

化工专业反应精馏案例教学实践研究^{*}

王磊, 万辉, 管国锋

(南京工业大学 化工学院, 江苏 南京 211816)

[摘要]当前世界范围内,新一轮科技革命与产业变革正在加速进行,我国经济发展面临着产业转型升级和旧动能转换的艰巨任务。高等工程教育必须深化改革,面向未来产业需求和技术发展趋势建设新工科,培养多样化、创新型卓越工程人才。高等分离工程与化工生产联系非常紧密,但是传统授课过程中注重理论知识的讲解,缺乏对学生解决实际工程问题的能力和设计能力的培养。本文以醋酸甲酯水解的反应精馏工程案例建设和实施过程为例,介绍如何通过案例教学强化学生实践能力的培养,并对案例教学应用于高等分离工程课程教学的情况进行了分析研究。

[关键词]案例教学; 化工专业; 高等分离工程; 反应精馏; 工程设计能力

Practical Research on Reactive Distillation Case Study in Chemical Engineering Education

Wang Lei, Wan Hui, Guan Guofeng

Abstract: New round of scientific and technological revolution is accelerating with industrial transformation in the world. China's economic development is facing a difficult task of industrial upgrading and the transformation of old to new kinetic energy. Higher engineering education must deepen reforms to build emerging engineering educations for future industrial needs and technological development trends, and cultivate diverse and innovative engineering talents. Advanced separation engineering is closely related to chemical industry, but the traditional teaching process focuses on the explanation of theoretical knowledge, and lacks the training of students' capabilities to solve practical engineering problems and design. This paper takes the construction and implementation process of reactive distillation process of methyl acetate hydrolysis as a case study example, and introduces how to strengthen the cultivation of students' practical ability, and analyzes the application of case study in the teaching of advanced separation engineering.

Key words: Case study; Chemical engineering education; Advanced separation engineering; Reactive distillation; Engineering design capability

[作者简介] 王磊(1984-),男,副教授,硕导,博士。

^{*} 基金项目:全国化学工程领域工程硕士专业学位研究生课程教学案例库项目(工程 085216-10)。

高等分离工程是化学工程、化学工艺、应用化学等专业研究生的专业基础课,其主要任务是研究化工分离、纯化及提取过程中的基本理论与技术,揭示化工分离工程过程变化的规律^[1-3]。当前,以人工智能、清洁能源、无人控制、量子信息、虚拟现实及生物技术为主的技术革命正在引发新一轮的科技革命和产业变革,教育部提出建设和发展新工科,以满足新技术和新产业的快速涌现和不断发展对人才培养提出的新要求^[4-5]。我国化工行业面临产业结构升级与变革的双重挑战,对应用型高技术人才的培养提出了更高要求^[6]。

在传统的教学过程中,教师占绝对的主导地位,以单向灌输的形式将理论知识传授给学生,忽视了学生创新意识的培养,学生的个性和创造力得不到充分发挥。案例教学以学生为中心,教师扮演引导者、协助者的角色,引导学生通过案例分析解决实际问题,注重学生主体性、主动性、自主性的发挥^[7-8]。根据教育部《关于加强专业学位研究生案例教学和联合培养基地建设的意见》(教研〔2015〕1号),加强案例教学是强化专业学位研究生实践能力培养、推进教学改革、促进教学与实践有机融合的重要途径,是推动专业学位研究生培养模式改革的重要手段。

我们承担了国家科技支撑计划和中国石化有限公司的相关课题,进行醋酸甲酯水解的反应精馏工艺设计。基于以上内容,我们进行了案例教学内容建设,联合机械、自动化、安全工程等专业教师开设了“工程设计”全校公选课,合作指导相关专业本科生进行团队毕业设计。本文在新工科建设的背景下,介绍了反应精馏案例教学的建设和实施过程。

一、反应精馏案例教学设计过程和特点

反应精馏案例教学内容及课件可供化学工程、化学工艺、生物化工、应用化学、工业催化等相关专业研究生和化学工程与工艺专业高年级本科生作为实践教育课程学习内容。在新技术革命和产业变革形势下,未来新兴产业和新经济的发展需要工程实践能力强、创新能力强、具有国际竞争力的高素质复合型“新工科”人才。这就要求学生

不仅能熟练运用所学知识解决现有问题,而且能主动学习新知识,以解决未来可能出现的新问题^[4-5]。

当前,化工专业人才培养仍然以传统的课堂教学模式为主,教师主动施教,学生被动接受。这种模式造成了教学资源 and 知识传递途径的单一性,导致学生只能被动参与,不仅无法培养学生的学习兴趣,而且不能激发学生的学习积极性和主动性。化工专业与实际生产联系紧密,学生只有具备较强的创新能力和实践能力,将来才能迅速适应岗位工作,满足未来产业发展的需要。区别于传统的灌输式教学,案例教学是一种动态的开放式教学方式,学生处于特定的案例情境中,教师积极引导学生查资料,通过团队合作的方式分析和研究复杂的工程问题,并提出解决方案。以上训练过程可以有效提高学生综合运用各种知识和经验分析和解决问题的能力。

案例作为教学的起点,对于教学效果和质量有直接影响。我们选择某公司最新的8 000吨/年醋酸甲酯水解反应精馏作为工业项目案例,分三步进行案例教学设计。

(一)教学知识点融入和内容设计

在化学反应工程等课程的学习中,学生已经了解到醋酸甲酯水解是一个典型的可逆反应过程。由于平衡常数低,传统的固定床催化反应器工艺中存在大量未能水解的醋酸甲酯原料,需要进行回收和循环利用,这就会造成后续过程能耗高,迫切需要开发新的工艺工程。反应精馏工艺将水解反应和精馏分离集成在同一个装置中进行,通过精馏将反应产物及时移走,从而打破化学平衡的限制,提高反应转化率和选择性,简化生产流程,降低过程能耗,减少设备体积。由于存在多组分传质、传热、流动和化学反应的交互作用,反应精馏设计较为困难,需要确定的设计参数有分离段和反应段的高度及进料位置、操作条件、合适的催化剂、塔内件类型等,包括复杂的化学反应热力学和动力学、反应精馏塔和模拟计算等,涉及多个知识点。

依托承担的国家科技支撑计划和全国工程专

业学位研究生教育指导委员会化学工程领域工程硕士专业学位研究生课程教学案例库子课题(高等分离工程:反应精馏),我们结合自行设计开发的某公司 8 000 吨/年醋酸甲酯水解反应精馏装置,制作了课件脚本框架,包括醋酸甲酯水解的反应精馏工艺、醋酸甲酯水解常规工艺、反应精馏塔内部 3D 结构动画、反应精馏原理等动画,并录制了反应精馏装置的现场视频,在此基础上完成了“高等分离工程:反应精馏”案例教学视频。

(二)案例技术背景和场景工艺参数的选择

醋酸甲酯是一种化工原料,其主要用途是作为硝基纤维素和醋酸纤维素的快干性溶剂,还可以作为油漆涂料、人造革和香料制造的原料,以及用作油脂的萃取剂等。在工业生产中,醋酸甲酯常常作为副产品大量出现,如精对苯二甲酸(PTA)和聚乙烯醇(PVA)生产过程中就会产生大量的低浓度醋酸甲酯。精对苯二甲酸是重要的大宗有机原料之一,主要用来生产聚酯纤维(涤纶)、聚酯薄膜和聚酯瓶等,其广泛用于化纤、轻工、电子、建筑等行业,与人民的生活水平密切相关。目前,精对苯二甲酸大多采用液相高温氧化法进行生产,该工艺以对二甲苯为原料、醋酸为溶剂,其中醋酸不完全氧化生成醋酸甲酯是主要的副反应之一,这也是醋酸消耗和 PTA 生产成本较高的一个主要原因^[9]。

如何高价值地利用这些低浓度的醋酸甲酯呢?目前厂家一般将部分回收的醋酸甲酯循环到反应系统中,以抑制醋酸甲酯的生成,减少醋酸的消耗。而其余的醋酸甲酯虽然可以通过精馏设备进行回收,但由于用途有限且纯度不高,未能获得高附加值的利用。醋酸甲酯的水解产物为醋酸和甲醇,醋酸可以作为反应溶剂继续循环利用,甲醇也是重要的化工原料。对醋酸甲酯的综合利用既处理了副产物,也可以减少装置的醋酸单耗,降低生产成本^[9-10]。

传统的醋酸甲酯水解工艺装置主要由一个固定床反应器和四个精馏塔组成,其中有一股循环流股。由于醋酸甲酯水解反应的平衡常数很小,反应器的温度又必须控制在醋酸甲酯的沸点之

下,这就使得反应速率受到了限制。为了提高水解率,实际操作中通常采用加入过量水的方式使反应向正方向进行,但这将导致反应产物中酸水质量比降低。由于系统中尚有未水解的醋酸甲酯和过量的水,组分间会形成多个共沸体系,导致后续分离过程复杂,需要多个精馏塔才能分离得到纯组分。大量未水解的醋酸甲酯需回收循环利用,加上分离过程复杂,故设备投资大、分离能耗高。

为了降低生产成本和能耗,我们开发了新型反应精馏技术,研究了醋酸甲酯水解反应中涉及的动力学和热力学参数,通过残留曲线对精馏过程进行了分析,评估塔内分离操作是否可行;对醋酸甲酯水解反应工艺参数进行优化,确定了回流比、进料位置等工艺参数。反应精馏塔内件既有加速反应的催化作用,又可作为填料起分离作用,对于整个反应精馏过程来说很重要。我们确定了反应精馏塔的内部结构和催化剂的装填方式,并通过动画的形式展示了反应精馏催化剂捆扎包这一核心元件。

(三)案例教学内容设计和制作

进行教学内容设计时必须站在学生的角度考虑,以期更好地展现案例内容。教师需要提前写好脚本,与动画制作人员联合完成案例动画。我们到装置现场录制了装置视频,除反应精馏塔外,还包括混合罐、甲醇回收塔、产品储罐等附属设备。现场装置视频让学生对工程装置有了直观的认识,了解了真实的工厂环境。

我们将醋酸甲酯水解的固定床工艺和反应精馏工艺制作成流程动画,直观展示新旧工艺的异同点。为了让学生理解反应与精馏的耦合原理,我们还将醋酸甲酯分子与水分子在塔内的水解反应、分离过程以动画的形式进行呈现。随着反应产物被不断分离移走,反应连续不断地向生成产物的方向移动并逐步趋向完全反应,过程转化率几乎不受平衡反应的限制,得到了最大限度的提高。

催化甲酯水解反应精馏塔由三部分组成:塔的中段为反应区,用以填充固体催化剂;塔的上段

和下段为非反应的分离段,其中下部是提馏段,上部是精馏段。醋酸水解反应精馏塔内件设计具有相当大的挑战性,较大的颗粒尺寸会限制颗粒内扩散,因此催化剂的颗粒尺寸通常在1~3mm范围内。为防止发生液泛,实际操作中必须将催化剂颗粒用金属丝网包裹,采用捆扎包方式装填到反应段。催化填料要满足单位体积活性高、传质效率高、压降低、通量大和机械强度高要求。我们通过动画展示催化剂的装填方式,方便学生理解。

由于反应和精馏过程之间具有相互作用,反应精馏的稳态和动态操作特性非常复杂。为了控制产品纯度、物料平衡及能量平衡,保证生产装置安全、平稳运行,反应过程中必须制定合适的过程控制策略,进行控制回路设计与动态流程模拟。控制方案应保证塔顶压力、塔顶冷凝器液位和塔釜再沸器液位保持稳定,同时塔顶、塔底采出满足产品纯度要求。我们用稳态增益矩阵奇异值分解法对塔板温度和再沸器加热量之间的灵敏度进行了分析,确定了灵敏板位置;进行设计自由度分析,统计整个工艺流程中的可操作变量个数,选择合适的操作变量和被控变量进行配对,搭建了合适的控制回路;将所有单个生产单元控制回路整合到一起,形成了完整的厂级醋酸甲酯水解工艺流程控制系统;最后采用 Aspen Dynamics 对该工艺过程进行动态模拟,并对醋酸甲酯原料流量和组成添加阶跃扰动,通过分析不同控制结构下醋酸甲酯水解装置动态运行效果,获得了满足醋酸甲酯水解反应精馏工艺设计要求的整体控制方案^[9]。

二、反应精馏案例教学实践

案例的分析和研究过程是对化工学科知识进行综合应用的过程。只有学生掌握了必要的基本理论和基础知识,案例教学才能开展。教学过程中必须处理好理论知识传授与案例分析的关系。反应精馏案例教学大致分为以下三个步骤。

(一)高等分离工程基础理论知识的学习

学生需先具备化工热力学和反应动力学基础、分离过程设计与分析等知识,然后通过数学模

拟方法研究反应精馏过程。涉及的数学模型包括物料平衡方程、气液平衡方程、归一化方程、焓平衡方程和反应动力学方程等。反应精馏过程的设计放大过程中还需要研究塔件设计、过程控制等^[11]。案例的分析和研究必须建立在学科知识基础上,学生只有掌握了必要的理论知识,才能进行实际工程案例的分离与工程设计,否则案例教学会偏离正确的方向。教师应加强理论知识的传授,通过开放式在线学习的形式要求学生提前学习理论知识,课上再集中引导学生进行案例的分析和讨论。

(二)醋酸甲酯水解反应精馏过程学习

反应精馏将化学反应与精馏分离两个独立的单元操作集成在同一设备上,是化工过程强化概念的成功应用。我们以醋酸甲酯水解反应为案例,通过对比传统固定床水解工艺和反应精馏工艺,使学生掌握反应精馏的概念、原理和优势;通过动画、视频、课件等多种展现形式,将精馏分离如何强化反应、突破化学平衡的限制、提高反应转化率等抽象的内容进行模拟演示,使抽象的知识可视化。学生可以直观学习,从而提高学习效率。

(三)醋酸甲酯水解反应精馏工艺设计

我们要求学生分组设计醋酸甲酯水解反应精馏工艺,以提高学生的整体工程设计能力及团队协作创新能力。首先,学生要根据资源规划、市场规划及国家的相关政策确定生产规模,论证项目可行性,内容包括建设意义、建设规模、技术方案、与工业园区或污染源企业的系统集成方案、厂址选择、与社会及环境的和谐发展(包括安全、环保和资源利用)、技术经济分析。其次,学生要进行工艺流程设计,包括工艺方案选择及论证、工艺计算(全流程模拟、物料衡算、建议采用换热网络进行能量计算)及编制初步设计说明书。再次,学生要进行设备选型及典型设备设计,包括典型非标准设备反应器和塔器的工艺设计(编制计算说明书)、典型标准设备换热器的工艺选型设计(编制计算说明书)、其他重要设备的工艺设计及选型说明、编制设备一览表。最后,学生小组提交作品,

包括文档(可行性报告、初步设计说明书及设备设计文档)、图纸(PFD、P&ID、车间平立面布置及工厂总图布置)、工艺流程的模拟及流程优化计算结果和模拟源程序。

工程设计不但能培养学生的创新思维和团队协作精神,而且能增强学生的工程设计与实践能力,为其日后研发新产品和新技术、设计新流程和新装置、操作运行新的生产过程等打下基础。我们编写了卓越工程师教育培养计划系列教材《化工多学科工程设计与实践》,面向研究生和高年级本科生开设了公选课“工程设计”,与机械、自动化、安全等专业教师合作指导本科毕业设计,并多次获得江苏省本科毕业论文(设计)优秀团队和优秀论文奖。以此为主要支撑材料的教学研究成果“多学科融合的复合型创新人才工程能力培养体系的探索与实践”获得江苏省优秀教学成果二等奖。

三、研究总结

1. 案例是强化案例教学效果的前提和基础。案例编写过程中需要注重理论与实际相结合,以期开发出具有真实情境并与国际接轨的高质量教学案例。

2. 加强案例教学是推动工科学生培养模式改革的重要手段。在传统的教学模式下,虽然案例教学仍被视为辅助教学手段,但我们需要积极探索案例教学模式,通过翻转课堂提高案例教学效果。

3. 案例教学应以学生为中心,通过引导学生对真实的工程案例进行分析与讨论,提高其自主发现问题、分析问题、解决问题的能力,以期培养满足新工科建设需要的多样化、创新型卓越工程技术人才。

致谢:本项目研究得到了全国化学工程领域工程硕士专业学位研究生课程教学案例库项目(工程 085216-10)及南京工业大学 2017 年度案例

教学课程建设项目的支持。感谢中国石化扬子石油化工有限公司、南京工业大学现代教育中心和北京东方仿真技术公司在案例资源建设过程中给予的大力支持。(文字编辑:李丽妍)

参考文献:

- [1] 陈洪钊,刘家祺. 化工分离过程[M]. 北京:化学工业出版社,2014.
- [2] 许振良,汤志刚,鲁金明,等. 构建全日制工程硕士研究生在线教学新模式——以“高等分离工程”课程为例[J]. 化工高等教育,2018(3):18-22.
- [3] 周彩荣,詹自力. 化工类研究生高等分离工程课程的教学改革与实践[J]. 化工高等教育,2013,30(2):21-25.
- [4] 张大良. 因时而动,返本开新,建设发展新工科——在工科优势高校新工科建设研讨会上的讲话[J]. 中国大学教学,2017(4):4-9.
- [5] 吴爱华,侯永峰,杨秋波,等. 加快发展和建设新工科,主动适应和引领新经济[J]. 高等工程教育研究,2017(1):1-9.
- [6] 张凤宝,夏淑倩,李寿生. 问“产业需求”和“技术发展”,开展化工类专业新工科建设[J]. 高等工程教育研究,2017(6):14-17.
- [7] 吴志杰. 催化原理案例教学法及典型案例探讨[J]. 化工高等教育,2015,32(3):52-54.
- [8] 张明媛,李芊,袁永博. 高校工程经济学课程案例教学研究[J]. 高等建筑教育,2014,23(1):83-87.
- [9] 管国锋,董金善,薄翠梅,等. 化工多学科工程设计与实例[M]. 北京:化学工业出版社,2016.
- [10] 潘远波,李维新,沈品德,等. 精对苯二甲酸生产中副产物醋酸甲酯催化精馏水解研究[J]. 化学反应工程与工艺,2009,25(2):132-136.
- [11] Sundmacher K, Kienle A. Reactive Distillation: Status and Future Directions[M]. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA,2003.