筛板精馏实验

一、实验目的

1．了解筛板精馏塔的结构及精馏流程。

2．熟悉筛板精馏塔及其它设备的操作方法。

3．掌握精馏塔效率的测定方法。

4.　理解回流比、蒸气速度等操作参数对精馏塔性能的影响。

二、实验装置、流程以及实验溶液

2.1.实验装置及流程：见下页示意图 1, 塔内测温点分布见表 1。

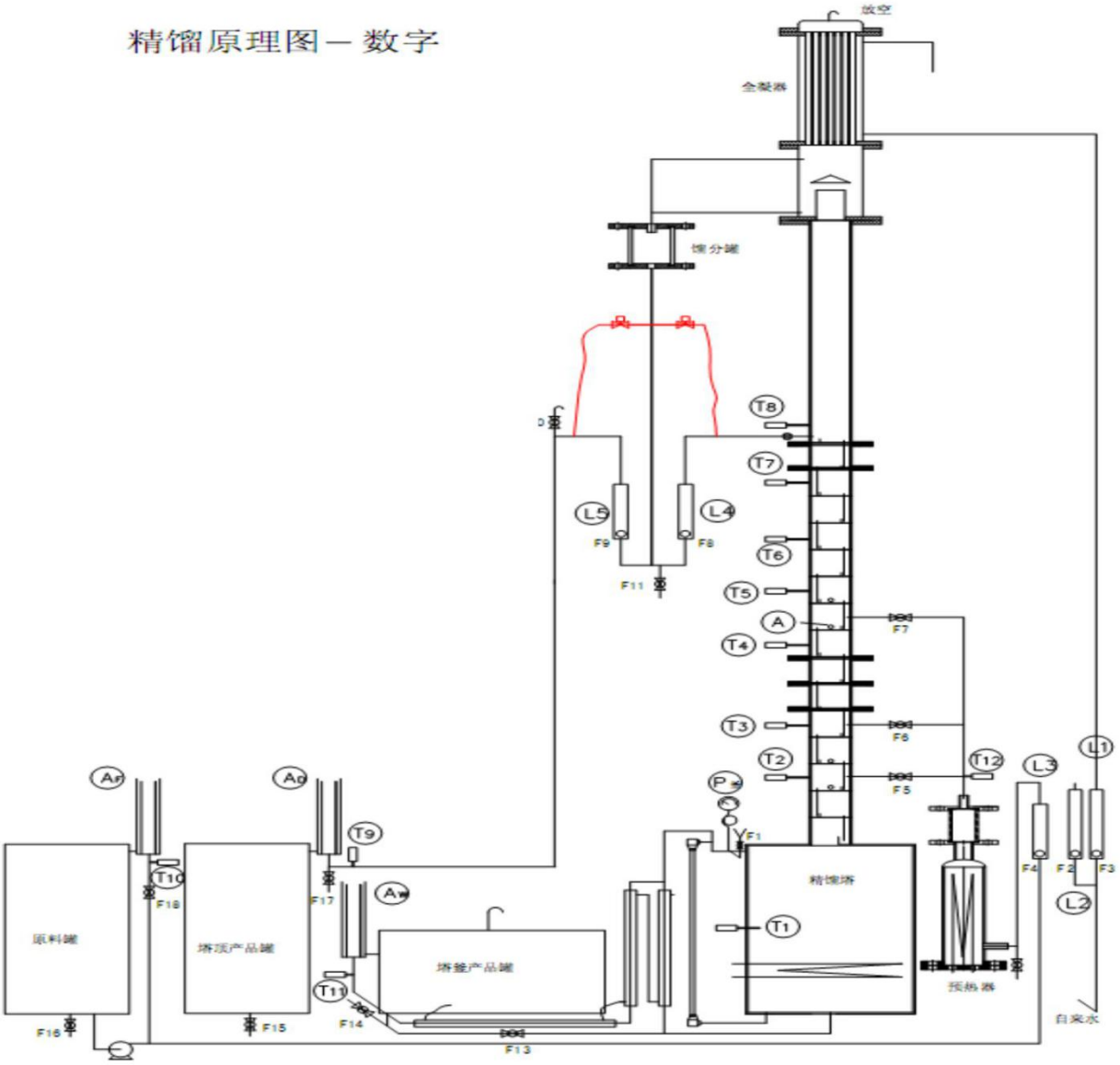

图 1　筛板精馏塔实验装置图

表 1 塔内测温点分布

序号	1	2	3	4	5	6	7	8
位置	塔 釜	第 2 块板上	第 4 加料板	第 7 块板（灵敏板）	第 9 块板	第 11 块板	第 13 块板	塔顶
代码	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8

塔内三个玻璃视镜的位置分别在①第 5-6 板之间，②第 6-7 板之间，③第 14-15 板之间。

2.2.结构参数

塔内径 D=68mm，塔总高度 H=3000mm，塔内采用筛板及弓形降液管，共有 15 块板。一般用下进料管进料，提馏段为 4 块板，精馏段为 11 块板。板间距 HT=70mm，板上孔径 d=3mm，筛孔数 N=50 个，开孔率 9.73%。

塔顶为列管式冷凝器，冷却水走管外，蒸汽在管内冷凝。回流比由回流转子流量计与产品转子流量计数值决定。料液由泵从原料罐中经转子流量计计量后加入塔内。

控制说明：1、塔釜液位力学自动控制；2、回流比手动-自动控制。

2.3.仪表参数

表 2 仪表参数表

名称	仪表型号	参数值
回流流量计	LZB-4	25～250 ml/min
进料流量计	LZB-4	16～160 ml/min
总加热功率	回形电加热，250 mm	2×3=6Kw（1 组可调）
产品流量计	LZB-3	2.5～25 ml/min
冷却水流量计	LZB-10	25～250 l/h，16-1601/h
压力表		0～6KPa
冷凝器	内管换热	0.296m2
加料泵	磁力循环泵	15W

2.3.操作参数

$P_{釜}$=1.5～3.0KPa；$T_{灵}$=77～83℃；$T_{顶}$=75～78℃；$T_{釜}$=97～99℃。

2.4. 乙醇-水溶液

⑴ 乙醇-水的特点：乙醇-水系统属于非理想溶液，具有较大正偏差。最低恒沸点为 78.15℃，恒沸组成为 0.894 mol/%。因此：⑴ 普通精馏塔顶组成 X_D＜0.894，若要达到高纯度酒需采用其它特殊精馏方法；⑵ 为非理想体系，平衡曲线不能用 y=f(α，x)来描述，只能用原平衡数据。

⑵ 常压下乙醇-水气液平衡常数

表 3 平衡数据表

液相乙醇摩尔 %	汽相乙醇摩尔 %	液相乙醇摩尔%	汽相乙醇摩尔%
0.0	0.0	45.0	63.5
1.0	11.0	50.0	65.7
2.0	17.5	55.0	67.8
4.0	27.3	60.0	69.8
6.0	34.0	65.0	72.5
8.0	39.2	70.0	75.5
10.0	43.0	75.0	78.5
14.0	48.2	80.0	82.0
18.0	51.3	85.0	85.5
20.0	52.5	89.4	89.4
25.0	55.1	90.0	89.8
30.0	57.5	95.0	94.2
35.0	59.5	100.0	100.0
40.0	61.4		

三、实验原理

蒸馏技术原理是利用液体混合物中各组分的挥发度不同而达到分离目的。此项技术现已广泛应用于石油、化工、食品加工及其它领域。其主要目的是将混合液进行分离，根据料液分离的难易、分离的纯度，此项技术又可分为一般蒸馏、普通精馏及特殊精馏等。常见的精馏设备有两大类型：填料塔和筛板塔，它们的分离效率分别可以用等板高度（HETP）和全塔效率来评价。

3.1．全塔效率

在精馏装置中，塔板是汽、液两相的接触场所。在板式精馏塔中，混合液的蒸汽逐板上升，回流液逐板下降，汽液两相在塔板上层接触，实现传质、传热过程，从而达到分离目的。如果在某层塔板上，上升的蒸汽与下降的液体处于平衡状态，则该塔板称为理论板。然而在实际操作中，由于塔板上的汽、液两相接

触时间有限及板间返混等因素影响，使汽、液两相尚未达到平衡即离开塔板，一块实际塔板的分离效果达不到一块理论板的作用，因此精馏塔所需的实际板数比理论板数多，若实际板数为 NP，理论板数为 NT，则全塔效率 ET：

ET= (NT /NP)╳100%

3.2. 操作因素对塔效率的影响

⑴回流比的影响

从塔顶回流入塔的液体量与塔顶产品量之比称为回流比。回流比是精馏操作的一个重要控制参数，回流比数值的大小影响着精馏操作的分离效果与能耗。回流比可分为全回流、最小回流比和实际操作回流比。全回流是一种极限情况，此时精馏塔不加料也不出产品，塔顶冷凝量全部从塔顶回到塔内，这在生产上没有意义，但是这种操作容易达到稳定，故在装置开工和科学研究中常常采用。全回流时由于回流比为无穷大，当分离要求相同时比其它回流比所需理论板要少，故称全回流时所需的理论板为最少理论板数。通常计算最少理论板数用芬斯克方程。对于一定的分离要求，减少回流比，所需的理论塔板数增加，当减到某一回流比时，需要无穷多个理论板才能达到分离要求，这一回流比称为最小回流比 Rmin。最小回流比是操作的另一极限，因为实际上不可能安装无限多块的塔板，因此亦不能选择 Rmin 来操作，实际选择回流比 R 应为 Rmin 的一个倍数，这个倍数根据经验取为 1.2～2。当体系分离要求、进料组成和状态确定后，可以根据平衡线形状由作图求出最小回流比。在精馏塔正常操作时，如果回流装置出现毛病，中断了回流，此时情况会发生明显变化，塔顶易挥发物组成下降，塔釜易挥发物组成随之上升，分离情况变坏。

⑵塔内蒸汽速度的影响

塔板上的气、液流量是板效率的主要影响因素，在精馏塔内，液体与气体应有错流接触，但当气速较小时，上升气量不够，部分液体会从塔板开孔处直接漏下，塔板上建立不了液层，使塔板上气液两相不能充分接触；若上升气速太大，又会产生严重液沫夹带甚至于液泛，这样减少了气、液两相接触时间而使塔板效率下降，严重时不能正常运行。

⑶ 进料热状态的影响

不同的进料热状态对精馏塔操作及分离效果有所影响，进料状态的不同直接影响塔内蒸汽速度，在精馏操作中应选择合适的进料状态。

3.3．精馏塔操作问题的解决方法

⑴ 精馏过程物料不平衡引起不正常

当塔釜温度合格而塔顶温度逐渐升高塔顶产品不合格时，说明塔顶产量太大，造成这种现象的原因可能是产量调节比例不当或进料组成发生了变化，轻组分含量下降，若是产品采出比例不当时，可减小塔顶出料量，加大塔釜出料量和进料量，待塔顶温度下降到规定值时，再调节操作参数，使过程物料达到平衡；如是进料组成变化了，若变化不大，可用以上方法，若变化较大，应调整进料口位置。

当塔顶部温度合格而塔釜温度下降，塔釜产品不合格，原因是塔底产量太大，或进料轻组分含量升高。若是产品采出量的问题，可不变回流量，加大塔顶采出，同时相应调节加热蒸汽压，也可减少进料量，待釜温正常后再调整操作条件；若是因进料组成发生变化而因起的，亦可按上述方法或对进料位置进行调整。

⑵ 分离能力不够引起产品不合格

若塔顶温度升高，塔釜温度降低，塔顶塔底产品不符合要求时，一般可通过加大回流比来解决，加大回流比时应注意不要发生液沫夹带等不正常现象。

⑶ 进料温度发生变化

进料温度发生变化主要影响蒸汽量，应及时调节釜底加热或塔顶冷凝器及回流比。

3.4．全塔效率的测定方法

全塔效率一般可在全回流操作时来测定，即在全回流操作下，测定塔顶和釜底产品的组成，再在 x～y 图上用图解法求出完成此分离任务所需的理论板数，将所得理论数与塔中实际板数相比，即得全回流状态下的全塔效率。

四、实验步骤与浓度测定

4.1 操作步骤

⑴．熟悉精馏塔的结构及精馏流程，并了解设备各部分的作用，检查加热釜中的料液量是否适当。一般釜中液面必须浸没电加热器，液面保持在液面计的 2／3 左右。釜内料液为乙醇水溶液，乙醇含量约 20%～30%（质量）。

⑵．关闭加料口和全部取样口，打开冷凝器顶部排气阀。全面检查装置无误后，开电热器加热升温。

⑶．待塔釜溶液沸腾，注意观察塔釜、塔顶的温度变化，当塔顶第一块塔

板有上升蒸汽时关闭排气口，调好冷却水量在 60～100l/h 某一定值，用水量保持塔顶上升蒸汽全部冷凝即可。

⑷．在塔顶出现回流液(塔顶温度约在 78～80℃或灵敏板温度在 80℃左右)后应小心控制电热器的电压、电流，维持塔顶塔釜温度、塔釜压力稳定。

⑸．在全回流下，操作达到完全稳定后，从塔顶、塔釜取样，取样时应用少量样品冲洗样品瓶一、二次，取样后将瓶盖盖紧，以避免样品挥发，将样品冷却到 20℃，用酒度计测定乙醇的体积分数，从图表中查出相应浓度。

⑹．如进行部分回流操作，可预先选择好回流比和加料口，稳定操作后，塔顶、塔底同时取样分析。

⑺．实验完毕后，关闭加热器，切断电源，待釜温明显下降后，关闭冷凝器冷却水进口阀，恢复原状。

4.2 样品含量的分析

本实验物料为乙醇-水溶液，乙醇含量分析采用阿贝折光仪测定。测定时，样品要冷却到一定温度范围内才能测量。

附录 2 为阿贝折光仪的使用方法。

五．实验报告要求

5.1．根据实验内容，设计数据记录表格；

5.2　根据塔顶及塔釜乙醇的折光率或者质量分数，换算成相应的摩尔分数；

5.3　由换算得到的乙醇组成 X_D、X_W,，在 *x-y* 图上用图解法求全回流时的理论板数 N_T；

5.4．计算全回流下的全塔效率 E_T。

六．思考题

6.1．什么是全回流，全回流在精馏塔操作中有何实际意义？

6.2．增加塔板数，能否得到无水乙醇？为什么？

6.3．如果提高塔釜加热器功率，精馏塔内从塔釜到塔顶温度和压力怎样变化？可能会出现那种不正常操作？

6.4．精馏塔塔板效率受那些因素影响？