

实验 6 萃取精馏制取无水乙醇及其流程模拟

1. 实验目的

- (1) 了解萃取精馏的基本原理及操作过程；
- (2) 通过实验条件的改变，深入认识溶剂比在萃取精馏操作过程中的重要作用；
- (3) 上机用 PRO II 流程模拟软件对萃取精馏过程进行模拟。

2. 萃取精馏分离过程技术原理

随着石油化工的飞速发展，原料与产品的纯度不断提高，沸点相近组分的分离日益增多，因此，萃取精馏的应用越来越普遍，成为重要的分离方法之一。

对于沸点相差很小或具有恒沸点的物系，很难用一般的精馏方法得到高纯度的产品，工业上一般采用特殊的精馏方式，萃取精馏便是其中的一种。在相对挥发度接近 1 或形成恒沸物的料液中，加入挥发性很小的第三组分，使料液的相对挥发度增大，从而变得适合于采用精馏方法分离，加入的第三组分称为萃取剂或溶剂。这种精馏方法称作萃取精馏。

萃取精馏工业应用很广泛，主要用于两方面。一是沸点相近的烃的分离，如丁烷-丁烯、丁烯-丁二烯、戊烯-异戊二烯、己烯-正己烷、乙苯-苯乙烯以及苯-环己烷等。例如最典型的丁烯-丁二烯分离，两者沸点相差只有 2°C ，相对挥发度只有 1.03，用普通精馏需要很多塔板，而在加入溶剂时，相对挥发度可以增加到 1.67，使得精馏过程容易实现。二是有共沸点的混合物分离，例如丙酮-甲醇、甲乙酮-仲丁酮、乙醇-醋酸乙酯、丙酮-乙醚以及乙醇、醋酸等有机水溶液，还有某些含有少量烃或水的有机物分离。

任何事物矛盾双方是同时存在的。萃取精馏一方面增加了被分离组分之间的相对挥发度，使得分离能够进行，另一方面带来的最大缺点是溶剂比大，从而导致生产能力提高困难，而且过程能耗大。因此在选择萃取精馏工艺时，要从萃取精馏流程安排、萃取精馏塔的塔板结构和分离剂或溶剂的选择这三个方面出发，对萃取精馏分离过程进行设计和优化。

3. 实验设计过程

1) 精馏分离方案的确定

本实验要求采用精馏的方法分离乙醇和水的混合物,制取无水乙醇。由于该混合物在乙醇浓度达到 95%(体积分数)时存在恒沸点,在乙醇水溶液中加入乙二醇(KAc)改变乙醇-水体系的气液平衡关系,使得恒沸组成消失,实现精馏分离过程。

根据这三个组分的沸点高低,以及乙二醇在分离过程所起的作用,进行合理的流程安排。乙二醇作为萃取剂,常温下沸点为 180℃左右,在接近塔顶的位置进料。原料为乙醇-水的混合物,常温下泡点为 80℃左右,且塔顶要得到产品是乙醇,塔釜液采出尽可能不带乙醇,因此,原料进料在塔的中下部。萃取剂的回收主要由第二个塔完成,即第二个塔主要是分离乙二醇和水,由于乙二醇的沸点比较高,为了节约蒸气,因此采用减压精馏的方法来降低塔釜的温度,塔顶得到水,塔釜得到回收的乙二醇。

2) 理论板数的确定

从原料的组成、分离要求来确定所需要的理论板数。

对于第 1 个塔:提馏段约为 5 块理论板,萃取精馏段约为 10 块理论板;

对于第 2 个塔:提馏段约为 5 块理论板,萃取精馏段约为 10 块理论板。

4. 实验药品与装置

实验原料:乙醇、水、萃取剂(乙二醇)。

实验装置:萃取精馏实验装置(见图 2-4)、气相色谱仪、计算机、PRO II 流程模拟软件。

5. 实验内容

1) 萃取精馏实验操作步骤

- (1) 打开装置的冷却水系统;
- (2) 打开萃取精馏塔的塔釜加热电源;
- (3) 打开萃取剂回收塔的真​​空系统,使塔内真空度保持在 700mmHg 以上;

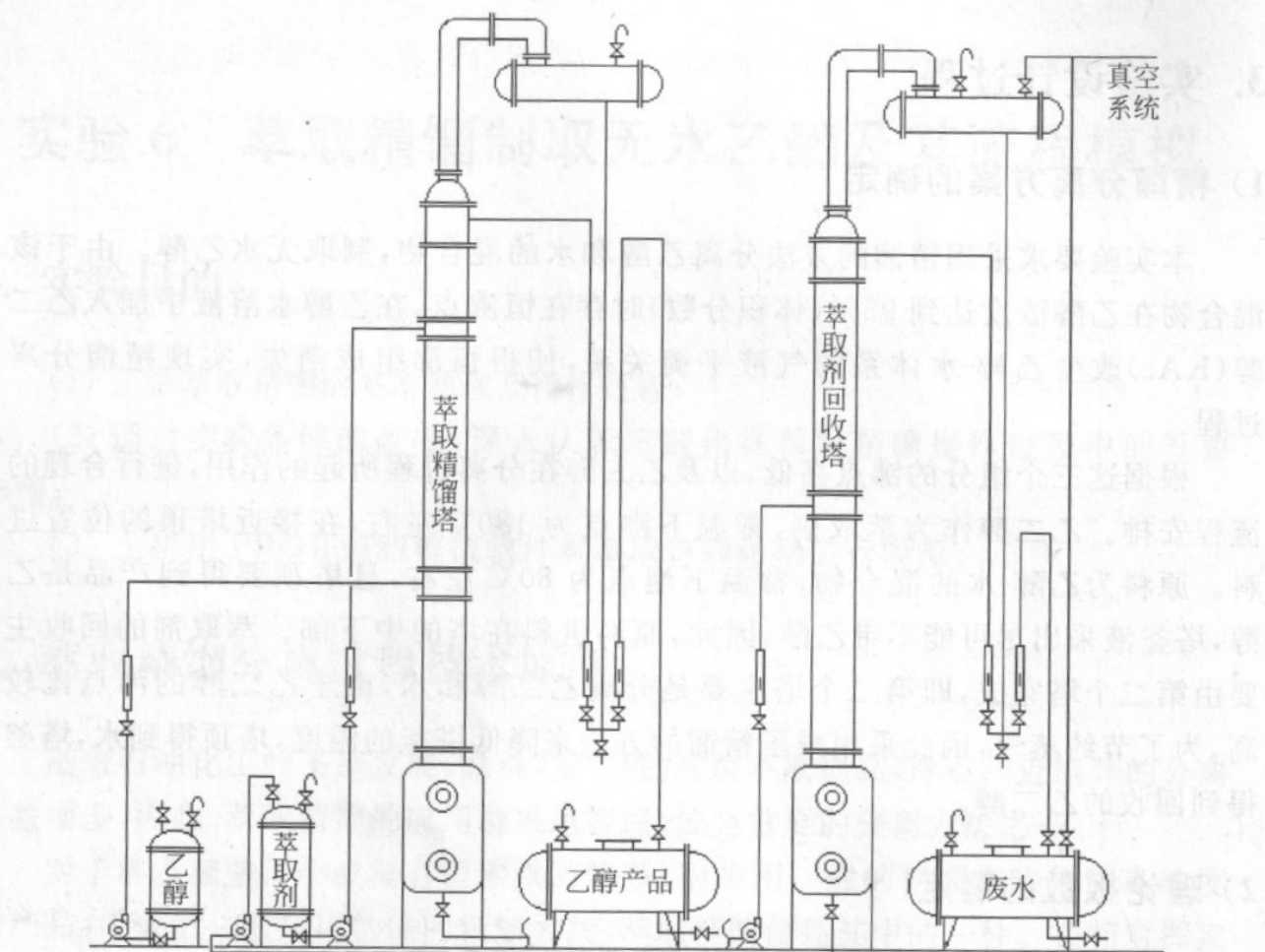


图 2-4 萃取精馏实验流程

- (4) 当萃取精馏塔塔釜温度上升至 100°C 时, 打开乙醇进料泵和萃取剂进料泵, 并调节流量比为 $1:1$;
- (5) 打开萃取剂回收阀并调整流量大小, 使萃取塔釜液面保持稳定;
- (6) 当塔顶开始有产品采出 20min 后, 连续取 4 个萃取精馏塔顶的产品进行色谱分析;
- (7) 调节乙醇进料泵和萃取剂进料泵的流量, 使其为 $1:2$, 稳定 20min 后, 连续取 4 个萃取精馏塔顶的产品进行色谱分析, 观察乙醇产品中水含量的变化;
- (8) 这部分实验完成后, 关萃取剂精馏塔釜加热;
- (9) 操作过程中, 当萃取剂回收塔釜内的液面超过 $1/3$ 时, 打开萃取剂回收塔的塔釜加热电源, 进行萃取剂回收;
- (10) 当萃取剂回收塔的塔顶温度超过 70°C , 并很快升高时, 萃取剂回收完成;
- (11) 先关萃取剂回收塔釜加热, 后关真空系统;
- (12) 关闭冷却水, 关闭电源总开关, 整个实验结束。

实验注意事项:

(1) 在实验过程中,每隔 10min 记录两个塔的塔顶以及塔釜温度。

(2) 记录色谱分析结果。

2) 萃取精馏过程的计算机模拟

在实验进行过程中,参加实验的同学可以以乙醇、水和乙二醇为实际对象,在 PRO II 流程模拟软件环境下建立模拟萃取精馏流程,并使其收敛。改变萃取剂用量,比较计算结果。

6. 实验思考题

(1) 在萃取精馏操作过程中,溶剂比与回流比分别起什么作用?

(2) 如果萃取精馏的产品质量不合格,一般采取什么措施?

(3) 在熟悉萃取精馏过程后,你认为萃取精馏有什么优点和缺点?

附 1 计算机技术在化工分离过程中的应用

当今社会,飞速发展的计算机技术使计算机深入到人类工作和生活的各个角落。化学工业的发展同样离不开计算机。将计算机技术应用到化工生产、研发过程中,在化学工业的发展进程中具有革命性的意义。

1) 分离过程模拟

所谓过程模拟就是将一个由许多单元过程组成的化工流程用数学模型描述,并在计算机上通过改变各种有效条件得到所需操作条件等结果的过程。这一方法是计算机技术在化工领域内最重要的应用之一。利用计算机进行化工过程模拟始于 20 世纪 50 年代,到现在已经成为一种普遍采用的常规手段而广泛应用于化工过程的研究开发、设计、生产,以及过程优化与改造。

2) 模拟软件介绍

随着计算机技术的发展及应用软件技术的开发,化工过程模拟技术日趋成熟和实用,商业化软件广泛出现于化工过程模拟中。这些过程模拟软件已在研究、设计和生产过程中得到广泛应用。在新产品和新工艺开发过程中,使用过程模拟软件可以大大减少实验工作量,缩短开发周期,它已成为科技工作者不可离身的有力工具。目前,计算机过程模拟软件的发展趋势是与其他应用软件结合在一起,集成

化和网络化,成为企业创新、管理和应用的工具,创造着巨大的商业价值。自 20 世纪 60 年代以来,各国陆续开发了不下数十种通用的化工过程模拟软件,目前国际上比较有影响、有特点的有两种: Aspen Plus 和 PRO/II。近些年,国内也陆续开发了一些化工过程模拟软件,具有代表性的有 ECSS 和 ChET。

(1) Aspen Plus

Aspen Plus 化工模拟系统是美国麻省理工学院于 20 世纪 70 年代后期研制开发的大型化工模拟软件。由美国 Aspen Plus 技术公司于 20 世纪 80 年代初推向市场。它用严格和最新的计算方法,进行单元和全过程计算,为企业提供准确的单元操作模型,还可以评价已有装置的优化操作或新建、改建装置的优化设计。这套系统功能齐全、规模庞大,可用于炼油、石油化工、气体加工、煤炭、医药、冶金、环境保护、动力、食品等许多工业领域,目前已在全世界范围内广泛使用。这套系统在目前堪称是相当完善的通用化工流程模拟系统。

(2) PRO/II

PRO/II 是 SIMSCI 公司出品的石油化工通用流程模拟软件,已经被世界一些著名的化学公司采用。它有巨大的物性数据库和大量的热力学方程,并具有开发的大量化工单元模块。同时还允许使用者自己添加物料、建立热力学方程,该软件还可利用平衡数据,对现有的热力学方程进行修正等。

Aspen Plus 和 PRO/II 这两种软件正在不断发展和扩大。这两种软件目前都是以图形为界面,应用方法相似,了解其中一个便能通晓另一个,它们的基本热力学方法、数学方法和物性数据是相同的,只是在规模上略有差异。两者的应用范围也有所不同,PRO/II 在石油炼制、乙烯工业等方面应用较为成熟,而 Aspen Plus 应用范围更广一些。

(3) ECSS

ECSS(Engineering Chemistry Simulation System)是由青岛化工学院开发的工程化学模拟系统。作为目前国内唯一的汉化工应用软件,已在 50 余家石油、化工、冶金、轻工、制药等行业的设计、研究单位和企业中装机运行,在这些单位的技术设计、新装置开车、装置改造和科研开发过程中取得了显著成效。

(4) ChET

ChET 是由大连理工大学最近开发出的基于 MATLAB 的化工单元操作工具箱。它针对化工单元操作的基本特性,把每个化工单元操作抽象为一个单独的类。在该工具箱中每个类有相应的图标,开发者可以通过拷贝、粘贴、拖动等基本的 Windows 操作在自己的模型窗口中建立一个具体的化工过程仿真模型图框,从而确定基本仿真模型。该工具箱中已有的类主要有连续式精馏塔、分批式精馏塔、吸收塔、热交换器、反应器等。建类的基本思想是基于经典的热量传递、能量传递和

质量传递理论,模型求解主要调用 MATLAB 相关函数。MATLAB 语言在仿真模型的建立、求解、模型结果的图形处理等方面有强大的功能,因此 MATLAB 在化工领域中的应用是非常有前途的。但目前,MATLAB 语言的物性和热力学数据库或计算方法库非常缺乏,已成为妨碍其在化工领域中应用的主要因素之一。

下面以 PRO/II 为例对软件在化工单元过程的应用进行说明。

3) PRO/II 模拟软件应用简介

利用 PRO/II 模拟软件进行化工过程模拟的基本步骤如下。

(1) 在 PRO/II 中建立流程:根据已知的流程在 PRO/II 操作窗口中正确画出该流程。对于本次实验来说,取分离三个组分,两个塔设备,萃取精馏塔顶采出乙醇,萃取剂回收塔顶采出水,塔釜采出乙二醇。

(2) 确定物系(定义组分):包括各物流所包含的所有组分,如乙醇、乙二醇、水。

(3) 根据物系选择合适的热力学方法:热力学方法是用来描述物系状态、性质、物系变化过程及其效果的方法,是模拟计算的基础。如果热力学方法选择不正确,其后的过程和结果会严重偏离实际,也就没有意义和参考价值。实验中请采用 Wilson 方程。

(4) 调试并运行。

(5) 输出结果,并与实际数据进行对比。

(6) 重复(4)和(5),直到得到满意的结果。