

文章编号:1671-6833(2015)01-0028-05

# 基于 Aspen Plus 的煤气化副产物粗酚的分离精制

李惠萍<sup>1</sup>, 李焕新<sup>1</sup>, 李雪平<sup>2</sup>, 张 丹<sup>1</sup>, 梁淑琴<sup>1</sup>, 梁学博<sup>2</sup>

(1. 郑州大学 化工与能源学院, 河南 郑州 450001; 2. 河南煤气集团有限责任公司 义马气化厂, 河南 三门峡 472300)

**摘 要:** 针对煤气化副产物粗酚的组分和组成特点, 设计了三塔和双塔两条连续减压精馏工艺. 借助 Aspen Plus 软件对构建的分离工艺进行系统的模拟研究, 物性方法采用 NRTL 模型. 首先利用 DSTWU 模块简捷设计计算得到了塔板数、回流比和采出量等操作参数, 对比得出适合该系统的分离工艺为双塔精馏. 然后利用 RadFRAC 模块对设计结果进行严格模拟核算, 最终得出双塔 B1 和 B2 的塔板数分别为 29 和 31; 进料塔板级数分别为 15 和 16; 回流比分别为 2.87 和 2.44. 在最佳操作条件下, 所得产品质量分数分别为苯酚 99.0%, 对(间)甲酚 86.1%, 二甲酚 96.5%. 本研究结果可为粗酚的实际分离工艺设计和操作过程提供参数依据.

**关键词:** 煤气化粗酚; 双塔; 三塔; 减压精馏; Aspen Plus 模拟

**中图分类号:** TQ523.59 **文献标志码:** A **doi:**10.3969/j.issn.1671-6833.2015.01.007

## 0 引言

酚类化合物是重要的有机化工中间体及化工基础原料, 在医药、染料等领域都有着广泛的应用. 鲁奇(Lurgi)加压生产城市煤气的过程, 煤气发生、洗涤、冷却过程中产生大量副产物粗酚<sup>[1]</sup>, 由于分离技术困难等原因, 这部分副产物目前大部分低价出售, 严重污染环境. 国内酚类市场在很长一段时间内都处于相对紧缺的状态, 且随着石油资源的日益紧缺, 国家对煤炭资源的综合利用更加重视<sup>[2]</sup>. 如果能将这些副产物加以分离、提纯, 必将提高其产品附加值, 增强社会及经济效益. 开展对煤气化副产物粗酚分离精制的研究, 不仅能提高煤气化行业的整体竞争力, 而且还符合国家能源战略的需求. 但粗酚系酚类同系物, 组成复杂, 沸点又十分相近, 对其分离存在极大困难<sup>[3]</sup>.

Aspen Plus 是一款功能强大的工艺模拟软件, 广泛应用于化工流程设计和新工艺开发, 结合利用这项新技术可以实现化工工艺全流程的模拟与优化<sup>[4]</sup>. 此外, Aspen Plus 拥有最完善的物性数据库, 包含六千多种纯组分的物性数据, 它还具有超强的热力学计算系统, 以及各种单元操作模块<sup>[5-6]</sup>. 笔者借助 Aspen 工程软件对成分复杂、分

离困难的粗酚系统分离进行了模拟计算, 拟为粗酚系统的精馏工艺设计开发提供必要的基础参数.

## 1 原料及组成

粗酚由河南煤气集团有限责任公司义马气化厂提供, 该厂以长焰煤为原料, 采用先进的德国鲁奇加压煤气化工艺生产城市煤气<sup>[8]</sup>. 系统而准确地分析粗酚的组成是高效提取并合理利用酚类化合物的基础工作, 但是这些化合物的极性高, 挥发性低, 所含同分异构体性质极为相似, 色谱分离较为困难. 通过查阅文献<sup>[9-10]</sup>和实验对比得出: FFAP(30 m × φ0.32 mm × 0.5 μm) 能实现酚类化合物的基线分离. 采用 GC7900 色谱仪, 色谱条件为: FID 检测器 250 ℃, 柱温 170 ℃, 气化室温度 240 ℃. 粗酚气相进样结果见图 1, 通过标准物定性及内标标准曲线法最终确定了粗酚的组成, 见表 1.

## 2 工艺流程设计

为了得到纯度较高的单一酚产物, 笔者针对煤气化副产物粗酚的组成和组分特点设计了三塔和双塔连续精馏工艺, 拟通过对比得出实现高纯

收稿日期: 2014-09-23; 修订日期: 2014-11-14

基金项目: 河南省重大公益科研资助项目(101100910200); 河南省自然科学基金资助项目(511021100)

作者简介: 李惠萍(1958-), 女, 河南洛宁人, 郑州大学教授, 博士, 主要从事新能源材料的开发及废弃物的资源化利用方面的研究, E-mail: huipingli@zzu.edu.cn.

度产品分离、操作费用及设备费用较低的最佳工艺. Aspen Plus 提供了 DSTWU、Distl 等多种塔模型来 计算和模拟精馏塔, DSTWU 模块可通过确定轻、重关键组分在塔顶的回收率及回流比等重要参数对最小回流比、最少塔板数、理论塔板数、进料位置等操作条件进行初步设计计算<sup>[11]</sup>, 该模块计算精度不高, 常用于初步设计, 但其计算结果可为严格精馏计算提供合适的初值<sup>[12]</sup>.

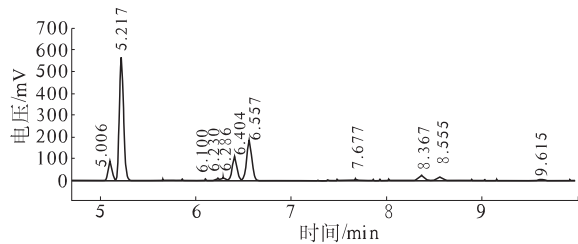


图 1 粗酚的气相色谱图  
Fig.1 The GC spectra of crude phenol

表 1 粗酚中主要组分的质量百分比

Tab.1 the main components of the crude phenol		
保留时间/min	化合物名称	相对质量分数/%
5.217	苯酚	33.22
5.006	邻-甲酚	5.21
6.404	间-甲酚	13.67
6.557	对-甲酚	14.10
其它	二甲酚等	33.80

三塔和双塔均采用液体进料, 进料温度为 60 ℃, 压力 101.325 kPa, 进料量为 100 kg/h. 冷凝器均采用全凝器<sup>[7]</sup>, 塔顶、塔釜的压力均为 10 kPa, 物性方法采用 NRTL 模型, 该模型可用来描述非理想溶液的气液平衡和液液平衡. 即可用来模拟计算极性与非极性化合物组成的混合物体系, 甚至是高度非理想体系<sup>[13-14]</sup>. 由于间、对甲酚的沸点仅相差 0.3 ℃, 难以分离, 故可将其看作一个虚拟组分, 用对(间)甲酚来代替. 二甲酚则用含量较大且沸点等性质位于中间的 3, 5-二甲酚来替代.

2.1 基于 DSTWU 模块的三塔串联的简捷设计计算

图 2 为三塔串联工艺流程.

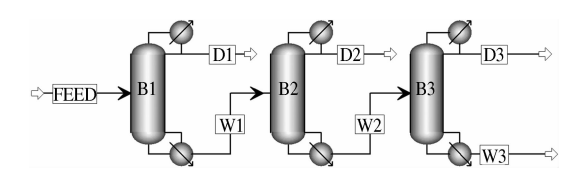


图 2 三塔串联工艺流程  
Fig.2 Flowsheet of three-columns distillation process

如图 2 所示, 其中 B1 为苯酚塔, B2 为邻-甲酚塔, B3 为对-甲酚塔. 在三塔简捷计算中根据组分沸点的差异初步确定各塔的轻、重关键组分及轻关键组分质量回收率, 见表 2.

表 2 三塔初步确定的轻、重关键组分及回收率  
Tab.2 Light and heavy key components and recovery for three columns

塔	轻关键组分	轻关键组分回收率/%	重关键组分
B1	苯酚	98	邻-甲酚
B2	邻-甲酚	95	对-甲酚
B3	对-甲酚	95	二甲酚

在上述条件下, 用 DSTWU 模块计算后得知, 由于邻-甲酚含量低, 对分离要求较高, 故先对塔 B2 进行灵敏度分析回收率与回流比和实际塔板数之间的关系, 如图 3 所示.

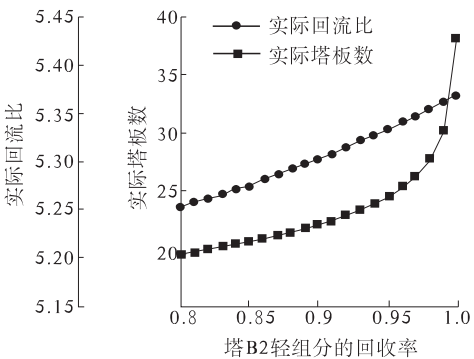


图 3 塔 B2 轻组分的回收率与回流比和塔板数的关系  
Fig.3 The relationship between the light key component recoveries and reflux ratio and plate number in column B2

从图 3 可以看出, 随着轻组分邻-甲酚回收率的增加, 实际塔板数曲线斜率也逐渐增大, 即实际塔板数迅速增大, 而回流比的变化比较缓慢. 由此可见, 轻组分回收率对实际塔板数的影响较大, 而对回流比的影响比较小. 在实验和设计中要想得到 95% 和 0.5% 的质量回收率, 塔板数不应该低于 25, 否则会造成过高的回流比, 耗能增加. 经过多次模拟, 三塔简捷计算所得各个物流信息见表 3, 所得工艺参数结果见表 4.

2.2 基于 DSTWU 模块的双塔串联的简捷设计计算

双塔操作的进料状态, 物性方法等与 2.1 中三塔精馏相同, 工艺流程如图 4 所示. 其中 B1 为苯酚塔, B2 为对甲酚塔, 在选择轻、重关键组分时忽略邻甲酚, 轻重关键组分及回收率见表 5, 经过

多次模拟计算所得的工艺参数见表 6。

表 3 三塔的物料及能量衡算结果

Tab.3 The results of material and energy balance				
项目	进料 FEED	D1	D2	D3
温度/℃	60.0	113.8	117.4	131.1
压力/kPa	101	10	10	10
摩尔流量/ (kmol·h <sup>-1</sup> )	0.935	0.336	0.064	0.247
焓/kJ	-168.1	-42.21	-10.55	-41.15
苯酚质 量分数	0.332	0.999	0.246	2×10 <sup>-6</sup>
邻甲酚 质量分数	0.052	8×10 <sup>-6</sup>	0.733	0.010
对甲酚 质量分数	0.278	—	0.021	0.984
二甲酚 质量分数	0.338	—	5×10 <sup>-6</sup>	0.006

表 4 三塔简捷模拟所得工艺参数

Tab.4 The process parameters with three columns					
塔	塔板 数	回流 比	进料 位置	塔釜所 需热量 /kW	D/F
B1	49	4.81	35	30.943	0.340
B2	25	5.23	16	7.508	0.132
B3	24	2.51	17	13.437	0.461

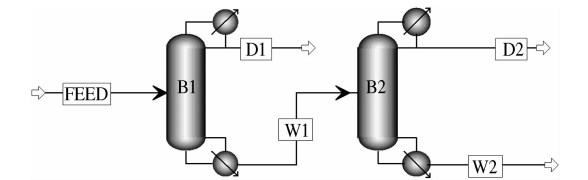


图 4 双塔连续精馏工艺流程

Fig.4 Flowsheet of two-columns distillation process

表 5 双塔初步确定的轻、重关键组分及回收率

Tab.5 Light and heavy key components and recovery for two columns			
塔	轻关键 组分	轻关键组分回 收率/%	重关键 组分
B1	苯酚	90	对-甲酚
B2	对-甲酚	95	二甲酚

由表 3 可以得知,B2 塔顶得到的产品邻-甲酚纯度仅为 73.3%,而实现这么低纯度的分离所需要的塔板数和回流比分别为 25 和 5.23,对比表 4 和表 6,并结合煤气化副产物粗酚的组成特点可知:实际操作时,若将原料中的邻-甲酚分离出来,其操作费用和设备投资费用都较高.所以,

综合考虑设备投资、操作管理、经济效益等各方面因素,得出双塔精馏工艺更适合这类粗酚体系。

表 6 双塔简捷模拟所得工艺参数

Tab.6 The process parameters with two columns					
塔	塔板 数	回流 比	进料 位置	塔釜所 需热量/ kW	D/F
B1	23	1.950	15	19.682	0.387
B2	24	2.076	16	13.485	0.496

3 基于 RadFRAC 模块的双塔串联的严格校核计算

RadFRAC 模块是 Aspen Plus 中一个严格的用于模拟所有类型的多级气液分馏操作的模型.它对气液两相混合存在、具备强非理想非线性的体系都能实现良好的模拟计算,能够模拟不同类型的多级气液分离操作<sup>[5,15]</sup>,因此为了得出精确的工艺参数,进一步选取 RadFRAC 模块对上述双塔精馏工艺进行了严格的校核计算。

现通过 DSTWU 设计模块对双塔设计进行初步校算,并利用 RadFRAC 模块对初步计算出的结果进行精确核算,通过精确核算的结果与原设计结果进行对比,发现结果相差比较大,见表 7.如苯酚在简捷设计模块中的质量纯度为是 91.5%,严格计算模块运行的结果是 85.7%,因此需要对各塔的参数进行调整。

表 7 简捷计算和严格计算物流结果

Tab.7 The streams results for DSTWU and RadFRAC				
质量分数	简捷计算		严格计算	
	D1	D2	D1	D2
苯酚	0.915	0.054	0.857	0.013
邻甲酚	0.081	0.079	0.098	0.047
对甲酚	0.004	0.861	0.045	0.850
二甲酚	9×10 <sup>-6</sup>	0.006	6×10 <sup>-6</sup>	0.090

RadFRAC 模块不仅可以进行校核计算,也可以进行设计计算,即通过 Design Specs 来规定塔的操作要求,如通过调节回流比或塔顶(底)产品与进料的流率比(D/F)的大小来控制产品的质量.由此,可设置塔 B1 中苯酚的质量纯度为 99.0%,回流比的变化范围暂定为 1~10,结果可得,回流比为 2.87,产品满足分离要求,通过 RadFRAC 模块进行反复试算,最终所得双塔连续精馏工艺的参数见表 8,及 B1 塔板上温度分布曲线及塔内气相组成分布情况分别见图 5 和图 6。

表 8 模拟计算工艺参数  
Tab.8 The simulation process parameters

参数	B1 ( $R=2.87$ , $N=29$ )		B2 ( $R=2.44$ , $N=31$ )	
	塔顶	塔底	塔顶	塔底
温度/℃	113.81	134.25	126.10	143.60
热负荷/kW	-16.79	21	-14.90	15
流出量/ ( $\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$ )	28.44	71.57	30.06	41.52

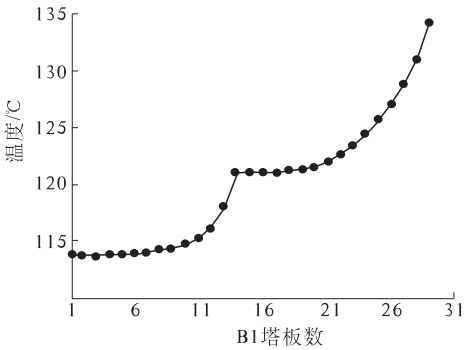


图 5 塔 B1 内塔板上温度变化曲线  
Fig.5 The variation of the temperature  
for each plate in column B1

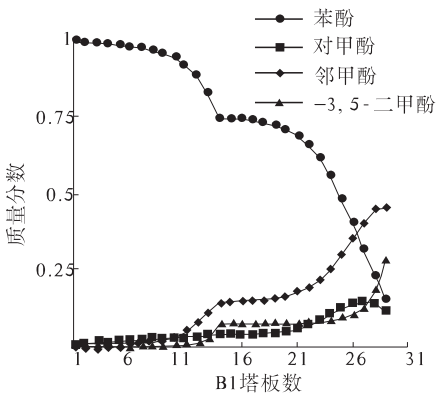


图 6 塔 B1 和 B2 内气相质量组成分布曲线  
Fig.6 The mass fraction of each  
component in column B1

4 结论

利用 Aspen Plus 流程模拟软件,针对煤气化副产物粗酚的组分特点,初步设计了三塔和双塔连续减压精馏工艺. 利用 DSTWU 简捷设计模块对所需工艺参数进行初步计算,通过对所得工艺参数的对比,确定出适合该类化合物分离的工艺流程为双塔精馏. 进一步利用 RadFRAC 严格校核模块对设计结果进行模拟核算,并结合应用模型分析工具,最终得到了满足分离要求的工艺参数,

为该工艺流程的开发建立了基础.

参考文献:

[1] 李雪平,续静静,苗建林,等. 煤气化废水酚氨分离回收系统的流程改造[J]. 河南化工,2012,29(17):50-52.

[2] 葛宜掌. 煤低温热解液体产物中的酚类化合物[J]. 煤炭转化,1997,20(1):14-19.

[3] 孙琪娟,马晓迅,孙长顺,等. 陕北中低温煤焦油中酚类化合物的提取与分离研究[J]. 应用化工,2013,42(4):713-716.

[4] 张哲,卢涛. 基于 Aspen Plus 的常压蒸馏装置流程优化[J]. 北京化工大学学报:自然科学版,2009,36(B11):109-112.

[5] 李蓓. Aspen Plus 在精馏操作分析中的应用[J]. 科技创新与应用,2013(26):32-32.

[6] MORE R K, BULASARA V K, UPPALURI R, et al. Optimization of crude distillation system using aspen plus: Effect of binary feed selection on grass-root design[J]. chemical engineering research and design, 2010, 88(2):121-134.

[7] 白效言,曲思建,王利斌,等. 低温热解煤焦油粗酚精馏的初步研究与模拟计算[J]. 煤炭学报,2011,36(4):660-664.

[8] 田亚鹏,伏盛世. 长焰煤制鲁奇气化炉气化型煤生产技术的改进[J]. 煤炭技术,2009,28(8):132-133.

[9] 张明明,田晓露,关永毅. 气相色谱法快速测定间甲酚含量[J]. 燃料与化工,2012,42(6):50-51.

[10] WEBER L. Gas chromatographic determination of urinary phenol conjugates after acid hydrolysis/extractive acetylation[J]. Journal of Chromatography B: Biomedical Sciences and Applications, 1992, 574(2):349-351.

[11] 孙卫国,李凭力,邸士标,等. 丙烯精馏塔过程模拟[J]. 石化技术与应用,2007,25(2):147-151.

[12] 孙兰义. 化工流程模拟实训——Aspen Plus 教程[M]. 北京:化学工业出版社,2012.

[13] 郭小涛,顾丽莉,代文阳,等. 间歇精馏过程模拟的发展与应用[J]. 应用化工,2012,41(11):1990-1992.

[14] VETERE A. NRTL equation as a predictive tool for vapor-liquid equilibria[J]. Fluid Phase Equilibria, 2004, 218(1):33-39.

[15] 陈会,梅智明. Aspen plus 模拟环丁砜萃取精馏苯乙烯工艺过程[J]. 齐鲁石油化工,2009,37(3):182-185.

## Separation of Gasification Byproducts Crude Phenol Based on Aspen Plus

LI Hui-ping<sup>1</sup>, LI Huan-xin<sup>1</sup>, LI Xue-ping<sup>2</sup>, ZHANG Dan<sup>1</sup>, LIANG Shu-qin<sup>1</sup>, LIANG Xue-bo<sup>2</sup>

(1. School of Chemical Engineering and Energy, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China; 2. Yima Gasification Plant, Henan Gas (Group) Co. Ltd. Yima, Sanmenxia 472300, China)

**Abstract:** In this paper, the three towers and two towers continuous vacuum distillation process were designed preliminarily according to the component characteristics of the coal gasification by-products of crude phenols. The separation process was studied systematically by using aspen plus with the NRTL property method. DSTWU simple design model was used to calculate the required process parameters firstly, and the appropriate process for the separation of the system was determined by comparing the obtained parameters. And then, RadFRAC model was used to carry out the strict checking of the results of parameters, the process parameters (i. e. numbers of the column, the feed stage number, and the reflux ratio) of the two towers was obtained eventually, and the main operating parameters and working conditions was also determined. It was designed to establish a foundation for the process development.

**Key words:** crude phenols of coal gasification; two columns; three columns; reduced pressure distillation; aspen plus simulation

(上接第 27 页)

- [7] 赵博. Ansoft12 在工程电磁场中的应用[M]. 北京: 中国水利水电出版社, 2011: 10-45.
- [8] 朱喜华, 李颖晖, 张敬, 等. 基于 Ansoft 的永磁同步电机早期匝间短路故障分析[J]. 大电机技术, 2010(5): 35-39.
- [9] 齐蓉, 陈明. 永磁容错电机及容错驱动结构研究[J]. 西北工业大学学报, 2005, 23(4): 475-478.
- [10] 赵文祥, 程明, 花为, 等. 双凸极永磁电机故障分析与容错控制策略[J]. 电工技术学报, 2009, 24(4): 71-77, 91.
- [11] 高爱云, 钱武, 蔡泽祥, 等. 有限元法在电动机匝间短路故障诊断中的应用[J]. 电气制造, 2009(1): 68-69.

## Analysis Of One-Phase Short-Circuit Performances of Dual Three-Phase Permanent Magnet Brushless Ac Motor

QI Ge, BAI Zuo-xia, LIU Xian-lin, SHI Li

( School of Electrical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** The electromagnetic performance of the electromagnetic field distribution, flux linkage, current, and output torque and so on are analyzed, when dual three-phase motor is in fault condition of short-circuit of one phase winding. At the same time, it is compared with traditional three-phase motor. Results indicate that coupling between phases of dual three-phase motor is very weak. In fault condition, the fault phase of dual three-phase motor dose not affect normal operation of non-fault phase which makes it can still continue to work within the acceptable range. So dual three-phase motor does not have to stop on the way, and has a certain tolerance, and is applicable to the occasion which has special requirements for motor.

**Key words:** dual three-phase; permanent magnet machine; fault-tolerant performance; one-phase short-circuit