

新型多级逆流式超重力旋转床精馏性能研究

高鑫 初广文 邹海魁 罗勇 张鹏远 陈建峰*

(北京化工大学 教育部超重力工程研究中心, 北京 100029)

摘要: 针对基于传统旋转填料床(RPB)和折流旋转床(RZB)开发的一种新型多级逆流式超重力旋转床(MSCC-RPB),在常压下通过以乙醇-水为研究体系的连续精馏实验对 MSCC-RPB 的精馏性能进行了研究。分别考察了旋转床转速(N)、进料浓度(x_F)、进料热状况(q)、回流比(R)对 MSCC-RPB 的理论塔板数(N_T)的影响规律。结果表明:MSCC-RPB 的 N_T 随 N 的增加先增大后减小,随 x_F 的增加变化不大,随 q 的增加而增大,随 R 的增加而增大;在实验考察范围内,最佳操作转速为 800 r/min, MSCC-RPB 理论塔板高度在 19.5 ~ 31.4 mm 之间;与传统两台 RPB 连续精馏的理论塔板高度相当,与 RZB 相比传质效率提高近一倍且最佳转速更低。

关键词: 多级逆流式超重力旋转床;连续精馏;理论塔板数;理论塔板高度

中图分类号: TQ028.13

引言

在化工生产中,液-液混合物通常通过精馏操作进行分离。精馏塔是目前最为主要的精馏设备^[1],但因其液相靠重力自上而下流动,液膜较厚且流动缓慢,存在传质系数低、设备庞大、操作弹性小等缺点。目前,在农药、医药、涂料等生产中使用各种有机溶剂,出于环保要求和经济成本的考虑,有机溶剂的回收利用受到很大的关注。另外,在利用植物发酵生产燃料乙醇领域,发酵后的粗产品乙醇体积分数一般为 6% ~ 13%,产品的提纯精制是该领域亟待解决的问题。上述原料往往具有浓度波动大、流量不稳定,有一定的间歇性等特点^[2-3]。若采用精馏操作进行分离提纯,就要求精馏设备开停车容易、操作弹性大,而传统的塔器精馏设备难以满足要求。

超重力旋转床作为一种过程强化设备,具有体积小、操作弹性大、物料停留时间短、开停车简易等优点^[4],可有效弥补塔器精馏设备的不足,有望在上述领域发挥重要作用。目前,在精馏研究领域

涉及到的超重力设备主要有旋转填料床^[4](RPB)和折流旋转床^[5](RZB)。陈文炳等^[6]用 RPB 对乙醇-水体系进行了全回流精馏实验,发现 RPB 分离效果相当于每 m 25 块理论塔板数。Kelleher 等^[7]对环己烷-正庚烷体系进行了全回流实验,得到相似的结果,并建立了传质模型。但是 RPB 受其机械结构的限制,在旋转的填料中难以设置进料管,不能在单台 RPB 中实现连续精馏操作。栗秀萍等^[8]利用两台 RPB 进行了连续精馏的初步研究,并证明 RPB 的精馏性能与填料性质有较大关系,但是在流程中必须增加相应的流体输送设备,增加了设备投资和操作难度。计建炳等^[9]发明的 RZB 解决了连续精馏的中间进料问题,并利用乙醇-水和甲醇-水进行了连续精馏实验,虽然实现了单台 RZB 进行连续精馏,但因其不使用填料,导致传质效果下降,且气相阻力明显增加。

本课题组在总结了传统 RPB 和 RZB 优缺点的基础上,已成功开发出一种新型的连续精馏设备——多级逆流式超重力旋转床(MSCC-RPB)^[10]。本文介绍了这种新型多级逆流超重力旋转床的基本结构和工作原理,并通过连续精馏实验系统考察了各操作条件对该新型设备分离效率的影响规律。

1 实验部分

1.1 实验设备及参数

本研究采用立式二级逆流式超重力旋转床,主要由外腔、转动轴和二级分层填料转子组成(如图 1

收稿日期: 2009-12-31

基金项目: 国家科技支撑计划重点项目(2008BAE65B01/2008BAE65B02)

第一作者: 男,1985 年生,硕士生

* 通讯联系人

E-mail: chenjf@mail.buct.edu.cn

所示)。转子是旋转床的核心部分,由嵌套在一起的静盘和动盘组成。静盘上装有同心多孔环状挡板并与壳体固定连接,动盘上装有同心分层填料环并与轴连接随轴转动。根据 Reddy 等的理论^[11],分层填料能够使气相和液相不断地聚集分散,加快表面更新速率,同时能够有效减少液相在填料中分散不均匀的现象,提高传质效率。而且在转子静盘上能够方便的安装进料管,实现中间进料。工作时,气体由转子外缘向内缘流动;液体由转子中心分布器喷射到转子上,在离心力的作用下,向转子外缘流动。在此过程中液体与静板及填料不断切割、表面迅速更新,形成的液膜、液滴、液丝与气相逆流接触,完成传质。同时,直线型的气液流动通道和逆流接触方式能够提供很高的传质速率,并且有效减小气相压降,使得这种超重力设备更加适合连续精馏操作。

该研究所用旋转床每级转子由四层填料环和四层静环组成,转子外径 373 mm,内径 145 mm。采用不锈钢波纹丝网填料,填料环高度 46 mm,单层填料环厚度 16 mm,装填密度 300 kg/m^3 ,比表面积 $670 \text{ m}^2/\text{m}^3$,孔隙率 0.96。

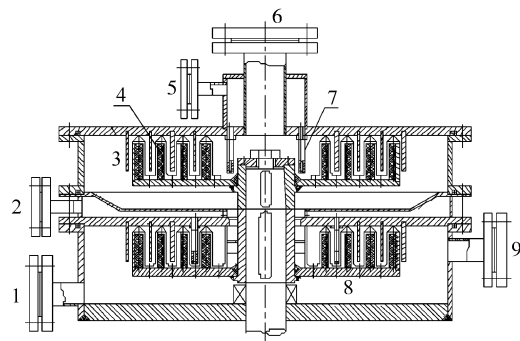


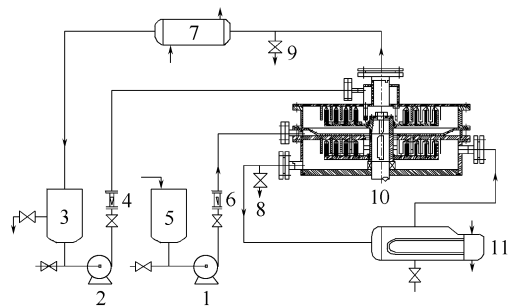
图 1 二级逆流式超重力旋转床结构图

Fig. 1 Sketch of the two-stage counter-current rotating packed bed

1.2 连续精馏实验流程

连续精馏实验流程如图 2 所示,原料在进料泵的作用下,经转子流量计计量后进入旋转床,由下层静板上的液体分布器喷射到转子上,在离心力的作用下由转子内侧向外侧甩出,经液体出口流入再沸器。再沸器中的一部分液体经转子流量计计量后作为产品采出,其余液体经加热产生蒸汽并进入旋转床上层转子。蒸汽在压力作用下由转子外侧向内侧

流动并由转子中心的气体通道进入上层转子,再由上层转子外侧向内侧流动并由气体出口进入冷凝器。蒸汽经冷凝后,部分作为回流液由旋转床上层转子中心的分布器回流到上层转子,其余作为产品采出。样品从旋转床顶部和底部的出口收集,以避免冷凝器和再沸器对旋转床分离效率的影响。



1—进料泵;2—回流泵;3—顶部产品储罐;4—回流转子流量计;5—进料罐;6—进料转子流量计;7—冷凝器;8—底部取样口;9—顶部取样口;10—二级逆流式超重力旋转床;11—再沸器

图 2 连续精馏实验流程图

Fig. 2 Flow chart for the continuous distillation experiment

1.3 实验条件

原料液组成为乙醇-水溶液,摩尔浓度 15% ~ 55%,进液量 10 L/h,转速 400 ~ 1200 r/min。采用 GC4000A 气相色谱仪(北京市东西分析仪器有限公司),Porapak. Q 色谱填充柱对样品进行分析,色谱条件:柱温 100°C ,气化室温度 140°C ,检测器温度 200°C 。

1.4 数据处理

利用样品浓度和其它实验条件,采用逐板计算法^[12]利用计算机编程计算得到当量理论塔板数 N_T ,以此表征设备的分离效率。在计算中,因乙醇-水体系为非理想溶液,相对挥发度随溶液浓度变化较大,根据常压下乙醇-水溶液的气液平衡数据,经回归得到相对挥发度与溶液摩尔分率的关系为^[13]:

$$\text{当 } x \leq 0.3 \text{ 时, } \alpha = 1.1212(x + 0.2)^{-1.5235} \quad (1)$$

$$\text{当 } x > 0.3 \text{ 时, } \alpha = 10.8938x^{-1.062} \quad (2)$$

式中 x 为乙醇摩尔浓度, α 为乙醇-水体系相对挥发度。

2 结果与讨论

2.1 操作条件对分离效率的影响

2.1.1 转速

图 3 所示为不同操作条件下旋转床的理论塔板数 N_T 随转子转速变化的曲线。图 3 表明在不同的操作条件下,旋转床的分离效率存在差异。但当操

作条件固定时,旋转床理论塔板数 N_T 随转子转速的增加先增大后减小,并在转速为 800 r/min 时出现最佳值。原因是:随着旋转速度的增大,表面更新速度加快,传质速率增加。但当转速进一步增加,即使传质速率有所增加,但由于液相在填料中的停留时间变短,使物质传递总量降低。因此在不同的转速范围内这两种影响因素的显著性不同,导致出现最佳转速。

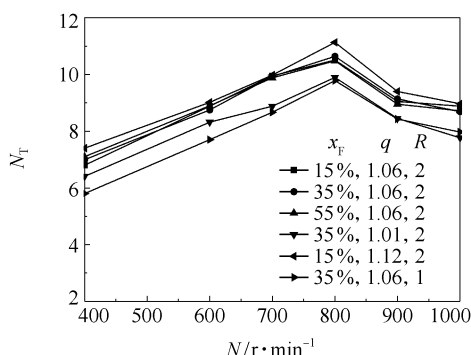


图3 旋转床转速对理论板数的影响

Fig. 3 Effect of rotation speed on the number of theoretical trays

2.1.2 进料浓度

图4所示为进料热状况 $q = 1.06$, 回流比 $R = 2$, 进料摩尔浓度 x_F 分别为 15%、35%、55% 时,旋转床的理论塔板数 N_T 随转子转速变化的曲线。图4表明在相同转速下,理论塔板数 N_T 随进料浓度 x_F 的变化很小,即该旋转床的分离效率不受进料浓度 x_F 影响,该现象与传统的塔器精馏设备相似。其主要原因是 x_F 的变化并不能改变气相和液相流量和速度,而由文献[4,8]可知,气液流量和速度的变化能明显改变液膜厚度和湍动程度,从而改变传质效率。

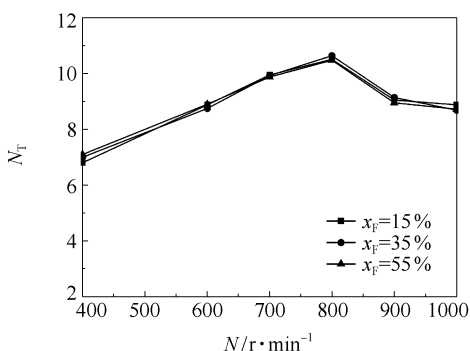


图4 进料浓度对理论板数的影响

Fig. 4 Effect of feedstock concentration on the number of theoretical trays

2.1.3 进料热状况

图5所示为进料摩尔浓度 $x_F = 35\%$, 回流比 $R = 2$, 进料热状况 q 为 1.01、1.06、1.12 时,旋转床的理论塔板数 N_T 随转子转速变化的曲线。图5表明转速不变的情况下,理论塔板数 N_T 随进料热状况 q 的增加而增大,即冷液进料时旋转床的分离效率较高。其可能的原因为 q 的变化能够改变气液两相在提馏段的流量,如下式所示

$$F_{L'} = F_L + qF = RF_D + qF \quad (3)$$

$$F_{V'} = F_V + qF - F = (R + 1)F_D + qF - F \quad (4)$$

式中 $F_{L'}$ 为液相流量, $F_{V'}$ 为气相流量。由上式可知, q 的增大能够提高提馏段的气液流量,根据文献[4]可知,在一定范围内气液流量的增加能够提高气液湍动程度和接触机会,从而提高传质效率,但因 q 值的变化很小,这种提高是非常有限的。

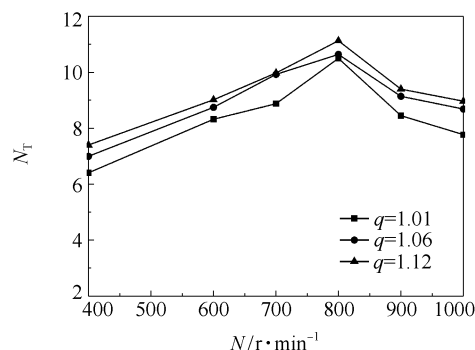


图5 进料热状况对理论板数的影响

Fig. 5 Effect of thermal conditions of the feed on the number of theoretical trays

2.1.4 回流比

图6所示为进料摩尔浓度 $x_F = 35\%$, 进料热状况 $q = 1.06$, 回流比 R 分别等于 1 和 2 时,旋转床的理论塔板数 N_T 随转子转速变化的曲线。图6表明

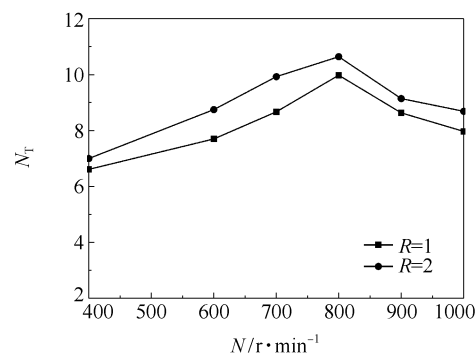


图6 回流比对理论板数的影响

Fig. 6 Effect of reflux ratio on the number of theoretical trays

理论塔板数 N_T 随回流比 R 的增加而明显增大。根据文献[13]可知,液相在填料内的流量增大,液体分布的均匀性提高,填料的润湿面积增加,气液接触面积增大,有效比表面积增大;气相流量也相应的增大,增加了气相湍动程度,表面更新加快,提高了气液传质效果。同时由于这种气液流量的变化遍布整个精馏段和提馏段,所以分离效率的变化更为明显。

2.2 与其他超重力精馏设备的比较

通过计算可知新型多级逆流式超重力旋转床的当量理论塔板高度为 19.5 ~ 31.4 mm,实验研究范围内的最佳转速为 800 r/min。表 1 对传统旋转填料床、折流旋转床、多级逆流式旋转床三种超重力精馏设备

的精馏性能进行了比较。由表 1 可知,与折流旋转床相比 MSCC-RPB 的传质效率提高近一倍,且最佳转速降低,在节能方面更有优势。与传统旋转填料床相比,最佳转速基本不变,传质效率虽略有降低,但是成功实现了单台设备安装多层转子和单台超重力设备实现连续精馏操作,减少了相当一部分的设备投资,并使精馏过程更为简单安全。此外,根据设备的结构特性,RZB 中液相在转子中以“S”型方式流动,并在此过程中与气相进行逆流和错流接触,气相压降明显提高^[14]。与此相比 MSCC-RPB 采用了传统 RPB 的气液直线型逆流接触方式,与 RZB 相比液相阻力更小,停留时间更短,更适合于热敏物质的精馏提纯。

表 1 各种超重力精馏设备比较

Table 1 Comparison of the performance of RPB, RZB and MSCC-RPB

研究者	设备名称	实现连续精馏所需设备台数/台	单台设备转子个数/个	当量理论塔板高/mm	最佳转速 r/min
栗秀萍等 ^[8]	RPB	2	1	7.35 ~ 23.58	800
计建炳等 ^[9]	RZB	1	2	40 ~ 50	1000
本文	MSCC-RPB	1	2	19.5 ~ 31.4	800

3 结论

(1) 在实验考察范围内, MSCC-RPB 的 N_T 随 N 的增加先增大后减小,最佳操作转速为 800 r/min,随 x_F 的增加变化不大,随 q 的增加而增大,随 R 的增加而增大。

(2) MSCC-RPB 连续精馏时的理论塔板高度在 19.5 ~ 31.4 mm 之间,与传统两台 RPB 连续精馏的理论塔板高度相当,与 RZB 相比传质效率提高近一倍且最佳转速更低。

同时,采用单台多级逆流式超重力旋转床可以实现连续精馏,具有设备体积小、操作方便、操作弹性大、停留时间短等优点。在浓度、流量波动大,开停车频繁的溶剂回收和物料提纯以及热敏性物料的分离等领域具有十分广阔的应用前景。

符 号 说 明

F —进料流量, kmol/s

F_D —塔顶采出流量, kmol/s

F_L —精馏段液相流量, kmol/s

$F_{L'}$ —提馏段液相流量, kmol/s

F_V —精馏段气相流量, kmol/s

$F_{V'}$ —提馏段气相流量, kmol/s

N_T —理论塔板数

q —进料热状况

R —回流比

x —摩尔浓度, %

x_F —进料摩尔浓度, %

α —相对挥发度

参考文献:

- [1] 余国琮, 袁希钢. 我国蒸馏技术的现状与发展[J]. 现代化工, 1996(10): 7-12.
Yu G C, Yuan X G. The present status and development of distillation technology in China[J]. Modern Chemical Industry, 1996(10): 7-12. (in Chinese)
- [2] 刘晓峰, 李鑫. 废有机溶剂再生技术概述[J]. 中国环保产业, 2008(5): 45-47.
Liu X F, Li X. Overview on recycling technology of waste organic solvent[J]. China Environmental Protection Industry, 2008(5): 45-47. (in Chinese)
- [3] 廖兴华, 夏延斌, 周传云, 等. 燃料酒精的发展现状和研究趋势[J]. 中国酿造, 2008(10): 20-23.
Liao X H, Xia Y B, Zhou C Y, et al. Advance and research trend of the fuel alcohol[J]. China Brewing, 2008(10): 20-23. (in Chinese)
- [4] 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.
Chen J F. High gravity technology and application: Novel reactive and separation technology[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2002. (in Chinese)

- [5] 计建炳, 王良华, 徐之超, 等. 折流式超重力场旋转床装置: 中国, 1415396A[P]. 2003-05-07.
Ji J B, Wang L H, Xu Z C, et al. Equipment of zigzag high gravity rotating beds: CN, 1415396A[P]. 2003-05-07. (in Chinese)
- [6] 陈文炳, 金光海, 刘传富. 新型离心传质设备的研究[J]. 化工学报, 1989(5): 635-639.
Chen W B, Jin G H, Liu C F. An investigation of new centrifugal mass transfer device[J]. Journal of Chemical Industry and Engineering(China), 1989(5): 635-639. (in Chinese)
- [7] Kelleher T, Fair J R. Distillation studies in a high gravity contactor[J]. Ind Eng Chem Res, 1996, 35: 4646-4655.
- [8] Li X P, Liu Y Z, Li Z Q, et al. Continuous distillation experiment with rotating packed bed[J]. Chinese Journal of Chemical Engineering, 2008, 16(4): 656-662.
- [9] 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(5): 52-54.
Ji J B, Yu Y L, Xu Z C. Wetted wall cluster in high gravity field: Zigzag rotating bed[J]. Modern Chemical Industry, 2005(5): 52-54. (in Chinese)
- [10] 陈建峰, 高鑫, 初广文, 等. 一种多级逆流式超重力旋转床装置: 中国, 200920247008.2[P]. 2009-11-06.
Chen J F, Gao X, Chu G W, et al. A novel multi-stage counter-current rotating packed bed: CN, 200920247008.2[P]. 2009-11-06. (in Chinese)
- [11] Reddy K J, Gupta A, Rao D P, et al. Process intensification in a HIGEE with split packing[J]. Ind Eng Chem Res, 2006, 45: 4270-4277.
- [12] 陈敏恒, 从德滋, 方图南, 等. 化工原理: 下册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000.
Chen M H, Cong D Z, Fang T N, et al. Unit operation of chemical engineering: Volume Two[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2000. (in Chinese)
- [13] 栗秀萍, 刘有智, 祁贵生, 等. 旋转床精馏性能研究[J]. 化工生产与技术, 2004, 11(5): 36-39.
Li S P, Liu Y Z, Qi G S, et al. Distillation studies in a rotating bed[J]. Chemical Production and Technology, 2004, 11(5): 36-39. (in Chinese)
- [14] Wang G Q, Xu O G, Xu Z C, et al. New HIGEE-rotating zigzag bed and its mass transfer performance[J]. Ind Eng Chem Res, 2008, 47: 8840-8846.

Studies of distillation in a novel multi-stage counter-current rotating packed bed

GAO Xin CHU GuangWen ZOU HaiKui LUO Yong ZHANG PengYuan CHEN JianFeng

(Research Center of the Ministry of Education for High Gravity Engineering and Technology, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract: Continuous distillation experiments have been carried out in a novel multi-stage counter-current rotating packed bed (MSCC-RPB), which was developed by taking into account the advantages and disadvantages of a conventional rotating packed bed (RPB) and a rotating zigzag bed (RZB), using the alcohol-water binary system at atmospheric pressure to study its separation performance. The effects of varying the rotation speed (N), feedstock concentration (x_F), thermal conditions of the feed (q) and reflux ratio (R) on the number of theoretical trays (N_T) of MSCC-RPB were investigated. The experimental results indicated that N_T increased with increasing N at $N < 800$ r/min, and decreased with increasing N for $N > 800$ r/min. The optimum value of N was found to be 800 r/min. The value of N_T remained nearly constant with increasing x_F , and increased with increasing values of q and R . The height equivalent of a theoretical tray ranged from 19.5 to 31.4 mm, which is almost the same as in a conventional RPB. Compared with a RZB, the separation efficiency is nearly doubled, and the optimum rotation speed is much lower.

Key words: multi-stage counter-current rotating packed bed; continuous distillation; the number of theoretical trays; the height equivalent of a theoretical tray