

工艺与设备

# 差压热耦合精馏回收处理含 二甲基乙酰胺废水的工艺研究

杨德明, 廖巧, 王杨

(江苏工业学院化学化工学院, 江苏常州 213164)

**摘要:** 采用差压热耦合精馏工艺对含二甲基乙酰胺(DMAC)的废水进行回收处理。利用 ASPEN PLUS 过程模拟软件中的 RADFRAC 严格精馏计算模型, 采用 NRTL-RK 方程计算气液相平衡数据, 对单塔精馏工艺进行模拟。在此基础上, 对提出的差压热耦合精馏工艺进行过程模拟与参数优化, 得到了差压热耦合精馏处理含 DMAC 废水的最佳工艺参数、塔内气液浓度分布、精馏塔设备参数等。模拟结果表明, 差压热耦合精馏工艺比常规的单塔精馏工艺节能约 73.4%。

**关键词:** DMAC 回收; 差压热耦合精馏; 流程模拟; 节能

中图分类号: TQ028.31

文献标识码: A

文章编号: 0253-4320(2010)09-0065-03

## Process research on treatment of wastewater containing DMAC by differential pressure thermally coupled distillation

YANG De-ming, LIAO Qiao, WANG Yang

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Jiangsu Polytechnic University, Changzhou 213164, China)

**Abstract:** A new process of differential pressure thermally coupled distillation is adopted for recovery of DMAC from wastewater. The NRTL-RK equation is used for calculation of vapor-liquid equilibrium data of DMAC-water system. Based on the mono-column simulation results, the simulation of the differential pressure thermally coupled distillation is performed by software of ASPEN PLUS, which adopts RADFRAC model, and the optimal conditions, vapor and liquid composition profiles in column and column parameters are determined. The simulation results show that the differential pressure thermally coupled distillation can save energy by 73.4% compared with that of conventional mono-column distillation.

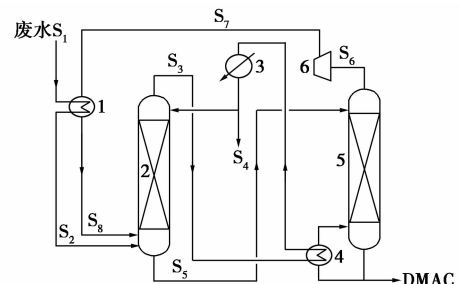
**Key words:** recovery of DMAC; differential pressure thermally coupled distillation; process simulation; energy saving

二甲基乙酰胺作为优良的有机溶剂, 在其应用过程中, 产生大量的含 DMAC 废水, 质量分数一般在 20% ~ 35%。对此类废水进行处理回收 DMAC 具有重要的意义。由于 DMAC 的沸点比水高, 采用蒸馏方法进行回收时, 需要蒸发大量的水; 由于水的热容较大, 因此用常规蒸馏法处理该废水能耗很大。目前该类废水的回收除了用常规精馏法外, 还有萃取精馏法<sup>[1]</sup>, 但能耗也比较大。热耦合精馏<sup>[2-6]</sup>是一种有效的节能精馏技术。本文中采用了一种新的节能型差压热耦合精馏工艺, 该工艺能充分利用塔顶水蒸气潜热, 以达到大幅度节能的目的。该工艺还具有工艺简单、不引入第 3 组分等优点, 通过过程模拟与参数优化, 以期得到相关的工艺操作参数, 为含 DMAC 废水回收处理提供一条新的节能工艺路线。

### 1 差压热耦合精馏工艺

差压热耦合精馏流程是将常规精馏塔分割为 2

个精馏塔, 将原来的精馏段作为常压塔 ( $T_1$ ), 提馏段作为负压塔 ( $T_2$ )。  $T_2$  塔采用负压操作的目的是为了降低塔釜温度, 因此就可以利用常压塔塔顶蒸汽的潜热来加热该塔塔底的再沸器, 进行两塔塔顶和塔底的热耦合, 实现精馏过程的大幅度节能。具体工艺流程见图 1。



1—预热器; 2—常压塔  $T_1$ ; 3—冷凝器; 4—再沸器;  
5—负压塔  $T_2$ ; 6—压缩机

图 1 差压热耦合精馏流程图

## 2 模拟计算与分析

为比较单塔精馏与差压热耦合精馏的能耗以及得到差压热耦合精馏的基础数据,首先对单塔精馏工艺进行模拟计算,得到精馏段和提馏段的塔板数及能耗。在此基础上,再对差压热耦合精馏工艺进行模拟与优化。为此规定分离物料的进料量为 2 500 kg/h,其中水含量 75% (质量分数,下同)、DMAC 质量分数 25%;要求废水中 DMAC 质量分数  $\leq 1 \times 10^{-4}$ 、DMAC 纯度  $\geq 99.9\%$ 。

模拟计算中, $T_1$  塔的操作压力规定为 101 kPa、 $T_2$  塔的操作压力规定为 6 kPa,这样规定压力的原因是  $T_1$  塔顶温度达到  $100^\circ\text{C}$ ,而  $T_2$  塔底的温度为  $86^\circ\text{C}$ ,保证了必要的传热温差。

### 2.1 单塔精馏工艺模拟

单塔精馏的操作压力规定为 101 kPa,进料由常温预热至物料的泡点。利用 ASPEN PLUS 过程模拟软件中的 RADFRAC 严格精馏模型和 NRTL-RK 方程计算,模拟结果见表 1。

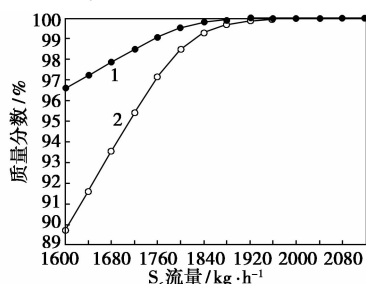
表 1 单塔精馏模拟结果

塔径/ mm	理论 板/块	进料 板/块	回流比	塔顶冷凝 器负荷/ $\text{kJ}\cdot\text{h}^{-1}$	塔底再沸 器负荷/ $\text{kJ}\cdot\text{h}^{-1}$	预热器 负荷/ $\text{kJ}\cdot\text{h}^{-1}$
1300	25	10	0.3	$5.52 \times 10^6$	$5.56 \times 10^6$	$7.44 \times 10^5$

由表 1 可见,常规单塔精馏回收处理含 DMAC 废水的能耗为  $6.31 \times 10^6$  kJ/h。

### 2.2 差压热耦合精馏工艺模拟

根据单塔精馏模拟结果, $T_1$  塔的塔板数定为 10 块、 $T_2$  塔的塔板数定为 15 块。 $T_1$  塔顶废水采出量定为 1 875 kg/h, $T_2$  塔底 DMAC 采出量定为 625 kg/h。由于规定了  $T_1$  塔顶和  $T_2$  塔底的物料流量,因此循环物料  $S_6$  流量的大小也就决定了  $T_1$  塔和  $T_2$  塔回流比的大小,进而影响到两塔的分选效果。为确定循环物料  $S_6$  的流量,利用 ASPEN PLUS 过程



1— $T_1$  塔顶部水含量;2— $T_2$  塔底部 DMAC 含量

图 2 循环物料  $S_6$  的流量对精馏的影响

模拟软件中的灵敏度分析模块 Sensitivity,考察循环物料  $S_6$  的流量大小对  $T_1$  塔顶物料中水含量和  $T_2$  塔底物料中 DMAC 纯度的影响,结果见图 2。

灵敏度分析结果表明,当循环物料  $S_6$  的流量达到 2 040 kg/h 后, $T_1$  塔顶废水中基本不含 DMAC,而  $T_2$  塔底物料中 DMAC 的质量分数已到达 99.97%。若再增加循环量,势必增加过程能耗,由此确定循环物料  $S_6$  的最佳流量为 2 040 kg/h。

在确定了循环物料  $S_6$  的流量后,利用 ASPEN PLUS 软件中的流体力学计算模块,选用 Sulzer BX500 规整填料计算流体力学参数。计算得到  $T_1$  塔塔径为 600 mm, $T_2$  塔塔径为 1 500 mm。详细的模拟计算结果汇总见表 2 和表 3。

表 2 物流计算结果汇总

物流	温度/ $^\circ\text{C}$	压力/ kPa	流量/ $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$	相态	$\text{H}_2\text{O}$ 质量 分数/%	DMAC 质 量分数/%
$S_1$	25.0	120	2500	L	75.00	25.00
$S_2$	105.8	120	2500	L	75.00	25.00
$S_3$	100.2	101	2306	V	99.99	0.01
$S_4$	100.0	101	1875	L	99.99	0.01
$S_5$	103.6	102	2665	L	73.85	26.15
$S_6$	38.2	6	2040	V	96.47	3.53
$S_7$	295.3	102	2040	V	96.47	3.53
$S_8$	125.2	102	2040	V	96.47	3.53
$S_9$	85.8	7	625	L	0.03	99.97

由此可见, $T_1$  塔的回流比为:( $S_3$  的流量- $S_4$  的流量)/ $S_4$  的流量 = 0.23; $T_2$  塔的回流比为: $S_5$  的流量/ $S_6$  的流量 = 1.31。

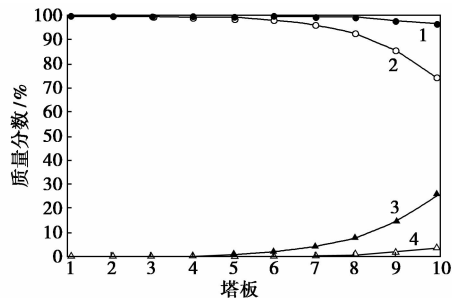
表 3 换热器与压缩机负荷

$E_1/\text{kJ}\cdot\text{h}^{-1}$	$E_2/\text{kJ}\cdot\text{h}^{-1}$	$E_3/\text{kJ}\cdot\text{h}^{-1}$	$C_1/\text{kJ}\cdot\text{h}^{-1}$
$7.44 \times 10^5$	$4.31 \times 10^6$	$6.61 \times 10^5$	$1.68 \times 10^6$

从表 3 数据可以看出, $T_1$  塔顶的冷凝潜热作为  $T_2$  塔再沸器的热源是有富裕的,且富裕量为: $6.61 \times 10^5 / (6.61 \times 10^5 + 4.31 \times 10^6) = 13.3\%$ 。整个差压热耦合精馏过程的能耗即为压缩机的动力消耗,即  $1.68 \times 10^6$  kJ/h,与单塔精馏的能耗  $6.31 \times 10^6$  kJ/h 比较,节能约 73.4%,可见节能效果非常明显。而且差压热耦合精馏过程塔顶的冷凝负荷仅为  $6.61 \times 10^5$  kJ/h,与单塔精馏过程的冷凝负荷  $5.52 \times 10^6$  kJ/h 比较,也大幅度降低了。

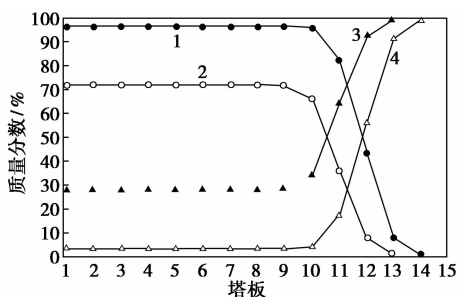
$T_1$  塔和  $T_2$  塔内气液相中组分的浓度分布分别见图 3 和图 4。可见, $T_1$  塔顶、 $T_2$  塔顶气液两相中

组分的浓度变化不大,基本接近恒浓区。接近  $T_2$  塔塔底区域,气液两相中组分的浓度变化幅度比较大。



1—蒸汽中的水;2—液相中的水;3—液相中的 DMAC;  
4—蒸汽中的 DMAC

图3  $T_1$  塔内气液浓度分布



1—蒸汽中的水;2—液相中的水;3—液相中的 DMAC;  
4—蒸汽中的 DMAC

图4  $T_2$  塔内气液浓度分布

### 3 结论

(1) 采用差压热耦合精馏工艺,通过把常规精

馏塔分割成串联的常压塔和负压塔两个塔,可以实现塔顶蒸汽与塔底再沸器热量的耦合匹配,大幅度降低精馏过程的能耗。

(2) 采用 NRTL-RK 方程计算含 DMAC 废水体系的气液相平衡数据,并通过过程的模拟与优化,得到了差压热耦合精馏的最佳工艺参数和相关的塔设备参数。常压塔操作参数:塔压 101 kPa、理论塔板数 10 块、回流比 0.23、塔径 0.6 m;负压塔操作参数:塔压 6 kPa、理论塔板数 15 块、回流比 1.31、塔径 1.5 m。

(3) 与常规的单塔精馏工艺比较,差压热耦合精馏工艺可以节约能量约 73.4%,节能效果显著。

### 参考文献

- [1] 林泉,朱慎林,戴猷元. 溶剂萃取法回收与处理含 DMAC 废水的研究[J]. 水处理技术,2008,28(4):196-199.
- [2] 孙兰义,扎寇·奥鲁铁驰. 内部热耦合精馏塔构型研究[J]. 化学工程,2006,34(11):4-7.
- [3] 李洪,李鑫钢,罗铭芳. 差压热耦合蒸馏节能技术[J]. 化工进展,2008,27(7):1125-1128.
- [4] Rev E, Emtir M, Szitkai Z, et al. Energy savings of integrated and coupled distillation systems[J]. Comp Chem Eng, 2001, 25(3): 119-140.
- [5] Triantafyllou C, Smith R. The design and optimization of fully thermally coupled distillation columns[J]. Trans Ichem E, 1992, 70(3):118-132.
- [6] Nakaiwa M, Huang K, Endo A, et al. Internally heat integrated distillation columns: A review[J]. Trans I ChemE: Part A. Chem Eng Res Des, 2003, 81(1):162-177. ■

## 密友集团实现多种产业共发展 在机械密封、气流粉碎、纳米产品等领域喜获累累硕果

2010年7月23日,来自全国各地的两院院士、教授、专家等嘉宾,欢聚于密友集团有限公司,共庆密友诞生廿五周年,祝贺所取得的辉煌成绩,勉励其百尺竿头更进一步。

密友集团是从20世纪80年代中期创办的一家村办企业,一步一步发展壮大起来的集团公司。该公司产品广泛应用于化工、医药、石化、冶金和生物等行业。通过ISO 9001质量管理体系认证。产品在全国同行业评比中曾多次获奖,已荣获国家专利18项。

目前,密友集团凭借领先的技术、过硬的质量以及产能规模,已经成为全国最大的釜用密封生产基地,销售量连续8年居全国首位。

该集团推出了机械密封7项行业标准。其中1项升格为国家标准,即《釜用高压机械密封技术条件》,已于今年元旦开始实施。该标准是代表了现阶段国内釜用密封产品行业最高参数的国家标准。

气流粉碎设备是进行超微粉体加工的高新技术装备,是国家产业政策优先支持发展的重点领域。

1993年,密友集团成功研发出第1台气流粉碎机,实现了从生产机械密封到气流粉碎设备的行业跨越,为密友集团的壮大发展奠定了坚实的基础。

在气流粉碎设备领域,密友集团进行了多种产品的创新开发,解决了许多国家重点难题。如惰性气体保护超微气流粉碎机组,攻克了易燃、易爆、易氧化条件下如钴、镍、钨粉的超微粉碎问题,解决了亟待解决的应用技术问题。密友开发的深冷闭路循环气流粉碎系统可使物料脆化后加以超细粉碎,解决了化工、生物、制药

行业在常温下难以超微粉碎的难题,给韧性、黏性、强纤维性物料的超微粉碎提供了保障。目前,密友集团成为国家现代中药超细粉碎产业化示范项目基地,国内粉碎行业唯一通过粉碎设备GMP认证的企业,为多家药材公司加工了200余种样品送交美国药监局检测,为我国中医中药走向世界开辟了新的途径。

为了使各种材料纳米化,提高产品的档次和附加值,密友集团和南京工业大学合作,积极与德国、英国等国内外高等院校、科研机构紧密合作,建有4个国家级实验基地,3个产学研合作基地,在高端科技领域进行紧密合作,成功走出一条产学研合作新路子,成为纳米粉体材料的创新者。

通过突破高均匀混合纳米软金属粉体、纳米矿石粉体制备及其多层表面修饰技术,研制出系列型高性能纳米自修复剂,现已大规模生产出适用于汽油、柴油内燃机,通用流体机械和机械密封三大系列产品。产品具有自修复、抗磨、减摩,达到节能、减震降噪、减少废气排放、提高发动机动力、提高机械密封设备的密封压力和延长设备使用寿命等功效,大幅度改善润滑油、脂品质。

为了占据市场优势和满足客户需求,该集团计划投资1.68亿元建设48条纳米金属生产线。现已建成5条纳米金属粉体生产线。

为增强企业科技发展后劲,密友集团与中国科学院上海高等研究院举行了正式合作挂牌仪式,双方将在纳米科技领域,展开深层次研究。以中科院科研技术做坚强后盾,进一步开发纳米产品、粉碎设备等系列产品,永葆企业之树常青。(吴宏富)