

## 精馏塔的操作及其性能评定

672672转载

### 一、实验目的

- 1、了解板式塔的结构及精馏过程;
- 2、理论联系实际,掌握精馏塔的操作;
- 3、学会精馏塔效率的测定方法。

### 二、实验内容

- 1、采用乙醇~水系统测定精馏塔全塔效率、液泛点、漏液点
- 2、在规定时间内,完成  $D=500ml$ 、同时达到  $x_D \geq 93\%$ 、 $x_W \leq 3\%$  分离任务

### 三、实验原理

塔釜加热,液体沸腾,在塔内产生上升蒸汽,上升蒸汽与沸腾液体有着不同的组成,这种不同组成来自轻重组份间有不同的挥发度,由此塔顶冷凝,只需要部分回流即可达到塔顶轻组份增浓和塔底重组份提浓的目的。部分凝液作为轻组份较浓的塔顶产品,部分凝液作为回流,形成塔内下降液流,下降液流的浓度自塔顶而下逐步下降,至塔底浓度合格后,连续或间歇地自塔釜排出部分釜液作为重组份较浓的塔底产品。

在塔中部适当位置加入待分离料液,加料液中轻组份浓度与塔截面下降液流浓度最接近,该处即为加料的适当位置。因此,加料液中轻组分浓度愈高,加料位置也愈高,加料位置将塔分成上下二个塔段,上段为精馏段,下段为提馏段。

在精馏段中上升蒸汽与回流之间进行物质传递,使上升蒸汽中轻组份不断增浓,至塔顶达到要求浓度。

在提馏段中,下降液流与上升蒸汽间的物质传递使下降液流中的轻组份转入汽相,重组份则转入液相,下降液流中重组份浓度不断增浓,至塔底达到要求浓度。

#### 1、评价精馏的指标—全塔效率 $\eta$

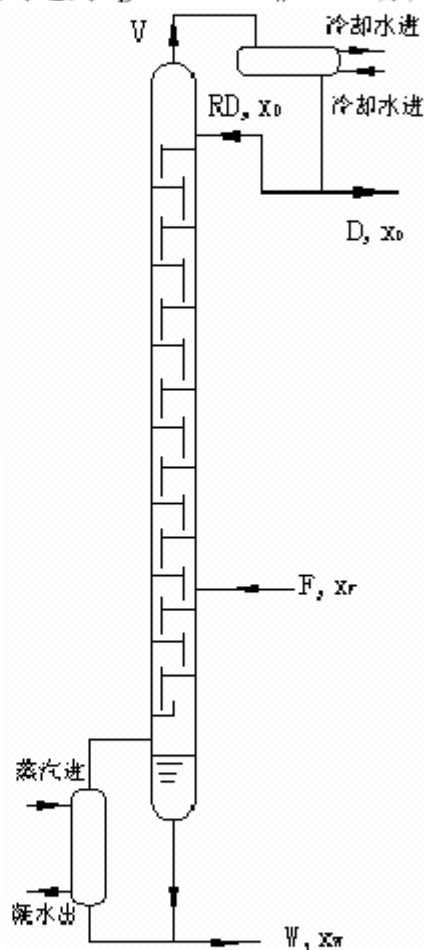


图1 精馏原理图

全回流下测全塔效率有二个目的。一是在尽可能短的时间内在塔内各塔板,至上而下建立浓度分布,从而使未达平衡的不合格产品全部回入塔内直至塔顶塔底产品浓度合格,并维持若干时间为部分回流提供质量保证。

二是由于全回流下的全塔效率和部分回流下的全塔效率相差不大,在工程处理时,可以用全回流下的全塔效率代替部分回流下的全塔效率,全回流时精馏

段和提馏段操作线重合,气液两相间的传质具有最大的推动力,操作变量只有1个,即塔釜加热量,所测定的全塔效率比较准确地反映了该精馏塔的最佳性能,对应的塔顶或塔底浓度即为该塔的极限浓度。全塔效率的定义式如下:

$$\eta = \frac{N_r - 1}{N}$$

(1)

对于填料精馏塔需计算等板高度, 等板高度定义:  $HETP = \frac{H}{N_r - 1}$ 。

其中, H—填料层高度;  $N_r$ : 全回流下的理论板数; N: 精馏塔实际板数。

### 问题引导:

在部分回流下,该实验能否通过精馏段操作线和提馏段操作线来绘制理论板数图? 并求出部分回流下的全塔效率。

## 2、维持正常精馏的设备因素和操作因素

精馏塔的结构应能提供所需的塔板数和塔板上足够的相

间传递面积。塔底加热(产生上升蒸汽)、塔顶冷凝(形成回流)是精馏操作的主要能量消耗;回流比愈大,塔顶冷凝量愈大,塔底加热量也必须愈大。回流比愈大,相间物质传递的推动力也愈大。

### (1) 设备因素

合理的塔板数和塔结构为正常精馏达到指定分离任务提供了质量保证,塔板数和塔板结构为汽液接触提供传质面积。塔板数愈少,塔高愈矮,设备投资愈省。塔板数多少和被分离的物系性质有关,轻重组份间挥发度愈大,塔板数愈少。反之,塔板数愈多。塔结构合理,操作弹性大,

化工原理实验指导

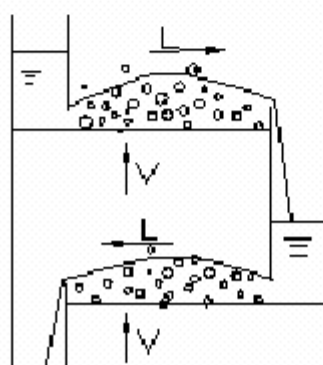


图2 正常操作时的气液接触状况

不易发生液沫夹带、漏液、溢流液泛。反之, 会使操作不易控制, 塔顶塔底质量难以保证。为有效地实现汽液两相之间的传质, 为了使传质具有最大的推动力, 设计良好的塔结构能使操作时的板式精馏塔 (如图 2 所示) 应同时具有以下两方面流动特征:

- a、汽液两相总体逆流;
- b、汽液两相在板上错流。

塔结构设计不合理和操作不当时会发生以下三种不正常现象:

(i)严重的液沫夹带现象

由于开孔率太小, 而加热量过大, 导致汽速过大, 塔板上的一部分液体被上升气流带至上层塔板, 这种现象称为液沫夹带。液沫夹带是一种与液体主流方向相反的流动, 属返混现象, 使板效率降低, 严重时还会发生夹带液泛, 破坏塔的正常操作 (见图 3 所示)。这种现象可

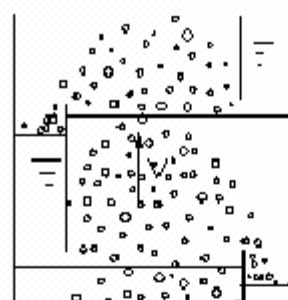


图 3 过量的液沫夹带现象

通过  $P_{\text{釜}}$  显示, 由于:  $P_{\text{釜}} = P_{\text{顶}} + \Sigma \text{板压降}$

(2)

此时板压降急剧上升, 表现  $P_{\text{釜}}$  读数超出正常范围的上限。

(ii)严重的漏液现象

由于开孔率太大, 加上加热量太小, 导致汽速过小, 部分液体从塔板开孔处直接漏下, 这种现象称为漏液。漏液造成液体与气体在板上无法错流接触, 传质推动力降低。严重的漏液, 将使塔板上不能积液而无法正常工作, 上升的蒸汽直接

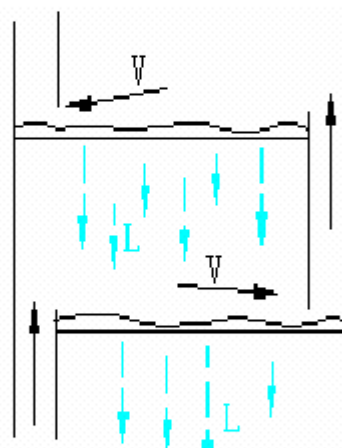


图 4 塔内漏液示意图

从降液管里走, 板压降几乎为 0, 见图 4 所示。此时  $P_{\text{釜}} \approx P_{\text{顶}}$ 。

综上所述现象都与塔釜加热量直接有关。塔釜加热量愈大, 汽液负荷愈大, 表现为操作压力  $P_{\text{釜}}$  也愈大。  $P_{\text{釜}}$  过大, 液沫夹带将发生,  $P_{\text{釜}}$  过小, 漏液将出现。若液沫夹带量和漏液量各超过 10%, 被称为严重的不正常现象。所以正常的精馏塔, 操作压力

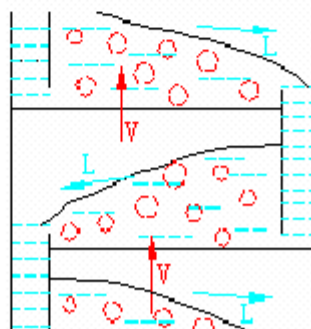


图 5 溢流液泛示意图

$P_{釜}$  应有合适的范围即操作压力区间。

### (iii) 溢流液泛

由于降液管通过能力的限制, 当气液负荷增大, 或塔内某塔板的降液管有堵塞现象时降液管内清液层高度增加, 当降液管液面升至堰板上缘时 (见图 5 所示), 降液管内的液体流

量为其极限通过能力, 若液体流量超过此极限值, 板上开始积液, 最终会使全塔充满液体, 引起溢流液泛, 破坏塔的正常操作。

## (2) 操作因素

### a、适宜回流比的确定

回流比是精馏的核心因素。在设计时, 存在着一个最小回流比, 低于该回流比即使塔板数再多, 也达不到分离要求。

在精馏塔的设计时存在一个经济上合理的回流比, 使设备费用和能耗得到兼顾。

在精馏塔操作时, 存在一个回流比的允许操作范围。处理量恒定时, 若汽液负荷 (回流比) 超出塔的通量极限时, 会发生一系列不正常的操作现象, 同样会使塔顶产品不合格。加热量过大, 会发生严重的雾沫夹带和液泛, 加热量过小, 会发生漏液, 液层过薄, 塔板效率降低。

### b、物料平衡

$$F=D+W \quad (3)$$

$$F x_f = D x_D + W x_W \quad (4)$$

#### (i) 总物料的平衡: $F=D+W$

若  $F>D+W$ , 塔釜液位将会上升, 从而发生淹塔; 若  $F<D+W$ , 塔釜液位将会下降, 从而发生干塔。调节塔釜排放阀开度, 可以维持塔釜液位恒定。

#### (ii) 轻组分的物料平衡: $F x_f = D x_D + W x_W$

在回流比  $R$  一定的条件下, 若  $F x_f > D x_D + W x_W$ , 塔内轻组分大量累积, 即表现为每块塔板上液体中的轻组分增加, 塔顶能达到指定温度和浓度, 此时塔内各板的温度所对应塔板的温度分布曲线如图 6 所示, 但塔釜质量不合格, 表明加料速度过大或塔釜加热量不够; 若  $F x_f < D x_D + W x_W$ , 塔内轻组分大量流失, 此时各板上液体中的重组分增加, 塔内温度分布曲线如图 7 所示, 这时塔顶质量不合格, 塔底质量合格。表示塔顶采出率过大, 应减小或停止出料。

## (3) 灵敏点温度 $T_{s}$

(i) 灵敏板温度是指一个正常操作的精馏塔当受到某一外界因素的干扰 (如  $R$ ,  $x_f$ , 采

出率等发生波动时), 全塔各板的组成将发生变动, 全塔的温度分布也将发生相应的变化, 其中有一些板的温度对外界干扰因素的反映最灵敏, 故称它们为灵敏板。

(ii)按塔顶和塔釜温度进行操作控制的不可靠性

不可靠性来源于二个原因：  
一是温度与组成虽然有一一对应关系，但温度变化较小，仪表难以准确显示，特别是高纯度分离时；另一是过程的迟后性，当温度达到指定温度后由于过程的惯性，温度在一定时间内还会继续变化，造成出料不合格。  
(iii)塔内温度剧变的区域

塔内沿塔高温度的变化如图7所示。显然，在塔的顶部和底部附近的塔段内温度变化较小，

中部温度变化较大。因此，在精馏段和提馏段适当的位置各设置一个测温点，在操作变动时，该点的温度会呈现较灵敏的反应，因而称为灵敏点温度。

(iv)按灵敏点温度进行操作控制操作一段时间后能得知当灵敏点温度处于何值时塔顶产品和塔底产品能确保合格。以后即按该灵敏点温度进行调节。例如，当精馏段灵敏点温度上升达到规定值后即减小出料量，反之，则加大出料量。

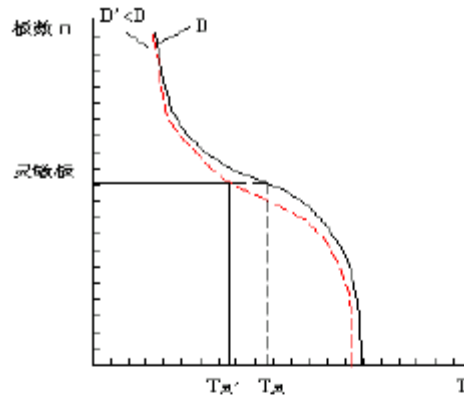


图6  $Fx_F > Dx_D + Wx_W$ 时温度分布曲线

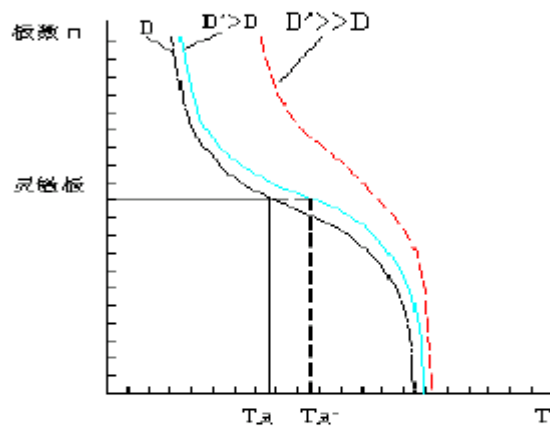


图7  $Fx_F < Dx_D + Wx_W$ 时温度分布曲线图

因此能用测量温度的方法预示塔内组成尤其

是塔顶馏出液组成的变化。图6和图7是物料不平衡时，全塔温度分布的变化情况；图8是分离能力不够时，全塔温度分布的变化情况，此时塔顶和塔底的产品质量均不合格。从比较图7和图8可以看出，采出率增加和回流比减小时，灵敏板的温度均上升，但前者温度上升是突跃式的，而后者则是缓慢式的，据此可判断产品不合格的原因，并作相应的调整。

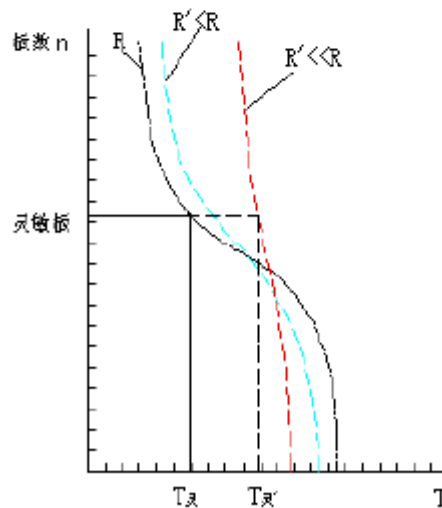


图8.分离能力不够时温度分布曲线图

#### 四、实验方案设计

(1)采用乙醇~水物系, 全回流操作测全塔效率

根据  $\eta = \frac{N_T - 1}{N}$ , 在一定加热量下,

全回流操作稳定后塔顶塔底同时取样分析, 得  $x_D$ 、 $x_W$ , 用作图法求理论板数。

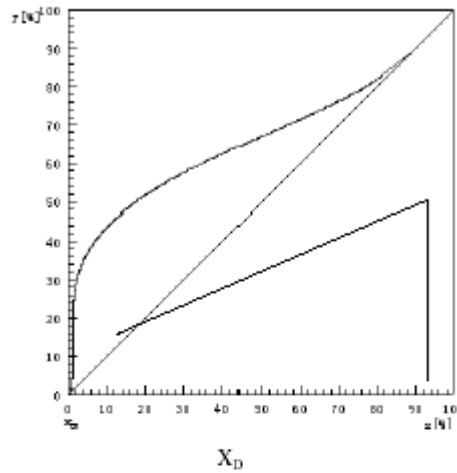
(2)部分回流时回流比的估算

操作回流比的估算有二种方法:

(i) 通过如图所示, 作一切线交纵坐标, 截距  $\frac{x_D}{R_{min}+1}$  即可

求得  $R_{min}$  由  $R=(1.2\sim 2)R_{min}$ , 初估操

作回流比。
$$\frac{x_D}{R_{min}+1}$$



(ii)根据现有塔设备操作摸索回流比, 方法如下:

(a) 选择加料速度为 4~6l/h, 根据物料衡算塔顶出料流量及调至适当值, 塔釜暂时不出料。

(b) 将加热电压关小, 观察塔节视镜内的气液接触状况, 当开始出现漏液时, 记录  $P_{釜}$  读数, 此时  $P_{釜}$  作为操作压力下限, 对应的加热电压即为最小加热量, 读取的回流比即为操作回流比下限。

(c) 将加热电压开大, 观察塔节视镜内的气液接触状况, 当开始出现液泛时, 记录  $P_{釜}$  读数, 此时  $P_{釜}$  作为操作压力上限, 对应的加热电压即为最大加热量, 读取的回流比即为操作回流比上限。

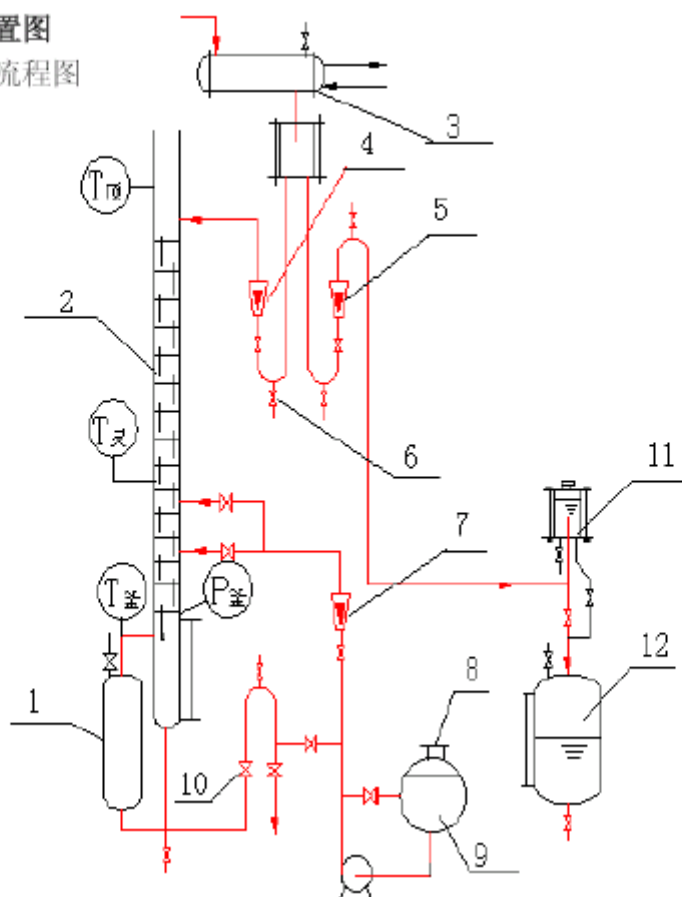
(d) 在漏液点和液泛点之间选择一合适的塔釜加热量。

(3)部分回流时, 塔顶塔底质量同时合格 D 的估算

根据轻组份物料衡算, 得 D 的大小, 应考虑全回流时塔底轻组分的含量。

## 五、实验装置图

## 1、实验流程图



1.再沸器 2.塔节 3.冷凝器 4.回流流量计 5.产品流量计 6.塔顶取样阀  
7.加料流量计 8.加料泵 9.原料罐 10.塔底出料阀 11、12.产品收器

## 2、实验参数

## a、板式精馏塔

设备参数：塔板数=15 塔径=50mm 板间距=100mm 开孔率=3.8%

仪表参数：回流流量计量程 6~60ml/min 产品流量计量程 2.5~25ml/min

进料流量计量程 2.5~25ml/min 加热功率（可调） 0~2.5 kw

操作参数： $P_{\text{釜}}=20\sim35/\times 100\text{Pa}$ ； $T_{\text{顶}}=78\sim83\text{℃}$ ；

原料液浓度=8~10%（V）

## b、填料精馏塔

设备参数：填料层总高度=1.5m 提馏段高度=0.4m 精馏段高度=1.1m

填料比表面积=250m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> 塔径=57mm

仪表参数：回流流量计量程 6~60ml/min 产品流量计量程 2.5~25ml/min

进料流量计量程 0~10 L/h 加热功率（可调） 0~2 kw

操作参数： $P_{\text{釜}}=10\sim15/\times 100\text{Pa}$ ； $T_{\text{顶}}=80\sim83\text{℃}$ ；原料液浓度=15%（V）左右

用气相色谱测酒精含量的操作条件（气相色谱仪 GC961T）：

进样器温度: 150℃      热导池温度: 150℃  
 柱箱初始温度: 150℃      载气流量 A: 刻度 5 左右  
 载气流量 B: 刻度 5 左右      电流: 80MA  
 进样量 (六通阀进样): 25ML

## 六、实验塔性能评定时的操作要点

### (1) 最大分离能力——全回流操作

在塔釜内置入 7~8v% 的乙醇水溶液, 釜位近液位计  $\frac{2}{3}$  处, 开启加热电源使电压为 220 V, 打开塔顶冷凝器进水阀。塔釜加热, 塔顶冷凝, 不加料, 不出产品。待塔内建立起稳定的浓度分布后, (回流流量计浮子浮起来达 10min 之久后), 同时取样分析塔顶  $x_D$  与塔釜  $x_W$ 。由该二组成可作图得到该塔的理论板数并与实际板数相除得到全塔效率。

### (2) 最大的处理能力——液泛点

全回流条件下, 加大塔釜的加热量, 塔内上升蒸汽量和下降液体量将随之增大, 塔板上液层厚度和塔釜压力也相应增大, 当塔釜压力急剧上升时即出现液泛现象, 读取该时刻的回流量和加热电流量, 即为该塔操作的上限——液泛点。

### (3) 最小的处理能力——漏液点

全回流条件下, 逐次减小塔釜加热量, 测定塔效率, 塔效率剧降时, 读取该时刻的回流量和加热电流量, 即为该塔操作的下限——漏液点。

(4) 部分回流时, 将加料流量计开至 4 L/h, 按照上述提及的回流比确定方法操作。

(5) 若发生  $T_{\text{釜}}$  急剧上升, 应采取  $D=0$ ,  $F\uparrow$ ,  $W\uparrow$  的措施。

(6) 对所采的样  $x_D$ 、 $x_W$ 、 $x_F$  进行浓度测量时, 料液温度必须降至 20℃。

## 七、原始数据记录

	$x_D$ %	$x_W$ %	$T_{\text{釜}}$ ℃	$P_{\text{釜}} / \times 100$ /	FL/h	D L/h	W L/h	R	$x_F$ %
全回流									
部分回流									

## 八、实验报告要求:

- 1、计算全回流下的摩尔百分比  $x_D$ 、 $x_W$ 。
- 2、作全回流下的乙醇-水分离理论板图解图。
- 3、通过作图求得全回流理论塔板数  $N_T$ , 并计算塔效率  $\eta$  (或等板高度)。
- 4、对实验现象进行讨论与分析。



**九、思考题:**

(1)精馏塔操作中,塔釜压力为什么是一个重要操作参数,塔釜压力与哪些因素有关?

(2)板式塔气液两相的流动特点是什么?

(3)操作中增加回流比的方法是什么,能否采用减少塔顶出料量 D 的方法?

(4)精馏塔在操作过程中,由于塔顶采出率太大而造成产品不合格,恢复正常的最快、最有效的方法是什么?

(5)本实验中进料状态为冷态进料,当进料量太大时,为什么会出现精馏段干板,甚至出现塔顶既没有回流也没有出料的现象,应如何调节?

(6)在部分回流操作时,你是如何根据全回流的数据,选择一个合适的回流比和进料位置的?

**附:乙醇-水 ( $1.013 \times 10^5 \text{Pa}$ )的气液平衡组成**

乙 醇 ( mol %)	液 相 中 气 相 中	0.0	1.9	7.2	9.6	12.	16.	23.	26.	32.
		0	0	1	6	38	61	37	08	73
		0.0	17.	38.	43.	47.	50.	54.	55.	58.
		0	0	91	75	04	89	45	80	26
温度 $^{\circ}\text{C}$		10	95.	89.	86.	85.	84.	82.	82.	81.
		0	5	0	7	3	1	7	3	5

39.65	50.79	51.98	57.32	67.63	74.72	89.43
61.22	65.64	65.99	68.41	73.85	78.15	89.43
80.7	79.8	79.7	79.3	78.74	78.41	78.15

注:气液平衡图中乙醇浓度是摩尔百分比,而实验所测的乙醇浓度是体积百分比。