

乙醇——水气相吸附分离工艺的研究*

秦统福

鍾 贤

(兰州石化设计院)

(郑州工学院化工系)

摘 要: 本文是以不同于传统方法的气相吸附法制取无水乙醇,所用吸附剂为多糖类物质,它仅吸附水,几乎不吸附乙醇。该法在吸附和再生时,能耗均相当低。文中讨论和测得了最佳工艺操作条件,获得无水乙醇,其质量主要指标达到试剂化学纯的要求。

关键词: 吸附 多糖类物质 无水乙醇

中国图书分类号: TQ223

乙醇具有非常广泛的用途,以它为原料生产的化工产品达 200 多种,亦可用作溶剂,还广泛应用于医药、食品、香料、日化 and 军工等部门。近年来无水乙醇作为替代石油的新能源,以减少发动机燃料对大气的污染,受到各国的重视。从 1978 年开始美国政府为鼓励使用汽油醇(即无水乙醇和汽油的混合物)为发动机燃料,实行降低消费税,为此也促使了对无水乙醇新工艺开发的研究。

1 气相吸附的特点

1.1 无水乙醇目前多由工业乙醇(95%)为原料生产而得,生产方法可分为两大类:

①精馏法:分加盐精馏、减压精馏、共沸精馏、萃取精馏和加盐萃取精馏等数种方法。

②, 吸附——精馏法:该法主要差别在于吸附脱水这一步,即为以石灰、金属钠、硅胶、分子筛等为吸附剂进行脱水。而对水分以外的一些杂质仍需通过精馏除去。

1.2 本文的研究课题是以多糖类物质为吸附剂,对乙醇——水混合物进行气相吸附制取无水乙醇,该法的主要优点为:

①能耗低:表一列举了几种无水乙醇生产方法的能耗

方法名称	产品乙醇浓度(%)	能耗(KJ/L 无水乙醇)
共沸精馏	95~100(V)	2600
分子筛	95~100(V)	1300~1750
多糖类物	92(液)~100(wt)	1382
	92(汽)~100(wt)	412

注:表中产品浓度项第一个数为原料浓度。

* 收稿日期:1991-01-19.

由表可见, 多醣类物吸附法的能耗远低于传统的共沸精馏法。若均为液体原料时, 它与分子筛法相近。若多糖类物吸附时, 用汽态原料则比分子筛法也要低得多, 而本研究正是属气相吸附, 因此能耗很小。

②吸附剂来源广、价格便宜;

③吸附剂再生温度低, 使用寿命长。而分子筛再生温度高, 且要卸出送再生炉, 出现反复装、卸, 劳动强度大, 且造成环境污染;

④生产过程易于实现连续化 (与分子筛相比);

⑤生产过程无三废、无污染;

⑥投资少;

⑦生产成本低。

鉴于以上优点, 因此以多醣类物质为吸附剂制取无水乙醇是具有广阔的发展前景的。

2 实验部分

2.1 实验装置与流程: 见图 1

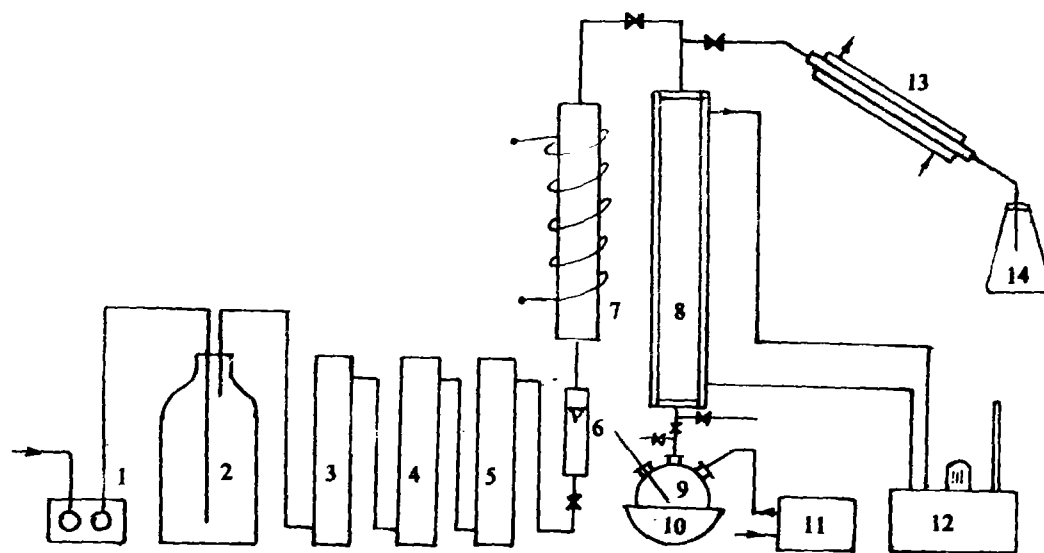


图 1

1.无油空气压缩机 2.缓冲并 3.4.5 干燥器 6.转子流量计 7.空气加热器
8.吸附柱 9.蒸发器 10.加热器 11.计量泵 12.恒温水浴 13.冷凝器 14.收集瓶

吸附柱为直径 2.5cm、长 84cm 的玻璃管。吸附剂的填充高度为 78cm, 在吸附剂的上下部均放有玻璃纤维棉和玻璃环 (或瓷环), 以保持吸附床层的稳定。吸附柱外有夹套, 其内有恒温热水循环, 以保证等温吸附过程。热水由 51 型超级恒温水浴提供。

用 PB-110 型微量泵将组成一定的工业乙醇送入蒸发器, 加热使之汽化, 乙醇—水蒸汽混合物进入吸附柱。蒸发器由电热丝通过温控仪控制供热。

经吸附柱后的蒸汽经全凝器冷凝后收集于接收并, 定期称重并进行色谱分析其组成。

吸附柱的再生系统: 来自 WKB-1 无油空气压缩机的空气, 经干燥后送入予热器, 予热至规定温度后进入吸附柱, 再生气中的水蒸汽含量, 定期用 ST-04 型微量水分色谱仪分析, 待其含量近于零时即可切换, 进入新的循环。

吸附时色谱分析的条件: 色谱柱内径为 4mm、长 2m, 内填 40—60 目、401 有机担体, 所涂固定液为 10% 聚乙二醇己二酸酯和微量 H_3PO_4 , 热导池检测器, 桥流 110mA, 载气为 H_2 、其流量为 40ml/min, 柱温 80~85℃, 检测室温度为 90~95℃。

2.2 实验用原料:

实验用原料有二种: 一种是郑州酒精厂以薯干为原料生产的工业乙醇; 另一种为内蒙古一酒精厂以甜菜为原料生产的工业乙醇。

上述原料与开封、郑州产的 95% 分析纯级试剂, 同时用色谱进行分析, 其结果如下表:

来源	乙醇(%)	水分(%)	甲醇(%)
郑州酒精厂	92.701	7.241	0.057
内蒙某酒精厂	92.344	7.655	/
开封试剂总厂	94.264	5.736	/
郑州试剂二厂	94.53	5.47	/

3 实验结果与讨论:

3.1 实验条件: 影响吸附的因素很多, 有吸附剂种类、颗粒大小、吸附温度、吸附时气相流速以及气相中吸附质的浓度等。

当以多酯类物为吸附剂制取无水乙醇时, 一般使用 95% 工业乙醇为原料, 现对吸附剂的剂的粒度、吸附温度和气相流速的影响分别讨论如下:

① 吸附剂的粒度: 它不仅影响吸附速率也要影响吸附柱的压降。实验时选用了 12~16 目、20~30 目、30~40 目以及 12~40 目等粒度范围, 分别进行实验, 在实验的流速范围内, 测得柱压降为 3~5mmHg/m 床层高。在正交试验中粒度作为一个因素, 位级为 20~30 目和 30~40 目, 实验结果说明粒度影响相对于温度和气速来说是最小的。

② 吸附温度: 吸附温度不可能低于物系的露点, 否则乙醇—水蒸汽混合物将会在吸附柱内冷凝, 使吸附剂膨化而使床层阻力增大, 甚至堵塞。吸附温度也不能过高。温度太高, 不利于吸附。因此一般略高于气相混合物的露点即可, 在本研究的装置上约为 79~81℃。

③ 气相流速: 吸附柱内气相流速过小, 设备生产能力低, 若流速过大, 则气相混合物与吸附剂接触时间短, 气相中的水蒸汽来不及完全被吸附, 使产品质量下降, 而且床层阻力也会大大增加。根据实验情况, 一般空塔气速在 0.2~0.3m/s 即可保证得到合格产品。

以上三个因素按正交法进行实验, 其结果说明吸附温度对产品质量影响最大, 气相流速居中, 粒度影响最小。

3.2 多醣类物质的种类:

在相同的其它条件下, 对不同吸附剂 (薯干、玉米、大米、小米、木屑等) 分别进行了实验, 结果表明单位质量吸附剂所得的无水乙醇量, 按大小顺序为薯干>玉米>大米>小米>木屑。这与多醣类物质的比表面积大小顺序基本一致。

3.3 吸附剂的使用寿命:

在正交实验确定的适宜工艺条件下, 以薯干作吸附剂为例, 经过 100 多个吸附和脱附循环实验, 其吸附能力无变化, 说明该吸附剂的吸附性能相当稳定, 使用寿命很长。此类吸附剂即使更换, 完全可返回作为工业酒精的原料或饲料。

3.4 产品分析:

多糖类物质作吸附剂, 所得的无水乙醇, 其主要技术条件与 GB678—78 相比如下:

		乙醇	水分	甲醇	游离碱	游离酸	还原高锰酸钾物质
		%	%	%	%(以 NH ₃ 计)	%(以 CH ₃ COOH)	
GB	化学纯	99.0	0.5	0.2	0.0005	0.006	合格
	分析纯	99.5	0.3	0.05	0.0002	0.003	合格
	优级纯	99.5	0.2	0.02	0.0001	0.002	合格
本研究的 *		99.5	0.21	0.054	0.00013	0.0037	符合分析纯

从上述结果可以看出, 以多醣类物质为吸附剂所制得的无水乙醇, 虽未再经精馏处理, * 其产品的大部分指标已经达到或超过试剂分析纯的要求。

4 结论

- 4.1 以多醣类物质为吸附剂制取无水乙醇的工艺路线合理。具有吸附剂价廉易得、生产过程能耗少、无三废污染和成本低等优点。
- 4.2 以多醣类物质为吸附剂制取无水乙醇系气相吸附, 若能与现有的工业酒精生产装置联合, 则将具有更强的竞争能力。
- 4.3 以多醣类物质为吸附剂制取无水乙醇, 可直接得到试剂化学纯产品, 若再经精馏处理, 可得到试剂分析纯产品。

参 考 文 献

[1] M.R.Ladisch.et al,I&EC.process Des.Dev. 1984.23.437—443
[2] 李进洲、秦统福.郑州工学院本科毕业论文 1986.7
[3] 无水乙醇国家标准 GB678—78

* 原料为内蒙古某酒精厂的工业乙醇。

Study on adsorption process of Vapor phase of aqueous ethanol

Qin Tongfu Zhong Xian
(Dept of Chem. Eng.)

Abstract: A new method of separating water from ethanol to get ethanol absolute by adsorption of water on the polysaccharides adsorbent was investigated. Aqueous ethanol can be dehydrated by preferential adsorption of water on adsorbents which are inexpensive and require relatively little energy for use or regeneration.

In the present paper, the optimum operating conditions on adsorption process were investigated experimentally. Drying of aqueous ethanol by polysaccharides results in product that is up to chemical reagent pure.

Keywords: adsorption, Polysaccharide, ethanol absolute