

# 精细化工间歇式生产过程有机相-水系自动重力分离技术研究

李广海

(淮安丰安技术咨询有限公司 江苏淮安 223005)

在精细化工间歇式生产过程中,需要将反应釜内的有机相和水系分离。在常用的分离方法中,重力分离具有操作难度并不高、对设备要求低等特点,可以在反应釜内直接完成分离。但是在重力分离有机相-水系时,需要人工判断分离终点。在实际操作中,由于分离终点判断不准确,阀门延迟关闭导致一些有机相进入水相。这样一来,不仅有有机相-水系的分离精度受到了影响,而且还会出现过分离现象导致产品受到损失,显然不符合精细化生产的要求。基于此,本文提出了一种有机相-水系自动重力分离技术,通过软硬件控制达到了提高分离精度、降低生产成本的效果。

## 1.有机相-水系自动重力分离工艺

### 1.1 有机相-水系自动重力分离流程

反应釜内的有机相和水相属于不相容且密度相差较大的两种流体,在静置一段时间后,密度较小的有机相置于水相之上,产生分层现象。利用自动重力分离技术,可以将下层水相全部分离出去,在反应釜内只保留有机相。在设计自动重力分离工艺时,应兼顾两方面,其一是避免有机相过分离,其二是确保分离精度达标。为了达到上述目标,本工艺包含了两个阶段:

第一是粗分阶段,利用口径较大的出料管快速完成有机相和水系的分离,目的是提升分离效率。由于该阶段管内流体的流速较快,因此分离精度不高,粗分结束后允许有机相内残留一部分水。为了尽可能减少残留的水相,在该阶段使用了电磁流量计,用于检测分离水相的体积。当分离出去的水相体积达到反应釜内水相总体积的80%后,该阶段的分离工作停止,并立即进行下一阶段。

第二为精分阶段,使用口径更小的出料管对反应釜内的液体再次分离,将残留的水全部分离出去。为了保证最终的分离精度达标,

该阶段使用了电导率仪,当出料管口的流体流速为0时停止分离工作,然后静置5min。之后再继续进行分离,当电导率仪再次检测到流体流速为0时,判断达到分离终点,整个有机相-水系分离工艺结束。

### 1.2 有机相-水系自动重力分离方案

在自动重力分离过程中,如何准确判断分离终点是决定有机相-水系分离精度的关键因素。本文设计的自动重力分离装置中创新性的加入了电磁流量计和电导率仪,利用水的电导率较高(100~150s/cm)、有机相的电导率基本为0,判断两者是否完全分离。

电磁流量计的工作原理是:在有机相-水系分离过程中,分离出去的水会沿着管道以一定速度定向流动,由于水具有导电能力,在流动过程中会产生感应电势,此时安装在管道上的电磁流量计会测量到感应电势。同时,感应电势与水相的流动速度为正相关,即管道内水的流动速度越快,产生的感应电势越大,相应的电磁流量计上的示数越大。根据这一原理,可以通过电磁流量计直观、准确地测定管道内的水相流速。正常情况下,管道内壁光滑,且管道内壁的附着物会被不断分离的水冲洗干净,因此可以认为电磁流量计的测量结果较为准确。

电导率仪的工作原理是:在待测溶液中放置2块相互平行的极板,当有导电液体从极板之间流过时,电导率仪可以对比两块极板上的电流差,进而计算出电流的大小。反应釜中分离出来的水相中含有大量的电解质离子,因此水相的导电能力较强;相反,反应釜中的有机相导电能力基本为0。根据流体的这一特性,当管道内分离出来的液体含有水时,电导率较大;当电导率很小甚至为0时,说明分离出来的液体中不含水,此时即可判定达到了分离终点。

该装置的组成结构包括了反应釜、电磁流量计、电导率仪以及各种阀门等,如图1所示。

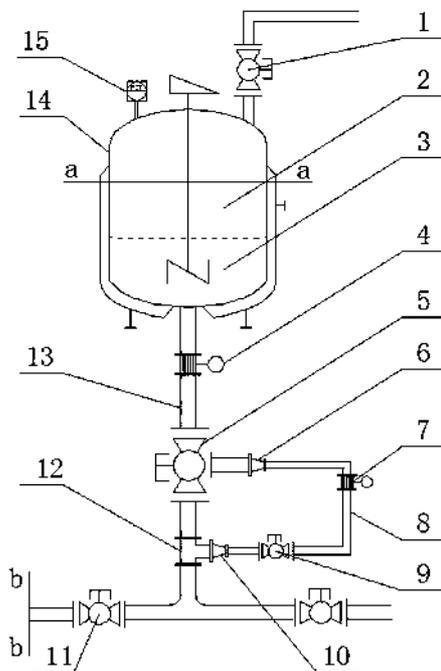


图1 有机相-水系自动重力分离装置示意图

上图中, 序号1表示放空阀; 2表示有机相; 3表示水; 4表示电磁流量计, 用于测定管道内流体的流速; 5表示底阀, 用于改变管道内流体的流动方向; 6表示法兰; 7表示电导率仪, 用于判定分离终点; 8表示出料管(小口径), 用于有机相和水系的精分; 9表示切断阀; 10表示异径法兰; 11表示分层阀, 用于控制整个分离过程; 12表示三通; 13表示出料管(大口径), 用于有机相和水系的粗分; 14表示反应釜; 15表示压力变送器, 用于测定反应釜内的实时压力; a-a和b-b表示截面。

## 2. 有机相-水系自动重力分离系统的参数计算

使用该装置完成有机相-水系自动重力分离时, 要想最大程度上减少分离后反应釜内水相的残留量, 必须要合理布置快速切断阀的位置, 以及灵活控制管道内流体的流动速度。有伯努利方程可知, 在光滑管道内流体的流动速度主要取决于外部压力和管壁阻力两方面。基于此, 计算管道内流体的流动阻力和流动速度, 由此来确定阀门的最佳安装位置。

### 2.1 流动阻力的计算

本文设计的有机相-水系自动重力分离装置中设置了输送管路, 按照其形状的不同大体可分为2种类型, 一种是直径相同的直管, 另一种是非直管, 如弯头、阀门、T型三通等。管内流体经过不同管件时, 遇到的阻力也有差异。其中, 流经直管时的机械能损耗称为“沿程阻力损失”, 流经非直管时的机械能损耗称为“局部阻力损失”, 计算方式如下:

对于沿程阻力损失, 理想状态下当管道内流体流动趋于稳定后, 有机相和水系有明显的分层现象, 即保持“层流”状态。这种情况下电导率仪可以精准检测有机相和水相两种流体的临界面, 此时根据范宁公式可以求得小口径出料管的沿程损失:

$$w_1 = \lambda \times \frac{1}{d} \times \frac{u^2}{2} \quad (1)$$

在式(1)中,  $w_1$ 表示沿程阻力损失;  $d$ 表示管径, 本装置中取0.03m;  $u$ 表示流体流速;  $\lambda$ 表示管道摩擦系数, 这里取0.3。将各项数据带入上式后, 可得  $w_1=5u^2$ , 即沿程阻力损失与流体流动速度呈正相关。

对于局部阻力损失, 当流体经过非直管时, 由于方向或流速发生改变, 会形成旋涡并造成机械能的损失。该部分损失可通过下式求得:

$$w_2 = (\sum \xi) \frac{u^2}{2} \quad (2)$$

在式(2)中,  $w_2$ 表示沿程局部损失;  $u$ 表示非直管处的流体流速;  $\sum \xi$ 表示阀门、三通等各类非直管的阻力系数之和, 其中三通的阻力系数为7.8, 电磁流量计的阻力系数为1.5, 法兰的阻力系数为0.48, 切断阀的阻力系数为9.4, 弯头的阻力系数为2.0, 电导率仪的阻力系数为1.5。将各项数据带入上式后, 可得  $w_2=22.68u^2$ , 局部阻力损失与流体流动速度呈正相关。

在流体流速方面, 通过上文公式可知, 流体流速与总阻力损失有关, 可根据机械能平衡公式求得流体流速, 公式如下:

$$gk_1 + \frac{u_1^2}{2} + \frac{p_1}{\rho} = gk_2 + \frac{u_2^2}{2} + \frac{p_2}{\rho} + w \quad (3)$$

在式(3)中,  $g$ 表示重力加速度, 这里取9.8m/s<sup>2</sup>;  $k_1$ 和 $k_2$ 分别表示截面a-a和截面b-b的相对高度,  $k_2$ 为0;  $p_1$ 和 $p_2$ 分别表示两个截面处的压力, 并且存在  $p_1=p_2$ ;  $\rho$ 表示有机相的密度, 这里取720kg/m<sup>3</sup>;  $u_1$ 和 $u_2$ 分别表示两个截面处的流速, 其中  $u_1$ 为0m/s;  $w$ 表示总阻力损失, 为 $w_1$ 与 $w_2$ 之和。当 $z_1$ 为4m时, 将各项数值带入上式后, 求得 $u_2$ 值为0.34m/s; 当 $z_1$ 为5m时, 将各项数值带入上式后, 求得 $u_2$ 值为0.38m/s。由此可得, 流体的流动速度在0.34~0.38m/s之间。

### 2.2 流体形态的验证

在细分阶段, 粗分后的水相和有机相经过小口径出料管流出。此时如果管道内流体的流速过快, 使得流体处于“湍流”状态, 继而导致管道内的水相和有机相返混, 电导率仪无法精确判断分离终点。针对此类情况, 需要计算流速并验证流体进入小口径管道时的状态, 保证在一定流速内管道中的水相和有机相处于“层流”状态。

该状态下,管道的雷诺准数应符合以下条件:

$$R = \frac{dU\rho}{\mu} \leq 2000 \quad (4)$$

在式(4)中,  $d$  表示小口径管道的内径,这里取 0.03m;  $U$  表示小口径管道内流体的最大流速,为大口径管道最大流速的 4 倍,根据上文可知大口径管道内流体的最大流速为 0.38m/s,故  $U$  值为  $0.38 \times 4 = 1.52\text{m/s}$ ;  $\rho$  表示有机相密度,取值为  $720\text{kg/m}^3$ ;  $\mu$  表示有机相粘度,取值为  $25\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。将各项数据带入上式后,可以求得  $R$  值为 1094.4,该值明显小于 2000,所以在小口径管道内流体流速不超过 1.52m/s 的情况下,可以保证管道内有有机相与水相呈“层流”状态,符合工艺要求。

### 2.3 安装距离的确定

为保证有机相和水相的分离精度,需要在两者的分层界面达到阀门入口处时,立刻将阀门完全关闭。因此在设计自动重力分离装置时必须合理布置阀门的安装位置。电导率仪检测到分离终点位置与阀门所在位置之间的最短距离可通过下式求得:

$$L = U_1 \times \tau \quad (5)$$

在式(5)中,  $U_1$  表示小口径管道最流体速度的最小值,单位为 m/s;  $\tau$  表示分离终点从电导率仪所在位置到切断阀门所在位置花费的时间,单位为 s。在自动重力分离装置的实际运行中,从电导率仪发出关闭阀门的指令,到阀门接收指令并实现完全关闭,会存在一定的延迟,这个延迟通常在几十到几百毫秒,可以忽略不计,这种情况下  $\tau$  取值为 1.8s。同时,为了尽可能的减少反应釜内水相的残留,管道中流体的流动速度 ( $U_1$ ) 取最小值,即 0.34m/s。将两项数据带入上式后,可以求得安装距离  $L$  值为 2.45m。在实际应用中,还需要留出适量的安全裕度,因此最终将安装距离确定为 2.6m。

## 3. 有机相-水系自动重力分离系统的控制程序

### 3.1 元件 I/O 口

为实现对有机相-水系自动重力分离的精准控制,需要设计 PLC 程序。一方面,要利用前端传感器实时采集管道流体的流速信息,并将其上传给 PLC; 另一方面, PLC 分析数据后,会编辑指令并将其发送至下位机,实现对阀门开闭的控制。为了保证上述功能的实现,本系统至少需要 13 个 I/O 口。具体分配情况如下:

6 个 I/O 口用于数字量输入,地址为 I20.2 ~ I20.7,分别用于控制反应釜放空阀的开关、切断阀的开关和分层阀的开关;

3 个 I/O 口用于数字量输出,地址为 Q12.0 ~ Q12.2,分别用于反应釜放空阀、切断阀、分层阀的使能;

3 个 I/O 口用于模拟量输入,地址为 PIW292、PIW294、PIW296,分别用于反应釜压力值、大口径管道流速和小口径管道流速的数据采集;

1 个 I/O 口用于模拟量输出,地址为 PQW272,用于反应釜底阀开度的调节。

### 3.2 机相-水相分离控制流程

在正式开始自动重力分离前,需要提前向反应釜内加入有机相-水系并静置一段时间,利用两种流体密度不同实现完全分层。此时,工作人员需要在计算机控制软件(上位机)的操作界面输入大口径出料管道分离水相的体积,记为  $V_1$ 。该值可通过电磁流量计检测分离出水相的累积流量得到。输入参数后,开始进行自动重力分离。如前文所述,首先进行粗分步骤,此时 PLC 发出控制指令,让放空阀、分层阀和底阀全部打开,开始分离水相。需要分离的水相体积为  $V$ ,该值可通道反应釜内加入软化水的体积以及分离产生水的体积相加得到。电磁流量计采集管道内水的流动速度,并将数据反馈给 PLC,经过计算后得到流出水的体积 ( $V_1$ ),并且将  $V_1$  与  $V$  进行对比。当  $V_1 = V \times 80\%$  时,该系统自动将大口径出料管道切换为小口径出料管道,同时从粗分阶段进入到精分阶段。

PLC 发送控制指令,使快速切断阀打开,并改变底阀的开度,此时电导率仪实时获取小口径管道内的流体流速。当 PLC 接收的反馈数据中流体流速为 0m/s 时,发出一个关闭快速切断阀的指令,当阀门关闭后,暂停精分。静置 5min 后,让反应釜内剩余的有机相和水相充分分层,然后 PLC 再次发送指令让快速切断阀打开,继续精分,电导率仪同步运行。当 PLC 再次接受到流体流速为 0m/s 的数据后,判定此时反应釜内有机相与水相已经完全分离,此时 PLC 发出指令让快速切断阀、分层阀、底阀完全关闭,本次有机相-水系自动重力分离程序结束。

## 4. 结语

本文设计的有机相-水系自动重力分离控制系统,利用电磁流量计测定管道内流体流速,电导率仪根据流体流量精准判定分离终点。由 PLC 控制系统发送指令控制阀门开闭,保证了水相分离精度,满足实际生产要求。

### 作者简介:

李广海: 1975.03.18, 男, 汉, 江苏淮安, 本科(化学工程与工艺), 淮安丰安技术咨询有限公司, 化工工程师, 从事工作: 化工生产技术、安全技术咨询。