	不锈钢

1.3 分析手段

试验中使用 SQ206 气相色谱仪测量乙醇水溶液的浓度,使用调频电机调节 RPB,使用转子流量计调节原料液流量、回流液流量、塔顶和塔底馏出液流量。

2 结果与讨论

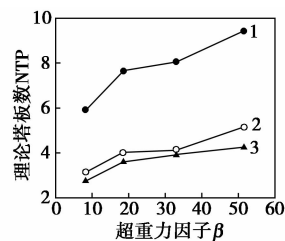
2.1 超重力因子对于精馏传质性能的影响

超重力场的强度用超重力因子 β 来表征。 β 的计算公式^[4]如式(1)所示:

$$\beta = \frac{\int_1^2 \beta \cdot 2\pi r dr}{\int_1^2 2\pi r dr} = \frac{2\omega^2 (r_1^2 + r_1 r_2 + r_2^2)}{3(r_1 + r_2)g} \quad (1)$$

式(1)中, r_1 为填料层的内半径(mm), r_2 为填料层的外半径(mm), ω 为转速(r/min), g 为重力加速度(m/s^2)。

图 2 为在原料液流量 $F = 15\text{L/h}$,回流比 $R = 1$ 条件下的系统、精馏段和提馏段理论塔板数 NTP 随超重力因子 β 变化的趋势。



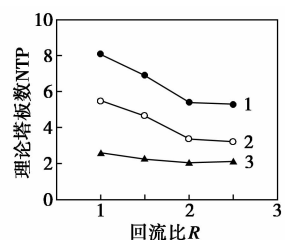
1—系统;2—精馏段;3—提馏段

图 2 超重力因子对理论塔板数的影响

由图 2 可见,随着 β 的上升,系统、精馏段及提馏段 NTP 都呈增加趋势。其原因是,随着 β 的上升,液滴由于剪切力增大而被分散得更细小,填料中的液膜也被拉扯的更薄,填料润湿面积和相接触面积均增大,有利于气液传质过程的强化,增强了超重力精馏的传质效率^[3]。

2.2 回流比对于精馏传质性能的影响

回流比 R 是精馏过程重要参数,直接影响精馏塔的分离能力。图 3 为 $\beta = 8.24$, $F = 20\text{L/h}$ 条件下的系统、精馏段和提馏段理论塔板数 NTP 随 R 变化的趋势。



1—系统;2—精馏段;3—提馏段

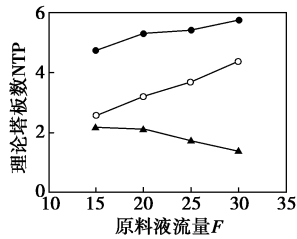
图 3 回流比对理论塔板数的影响

由图 3 可见,系统及精馏段 NTP 随 R 的升高而显著减少,提馏段 NTP 虽有减少而变化不大。在传统精馏操作中, R 的增大将使 NTP 随之下降,同时可以提高产品的分离效果,但同时塔釜产生的蒸汽量相应增加,能耗随之上升^[5]。而中试结果显示,随着 R 的增加,塔顶产品的分离效果反而下降,NTP 也显著下降,从而使得超重力精馏装置表现出通过减小操作回流比降低能耗的潜力。

2.3 原料液流量对精馏传质性能的影响

图 4 为 $\beta = 8.24$, $R = 2.5$ 条件下的系统、精馏段和提馏段 NTP 随原料液流量 F 变化的趋势。

由图 4 可见,系统、精馏段理论塔板数 NTP 随 F 增加而增加,而提馏段 NTP 随 F 增加而减少。因为填料是不被原料液完全润湿的^[6], F 增加可以使液相在填料中更好润湿填料表面,且能促进气液两相的湍动和表面更新的加快,增强传质效果^[3];同时 F 增加也会使得精馏段温度降低,上升蒸汽中轻组分增加,使得精馏段 NTP 增加;而增加 F 将引起



1—系统;2—精馏段;3—提馏段

图4 原料液流量对理论塔板数的影响

提馏段的液体流量增加,导致提馏段温度降低,再沸器中轻组分浓度增大,使得提馏段 NTP 降低^[5]。

3 传质数学模型及显著性分析

3.1 传质数学模型的建立

选取对于 NTP 有影响的因子:超重力因子 β , 馏出比 $Q(Q = D/F$, 即馏出液流量比原料液流量), 回流比 R , 进料摩尔分率 x_f , 馏出摩尔分率 x_d 等应用文献[6-8]中的方法建立 NTP 的数学模型:

$$NTP = A\beta^a Q^b R^c x_f^d x_d^e \quad (2)$$

利用 Matlab 软件中的 regress 多元回归函数结合所得到的实验数据以最小二乘法原则计算其中各参数 A, a, b, c, d, e 的具体数值,显著性水平 alpha 为 0.05。求得 $A = 13.3101$, $a = 0.0240$, $b = -0.1096$, $c = -0.2098$, $d = 0.0761$, $e = 1.8659$ 。而其 F 值为 48.0501, 其概率 $P = 0.0000 < 0.0500$, 拒绝 H_0 , 证明该回归方程成立。

得到的 NTP 数学模型为:

$$NTP = 13.3101\beta^{0.0240} Q^{-0.1096} R^{-0.2098} x_f^{0.0761} x_d^{1.8659} \quad (3)$$

使用 rcoplot 函数对于所得回归方程作出残差时序图,如图 5 所示。

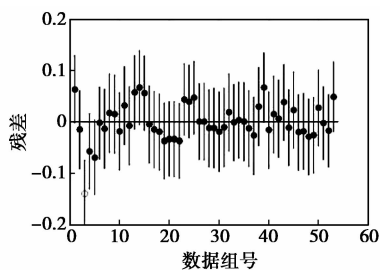


图5 残差时序图

由图 5 可以看出,除第 3 组数据外,其余数据的残差离零点均在 0.1 范围内,且残差的置信区间均包含零点,说明回归模型能很好地符合实验数据,而第 3 个数据可视为异常点。

3.2 对传质模型各因子的显著性影响分析

应用 Matlab 软件中的 stepwise 逐步回归函数对于影响 NTP 的各个因子进行显著性影响分析,如

表 3 所示。

表 3 显著性分析数据

影响因子	显著性值 (F)	相关系数 (R -square)	剩余标准差 (RMSE)
β	18.2337	0.1671	1.2111
Q	1.1724	0.0225	1.2145
R	17.9028	0.2598	1.0568
x_f	0.3534	0.0069	1.2242
x_d	99.3312	0.6585	0.7179

由表 3 中所列显著性 F 值可见,对超重力精馏传质特性显著性影响大小依次为 x_d 、 β 、 R 、 Q 、 x_f 。

4 结语

两级分离式超重力精馏中试装置在实验过程中运行平稳,无故障;两级分离式超重力精馏中试装置的理论塔板高度 HETP 最小为 8.11 mm,最大为 35.68 mm,其传质效率优于实验室设备和常规塔设备;两级分离式超重力精馏中试装置的传质效果随 β 增大而提升,随 R 增大而降低,随 F 增大而提升;本次超重力精馏中试试验的最佳操作条件为 $\beta = 51.49$, $R = 1$, $F = 30$ L/h,系统、精馏段和提馏段 NTP 分别为 10.21、7.94 和 2.27。塔顶分离效果可达 90% 以上,塔底分离效果可达 2% 以下(质量分数);本中试试验中,对两级分离式超重力精馏传质特性显著性影响由高到低依次为 x_d 、 β 、 R 、 Q 、 x_f ;所建传质模型与实验数据吻合良好,可以作为考察超重力精馏性能的依据。

参考文献

- [1] Kelleher T, Fair J R. Distillation studies in a high-gravity contactor [J]. Ind Eng Chem Res, 1996, 35: 4646 - 4655.
- [2] 闪俊杰, 刘润静, 杜振雷, 等. 超重力技术在精馏中的应用[J]. 现代化工, 2008, 28(增刊 1): 152 - 182.
- [3] 陈建峰. 超重力技术及应用: 新一代反应与分离技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002.
- [4] 刘有智. 超重力化工过程与技术[M]. 北京: 国防工业出版社, 2009.
- [5] 吴俊升, 邵惠鹤. 精馏设计、操作和控制[M]. 北京: 中国石化出版社, 1997.
- [6] 栗秀萍, 刘有智, 栗继宏, 等. 超重力连续精馏过程初探[J]. 现代化工, 2008, 28(增刊 1): 75 - 79.
- [7] 栗秀萍, 刘有智. 超重力场精馏过程探讨[J]. 现代化工, 2006, 26(增刊 2): 315 - 319.
- [8] Li Xiuping, Liu Youzhi, Li Zhiqiang, et al. Continuous distillation experiment with rotating packed bed[J]. Chinese Journal of Chemical Engineering, 2008, 16(4): 656 - 662. ■