

动态间歇萃取精馏异丙醇-水体系工艺的研究

柳 阳 李群生*

(北京化工大学化学工程学院, 北京 100029)

摘 要: 采用间歇加盐的萃取方式, 散堆玻璃填料塔, 优化选取了回流比, 溶剂比等相关工艺参数。考察了萃取剂为乙二醇时, 盐为硫酸钾, 醋酸钾, 氯化锌对异丙醇-水混合液的精馏分离效果, 从小型工艺试验结果看, 异丙醇萃取质量分数可达 98.9% 左右, 较为理想, 能够满足工厂生产要求。

关键词: 异丙醇-水; 加盐萃取; 间歇萃取精馏; 乙二醇

中图分类号: TQ028

引 言

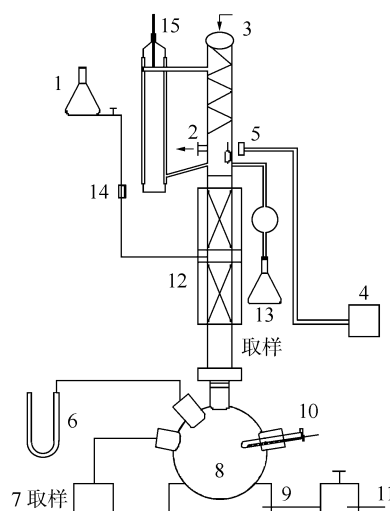
异丙醇和水形成共沸体系, 共沸点 $80.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ^[1-2]。为了获得高纯异丙醇, 须除去异丙醇溶液中的水, 而异丙醇和水形成共沸体系, 若采用萃取精馏分离, 溶剂消耗量大, 而溶剂加盐可以克服这一点^[3-4]。间歇萃取精馏具有间歇精馏和萃取精馏的优点, 适合小批量产品生产, 设备投资小等化工生产的特点, 特别适合于溶剂的分离, 应用前景广泛。在萃取剂中加入盐的加盐萃取精馏技术是目前比较先进的精馏方法之一。杨金苗等^[5]用定标粒子理论分析了加盐萃取的原理, 并测定了醋酸甲酯-水的汽液平衡数据。何玉萍等^[6]研究了加盐萃取精馏分离法在分离乙腈-正丙醇中的应用, 乙腈产量达 99%。鲍静, 张雅明等^[7]对异丙醇-水-乙酸钾体系汽液平衡数据的测定, 试验表明醋酸钾是很好的分离剂。段占庭等^[8]进行了加盐萃取精馏制无水乙醇的研究, 用乙二醇醋酸钾溶液为溶剂。白鹏等^[9]提出了动态累积间歇精馏操作方法的研究。雷志刚等^[10]初步探讨了加盐反应萃取精馏分离异丙醇水溶液的方法, 异丙醇质量分数可达 96%。张卫华等^[11]研究了用间歇精馏提取异丙醇得可行性。前人对理论方面和汽液平衡数据的测定及关联研究的较多, 主要集中在汽液平衡数据数学模型的改进, 不同种类盐的精

馏效果这两个方面的研究, 工艺过程方面的研究相对较少, 本文针对于动态间歇萃取精馏工艺过程参数和工况进行了较详细的阐述。

1 实验部分

1.1 实验装置

图 1 为萃取精馏装置。塔釜、塔柱及冷凝器均为玻璃材质, 塔釜容积 3000 mL, 塔内径为 31 mm, 内装天大天久填料厂生产的 $\varphi 3\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 压延孔 θ 环填料, 萃取精馏塔中填料层高度为 1500 mm, 理论塔板数为 5, 实验在常压下进行。



1—高处进料瓶; 2、3—冷凝水进出口; 4—回流比继电器; 5—磁铁; 6—U型管压差计; 7—塔釜取样处; 8—塔釜四口瓶; 9—加热套; 10、15—温度计; 11—电压调节器; 12—精馏塔; 13—异丙醇产吕罐; 14—流量计

图 1 萃取精馏装置

Fig. 1 Apparatus for extractive distillation

收稿日期: 2007-07-24

基金项目: 中石化股份有限公司项目(X504025)

第一作者: 女, 1982年生, 硕士生

* 通讯联系人

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

1.2 实验步骤

(1) 实验前在塔釜中加入原料液异丙醇 800 mL, 水 200 mL, 调至适当电压。

(2) 15 min 后, 见塔顶冷凝器有小股回流, 且塔顶温度迅速上升, 打开塔顶冷凝循环水, 系统在全回流下, 稳定 40 min 左右。

(3) 待塔顶的温度偏离共沸点温度 80.3 °C, 并有明显上升趋势时, 打开装有乙二醇的萃取剂进口, 调整流率, 同时打开回流比继电器, 连续采出异丙醇, 25 min 后, 在时间内取样, 至采出质量分数达到最大值, 送气相色谱分析。

1.3 分析条件

采用北京东西仪器厂的 GC4000(A) 型气相色谱来测定异丙醇的含量, 载气为氢气, 柱为中科慧杰科技公司的 PorapakQ 不锈钢填充柱, 热导检测, 气化室温度为 170 °C, 柱温 160 °C, 检测室温度 170 °C, 柱前压 0.2 MPa, 进样量为 0.4 μ L, 浙江大学的 N2000 色谱工作站。

2 结果与讨论

2.1 加热功率与产品采出速率的关系曲线

塔釜加入原料异丙醇 800 mL, 水 200 mL, 塔顶高位槽加入 400 mL 乙二醇, 调整高位槽萃取剂流量计流率 $q = 20$ mL/min; 分别调整操作电压为 60、70、80、90、100 V; 回流比 R 为 1:1; 换算成热功率分别为 0.089、0.121、0.159、0.2、0.248 kW; 塔顶温度为 79.7~79.9 °C, 塔底温度 87.4~87.8 °C。塔顶采出速率 Q 与热功率 P 的关系如图 2 所示。

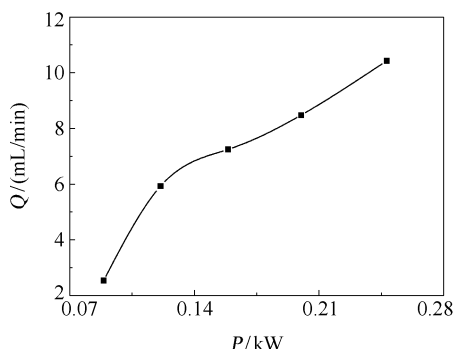


图 2 产品采出速率与热功率的关系曲线

Fig. 2 Variation of output flow rate with thermal output.

产品采出速率随热功率的增大而增大, 但热功率 P 大于 0.159 kW 时, 产品采出速率迅速增加, 塔釜的异丙醇量剧烈减少, 导致塔釜料液总量减少, 塔釜温度迅速增加并大于水的沸点, 随着蒸汽的上升,

塔釜水也随之被带到塔顶, 控制热功率在 0.089~0.2 kW 左右。

2.2 最佳回流比的选择

原料异丙醇 800 mL, 水 200 mL, 塔顶高位槽加入 400 mL 乙二醇, 热功率为 0.159 kW 时, 萃取剂进料速率 q 为 20 mL/min, 回流比 R 在 0.1~1.0 之间塔顶异丙醇质量分数与回流比的关系曲线如图 3 所示。

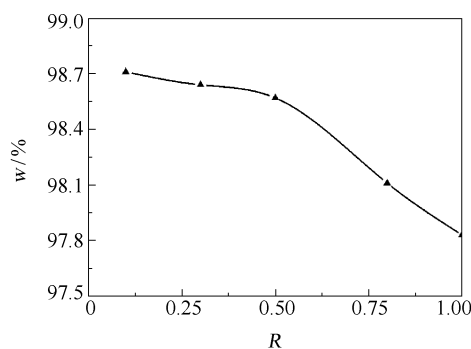


图 3 产品质量分数与回流比关系曲线

Fig. 3 Variation of percentage composition with reflux ratio

由图 3 知, 塔顶出料质量分数 w 随着回流比的增大而减小, 这是由于塔顶萃取剂进料为常温进料, 随着回流比的增加, 冷凝段气液处于动态气团更新进程中, 随着回流液体的增多, 来不及及达到被回流液破坏, 从而出料质量分数随着回流比增大而减小, 因此回流比不宜过大, 选择 0.3~0.5 为佳。

2.3 萃取剂进料速率对塔顶出料质量分数、塔顶采出速率的关系曲线

回流比为 0.5, 热功率控制在 0.159 kW 左右, 分别考察萃取剂进料速率 q 与塔顶采出质量分数 w 和塔顶采出速率 Q 的关系, 结果如图 4 所示。

由图 4 可以看出, 增加萃取剂进料速率 q , 塔顶采出质量分数 w 也随之增大, 但 q 大于 25 mL/min 后, 塔顶采出质量分数增长减缓, 故选取小于 25 mL/min 的进料速率较佳。随着萃取剂进料速率 q 的增大, 塔顶采出速率 Q 减小, 这是由于实验采用常温进萃取剂, 塔顶上升热蒸汽被进入塔内的常温萃取剂带走一部分热量, 为了保证一定的塔顶采出, 萃取剂的速率应小于 20 mL/min, 总结上述的分析, 萃取剂进料速率指定为 20 mL/min, 较适合。

2.4 溶剂比与塔顶采出质量分数的关系曲线

异丙醇 800 mL, 回流比为 0.5, 全塔压力在 970~1380 Pa, 热功率为 0.159 kW, 萃取剂速率为 20 mL/

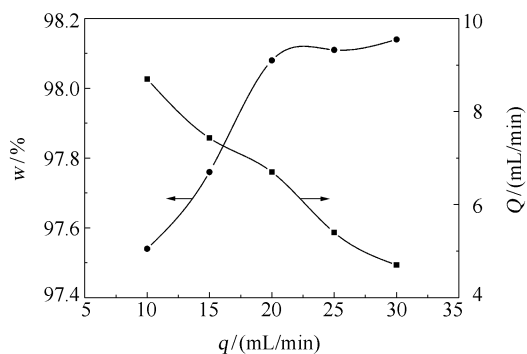


图 4 萃取剂进料速率与塔顶采出质量分数和塔顶采出速率关系曲线

Fig. 4 Variation of extractant input flow with overhead percentage composition and output flow

min, 考察溶剂比为 0.5、0.625、0.75、1.0、1.25 时对塔顶产品采出浓度的影响, 其中 $a = \frac{V_{\text{乙二醇}}}{V_{\text{异丙醇}}}$, 结果如图 5 所示。

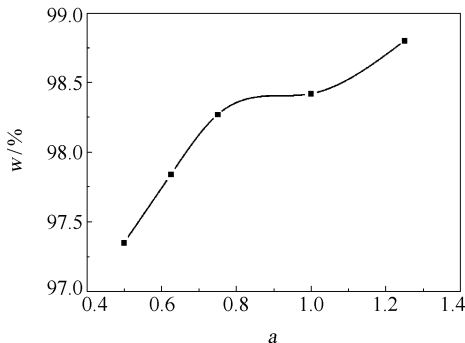


图 5 溶剂比与塔顶采出质量分数的关系曲线

Fig. 5 Variation of overhead percentage composition with solvent composition

由图 5 看出, 溶剂比 a 小于 0.75 塔顶质量分数 w 快速增加, 随后趋势放缓, 溶剂比大于 1.25 时又呈现明显上升趋势, 加大溶剂比, 塔顶浓度上升但塔负荷也增加, 因此综合塔的处理能力, 减小溶剂用量的原则, 溶剂比控制在 0.625。

2.5 乙二醇 + KAc/ZnCl₂/K₂SO₄ 的塔顶质量浓度曲线

上述实验回流比 0.5, 溶剂比 0.625, 调节萃取剂流率为 20 mL/min。图 6~8 分别为乙二醇中加入三种盐的塔顶采出质量分数曲线。由图 6 可知, 萃取剂中加入 KAc, 最高采出质量分数可达 98.9% 左右, 且随着 KAc 质量浓度加大, 仍有明显上升趋势。由图 7 可知 ZnCl₂ 质量浓度在 0.4~0.09 g/mL 之间, 塔顶的采出含量有较大上升趋势, 但盐质量浓

度高于 0.09 g/mL 时, ZnCl₂ 的作用减缓。图 8 中, K₂SO₄ 在 0.008~0.012 g/mL 范围时, 塔顶采出质量分数在 98.2% 以下, 当盐质量浓度高于 0.015 g/mL 时, 加大盐浓度, 塔顶采出质量分数变化不大。

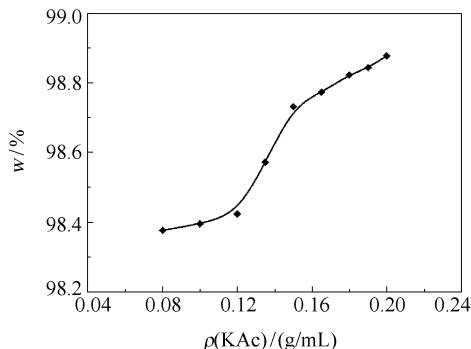


图 6 醋酸钾质量浓度与塔顶采出质量分数关系曲线

Fig. 6 Variation of overhead percentage composition with concentration of KAc

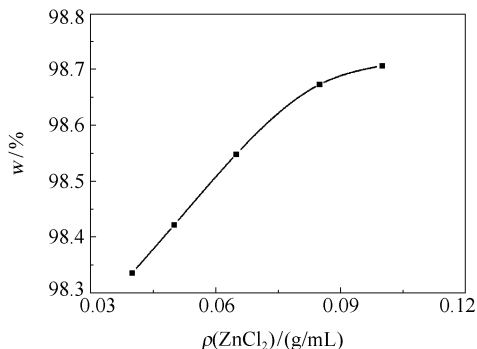


图 7 氯化锌质量浓度与塔顶采出质量分数关系曲线

Fig. 7 Variation of overhead percentage composition with concentration of ZnCl₂

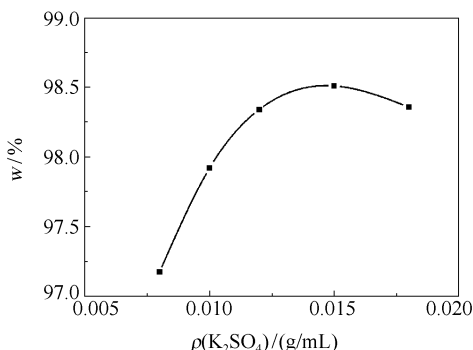


图 8 硫酸钾质量浓度与塔顶采出质量分数曲线

Fig. 8 Variation of overhead percentage composition with concentration of K₂SO₄

3 结论

热功率为 0.159 kW, 回流比 0.5, 溶剂比

0.625, 萃取剂进料速率为 20 mL/min, 异丙醇精馏质量分数达到最大值, 为 98.87%, 可达到工业要求。

参考文献:

- [1] 程能林. 溶剂手册[M]. 3 版. 北京: 化学工业出版社, 2002: 319-323.
- [2] 朱旭容, 武文良. 间歇恒沸精馏法从异丙醇水溶液中回收异丙醇[J]. 南京化工大学学报, 1998, 20(3): 71-73.
- [3] 王惠媛, 许松林. 异丙醇-水分离技术进展[J]. 上海化工, 2005, 30(6): 20-23.
- [4] 董红星, 刘剑, 裴健. 加盐萃取精馏的研究进展[J]. 化工时刊, 2004, 18(5): 15-19.
- [5] 杨金苗, 李群生. 定标粒子理论在加盐萃取精馏分离醋酸甲酯物系中的应用[J]. 北京化工大学学报: 自然科学版, 2006, 33(2): 9-12.
- [6] 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, 2005, 2(2): 109-110.
- [7] 鲍静, 张雅明, 金鑫. 异丙醇-水-含盐复合溶剂体系汽液平衡[J]. 高校化学工程学报, 2005, 19(2): 258-263.
- [8] 段占庭, 雷良恒, 周荣琪, 等. 加盐萃取精馏的研究(I)[J]. 石油化工, 1980, 9(6): 35-37.
- [9] 白鹏, 骆淑莉, 黄家铭, 等. 动态累积间歇精馏操作方法研究[J]. 化工生产与技术, 2004, 11(6): 32-35.
- [10] 雷志刚, 周荣琪, 叶坚强, 等. 加盐反应萃取精馏分离醇水溶液[J]. 化学工业与工程, 2001, 18(5): 290-294.
- [11] 张卫华, 徐松, 李忠玉, 等. 从异丙醇废液中回收高浓度异丙醇装置的可行性研究[J]. 吉林化工学院报, 2004, 21(3): 4-5.

Dynamic processes in batch extractive distillation of the isopropanol-water system

LIU Yang LI QunSheng

(College of Chemical Engineering, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract: The effects of adding glycol + K_2SO_4 , glycol + KAc, and glycol + $ZnCl_2$ as extractive agents on the reflux ratio and solvent ratio in the batch extractive distillation of isopropanol have been investigated. The results show that high purity isopropanol (98.9%) can be obtained and should of value in future efforts to optimize the industrial process.

Key words: isopropanol-water; distillation with added salt; extractive batch distillation; glycol