



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113072425 A

(43) 申请公布日 2021.07.06

(21) 申请号 202110422352.6

C07C 29/80 (2006.01)

(22) 申请日 2021.04.20

B01D 3/14 (2006.01)

(71) 申请人 青岛科技大学

B01D 3/40 (2006.01)

地址 266000 山东省青岛市市北区郑州路
53号

F28D 21/00 (2006.01)

(72) 发明人 马恒 王英龙 霍冰洁 王佳
胡明月

(74) 专利代理机构 青岛中天汇智知识产权代理
有限公司 37241

代理人 韩丽萍

(51) Int. Cl.

C07C 29/84 (2006.01)

C07C 31/08 (2006.01)

C07C 29/82 (2006.01)

C07C 35/08 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-
环己醇-水的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,所述隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法是采用侧线采出、隔壁塔、变压精馏,以乙二醇作为萃取剂,在分离出高纯度的乙醇、环己醇产品的同时,将萃取精馏塔塔釜得到的萃取剂和高压精馏塔塔底馏出的水用于萃取精馏塔及高压精馏塔进料的预热。本发明在萃取精馏塔塔顶分离出质量浓度大于99.97wt%的乙醇,在高压精馏塔、低压精馏塔塔底分别分离出质量浓度大于99.98wt%的水和环己醇,同时实现了萃取剂乙二醇的回收利用,利用高压精馏塔水的热量与进入高压精馏塔的物料进行换热,萃取精馏塔塔底馏出的萃取剂乙二醇进入换热器对进入萃取精馏塔的物料醪液进行加热,大大降低了能耗。

1. 一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,其特征在于:所述隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法是采用侧线采出、隔壁塔、变压精馏,以乙二醇作为萃取剂,在分离出高纯度的乙醇、环己醇产品的同时,进行了换热网络优化,将萃取精馏塔T1塔釜得到的萃取剂和高压精馏塔T3塔底馏出的水用于萃取精馏塔T1及高压精馏塔T3进料的预热;

具体包含以下步骤:

(1) 原料液由换热器B2至混合器B1在常温下在第20块塔板处进入萃取精馏塔T1,萃取精馏塔T1塔板数为50,塔顶操作压力为0.2atm,回流比为3.6;

(2) 在萃取精馏塔T1的第4块塔板处加入6000kg/h的乙二醇,塔顶出料温度为42.32℃,料液进入副精馏塔T2第35块塔板,萃取精馏塔T1塔底出料为乙二醇,出料温度为149.9℃;

(3) 来自萃取精馏塔T1的料液在第35块塔板处进入副精馏塔T2,副精馏塔T2的塔板数为35,塔顶操作压力为0.2atm;

(4) 料液经泵B3至换热器B4加热后进入高压精馏塔T3第20块塔板;

(5) 来自副精馏塔T2的料液在第20块塔板处进入高压精馏塔T3,高压精馏塔T3的塔板数为27,塔顶操作压力为3atm,回流比为1.1,料液进入低压精馏塔T4第20块塔板;

(6) 来自高压精馏塔T3的料液在第20块塔板处进入低压精馏塔T4,低压精馏塔T4的塔板总数为23,塔顶操作压力为0.1atm,回流比为1,经泵B5可循环进入高压精馏塔T3,直至水和环己醇质量浓度达到99.9wt%以上。

2. 根据权利要求1所述的一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,其特征在于:所述步骤一中原料液经换热器B2预热后进入萃取精馏塔T1。

3. 根据权利要求1所述的一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,其特征在于:所述步骤一和步骤二中侧线采出料液为水和环己醇共沸物、乙二醇,步骤二中萃取精馏塔塔顶出料为质量浓度大于99.97wt%的乙醇。

4. 根据权利要求1所述的一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,其特征在于:所述步骤三中塔顶出料为水和环己醇共沸物,出料温度为59.94℃。

5. 根据权利要求1所述的一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,其特征在于:所述步骤五中塔底出料为质量浓度大于99.98wt%的水,出料温度为134.044℃,塔顶出料为在3atm下水和环己醇共沸物,出料温度为130.835℃。

6. 根据权利要求1所述的一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,其特征在于:所述步骤七中塔底出料是质量浓度大于99.98wt%的环己醇,出料温度为99.22℃,塔顶出料为在0.1atm下的水和环己醇共沸物,出料温度为45.24℃。

一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法

【技术领域】

[0001] 本发明涉及精馏提纯技术领域,具体为一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法。

【背景技术】

[0002] 燃料乙醇是指体积浓度达到99.5%以上的无水乙醇,它是汽油最环保的增氧剂和辛烷值促进剂,能够有效减少温室气体和PM2.5排放,对于改善大气环境质量有着积极作用,中国是世界上第三大生物燃料乙醇生产国和应用国,仅次于美国和巴西,它主要由糖类、淀粉质作物经液化、糖化、发酵、蒸馏、脱水等工艺步骤得到,生物质发酵所得到的醪液中乙醇的质量含量仅在10%左右,其中大部分是水,由发酵醪液制取燃料乙醇的关键是除去其中的水,本发明是一种先进的发酵醪液除水的技术方案,燃料乙醇生产企业的醪液中含水,乙醇,环己醇,本发明设计了合理的精馏分离工艺,回收该醪液中的乙醇、环己醇。

[0003] 水常压下沸点为100.02℃,乙醇常压下沸点为78.31℃,环己醇常压下沸点为161.84℃,乙醇、环己醇和水的混合物在常温常压下会形成两种共沸物——水和乙醇二元共沸物、水和环己醇二元共沸物,水和乙醇混合物的共沸点为78.16℃,共沸组成中乙醇摩尔分数为89.99%、水摩尔分数为10.01%,水和环己醇混合物的共沸点为97.80℃,共沸组成中水摩尔分数为80.00%、环己醇摩尔分数为20.00%,由于共沸性质,采用普通的精馏方法难以实现高效的分离,故需要采取特殊的精馏方法,目前学术界及工业上所研究开发的特殊精馏方法包括吸附精馏、变压精馏、共沸精馏、反应精馏、萃取精馏等等。

[0004] 专利(CN106966866B)公开了一种三塔变压精馏分离丁酮-异丙醇-乙醇共沸物的方法,解决了近沸点三元体系因存在多组共沸和精馏边界导致分离困难的问题,通过部分热集成方式,实现三塔之间的热量集成,最大限度地降低能耗,但其变压精馏过程采用3个精馏塔,工艺过程相对复杂。

[0005] 文献(秦海博,闫绍峰,商长彬,郭峰.乙醇-水精馏塔的设计[J].时代农机,2020,47(03):97-98.)报道了乙醇-水精馏塔的设计过程,改进了设备的结构,显著提高了精馏效果,实现了乙醇和水的分离,但只能回收乙醇,并没有实现环己醇与水的分离。

[0006] 文献(马若君,于文鹤,倪庆钢.隔壁塔萃取精馏分离叔丁醇-乙醇-水共沸物的模拟与优化[J].化工科技,2019,27(05):61-65.)报道了一种以乙二醇作为萃取剂,利用隔壁塔萃取分离叔丁醇-乙醇-水共沸物的方法,该工艺比常规萃取精馏工艺降低能耗38.66%,但该工艺操作相对复杂,没有涉及环己醇-水体系。

[0007] 目前专利和文献中尚没有关于采用隔壁塔萃取精馏-变压精馏工艺进行分离环己醇-乙醇-水的报道,因此提出一种新型的、节能的分离环己醇-乙醇-水共沸体系的方法有较大的环保意义与工业价值,因此亟需一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法来解决上述问题。

【发明内容】

[0008] [要解决的技术问题]

[0009] 本发明的目的在于提供一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,以解决上述背景技术中提出的乙醇-环己醇-水混合物因存在共沸而分离困难的问题。

[0010] [技术方案]

[0011] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,所述隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法是采用侧线采出、隔壁塔、变压精馏,以乙二醇作为萃取剂,在分离出高纯度的乙醇、环己醇产品的同时,进行了换热网络优化,将萃取精馏塔塔釜得到的萃取剂和高压精馏塔塔底馏出的水用于萃取精馏塔及高压精馏塔进料的预热,具体包含以下步骤:

[0012] (1) 原料液经换热器预热后进入萃取精馏塔,降低再沸器的热负荷。原料液由换热器至混合器在常温下在第20块塔板处进入萃取精馏塔,萃取精馏塔塔板数为50,塔顶操作压力为0.2atm,回流比为3.6;

[0013] (2) 在萃取精馏塔的第4块塔板处加入6000kg/h的乙二醇,塔顶出料温度为42.32℃,料液进入副精馏塔第35块塔板,萃取精馏塔塔底出料为乙二醇,出料温度为149.9℃,用于预热醪液进料,侧线采出料液为水和环己醇共沸物、乙二醇;

[0014] (3) 来自萃取精馏塔的料液在第35块塔板处进入副精馏塔,副精馏塔的塔板数为35,塔顶操作压力为0.2atm,塔顶出料为水和环己醇共沸物,出料温度为59.94℃;

[0015] (4) 料液经泵至换热器加热后进入高压精馏塔第20块塔板;

[0016] (5) 来自副精馏塔的料液在第20块塔板处进入高压精馏塔,高压精馏塔的塔板数为27,塔顶操作压力为3atm,回流比为1.1,塔顶出料为在3atm下水和环己醇共沸物,出料温度为130.835℃;

[0017] (6) 来自高压精馏塔的料液在第20块塔板处进入低压精馏塔,低压精馏塔的塔板总数为23,塔顶操作压力为0.1atm,回流比为1,塔顶出料为在0.1atm下的水和环己醇共沸物,出料温度为45.24℃,经泵可循环进入高压精馏塔,直至水和环己醇质量浓度达到99.9wt%以上。

[0018] 一种隔壁塔萃取精馏-变压精馏分离乙醇-环己醇-水的方法,其特征在于:萃取精馏塔塔顶出料为质量浓度大于99.97wt%的乙醇,高压精馏塔塔底出料为质量浓度大于99.98wt%的水,低压精馏塔塔底出料是质量浓度大于99.98wt%的环己醇。

[0019] [有益效果]

[0020] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0021] (1) 通过选择乙二醇作为萃取剂,采用侧线采出、隔壁塔精馏技术和变压精馏的方法,在萃取精馏塔塔顶分离出了质量浓度大于99.97wt%的乙醇,在高压精馏塔、低压精馏塔塔底分别分离出质量浓度大于99.98wt%的水和环己醇,水中乙醇含量小于10ppm,环己醇含量小于10ppm,纯度极高,同时实现了萃取剂乙二醇的回收利用,同时利用萃取剂的热量给原料液进行预热,利用高压精馏塔水的热量与进入高压精馏塔的物料进行换热,萃取精馏塔塔底馏出的萃取剂乙二醇进入换热器对进入萃取精馏塔的物料醪液进行加热,大大降低了能耗。

[0022] (2) 通过采用侧线采出和隔壁塔技术,将萃取精馏塔侧线采出蒸汽引入副精馏塔

塔底,作为副精馏塔的上升蒸汽,从而省去了副精馏塔的再沸器,同时利用萃取剂的热量给原料液进行预热,利用高压精馏塔水的热量与进入高压精馏塔的物料进行换热,萃取精馏塔塔底馏出的萃取剂乙二醇进入换热器对进入萃取精馏塔的物料醪液进行加热,充分利用了各个物料的热量,实现了热量耦合,利用AEA换热网络进行优化,热量得到了充分利用。

[0023] (3) 通过只采用四个精馏塔对水-乙醇和水-环己醇共沸体系进行分离,设备投资与后期维护成本小,分离流程简洁,使用的萃取剂乙二醇效率很高,性价比优良,通过萃取剂的循环利用,循环使用了萃取剂,使每次需重新补充的萃取剂的量很少,使操作费用降到最低,且补充量极小,降低了原料费用。

[0024] (4) 通过将萃取精馏塔塔釜得到的萃取剂和高压精馏塔塔底馏出的水用于萃取精馏塔及高压精馏塔进料的预热,降低了萃取精馏塔和高压精馏塔再沸器的热负荷,减少了对环境的热污染,达到节能且环保的目的。

【附图说明】

[0025] 附图1为本发明的分离水-乙醇-环己醇三元物系的工艺流程图。

[0026] T1-萃取精馏塔、T2-副精馏塔、T3-高压精馏塔、T4-低压精馏塔、C1-萃取精馏塔冷凝器、C2-副精馏塔冷凝器、C3-高压精馏塔冷凝器、C4-低压精馏塔冷凝器、R1-萃取精馏塔再沸器、R2-高压精馏塔再沸器、R3-低压精馏塔再沸器、B1-乙二醇混合器、B2-乙二醇与醪液两物流换热器、B3-副精馏塔塔顶采出物流至换热器B4泵、B4-水与水-环己醇共沸物两物流换热器、B5-低压精馏塔塔顶采出物流至高压精馏塔泵

【具体实施方式】

[0027] 实施例1:

[0028] 萃取精馏塔(T1)醪液进料温度为66℃,流量为10000kg/h,进料板为第20块板,萃取剂乙二醇进料温度为40℃,流量为6000kg/h,进料板为第4块板,操作压力为0.2atm,进料醪液中水质量浓度为85wt%,乙醇质量浓度为10wt%,环己醇质量浓度为5wt%,萃取精馏塔(T1)理论塔板数为50块,回流比为3.6,塔顶温度为42.3214℃,塔底温度为149.921℃,萃取精馏塔(T1)侧线采出位置为第46块板;副精馏塔(T2)操作压力为0.2atm,理论塔板数为35块,进料板为第35块板,进料温度为67℃,塔顶温度为59.9426℃,塔底温度为67.0642℃;高压精馏塔(T3)理论板数为27块板,进料压力为3atm,副精馏塔(T2)塔顶出料混合液进入高压精馏塔(T3)的进料位置为第20块板,进料温度为125℃,循环液进料位置为第20块板,进料温度为45℃,回流比为1.1,塔顶温度为130.835℃,塔底温度为134.044℃;低压精馏塔(T4)理论板数为23块板,进料板为第20块板,进料温度为44.78℃,进料压力为0.1atm,塔顶温度为45.2443℃,塔底温度为99.2151℃,回流比为1。分离后水的质量浓度为99.99wt%,乙醇的质量浓度可达到99.98wt%,环己醇的质量浓度可达到99.99wt%。

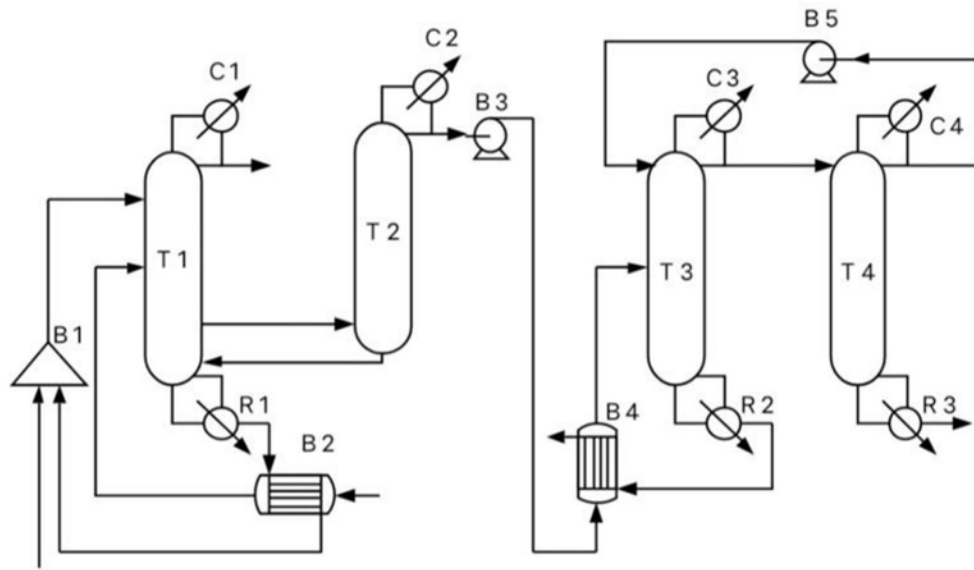


图1