

重整 C₉ 芳烃中均三甲苯提取的实验研究^{*}

顾正桂, 林军

(南京师范大学化学与环境科学学院, 南京, 210097)

[摘要] 在方法分析和模拟研究的基础上, 采用萃取和精馏相结合的装置进行均三甲苯的抽提试验, 验证模拟结果, 为进一步中试提供可行依据.

[关键词] 萃取抽提; C₉ 芳烃; 均三甲苯

[中图分类号] TQ028; [文献标识码] B; [文章编号] 1008- 1925(2001) 04- 0055- 04

0 前言

重整 C₉ 芳烃主要来自炼油厂重整装置二甲苯塔底油, 主要组分为偏三甲苯、甲乙苯、均三甲苯、连三甲苯等(表 1). 其中均三甲苯是重要的精细化工原料^[1], 但由于均三甲苯与其邻近组分邻甲乙苯沸点差只有 0.3℃, 所以高纯度均三甲苯生产成本一直居高不下.

表 1 南京炼油厂重整 C₉ 芳烃的组成

组成	轻组分	间 甲 乙 苯	对 甲 乙 苯	均 三 甲 苯	邻 三 甲 苯	偏 三 甲 苯	连 三 甲 苯
沸点(℃)		161.3	162.0	164.7	165.0	169.4	176.1
含量(摩尔分数)	0.098 9	0.184 0	0.074 6	0.110 0	0.650 6	0.355 0	0.070 3

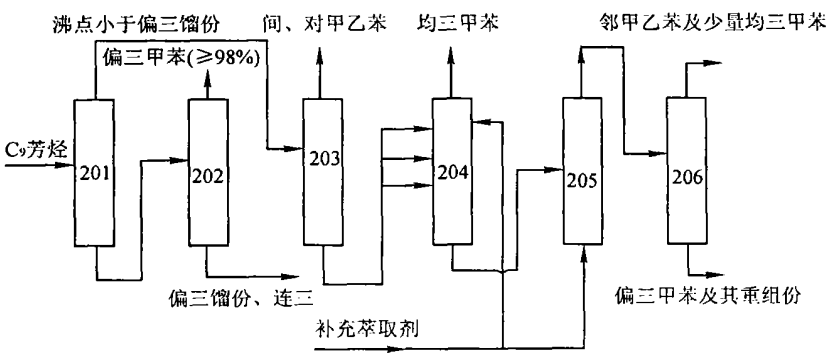


图 1 萃取精馏法工艺路线

针对目前国内外以重整 C₉ 芳烃为原料, 制取高纯度均三甲苯的各种方法进行了分析和比较, 如图 1 所示, 以邻苯二甲酸二甲酯为溶剂进行了萃取精馏, 并以此为基础, 确定了实验方案

^{*} 收稿日期: 2001- 06- 24
基金项目: 江苏省 333 工程项目资助(JSS99010)
作者简介: 顾正桂, 1962- , 南京师范大学化学与环境科学学院副教授, 香港远程教育学院终身教授, 主要从事化工工艺及分离技术研究.

及实验参数,设计制造了实验装置,进行了 C₉ 芳烃萃取精馏的小塔实验,得到了一系列实验数据,并对其进行了分析.

1 微机模拟计算

按图 1 所示的萃取精馏工艺路线,以 Wilson 方程为模型,根据文献[3]提供的萃取精馏计算框图进行了萃取精馏塔的分离计算,对程序作如下说明:在计算中,汽液两相假设为恒摩尔流,原料为饱和蒸汽进料,原料组成为表 2 中塔 203 底组成;汽液平衡模型采用 Wilson 模型, Wilson 模型中双参数根据蒸发内能确定;计入逐板压力变化,每层实际压降近似值取为 $3 \times 1.333 \times 10^2 \text{ Pa}$;采用三对角矩阵法确定各塔板的液相组成,求出液相组成为负值时均取零值.

在回流比 $R = 11$, 溶剂与原料进料比为 4 1, 理论板数 $N = 169$, 原料进料位置 $N_f = 40$, 溶剂进料位置 $N_s = 121$ 时, 204 塔萃取分离结果见表 2 所示.

表 2 萃取精馏模拟计算结果

组成	原料*	塔 203 顶	塔 203 底	塔 204 顶	塔 204 底
芳烃	0.53	1.180			
苯	0.04	0.089			
甲苯	0.04	0.089			
对二甲苯	0.28	0.628			
间二甲苯	1.22	2.739			
邻二甲苯+ 异丙苯	6.39	14.345			
正丙苯	4.55	10.214			
对甲乙苯	7.64	17.152			
间甲乙苯	19.33	43.395			
邻甲乙苯	8.89	1.995	14.73	1.21	20.72
均三	23.88	8.174	35.17	98.71	3.44
偏三	27.21	0.000	50.09	0.08	75.85

* 注: 原料来自南京炼油厂 201 塔顶; 表中单位为摩尔百分含量

2 实验部分

2.1 实验装置

作者设计了用萃取精馏工艺分离 C₉ 芳烃的实验装置,并委托南京大学玻璃仪器厂进行加工,装置如图 2 所示.

实验在常压下进行,塔内径为 22 mm,内装 $\cong 3 \times 3 \text{ mm}$ θ 型不锈钢填料,经苯一噻吩-NMP 体系测定^[4] 结合小型板式塔对比研究,该填料等板高度 HETP = 27 mm,塔釜用电热套加热,塔顶产品出料、塔顶回流及原料、溶剂进料均用 LZB-4 型玻璃转子流量计计量,塔釜液体用真空泵抽出,塔壁面采用抽真空镀银夹套,外壁包裹石棉保温.实验过程中采用的设备见表 3.

表 3 试验仪器

仪器名称	用途	生产厂家
玻璃塔(1)	萃取精馏 C ₉ 芳烃	南京大学玻璃仪器厂
玻璃塔(2)	初馏原料	南京大学玻璃仪器厂
玻璃塔(3)	回收溶剂	南京大学玻璃仪器厂
HP 色谱仪	样品分析(原料、塔顶液、釜液)	国外进口
CDM C- ID 数据处理机	数据处理	上海计算机研究所

* 为确保分析结果的可靠性,实验原料及塔顶馏出液的组成由江苏省石油产品质量检测站进行了分析验证

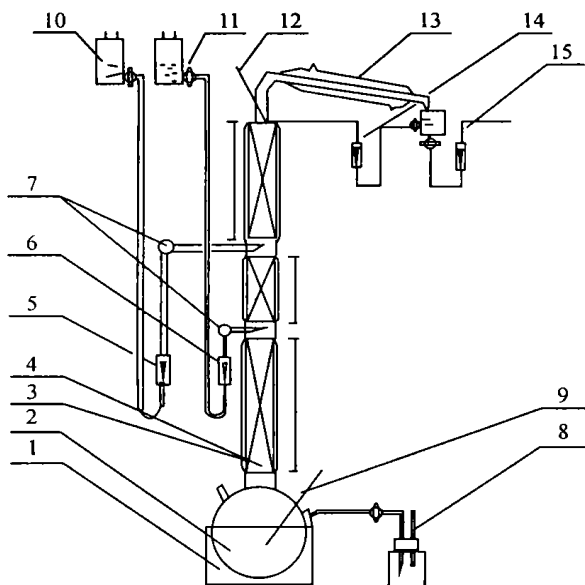
2.2 实验原料

本实验原料取自南京炼油厂重整装置201塔顶油,先用初馏塔进行处理,切取常压下162~167馏分作为萃取精馏的原料(均三甲苯富集液),该原料组成为:均三甲苯0.35、邻二甲苯0.15、偏三甲苯0.50(均为摩尔分数)。

2.3 实验结果

作者完成了多组萃取精馏实验,首先考察了溶剂与原料进料摩尔比 $S/F=4$ 时,回流比的改变对萃取塔塔顶、塔底组成的影响,实验时控制塔顶温度为165,塔底温度为200~220,溶剂与原料进料位置如图2所示。上段溶剂回收段相当于21块塔板,中段精馏段和下段提馏段分别相当于49和32块塔板,共计102块,实验结果见图3所示。经测定,当回流比 $R=10$,溶剂与原料比为4,塔顶、塔底温度为165、200~208时,塔顶均三甲苯摩尔含量可达92%,塔釜均三甲苯含量仅为4.1%(不计溶剂),均三甲苯收率可达71.4%。在原料和溶剂进料位置、塔顶和塔底控制温度不变,回流

比 $R=10$ 时,进一步考察溶剂与原料进料摩尔比对塔顶、塔底组成的影响,实验结果见图4。



1. 电热套 2. 圆底烧瓶 3. 填料 4. 夹套 5. 溶剂流量计
6. C₉芳烃流量计 7. 进料开关 8. 真空接管 9. 塔釜温度计
10. 溶剂高位槽 11. C₉芳烃高位槽 12. 温度计 13. 冷凝管
14. 回流流量计 15. 塔顶出料流量计

图2 萃取精馏装置

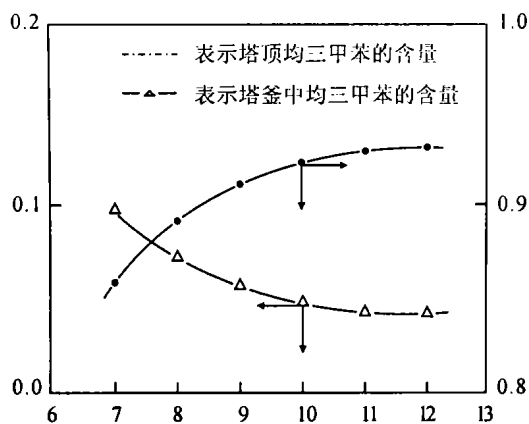


图3 回流比(R)对塔顶、塔底组成的影响

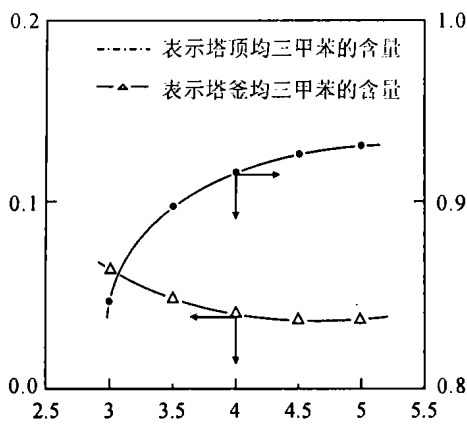


图4 溶剂与原料进料摩尔比对塔顶、塔底组成的影响

考虑到溶剂回收是萃取精馏分离方法中非常重要的一个环节,本文作者采用溶剂回收塔对萃取塔釜液进行处理,最终回收塔塔釜中邻苯二甲酸二甲酯(溶剂)摩尔分数0.99,溶剂回收效果良好。

2.4 实验分析

由实验结果可知,当回流比为10,溶剂与原料进料摩尔比为4时,经过理论板数 N 为102

块的玻璃塔一次萃取精馏,塔顶馏出液中的均三甲苯摩尔分数可达 0.92 以上,以此馏出液为原料,同等条件下作二次萃取精馏,塔顶馏出液中的均三甲苯摩尔分数可达 0.98 以上,分离效果良好,达到预期目的.

3 结论

在萃取精馏模拟计算方法^[3]的基础上,采用萃取和精馏相结合的分离装置进行了小试,实验结果表明用萃取精馏方法提取高纯度均三甲苯是可行的,为以后中试提供了必要的参数.

[参考文献]

- [1] 李煜. 芳烃深加工及利用[J]. 石油炼制, 1978, (10): 26
- [2] 顾正桂. 重整 C₉ 芳烃中均三甲苯制取的方法[J]. 化学工程师, 2000, (3): 25
- [3] 顾正桂. 煤焦油中苯和噻吩的分离计算[J]. 化学工程, 1992, 10(1): 25
- [4] 赵维彭, 顾正桂. 苯-噻吩-NMP 体系汽液平衡数据测定及关联[J]. 燃料化学学报, 1991, (3): 29

Experimental Study on Mesitylene Production from C₉ Arene Cut in Reforming by Extractive Distillation

Gu Zhenggui, Lin Jun

(College of Chemistry and Environment Science, Nanjing Normal University, Nanjing, 210097, PRC)

Abstract: Mesitylene extraction experiment was performed in an extraction distillation setup based on results from method analysis and computer simulation. The simulation results were compared with the experimental ones. Necessary data were obtained for further test run.

Key words: extractive distillation, C₉ Arene, Mesitylene

[责任编辑: 严海琳]