



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113975845 B

(45) 授权公告日 2022. 09. 23

(21) 申请号 202111303191.5

审查员 许远平

(22) 申请日 2021.11.05

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113975845 A

(43) 申请公布日 2022.01.28

(73) 专利权人 南京工业大学

地址 211816 江苏省南京市浦珠南路30号

(72) 发明人 崔承天 张泉灵

(74) 专利代理机构 南京灿烂知识产权代理有限公司

公司 32356

专利代理师 安士影

(51) Int.Cl.

B01D 3/40 (2006.01)

C07C 255/03 (2006.01)

C07C 253/34 (2006.01)

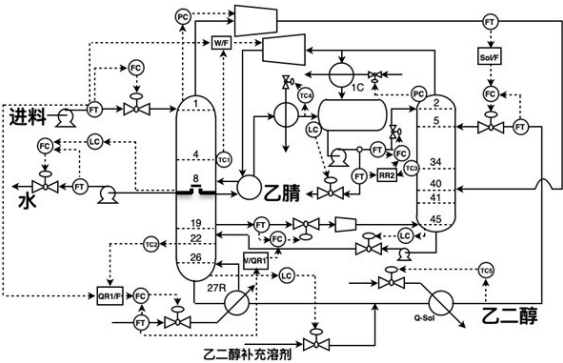
权利要求书3页 说明书8页 附图6页

(54) 发明名称

一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置及控制方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置及控制方法,通过引入热耦合和隔板塔两种构型,可实现较低的精馏整体能耗且较高的乙腈纯度和回收率。热耦合构型装置主要包括萃取精馏塔器、塔顶冷凝器、压缩机、中间再沸器、塔釜再沸器等组成设备,整体可分为集成塔和萃取精馏两塔;萃取精馏隔板塔构型则将预浓缩、萃取精馏及溶剂回收功能耦合集成在一个塔器中。针对提出的萃取精馏装置,本发明公开了一种可行的控制方法,包括压力控制器、液位控制器、流量控制器、温度控制器及比例控制器。可以克服较大的进料流量及浓度扰动,实现装置的稳定运行,乙腈产品纯度和收率可分别达到99.99 mol%和99.96%。



1. 一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,其特征在于,包括热耦合构型;热耦合构型包括集成塔(11)和萃取精馏塔(12);

所述集成塔(11)从上到下依次包括塔段一(1)、塔段五(5)和塔段六(6);

所述塔段一(1)为浓缩低浓度乙腈溶液进料的预浓缩段;塔段五(5)和塔段六(6)分别为实现水B与萃取溶剂S分离的萃取溶剂回收精馏段和提馏段;

所述萃取精馏塔(12)从上到下依次包括塔段二(2)、塔段三(3)和塔段四(4);

所述塔段二(2)为实现乙腈A与萃取溶剂S的分离的精馏段,所述塔段三(3)为实现乙腈A与水B分离的萃取段,所述塔段四(4)为实现水B与萃取溶剂S分离的提馏段;

所述塔段六(6)与塔段四(4)之间以气液双向传递的热耦合物流(13)的形式连接;

所述塔段六(6)的底端通过管道十五(15)与塔釜再沸器(9)相连并获得萃取溶剂S,所述塔釜再沸器(9)通过管道十六与所述塔段六(6)相连通并提供气相;

所述塔段一(1)顶部设置进料口,进料口用于加入所述低浓度乙腈溶液进料;所述塔段一(1)的底部设置物料进出口,所述物料进出口处设置有液相收集板(14);所述物料进出口通过管道十七(17)与中间再沸器(8)连接并获得水B;所述塔段一(1)的顶部与塔段三(3)的底端之间连接有用于传输乙腈水最小共沸物Az. AB的管道十八(18);

所述塔段二(2)底部设置有萃取溶剂S加入口,所述管道十五(15)与所述塔段二(2)上的萃取溶剂S加入口相连通,所述塔段四(4)采出的液相BS通过气液双向传递的热耦合物流(13)进入所述塔段六(6),所述塔段四(4)所需要的气相通过气液双向传递的热耦合物流(13)由所述塔釜再沸器(9)提供;所述塔段二(2)的塔顶气相通过管道十九(19)进入所述中间再沸器(8),所述中间再沸器(8)还通过管道二十(20)与塔顶冷凝器(7)相连;所述塔顶冷凝器(7)还通过管道二十一(21)与所述塔段二(2)顶端相连,经所述塔顶冷凝器(7)冷凝得到高纯度的乙腈A产品;

所述热耦合构型节省能耗50%,降低30%的年化费用。

2. 根据权利要求1所述的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,其特征在于,所述管道十八(18)及管道十九(19)上分别设有压缩机(10)。

3. 根据权利要求1所述的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,其特征在于,所述萃取溶剂S包括乙二醇、二甘醇、乙二醇甲醚中的一种或几种。

4. 根据权利要求1所述的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,其特征在于,所述塔段一(1)理论塔板数为5-15块;所述塔段二(2)理论塔板数为3-8块;所述塔段三(3)理论塔板数为25-50块;所述塔段四(4)理论塔板数为3-8块;所述塔段五(5)理论塔板数为5-20块;所述塔段六(6)理论塔板数为5-15块。

5. 根据权利要求1所述的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,其特征在于,所述低浓度乙腈溶液进料中,含乙腈的摩尔分数不大于40 mol%。

6. 根据权利要求1~5任意一项所述的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置的控制方法,其特征在于,包括以下内容:

(1) 压力控制器PC:集成塔(11)塔顶压力通过调节压缩机(10)功率控制,萃取精馏塔(12)塔顶压力通过调节塔顶冷凝器(7)负荷控制;

(2) 液位控制器LC:所述萃取精馏塔(12)塔釜液位通过调节气液双向传递的热耦合物流(13)液相控制阀开度控制,所述萃取精馏塔(12)的塔顶回流罐上设置有萃取精馏塔塔顶

回流罐液位控制器,所述集成塔(11)塔釜液位通过调节补充溶剂流量控制,中间再沸器(8)处液相收集板(14)液位设置流量控制器,通过调节采出水阀门开度控制;所述液位控制器LC均由流量控制阀作为控制执行器;所述补充溶剂为补充萃取溶剂S;

(3) 流量控制器FC:低浓度乙腈溶液进料的流量通过调节进料控制阀开度控制;

(4) 温度控制器TC与比例控制器:所述热耦合构型设置有萃取精馏塔塔顶压缩机负荷与进料量比例控制器W/F,所述塔段一(1)内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC1,通过调节W/F来控制灵敏板温度;

所述热耦合构型设置有集成塔侧线采出量与进料量比例控制器FS/F,所述塔段五(5)内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC2,通过调节FS/F来控制TC2;

所述热耦合构型设置有塔釜再沸器负荷与进料量比例控制器QR1/F,所述塔段六(6)内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC3,通过调节QR1/F来控制TC3;

所述萃取精馏塔(12)塔顶设置有回流比比比例控制器RR2,所述塔段三(3)内设置有塔段三温度控制器,所述塔段三温度控制器TC4用于控制该段温度灵敏板,通过调节RR2来控制TC4;

所述塔顶冷凝器(7)上设置有冷凝器温度控制器TC5,所述管道十五(15)上设置有循环萃取溶剂温度控制器TC6,所述TC5和TC6分别用冷却水流量来控制。

7. 根据权利要求6所述的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置的控制方法,其特征在于,所述温度灵敏板为温度变化最敏感的塔板。

8. 一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,其特征在于,包括隔板塔构型;隔板塔构型包括:萃取精馏隔板塔(102),所述萃取精馏隔板塔(102)的最上端为塔段二(2),所述塔段二(2)为用于分离乙腈A与萃取溶剂S的全塔精馏段,所述塔段二(2)的顶部和底部分别设有回流进口和萃取剂进口,所述回流进口连接用于为全塔提供液相回流的塔顶冷凝器(7),同时,所述塔段二(2)顶部气相经压缩机(10)连接中间再沸器(8),压缩机(10)为萃取精馏隔板塔(102)提供部分上升气相,中间再沸器(8)出口连接塔顶冷凝器(7);

位于所述塔段二(2)下方的塔段三(3)为溶剂萃取段,萃取溶剂S由塔段三(3)顶部进入,与自塔段一(1)和塔段四(4)进入的乙腈水最小共沸物Az.AB发生夹带作用,打破其共沸体系,使得组分能够分离;

在萃取精馏隔板塔(102)内、塔段三(3)下方中部沿塔高方向安装有固定隔板(101),固定隔板(101)将用于预浓缩低浓度乙腈溶液进料的塔段一(1)、用于萃取溶剂回收精馏的塔段五(5)与用于萃取溶剂提馏的塔段四(4)隔开;

固定隔板(101)下部与位于塔釜的、用于萃取溶剂公共提馏的塔段六(6)相连通,塔釜下降液相进入塔釜再沸器(9),塔釜再沸器(9)为全塔提供部分上升气相;

所述塔段六(6)的底端通过管道十五(15)与塔釜再沸器(9)相连并获得萃取溶剂S;

固定隔板(101)上部一侧与萃取精馏隔板塔(102)塔壁之间封闭,即塔段一(1)顶部与塔段三(3)底部与萃取精馏隔板塔(102)塔壁之间封闭并形成封闭区域,封闭区域内设置升气机构,不安装降液管,只允许气相上升而不允许液相下流;

在塔段一(1)的顶部隔板处设置进料口,同时在塔段一(1)底部设置物料进出口,通过

物料进出口与中间再沸器(8)连接;

在塔段三(3)的底部设置有液相收集板(14),液相收集板(14)承接塔段三(3)之上流下的液相并将其通过管道一零三(103)全部泵入塔段四(4);

位于固定隔板(101)两侧的塔段一(1)与塔段四(4)内的向上流动的气相全部进入塔段三(3);

降低30%的年化费用。

9.根据权利要求8所述的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,其特征在于,所述萃取溶剂S包括乙二醇、二甘醇、乙二醇甲醚中的一种或几种;所述塔段一(1)理论塔板数为5-15块;所述塔段二(2)理论塔板数为3-8块;所述塔段三(3)理论塔板数为25-50块;所述塔段四(4)理论塔板数为3-8块;所述塔段五(5)理论塔板数为5-20块;所述塔段六(6)理论塔板数为5-15块。

10.根据权利要求8或9所述的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置的控制方法,其特征在于,包括以下内容:

(1)压力控制器PC:萃取精馏隔板塔(102)塔顶压力通过调节塔顶冷凝器(7)负荷控制;

(2)液位控制器LC:所述萃取精馏隔板塔(102)塔顶回流罐液位通过调节乙腈产品采出量控制,所述萃取精馏隔板塔(102)塔釜液位通过调节补充溶剂流量控制,所述补充溶剂为补充萃取溶剂S;中间再沸器(8)处液相收集板(14)液位通过调节采出水阀门开度控制;所述液位控制器LC均由流量控制阀作为控制执行器;

(3)流量控制器FC:低浓度乙腈溶液进料的流量通过调节进料控制阀开度控制;

(4)温度控制器TC与比例控制器:通过调节萃取精馏隔板塔塔顶压缩机负荷与进料量比例控制器W/F来控制塔段一(1)内温度灵敏板温度,构成温度控制器TC1;通过调节萃取精馏隔板塔塔釜再沸器(9)负荷来控制塔段六(6)内温度灵敏板温度,构成温度控制器TC2,通过调节萃取精馏隔板塔塔顶的回流比例控制器RR来控制塔段四(4)内温度灵敏板温度,构成温度控制器TC3,所述塔顶冷凝器(7)上设置有冷凝器温度控制器TC4,所述管道十五(15)上设置有循环萃取溶剂温度控制器TC5,所述TC4和TC5分别用冷却水流量来控制。

一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置及控制方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种从低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置及控制方法,属于化工分离技术领域。

背景技术

[0002] 乙腈(Acetonitrile, ACN)是一种重要的有机溶剂及化工原料。作为有机溶剂,乙腈被广泛用于萃取提纯丁二烯和脂肪酸。作为化工原料,由于其较低的粘度,乙腈常被用作液相色谱的流动相;乙腈也常被用于医药工业合成中间体。在各类不同应用场景中,往往产生大量的低浓度乙腈污水。由于乙腈价格高、毒性大,这些产生的污水不宜直接排放或在生化污水处理厂中处理。通常的做法是现场回收乙腈,使其能够重复利用,同时使污水达到排放标准。随着精细化工的不断发展,工业上对乙腈产品的纯度,特别是含水量提出了更高的要求。

[0003] 常压下,乙腈与水在76.7 °C形成摩尔组分分别为67.3 mol%和32.7 mol%的最小沸点共沸物,因此无法通过普通精馏的方法得到高纯度乙腈。目前工业上主要采用变压精馏、非均相共沸精馏或萃取精馏等特殊精馏技术进行处理。除了精馏技术外,也可以采用盐析方法、脱水剂脱水法等方法。专利号为CN207545867U的中国专利公开了一种用于碳四馏分中抽提丁二烯工艺中的乙腈回收装置,该装置的特点是采用高低压塔变压精馏连续操作回收乙腈溶液中的乙腈。专利号为CN102040542A的中国专利公开了一种利用隔板塔共沸精馏从污水中回收乙腈的工艺,该工艺通过二氯甲烷作为共沸剂实现非均相共沸精馏回收乙腈。专利号为CN205635427U的中国专利公开了一种乙腈连续负压蒸馏萃取装置,该装置采用乙二醇作为萃取剂对低浓度乙腈溶液进行萃取精馏,该装置可以得到高浓度乙腈产品。目前,萃取精馏回收乙腈仍是工业中最广泛采用的方法,面临着整体流程较为繁琐且能耗较高的缺陷。

发明内容

[0004] 本发明针对生产过程中低浓度乙腈溶剂脱水分离工艺流程复杂且能耗高等问题,提出一种节能且设备较少的萃取精馏装置及相应控制方法。该装置包括热耦合和隔板塔两种构型。热耦合构型通过集成常规工艺中预浓缩塔与溶剂回收塔,形成一包含预浓缩和溶剂回收功能的集成塔;并将集成塔与萃取精馏塔以气液双向传递的热耦合物流的形式结合起来。隔板塔构型则进一步将集成塔与萃取精馏塔集成到一个塔器中。相比常规流程,本发明提出的萃取精馏装置减少了塔器设备数量,具有占地面积小的特点。同时利用热泵技术将装置中的余热进行升温提质,显著降低整体工艺能耗。同时,本发明针对该装置提出了一种可行的控制方法,该控制方法基于比例积分微分(PID)反馈控制器,可以克服工业上常见的进料流量和浓度扰动。本发明提出的装置具有操作稳定、简单,所回收乙腈收率纯度高等特点,符合工业发展要求。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为:

[0006] 本发明公开了一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,包括热耦合构型;热耦合构型包括集成塔和萃取精馏塔;

[0007] 所述集成塔从上到下依次包括塔段一、塔段五和塔段六;

[0008] 所述塔段一为浓缩低浓度乙腈溶液进料的预浓缩段;塔段五和塔段六分别为实现水B与萃取溶剂S分离的萃取溶剂回收精馏段和提馏段;

[0009] 所述萃取精馏塔从上到下依次包括塔段二、塔段三和塔段四;

[0010] 所述塔段二为实现乙腈A与萃取溶剂S的分离的精馏段,所述塔段三为实现乙腈A与水B分离的萃取段,所述塔段四为实现水B与萃取溶剂S分离的提馏段;

[0011] 所述塔段六与塔段四之间以气液双向传递的热耦合物流的形式连接;

[0012] 所述塔段六的底端通过管道十五与塔釜再沸器相连并获得萃取溶剂S,所述塔釜再沸器通过管道十六与所述塔段六相连通并提供气相;

[0013] 所述塔段一顶部设置进料口,进料口用于加入所述低浓度乙腈溶液进料;所述塔段一的底部设置物料进出口,所述物料进出口处设置有液相收集板;所述物料进出口通过管道十七与中间再沸器连接并获得水B;所述塔段一的顶部与塔段三的底端之间连接有用于传输乙腈水最小共沸物Az. AB的管道十八;

[0014] 所述塔段二底部设置有萃取溶剂S加入口,所述管道十五与所述塔段二上的萃取溶剂S加入口相连通,所述塔段四采出的液相BS通过气液双向传递的热耦合物流进入所述塔段六,所述塔段四所需要的气相通过气液双向传递的热耦合物流由所述塔釜再沸器提供;所述塔段二的塔顶气相通过管道十九进入所述中间再沸器,所述中间再沸器还通过管道二十与塔顶冷凝器相连;所述塔顶冷凝器还通过管道二十一与所述塔段二顶端相连,经所述塔顶冷凝器冷凝得到高纯度的乙腈A产品。

[0015] 所述管道十八及管道十九上分别设有压缩机。

[0016] 所述萃取溶剂S包括乙二醇、二甘醇、乙二醇甲醚中的一种或几种。

[0017] 所述塔段一理论塔板数为5-15块;所述塔段二理论塔板数为3-8块;所述塔段三理论塔板数为25-50块;所述塔段四理论塔板数为3-8块;所述塔段五理论塔板数为5-20块;所述塔段六理论塔板数为5-15块。

[0018] 所述低浓度乙腈溶液进料中,含乙腈的摩尔分数不大于40 mol%。

[0019] 一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置的控制方法,包括以下内容:

[0020] (1) 压力控制器PC:集成塔塔顶压力通过调节压缩机功率控制,萃取精馏塔塔顶压力通过调节塔顶冷凝器负荷控制;

[0021] (2) 液位控制器LC:所述萃取精馏塔塔釜液位通过调节气液双向传递的热耦合物流液相控制阀开度控制,所述萃取精馏塔的塔顶回流罐上设置有萃取精馏塔塔顶回流罐液位控制器,所述集成塔塔釜液位通过调节补充溶剂流量控制,中间再沸器处液体收集板液位设置流量控制器,通过调节采出水阀门开度控制;所述液位控制器LC均由流量控制阀作为控制执行器;所述补充溶剂为补充萃取溶剂S;

[0022] (3) 流量控制器FC:低浓度乙腈溶液进料的流量通过调节进料控制阀开度控制;

[0023] (4) 温度控制器TC与比例控制器:所述热耦合构型设置有萃取精馏塔塔顶压缩机负荷与进料量比例控制器W/F,所述塔段一内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC1,通过调节W/F来控制灵敏板温度;

[0024] 所述热耦合构型设置有集成塔侧线采出量与进料量比例控制器FS/F,所述塔段五内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC2,通过调节FS/F来控制TC2;

[0025] 所述热耦合构型设置有塔釜再沸器负荷与进料量比例控制器QR1/F,所述塔段六内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC3,通过调节QR1/F来控制TC3;

[0026] 所述萃取精馏塔(12)塔顶设置有回流比比比例控制器RR2,所述塔段三内设置有塔段三温度控制器,所述塔段三温度控制器TC4用于控制该段温度灵敏板,通过调节RR2来控制TC4;

[0027] 所述塔顶冷凝器上设置有冷凝器温度控制器TC5,所述管道十五上设置有循环萃取溶剂温度控制器TC6,所述TC5和TC6分别用冷却水流量来控制。

[0028] 所述温度灵敏板为温度变化最敏感的塔板。

[0029] 本发明还公开了另外一种结构的一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,包括隔板塔构型;隔板塔构型包括萃取精馏隔板塔,所述萃取精馏隔板塔的最上端为塔段二,所述塔段二为用于分离乙腈A与萃取溶剂S的全塔精馏段,所述塔段二的顶部和底部分别设有回流进口和萃取剂进口,所述回流进口连接用于为全塔提供液相回流的塔顶冷凝器,同时,所述塔段二顶部气相经压缩机连接中间再沸器,压缩机为萃取精馏隔板塔提供部分上升气相,中间再沸器出口连接塔顶冷凝器;

[0030] 位于所述塔段二下方的塔段三为溶剂萃取段,萃取溶剂S由塔段三顶部进入,与自塔段一和塔段四进入的乙腈水最小共沸物Az.AB发生夹带作用,打破其共沸体系,使得组分能够分离;

[0031] 在萃取精馏隔板塔内、塔段三下方中部沿塔高方向安装有固定隔板,固定隔板将用于预浓缩低浓度乙腈溶液进料的塔段一、用于萃取溶剂回收精馏的塔段五与用于萃取溶剂提馏的塔段四隔开;

[0032] 固定隔板下部与位于塔釜的、用于萃取溶剂公共提馏的塔段六相连通,塔釜下降液相进入塔釜再沸器,塔釜再沸器为全塔提供部分上升气相;

[0033] 所述塔段六的底端通过管道十五与塔釜再沸器相连并获得萃取溶剂S;

[0034] 固定隔板上部一侧与萃取精馏隔板塔塔壁之间封闭,即塔段一顶部与塔段三底部与萃取精馏隔板塔塔壁之间封闭并形成封闭区域,封闭区域内设置升气机构,不安装降液管,只允许气相上升而不允许液相下流;

[0035] 在塔段一的顶部隔板处设置进料口,同时在塔段一底部设置物料进出口,通过物料进出口与中间再沸器连接;

[0036] 在塔段三的底部设置有液相收集板,液相收集板承接塔段三之上流下的液相并将其通过管道一零三全部泵入塔段四;

[0037] 位于固定隔板两侧的塔段一与塔段四内的向上流动的气相全部进入塔段三。

[0038] 所述萃取溶剂S包括乙二醇、二甘醇、乙二醇甲醚中的一种或几种。

[0039] 所述塔段一理论塔板数为5-15块;所述塔段二理论塔板数为3-8块;所述塔段三理论塔板数为25-50块;所述塔段四理论塔板数为3-8块;所述塔段五理论塔板数为5-20块;所述塔段六理论塔板数为5-15块。

[0040] 所述低浓度乙腈溶液进料中,含乙腈的摩尔分数不大于40 mol%。

[0041] 一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置的控制方法,包括以下内容:

[0042] (1) 压力控制器PC:萃取精馏隔板塔塔顶压力通过调节塔顶冷凝器负荷控制;

[0043] (2) 液位控制器LC:所述萃取精馏隔板塔塔顶回流罐液位通过调节乙腈产品采出量控制,所述萃取精馏隔板塔塔釜液位通过调节补充溶剂流量控制,所述补充溶剂为补充萃取溶剂S;中间再沸器处液相收集板液位通过调节采出水阀门开度控制;所述液位控制器LC均由流量控制阀作为控制执行器;

[0044] (3) 流量控制器FC:低浓度乙腈溶液进料的流量通过调节进料控制阀开度控制;

[0045] (4) 温度控制器TC与比例控制器:通过调节萃取精馏隔板塔塔顶压缩机负荷与进料量比例控制器W/F来控制塔段一内温度灵敏板温度,构成温度控制器TC1;通过调节萃取精馏隔板塔塔釜再沸器负荷来控制塔段六内温度灵敏板温度,构成温度控制器TC2,通过调节萃取精馏隔板塔塔顶的回流比例控制器RR来控制塔段四内温度灵敏板温度,构成温度控制器TC3,所述塔顶冷凝器上设置有冷凝器温度控制器TC4,所述管道十五上设置有循环萃取溶剂温度控制器TC5,所述TC4和TC5分别用冷却水流量来控制。

[0046] 本发明所达到的有益效果:

[0047] 与常规预浓缩塔、萃取精馏塔和溶剂回收塔组成的三塔结构,本发明提供了一种更加节能的萃取精馏装置,即将预浓缩、萃取精馏和溶剂回收三塔集成为两塔或单塔,配合中间再沸器和压缩机的使用最大限度地实现热集成,节约能耗。由于本发明提出的装置对常规流程进行了大幅度的集成,导致控制自由度减少,因此提供了合理的控制解决方案。通过本发明提出的分离方案,可以使得乙腈和水的产品质量达到99.99 mol%,收率可达99.96%,且萃取剂可以循环再生利用。在相同的分离要求下,采用本发明提供的方案,可以节省能耗约50%,且可以降低约30%的年化费用。同时面临±20%流量及浓度扰动时,产品质量依然可以达标。

附图说明

[0048] 图1为本发明中热耦合构型的结构简图;

[0049] 图2为本发明中热耦合构型的结构示意图;

[0050] 图3为本发明中隔板塔构型的结构示意图;

[0051] 图4为现有技术中常规三塔萃取精馏装置图;

[0052] 图5为本发明中热耦合构型的控制方法图;

[0053] 图6为本发明中隔板塔构型的控制方法图;

[0054] 图7为本发明提出的控制方法相应的动态响应图。

具体实施方式

[0055] 下面结合附图以及具体实施方式对本发明一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置及控制方法作进一步详细说明。

[0056] 实施例1

[0057] 如图1~图2所示,一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,以热耦合构型为例,主要包括集成塔11和萃取精馏塔12;所述集成塔11从上到下依次包括塔段一1、塔段五5

和塔段六6,集成了预浓缩和溶剂回收功能。集成塔塔段一1为预浓缩段,该段的功能是浓缩低浓度乙腈溶液进料。塔段五5和塔段六6分别为萃取溶剂回收精馏段和提馏段,其功能是实现水与萃取溶剂的分离。由于集成塔11与萃取精馏塔之间以气液双向传递的热耦合物流13的形式连接,塔釜再沸器9为整个装置提供向上运动的气相物流。萃取精馏塔12与常规流程一致,从上到下依次包括塔段二2、塔段三3和塔段四4;所述塔段二2为实现乙腈A与萃取溶剂S的分离的精馏段,所述塔段三3为实现乙腈A与水B分离的萃取段,所述塔段四4为实现水B与萃取溶剂S分离的提馏段;以上各精馏塔段可以为板式塔、填料塔或两者的任意组合。

[0058] 所述塔段一1顶部设置进料口,进料口用于加入所述低浓度乙腈溶液进料;所述塔段一1的底部设置物料进出口,所述物料进出口处设置有液相收集板14;所述物料进出口通过管道十七17与中间再沸器8连接并获得水B;所述塔段一1的顶部与塔段二2的顶端之间连接有用于传输乙腈水最小共沸物Az. AB的管道十八18;

[0059] 所述塔段二2底部设置有萃取溶剂S加入口,所述管道十五15与所述塔段二2上的萃取溶剂S加入口相连通,所述塔段四4采出的液相BS通过管道十三13进入所述塔段六6,所述塔段四4所需要的气相通过管道十三13由塔釜再沸器9提供;所述塔段二2的塔顶气相通过管道十九19进入所述中间再沸器8,所述中间再沸器8还通过管道二十20与塔顶冷凝器7相连;所述塔顶冷凝器7还通过管道二十一21与所述塔段二2顶端相连,经所述塔顶冷凝器7冷凝得到高纯度的乙腈A产品。

[0060] 如图5所示,针对本实施例提出的萃取精馏装置热耦合构型,一种可行的控制方法主要包括以下控制器:

[0061] (1) 压力控制器PC:集成塔与萃取精馏塔塔顶压力控制器;

[0062] (2) 液位控制器LC:萃取精馏塔塔釜液位控制器、萃取精馏塔塔顶回流罐液位控制器、集成塔塔釜液位控制器、集成塔中间再沸器处液体收集板液位控制器;

[0063] (3) 流量控制器FC:主要包括集成塔低浓度乙腈溶液进料流量控制器,其余的流量控制器往往与其他控制器呈串联用;

[0064] (4) 温度控制器TC:集成塔预浓缩塔段(即塔段一1)温度控制TC1、集成塔萃取溶剂回收塔段(即塔段六6)温度控制TC2、萃取精馏塔溶剂萃取段(即塔段三3)温度控制TC3、萃取精馏塔塔顶附属冷凝器温度控制TC4、循环萃取溶剂温度控制TC5;

[0065] (5) 比例控制器:萃取精馏塔塔顶压缩机负荷与进料量比例控制器W/F、萃取精馏塔进料量与循环萃取剂溶剂量比例控制器So1/F、集成塔塔釜再沸器负荷与进料量比例控制器QR1/F、萃取精馏塔塔底气相流量与集成塔塔釜再沸器负荷比例控制器V/QR1、萃取精馏塔塔顶回流比比比例控制器RR2。

[0066] 上述控制器的控制行为如下:

[0067] (1) 压力控制器PC:集成塔11塔顶压力通过调节压缩机10功率控制,萃取精馏塔12塔顶压力通过调节塔顶冷凝器7负荷控制;

[0068] (2) 液位控制器LC:所述萃取精馏塔塔釜液位通过调节气液双向传递的热耦合物流13控制阀开度控制,所述萃取精馏塔12的塔顶回流罐上设置有萃取精馏塔塔顶回流罐液位控制器,所述集成塔塔釜液位通过调节补充溶剂流量控制,集成塔中间再沸器处液相收集板液位设置流量控制器,通过调节采出水阀门开度控制;所述液位控制器LC均由流量控制阀作为控制执行器;

[0069] (3) 流量控制器FC:低浓度乙腈溶液进料的流量通过调节进料控制阀开度控制;

[0070] (4) 温度控制器TC与比例控制器:所述热耦合构型设置有萃取精馏塔塔顶压缩机负荷与进料量比例控制器W/F,所述塔段一1内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC1,通过调节W/F来控制灵敏板温度;所述热耦合构型设置有集成塔侧线采出量与进料量比例控制器FS/F,所述塔段五5内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC2,通过调节FS/F来控制TC2;所述热耦合构型设置有塔釜再沸器负荷与进料量比例控制器QR1/F,所述塔段六6内的温度灵敏板上设置有热电偶及温度变送器,将信号传递给温度控制器TC3,通过调节QR1/F来控制TC3;所述萃取精馏塔12塔顶设置有回流比比比例控制器RR2,所述塔段三3内设置有塔段三温度控制器,所述塔段三温度控制器用于控制该段温度灵敏板,通过调节RR2来控制TC4;所述塔顶冷凝器7上设置有冷凝器温度控制器TC5,所述管道十五15上设置有循环萃取溶剂温度控制器TC6,所述TC5和TC6分别用冷却水流量来控制。

[0071] 本实施例以热耦合型装置为例。本实施例中原料组成20 mol%/80 mol%乙腈/水溶液,处理量为500 kmol/hr。以乙二醇作为萃取溶剂。以常规三塔流程为基准,与本发明提出的热耦合型萃取精馏装置作对比。图4所示为常规预浓缩塔、萃取精馏塔、溶剂回收塔三塔流程,图1和图2所示为本发明提出的热耦合型装置,包括集成塔和萃取精馏塔。参与对比的装置都经过优化。

[0072] 常规三塔流程中,预浓缩塔的操作参数为:操作压力0.456 bar,理论板数为9,低浓度乙腈溶液进口位于第2块塔板。该塔回流比为0.018,塔顶温度为55.78 °C,塔釜温度为81.57 °C。质量达标的纯水产品从该塔塔釜得到。乙腈与水形成的最小共沸物经冷凝器冷凝后进入回流罐,部分产品进入预浓缩塔上部进行回流,另一部分采出进入后续萃取精馏塔。

[0073] 萃取精馏塔操作参数为:操作压力0.442 bar,理论板数为42,乙腈和水的混合溶液进入第34块理论板,乙二醇萃取溶剂进入第4块理论板。该塔回流比为0.696,塔顶温度为57.11°C,塔釜温度为123.30°C。质量达标的乙腈产品从塔顶得到,塔釜得到水与乙二醇溶剂的混合溶液,该混合溶液在后续溶剂回收塔内得到分离。

[0074] 溶剂回收塔操作参数为:操作压力0.230 bar,理论板数为16,乙二醇和水混合溶液进入第8块理论板。该塔回流比为0.137,塔顶温度为63.73°C,塔釜温度为162.85°C。该塔塔顶得到纯水产品,塔釜得到提纯的乙二醇萃取溶剂。乙二醇溶剂经冷却后进入前序萃取精馏塔进行重复利用。

[0075] 经过常规三塔萃取精馏,可以分离得到乙腈产品纯度大于等于99.99 mol%,乙腈产品收率大于等于99.96%,水的纯度大于等于99.99 mol%,循环萃取溶剂乙二醇的纯度大于等于99.999 mol%。该常规三塔萃取精馏装置冷却水总耗量为4079 kW,低压蒸汽总耗量为3456 kW,中压蒸汽总耗量为781 kW,总年化费用约900万人民币。

[0076] 本发明提出的热耦合型萃取精馏装置中,集成塔的操作参数为:操作压力0.304 bar,理论板数为27,低浓度乙腈溶液从第1块理论板进入塔内,第8块理论板处设置一中间再沸器,同时设置采出口采出纯水产品。热耦合物流设置在该塔第19块板,通过气液相交换的形式将集成塔和萃取精馏塔耦合在一起。集成塔塔釜采出达标的乙二醇萃取溶剂。

[0077] 本实施例提出的热耦合型萃取精馏装置中,萃取精馏塔的操作参数为:操作压力

为0.402 bar,理论板数为45。循环萃取溶剂从第5块理论板进入,塔釜处设立有与集成塔相耦合的连接物流。

[0078] 经过本实施例提出的萃取精馏装置的处理,得到的乙腈产品纯度大于等于99.99 mol%,乙腈产品收率大于等于99.96%,水的纯度也大于等于99.99 mol%,循环乙二醇萃取溶剂纯度大于等于99.999 mol%。本发明提出的萃取精馏装置冷却水总耗量为1463 kW,高压蒸汽总耗量为1263 kW,总年化费用约为700万人民币。与常规三塔装置相比,本发明提出的装置可以节省用能成本约50 %,减少年化费用约20 %。

[0079] 针对该案例,采用本发明提出的控制方法如图5所示,具体实施步骤如下:

[0080] 压力、液位等储量控制变量及比例控制器与前述相同,实施例关键在于温度控制灵敏板的选取。针对此实施例,温度控制器TC1选择控制集成塔第4板,温度控制器TC2控制集成塔第22板,温度控制器TC3控制萃取精馏塔第34板。图7所示为当进料流量及进料乙腈浓度在0.5小时时刻增加或减少20 %进料流量和浓度扰动时的动态响应情况。由图可知,所有的温度灵敏板温度及产品指标出现了小幅震荡,但都可以在3小时后达到稳定。稳定后产品指标可能会小幅偏离指定要求,这可以通过微调温度控制器的设定值来加以解决。总体而言,该控制方法可以很好的处理大扰动,具有较好的鲁棒性和稳定性。

[0081] 实施例2

[0082] 如图3所示,一种用于低浓度乙腈溶液脱水的萃取精馏装置,为隔板塔构型,该构型与图1所示的热耦合构型具有热力学等价性。该萃取精馏隔板塔102也可用于低浓度乙腈溶液脱水,其工艺原理与热耦合构型一致。两者主要区别在于塔器内部设计,具体包括萃取精馏隔板塔102、塔顶冷凝器7、中间再沸器8、塔釜再沸器9、压缩机10等。萃取精馏隔板塔102最上端塔段二2为全塔精馏段,其目的是分离乙腈与萃取剂,在该塔段二2的顶部和底部分别设有回流进口和萃取剂进口。其中回流进口连接塔顶冷凝器7,为全塔提供液相回流。同时塔段二2顶部气相经压缩机10连接中间再沸器8,为萃取精馏隔板塔102提供部分上升气相,中间再沸器8出口连接塔顶冷凝器7。塔段三3为溶剂萃取段,萃取溶剂S由塔段三3顶部进入,与自塔段一1和塔段四4进入的乙腈/(即乙腈水最小共沸物Az. AB)发生夹带作用,打破其共沸体系,使得组分能够分离。在萃取精馏隔板塔102内中下部沿塔高方向安装有固定隔板101,该固定隔板101将预浓缩塔段(即塔段一1)、萃取溶剂回收精馏段(即塔段五5)与萃取溶剂提馏段(即塔段四4)隔开。固定隔板101下部与塔釜萃取溶剂公共提馏段(即塔段六6)相连通,塔釜下降液相进入塔釜再沸器9,为全塔提供部分上升气相。固定隔板101上部一侧与萃取精馏隔板塔102塔壁之间封闭(即预浓缩塔段顶部与溶剂萃取塔段底部),该封闭区域内设置升气机构,不安装降液管,只允许气相上升而不允许液相下流。在预浓缩塔段(即塔段一1)的顶部隔板处设置进料口,同时在该段底部设置物料进出口,通过该物料进出口与中间再沸器8连接。在溶剂萃取段(即塔段三3)的底部设置有液相收集板14,该液相收集板14将承接塔段三3之上流下的液相,将其通过管道一零三103全部泵入溶剂提馏段(即塔段四4)。固定隔板101两侧塔段一1与塔段四4向上流动的气相,将全部进入塔段三3。

[0083] 如图6所示,针对本实施例提出的萃取精馏装置隔板塔构型,一种可行的控制方法主要包括以下控制器:

[0084] (1) 压力控制器PC:萃取精馏隔板塔压力控制器;

[0085] (2) 液位控制器LC:萃取精馏隔板塔塔釜液位控制器、萃取精馏隔板塔塔顶回流

罐液位控制器及萃取精馏隔板塔中间再沸器处液相收集板液位控制器；

[0086] (3) 流量控制器FC:主要包括萃取精馏隔板塔低浓度乙腈溶液进料流量控制器,其余的流量控制器往往与其他控制器呈串联联用;

[0087] (4) 温度控制器TC:萃取精馏隔板塔预浓缩塔段(即塔段一1)温度控制TC1、萃取精馏隔板塔萃取溶剂回收塔段(即塔段六6)温度控制TC2、萃取精馏隔板塔溶剂提馏段(即塔段四4)温度控制TC3、萃取精馏隔板塔塔顶冷凝器温度控制TC4、循环萃取溶剂温度控制TC5;

[0088] (5) 比例控制器:萃取精馏隔板塔塔顶压缩机负荷与进料量比例控制器W/F、萃取精馏隔板塔进料量与循环萃取剂溶剂量比例控制器Sol/F及萃取精馏隔板塔塔顶回流比比比例控制器RR。

[0089] 上述控制器的控制行为如下:

[0090] (1) 压力控制器PC:萃取精馏隔板塔102塔顶压力通过调节塔顶冷凝器7负荷控制;

[0091] (2) 液位控制器LC:所述萃取精馏隔板塔塔顶回流罐液位通过调节乙腈产品采出量控制,所述萃取精馏隔板塔塔釜液位通过调节补充溶剂流量控制,集成塔中间再沸器处液体收集板液位通过调节采出水阀门开度控制;所述液位控制器LC均由流量控制阀作为控制执行器;

[0092] (3) 流量控制器FC:低浓度乙腈溶液进料的流量通过调节进料控制阀开度控制;

[0093] (4) 温度控制器TC与比例控制器:通过调节W/F来控制塔段一1内温度灵敏板温度,构成温度控制器TC1;通过调节萃取精馏隔板塔塔底再沸器负荷来控制塔段六6内被控温度灵敏板(温度控制器TC2),通过调节RR来控制塔段四4内被控温度灵敏板(温度控制器TC3)。余下两个温度控制器TC4及TC5不必添加比例控制器,分别为用冷却水流量来控制。

[0094] 经过测试,该控制方法可以稳健的控制 $\pm 20\%$ 以内的进料流量扰动以及 $\pm 20\%$ 以内的进料组成扰动,增设扰动后乙腈和水的纯度仍可保持在99.9%以上。

[0095] 在此处所提供的说明书中,说明了大量具体细节。然而,能够理解,本发明的实施例可以在没有这些具体细节的情况下被实践。在一些实例中,并未详细示出公知的方法、结构和技术,以便不模糊对本说明书的理解。

[0096] 尽管根据有限数量的实施例描述了本发明,但是受益于上面的描述,本技术领域内的技术人员明白,在由此描述的本发明的范围内,可以设想其它实施例。此外,应当注意,本说明书中使用的语言主要是为了可读性和教导的目的而选择的,而不是为了解释或者限定本发明的主题而选择的。因此,在不偏离保护范围和精神的情况下,对于本技术领域的普通技术人员来说许多修改和变更都是显而易见的。对于本发明的范围,对本发明所做的公开是说明性的,而非限制性的。

[0097] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出:对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

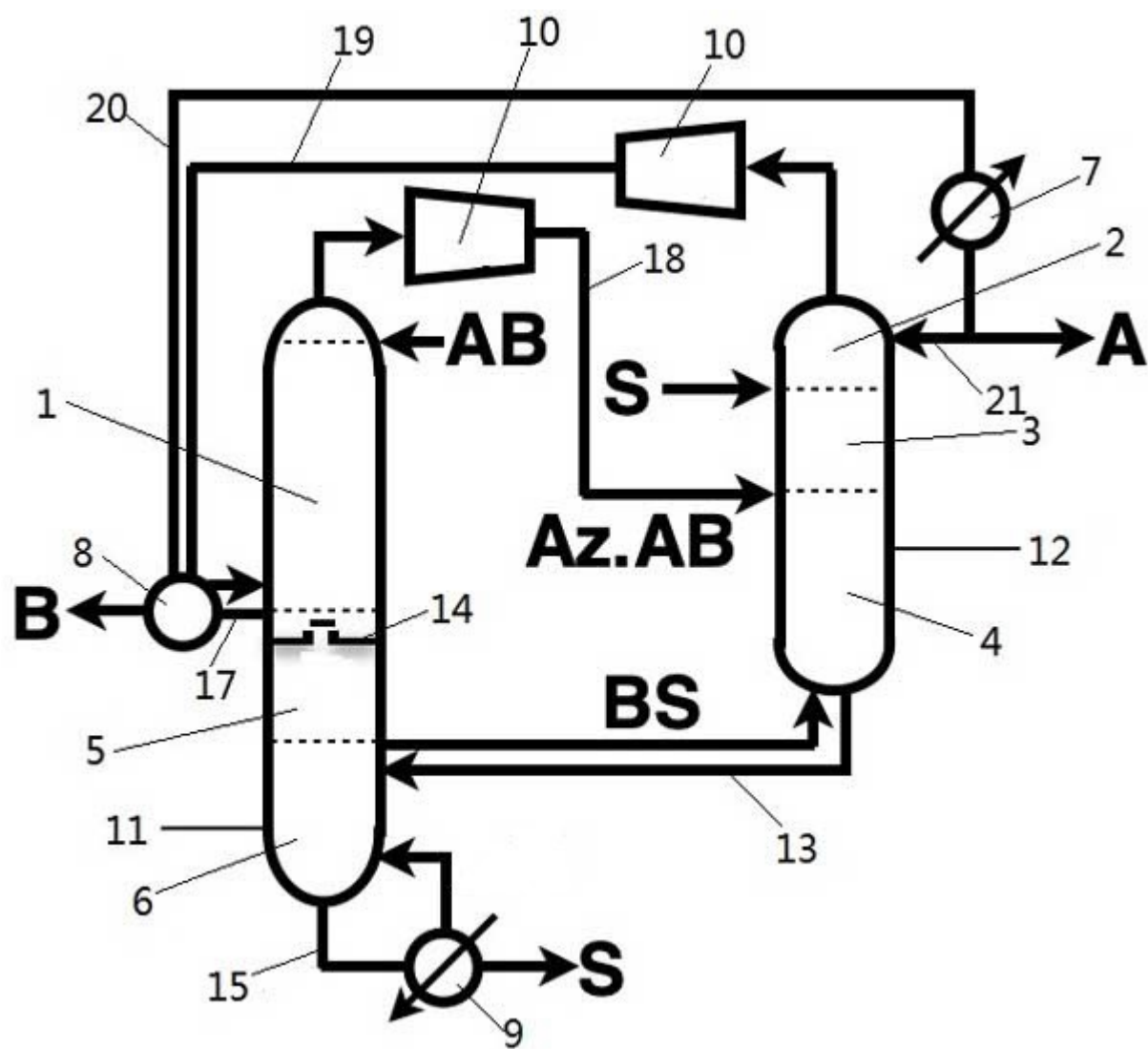


图1

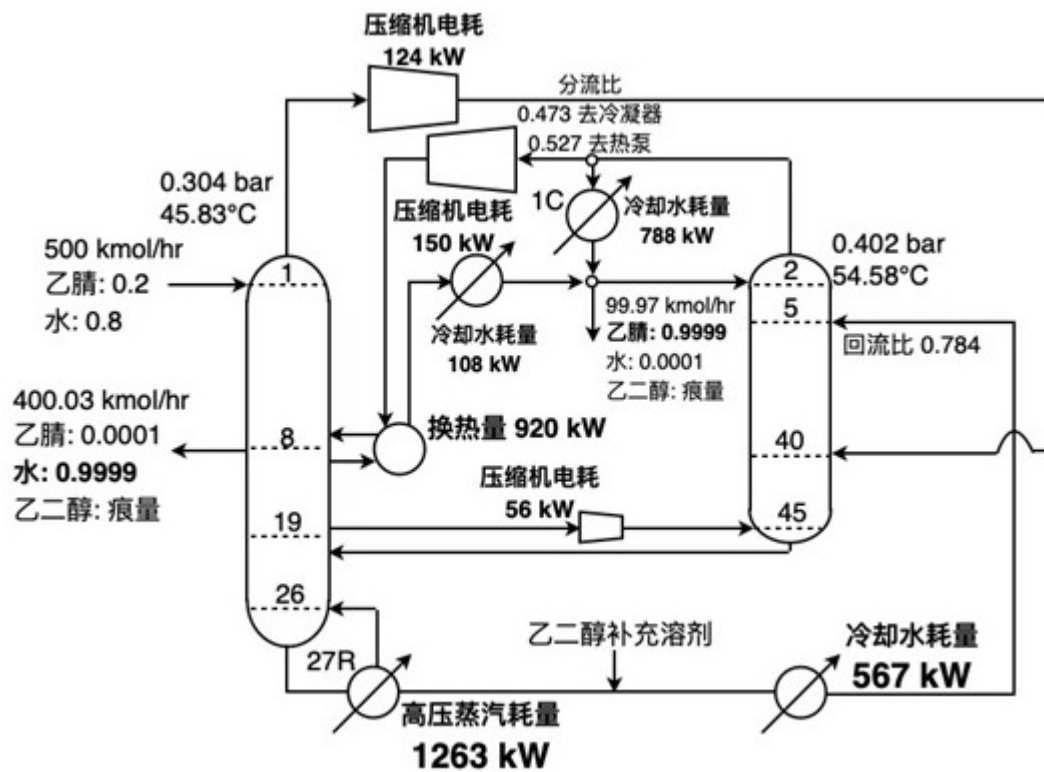


图2

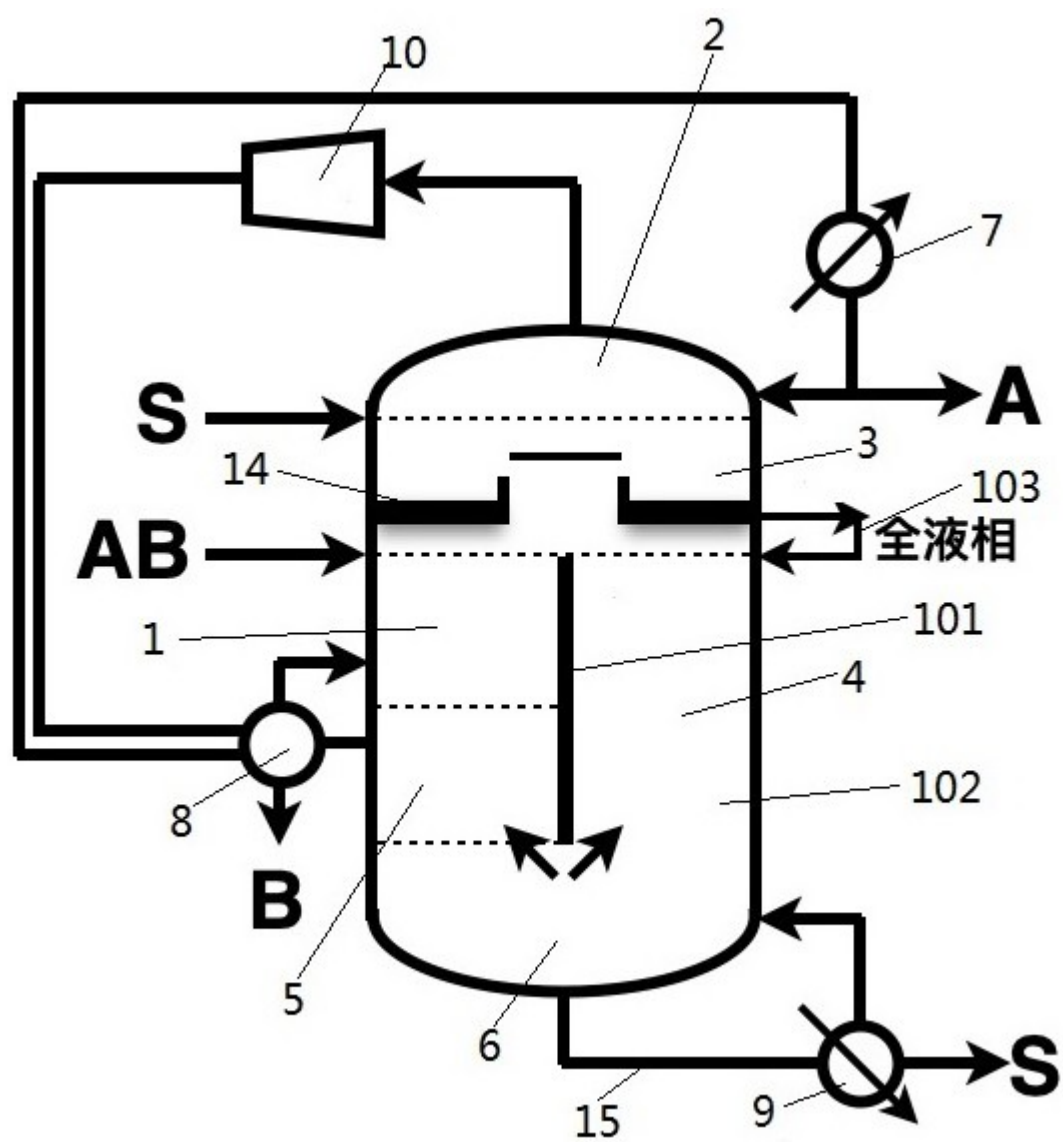


图3

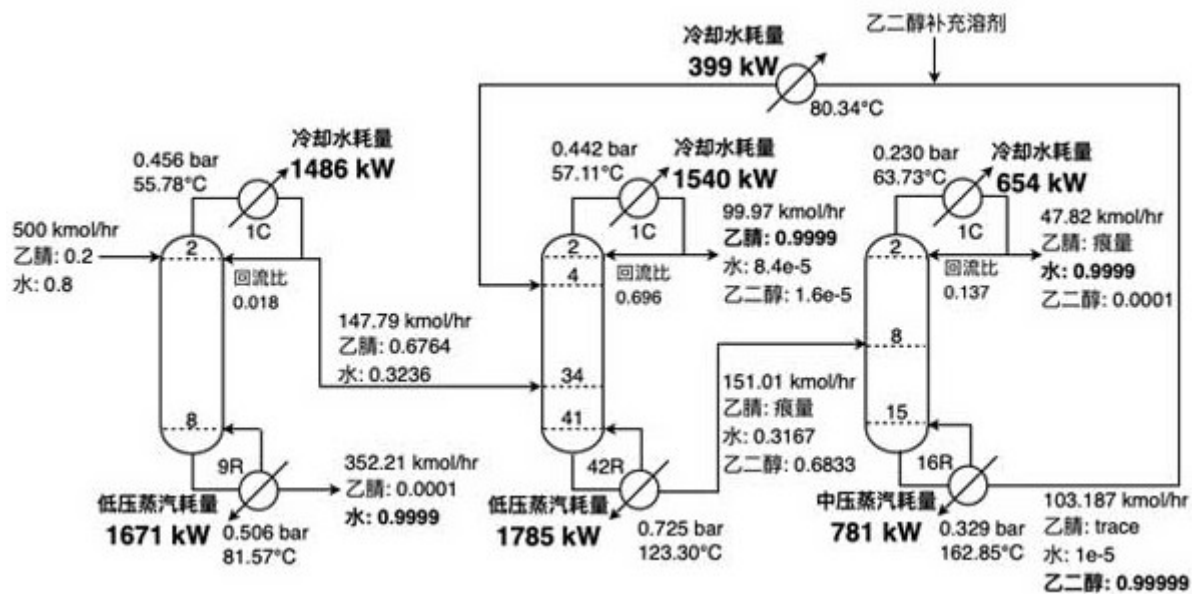


图4

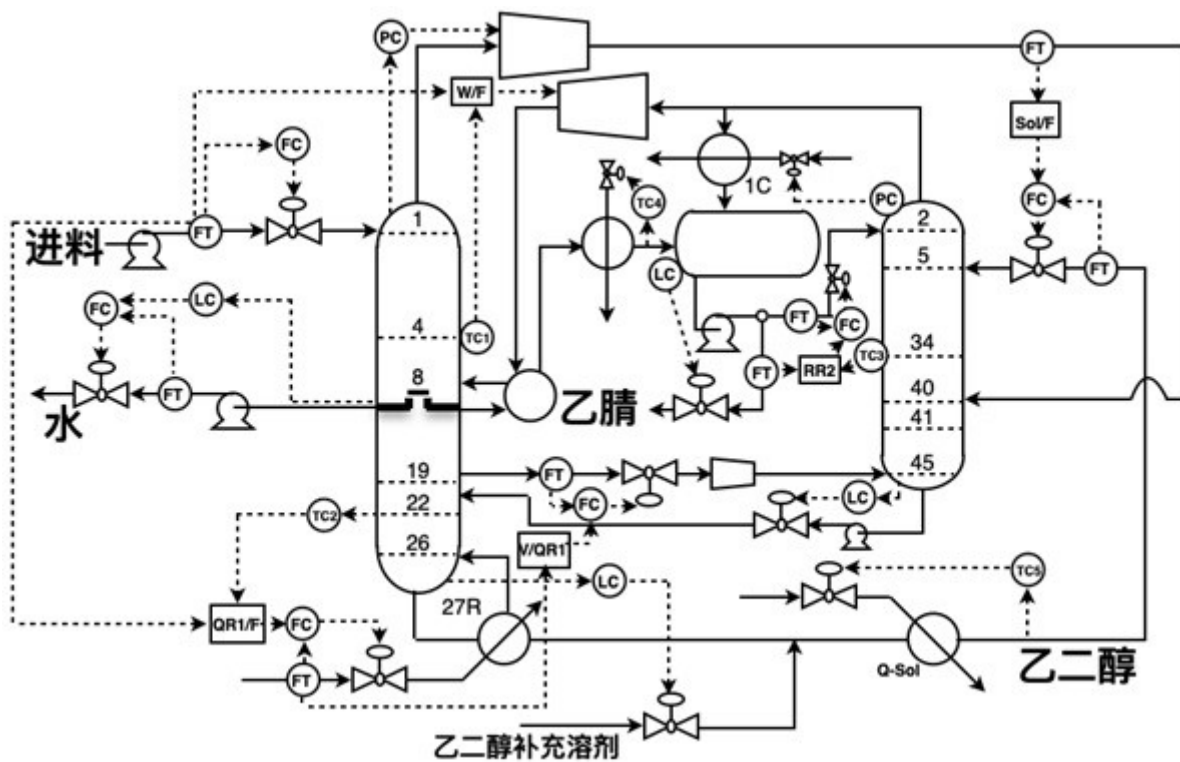


图5

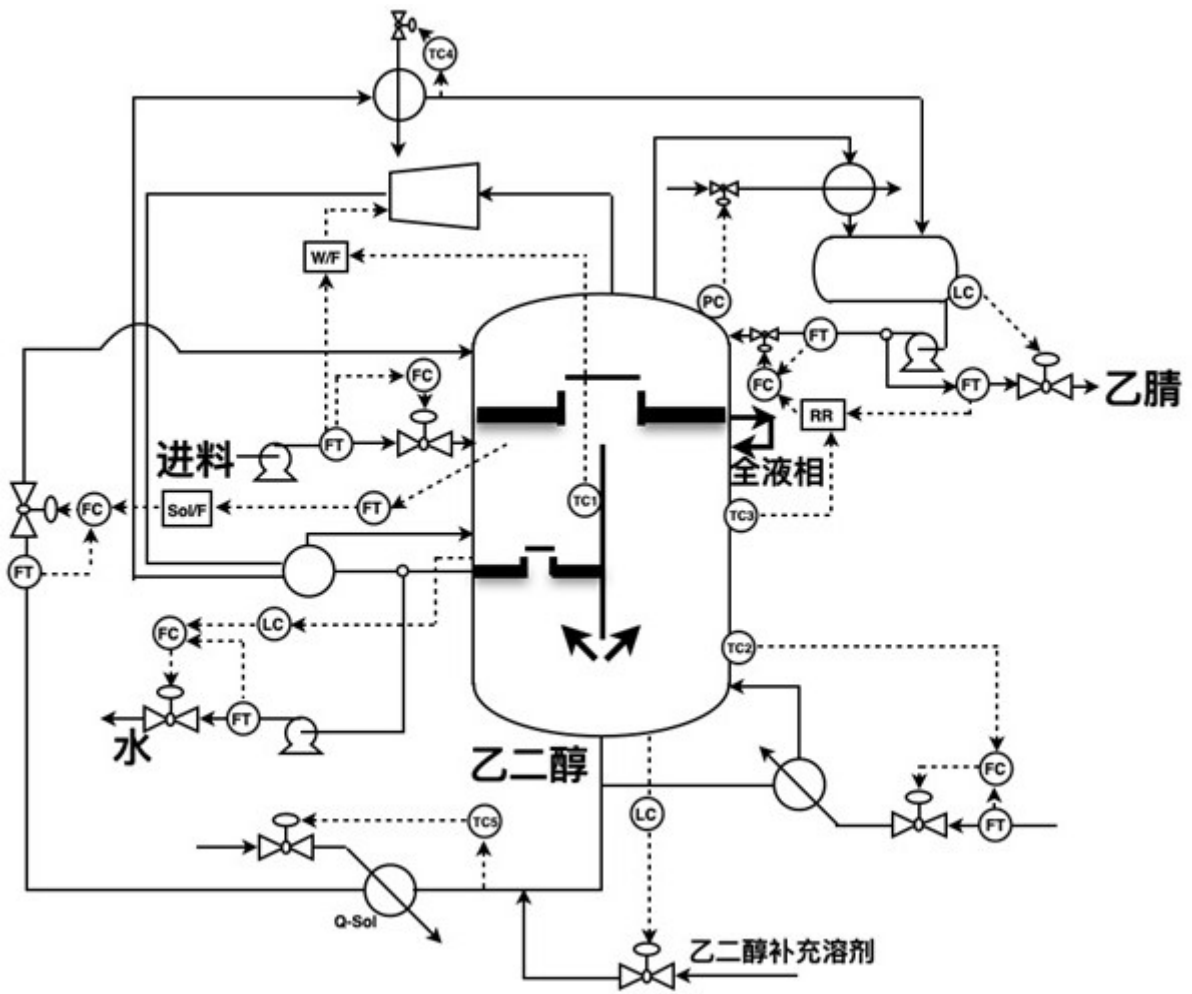


图6

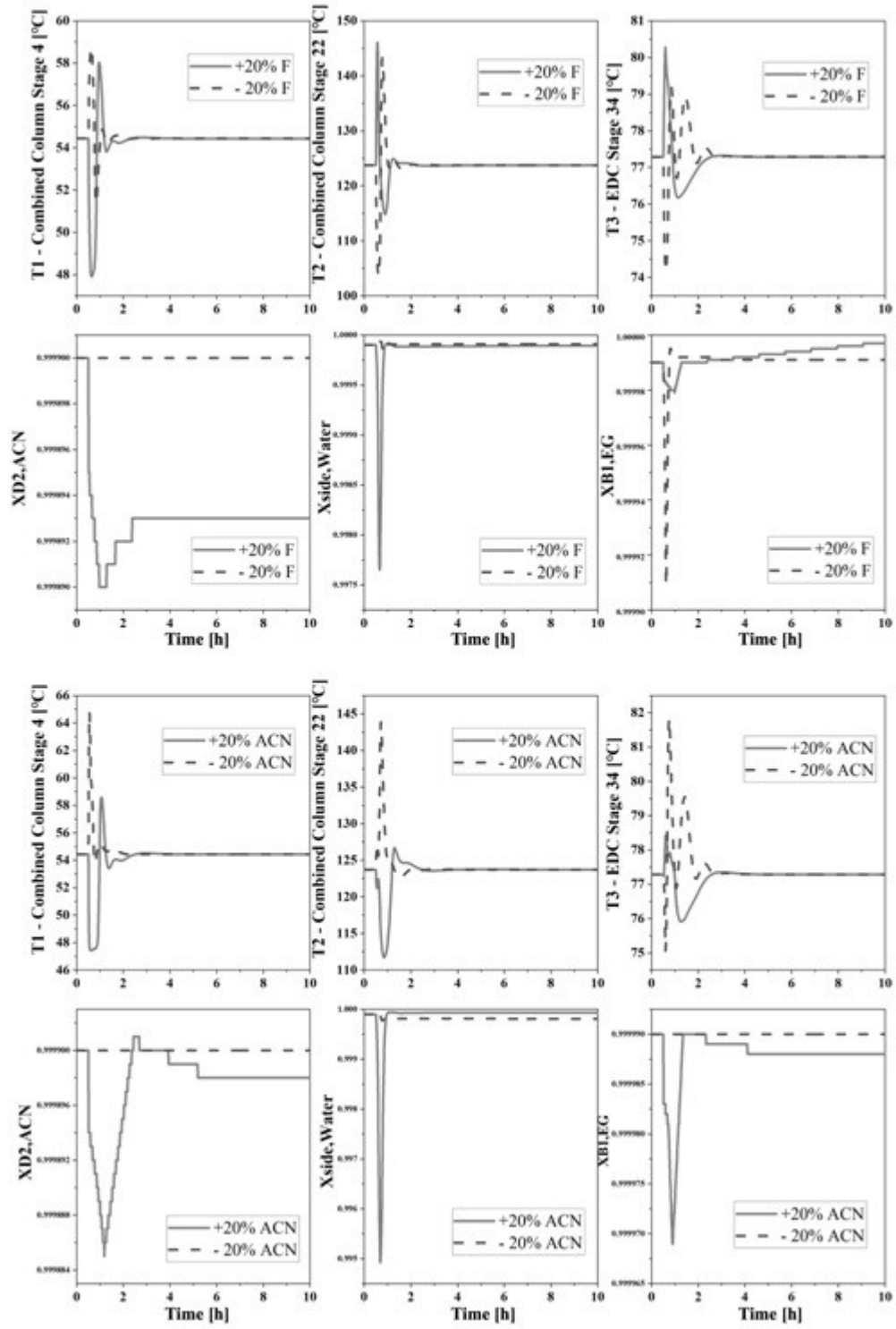


图7