

基于 Aspen 的正丁醇-异丁醇 萃取精馏工艺设计及优化

陈琦¹, 顾正桂^{2*}

(1. 南京化工职业技术学院, 南京 江苏 210048;

2. 南京师范大学南京市萃取分离工程技术研究中心, 南京 江苏 210097)

摘要: 运用 Aspen Plus 模拟软件对正丁醇-异丁醇萃取精馏塔进行过程模拟, 考察了蒸馏流率、理论塔板数、原料和溶剂的进料位置、回流比、溶剂比对正丁醇-异丁醇混合物分离效果的影响。通过正交化设计优化和验证实验, 得到最佳萃取精馏塔的操作条件, 即蒸馏流率 $D = 17 \text{ kg/h}$, 理论塔板数 $N = 49$, 原料进料位置 $N_F = 29$, 溶剂进料位置 $N_S = 8$, 回流比 $R = 6$, 溶剂比 $S:F = 11:1$ 。研究表明, 在最佳操作条件下, 塔顶异丁醇质量分数可以提高到 99.80%, 得率为 89.38%, 塔底正丁醇质量分数可达到 97.53%, 得率为 99.96%, 验证实验结果与模拟结果相对误差 $< 1\%$ 。

关键词: 萃取精馏; 正丁醇-异丁醇; 操作条件; Aspen Plus 模拟; 正交实验

中图分类号: TQ641.3

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2014)01-0145-04

Process design and optimization of extractive distillation for butanol-isobutanol separation by Aspen Plus

CHEN Qi¹, GU Zheng-gui^{2*}

(1. Nanjing College of Chemical Technology, Nanjing 210048, China;

2. Nanjing Extraction Engineering Research Center, Nanjing Normal University, Nanjing 210097, China)

Abstract: The process of extractive distillation is simulated based on Aspen Plus. A series of parameters are explored. The orthogonal experiment and the confirmatory experiment are carried out and the optimal operating conditions are obtained. The purity and the recovery ratio of isobutanol can reach 99.80% and 89.38%, respectively, under the following conditions: 49 of the number of theoretical plate (N), 29 of the feed-in place of raw material (N_F), 8 of the feed-in place of solvent, 17 kg/h of the distillate rate (D), 11:1 of the ratio of solvent ($S:F$) and 6 of the reflux ratio (R). Meanwhile, the purity and the recovery ratio of butanol can achieve 97.53% and 99.96%, respectively. The simulation result is compared with the experimental data, and the relative error is less than 1%.

Key words: extractive distillation; butanol-isobutanol; operating condition; Aspen Plus simulation; orthogonal experiment

正丁醇和异丁醇是重要的精细化工原料, 在塑料工业、有机合成、农药、医药及涂料等方面有广泛的应用^[1], 随着下游市场的不断拓展, 市场对异丁醇的需求量越来越大^[2]。工业上, 异丁醇是羰基合成法生产正丁醇的联产物^[3], 企业通常采用精馏法提取正丁醇, 且不注重异丁醇的回收, 造成能源、资源浪费和环境污染。本文中采用萃取精馏法对正丁醇生产过程产生的异丁醇富集物进行处理, 并对蒸馏流率、理论塔板数、原料和溶剂的进料位置、回流比、溶剂比等影响因素进行研究, 确定萃取精馏法分离正丁醇-异丁醇的最佳操作条件, 既可以得到高质量分数正丁醇, 也有利于异丁醇的回收。

1 原料预处理及萃取溶剂筛选

以南京化学工业园内一家正丁醇生产厂提供的正丁醇-异丁醇混合液为原料, 先采用连续侧线出

料精馏法对原料进行预处理, 除去轻组分和重尾馏分, 切取正丁醇-异丁醇富集液, 使得正丁醇、异丁醇总质量分数达到 99% 以上。采用山东鲁南化工仪器厂 SP-6800 气相色谱仪分析产品^[4], 原料预处理后, 正丁醇和异丁醇的质量比为 81:19。

按萃取剂筛选规则, 选出环丁砜、 N -甲基吡咯烷酮、邻苯二甲酸二丁酯、甘油、二甲基亚砜等常用萃取溶剂, 采用色谱法^[5]在气液平衡釜上探索正丁醇-异丁醇在各溶剂中的分配效果, 通过筛选得出甘油为本体系最合适的萃取溶剂。

2 Aspen Plus 软件模拟与结果讨论

采用 Aspen Plus 软件模拟萃取精馏实验, 观察蒸馏流率、理论板数、原料和溶剂进料位置、回流比和溶剂比等因素对质量分数及得率的影响^[6-9], 优化得到萃取精馏塔的最佳操作参数。

收稿日期: 2013-08-05

基金项目: 南京化工职业技术学院重点科研课题 (NHKY-2012-05)

作者简介: 陈琦 (1985-), 女, 硕士, 讲师, 研究方向为化工工艺; 顾正桂 (1964-), 男, 博士, 教授, 研究方向为化工工艺, 025-83598233, guzhenggui@njnu.edu.cn.

2.1 溶剂比的影响

在理论塔板数 $N = 22$, 原料进料位置 $N_F = 14$, 溶剂进料位置 $N_S = 7$, 原料进料速度 $F = 100 \text{ kg/h}$, 蒸馏流率 $D = 15 \text{ kg/h}$, 回流比 $R = 5$ 保持不变时, 溶剂比 $S:F$ 分别设为 0.5、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、16、17、18。溶剂比 $S:F$ 对分离效果的影响如图 1 所示。随着溶剂比增大, 塔底正丁醇以及塔顶异丁醇的质量分数、得率也显著增加。当溶剂比 $S:F > 10$ 之后, 质量分数、得率的变化趋势变小。故选择溶剂比 $S:F = 10:1$ 为最佳回流比。

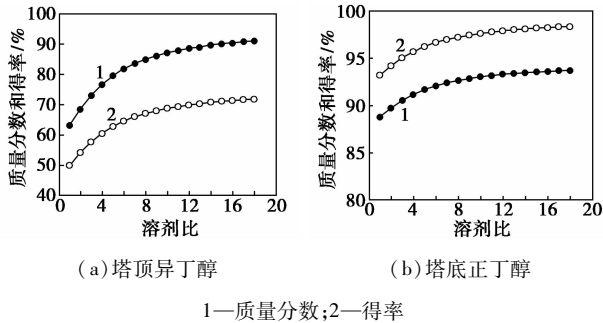


图 1 正丁醇和异丁醇质量分数和得率随溶剂比变化曲线

2.2 理论塔板数的影响

在原料进料速度 $F = 100 \text{ kg/h}$, 蒸馏流率 $D = 15 \text{ kg/h}$, 溶剂比 $S:F = 10:1$, 回流比 $R = 5$ 时, 理论塔板数 N 分别设为 20、22、25、30、35、40、45、50、55。理论塔板数 N 对分离效果的影响如图 2 所示。随着理论板数 N 增大, 塔底正丁醇以及塔顶异丁醇的质量分数、得率也显著增加。当理论板数 $N = 48$ 时, 塔顶异丁醇的质量分数已达到 100%, 得率达到 78.94%, 塔底正丁醇的质量分数达到 95.29%, 得率达到 100%。此时再增大理论板数 N , 塔顶异丁醇、塔底正丁醇质量分数、得率增加趋势很小。故选择理论板数 $N = 48$ 为最佳理论板数。

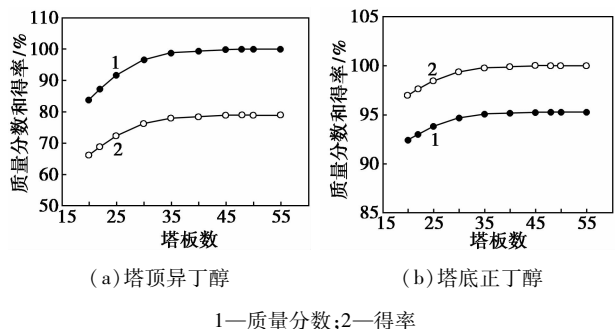


图 2 正丁醇与异丁醇含量和得率随理论板数变化曲线

2.3 蒸馏流率的影响

在理论塔板数 $N = 48$, 原料进料位置 $N_F = 32$, 溶剂进料位置 $N_S = 7$, 溶剂比 $S:F = 10:1$, 回流比 $R = 5$, 原料进料速度 $F = 100 \text{ kg/h}$ 保持不变时, 蒸馏流率 D 分别设为 15、16、17、18、19、20 kg/h 。蒸馏流率对分离效果的影响如图 3 所示。由图 3 可见, 当蒸馏流率 D 从 15 kg/h 增加到 18 kg/h 时, 塔顶异丁醇质量分数变化较小而得率显著增加, 塔底正丁醇质量分数显著增加而得率变化较小, 当蒸馏流率 D 继续增加时, 塔顶异丁醇质量分数显著降低而得率变化较小, 塔底正丁醇质量分数变化较小而得率显著降低。故选择蒸馏流率 $D = 18 \text{ kg/h}$ 为最佳蒸馏流率。

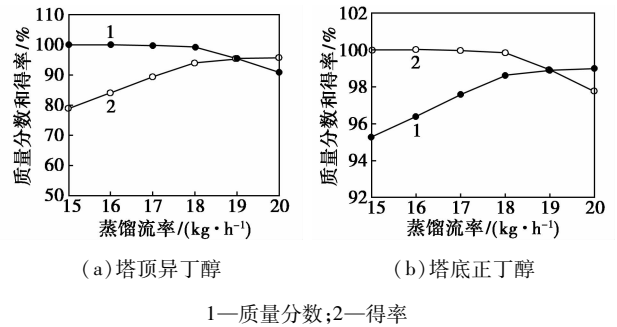


图 3 正丁醇与异丁醇含量和得率随蒸馏流率变化曲线

2.4 原料进料位置的影响

在理论塔板数 $N = 48$, 溶剂进料位置 $N_S = 7$, 原料进料速度 $F = 100 \text{ kg/h}$, 蒸馏流率 $D = 18 \text{ kg/h}$, 溶剂比 $S:F = 10:1$, 回流比 $R = 5$ 保持不变时, 原料进料位置 N_F 分别设为 24、26、28、30、32、34、36。原料进料位置 N_F 对分离效果的影响如图 4 所示。由图 4 可见, 当 $N_F = 30$ 时, 塔底正丁醇以及塔顶异丁醇的质量分数、得率达到最高。故选择原料进料位置 $N_F = 30$ 为最佳原料进料位置。

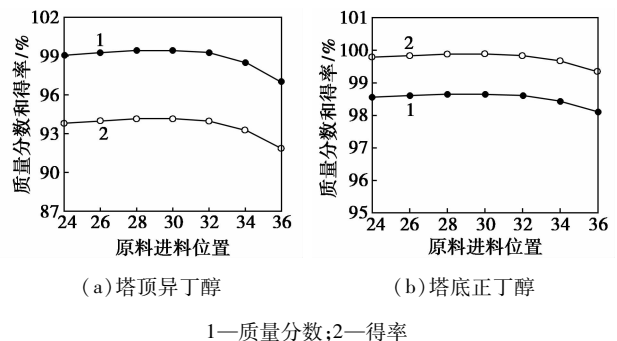


图 4 正丁醇与异丁醇含量和得率随原料进料位置变化曲线

2.5 溶剂进料位置的影响

在理论塔板数 $N = 48$, 原料进料位置 $N_F = 30$, 原料进料速度 $F = 100 \text{ kg/h}$, 蒸馏流率 $D = 18 \text{ kg/h}$, 溶剂比 $S:F = 10:1$, 回流比 $R = 5$ 保持不变时, 溶剂进料位置 N_S 分别设为 3、5、7、9、11、13、15。溶剂进料位置 N_S 对分离效果的影响如图 5 所示。由图 5 可见, 当 N_S 从 3 增加到 9 时, 塔顶异丁醇、塔底正丁醇质量分数和得率保持不变, 当 N_S 继续增加时, 塔顶异丁醇、塔底正丁醇质量分数和得率不断降低。故选择溶剂进料位置 $N_S = 9$ 为最佳溶剂进料位置。

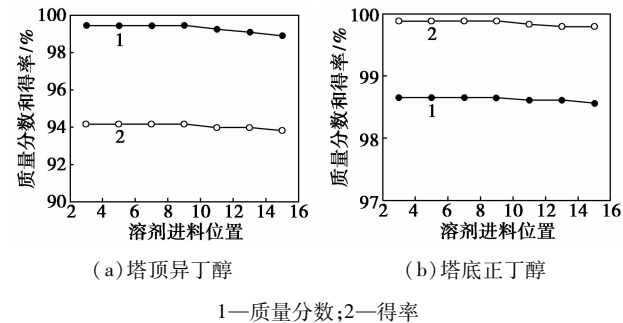


图 5 正丁醇与异丁醇含量和得率随溶剂进料位置变化曲线

2.6 回流比的影响

在理论塔板数 $N = 48$, 原料进料位置 $N_F = 30$, 溶剂进料位置 $N_S = 9$, 溶剂比 $S:F = 10:1$, 原料进料速度 $F = 100 \text{ kg/h}$, 蒸馏流率 $D = 18 \text{ kg/h}$ 保持不变时, 回流比 R 分别设为 1、3、5、7、9、11、13。回流比 R 对分离效果的影响如图 6 所示。由图 6 可见, 随着回流比 R 从 1 增大到 5 时, 塔底正丁醇以及塔顶异丁醇的质量分数、得率也显著增加。之后, 随着回流比 R 的增大, 塔底正丁醇以及塔顶异丁醇的质量分数、得率增加趋势变小。故选择回流比 $R = 5$ 为

最佳回流比。

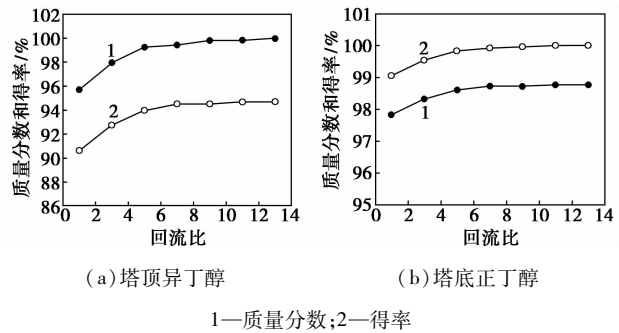


图 6 正丁醇与异丁醇含量和得率随回流比变化曲线

3 正交实验优化操作条件

选择 6 因素 3 水平实验^[10], 按 $L_{27}(3^6)$ 正交表安排实验。其中 A、B、C、D、E、F 因素分别代表蒸馏流率 D , 理论塔板数 N , 原料进料位置 N_F , 溶剂进料位置 N_S , 回流比 R , 溶剂比 $S:F$, 得到的正交实验操作条件及结果见表 1。进一步对各因素进行计算分析, 以顶部质量分数为衡量标准, 正交实验结果分析结果见表 2。由表 2 可知, 极差 $A > B > F > C > D > E$, 说明蒸馏流率对实验值影响最大, 其他因素次之。通过对试验指标加和 K_1 及平均值 k_1 的比较, 可得优水平为 $A_1 B_3 C_1 D_1 E_3 F_3$, 萃取精馏塔的最佳操作条件见表 3, 即蒸馏流率 $D = 17 \text{ kg/h}$, 理论塔板数 $N = 49$, 原料进料位置 $N_F = 29$, 溶剂进料位置 $N_S = 8$, 回流比 $R = 6$, 溶剂比 $S:F = 11:1$, 此时塔顶异丁醇的质量分数达到 99.80%, 得率达到 89.38%, 塔底正丁醇的质量分数已达到 97.53%, 得率达到 99.96%。

表 1 $L_{27}(3^6)$ 正交实验条件及结果

实验号	A	B	C	D	E	F	顶部质量分数/%	底部质量分数/%	顶部得率/%	底部得率/%
1	1(17)	1(47)	1(29)	1(8)	1(4)	1(9:1)	99.41	97.45	88.85	99.88
2	1(17)	1(47)	1(29)	1(8)	2(5)	2(10:1)	99.80	97.53	89.20	99.96
3	1(17)	1(47)	1(29)	1(8)	3(6)	3(11:1)	99.80	97.57	89.38	99.96
4	1(17)	2(48)	2(30)	2(9)	1(4)	1(9:1)	99.41	97.49	89.03	99.88
5	1(17)	2(48)	2(30)	2(9)	2(5)	2(10:1)	99.80	97.53	89.20	99.96
6	1(17)	2(48)	2(30)	2(9)	3(6)	3(11:1)	99.80	97.57	89.38	99.96
7	1(17)	3(49)	3(31)	3(10)	1(4)	1(9:1)	99.60	97.49	89.03	99.92
8	1(17)	3(49)	3(31)	3(10)	2(5)	2(10:1)	99.80	97.53	89.38	99.96
9	1(17)	3(49)	3(31)	3(10)	3(6)	3(11:1)	99.80	97.57	89.38	100.00
10	2(18)	1(47)	2(30)	3(10)	1(4)	2(10:1)	98.51	98.44	93.45	99.67
11	2(18)	1(47)	2(30)	3(10)	2(5)	3(11:1)	99.44	98.65	94.16	99.88
12	2(18)	1(47)	2(30)	3(10)	3(6)	1(9:1)	99.07	98.56	93.81	99.79
13	2(18)	2(48)	3(31)	1(8)	1(4)	2(10:1)	98.88	98.52	93.63	99.75
14	2(18)	2(48)	3(31)	1(8)	2(5)	3(11:1)	99.63	98.69	94.34	99.92

续表

实验号	A	B	C	D	E	F	顶部质量分数/%	底部质量分数/%	顶部得率/%	底部得率/%
15	2(18)	2(48)	3(31)	1(8)	3(6)	1(9:1)	99.25	98.61	93.98	99.83
16	2(18)	3(49)	1(29)	2(9)	1(4)	2(10:1)	99.07	98.61	93.98	99.83
17	2(18)	3(49)	1(29)	2(9)	2(5)	3(11:1)	99.63	98.69	94.34	99.92
18	2(18)	3(49)	1(29)	2(9)	3(6)	1(9:1)	99.44	98.65	94.16	99.88
19	3(19)	1(47)	3(31)	2(9)	1(4)	3(11:1)	95.40	98.92	95.40	98.92
20	3(19)	1(47)	3(31)	2(9)	2(5)	1(9:1)	94.17	98.63	94.34	98.67
21	3(19)	1(47)	3(31)	2(9)	3(6)	2(10:1)	95.75	99.00	95.75	99.00
22	3(19)	2(48)	1(29)	3(10)	1(4)	3(11:1)	96.47	99.17	96.64	99.21
23	3(19)	2(48)	1(29)	3(10)	2(5)	1(9:1)	95.58	98.96	95.58	98.96
24	3(19)	2(48)	1(29)	3(10)	3(6)	2(10:1)	97.00	99.29	96.99	99.29
25	3(19)	3(49)	2(30)	1(8)	1(4)	3(11:1)	96.81	99.25	96.81	99.25
26	3(19)	3(49)	2(30)	1(8)	2(5)	1(9:1)	95.75	99.00	95.75	99.00
27	3(19)	3(49)	2(30)	1(8)	3(6)	2(10:1)	97.00	99.29	97.17	99.29

表 2 正交实验结果分析

项目	A	B	C	D	E	F
K_1	8.9722	8.8135	8.8620	8.8633	8.8356	8.8168
K_2	8.9292	8.8528	8.8559	8.8247	8.8360	8.8561
K_3	8.6393	8.8690	8.8228	8.8527	8.8691	8.8678
k_1	0.9969	0.9793	0.9847	0.9848	0.9817	0.9796
k_2	0.9921	0.9842	0.9840	0.9805	0.9818	0.9840
k_3	0.9599	0.9854	0.9803	0.9836	0.9855	0.9853
极差	0.0370	0.0061	0.0044	0.0043	0.0038	0.0057
优水平	A_1	B_3	C_1	D_1	E_3	F_3

表 3 萃取精馏塔的操作条件

理论塔板数 N	原料进料位置 N_F	溶剂进料位置 N_S	蒸馏速率 $D/(\text{kg}\cdot\text{h}^{-1})$	回流比 R	溶剂比 $S:F$
49	29	8	17	6	11:1

4 验证实验

按照优化后的操作条件进行验证实验。实验在常压下进行,采用实验室自制萃取精馏装置,其中精馏柱内径 22 mm,内装 $\phi 3 \times 3 \theta$ 型不锈钢填料,并已通过标准状态下的校正。采用自制缓冲器^[11]收集塔顶馏出物。实验结果如表 4 所示,实验值和模拟值的相对误差均 < 1%,表明优选工艺 $A_1 B_3 C_1 D_1 E_3 F_3$ 具有较好的可操作性,此操作条件合理可靠。

表 4 萃取精馏验证实验结果 %

	实验值	模拟值	相对误差
顶部异丁醇质量分数	99.68	99.80	0.12
底部正丁醇质量分数	97.42	97.53	0.11

5 结论

选用南京化学工业园内一家正丁醇生产厂提供

的正丁醇-异丁醇混合液为原料,采用连续侧线出料精馏法得到正丁醇-异丁醇富集液,并采用色谱法筛选出甘油为萃取溶剂。运用 Aspen Plus 进行萃取精馏过程模拟,考察了蒸馏流率、理论塔板数、原料和溶剂的进料位置、回流比、溶剂比对正丁醇-异丁醇分离效果的影响。经过正交化设计优化,得到萃取精馏塔的最佳操作条件,并通过萃取精馏实验验证了模拟数据的真实性,为进一步的实验研究提供基础参数。

参考文献

- [1] 董晓玲,袁自强. 正丁醇市场动态及生产工艺探讨[J]. 甘肃科技,2009,25(20):42-44.
- [2] 程佳,蒋春波. 异丁醇生产技术现状及市场分析[J]. 化学工业,2007,25(10):28-31.
- [3] 原宇航,张春雷,罗鸽,等. 一种甲基丙烯酸加氢生产异丁醇的分离提纯方法:CN,101260025A[P]. 2008-09-10.
- [4] 陈琦,顾正桂. 连续侧线出料精馏分离混合氯化苯[J]. 计算机与应用化学,2011,28(3):381-384.
- [5] 黄杰军,程莹莹,顾正桂,等. 萃取抽提 C10 重芳烃中均四甲苯的萃取剂筛选[J]. 石油化工,2010,39(4):401-405.
- [6] 顾正桂. 萃取精馏技术在资源综合利用过程中的应用[J]. 现代化工,2008,28(9):12-19.
- [7] 管小伟,顾正桂. 从中部连续加料间歇反应萃取精馏的装置:CN,200620074279.9[P]. 2007-10-03.
- [8] 顾正桂,姚凤卿,林军. 加盐复合萃取精馏分离二乙氧基甲烷-乙醇-水混合液的方法:CN,10040233.5[P]. 2005-05-20.
- [9] 顾正桂,林军. 复合萃取精馏浓缩二乙氧基甲烷并回收乙醇的模拟及实验研究[J]. 过程工程学报,2006,6(3):392-395.
- [10] 冯亮,聂凤莲. 火焰原子吸收法测银最佳仪器条件探索[J]. 黄金科学技术,2008,16(1):12-15.
- [11] 陈琦,顾正桂. 共沸蒸馏液液分层器和回流罐结合的分离回流装置:CN,201101900[P]. 2008-08-20. ■