

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ОЧИСТКИ ЭТИЛЕНА ОТ
МЕТАНОЛА С ПОМОЩЬЮ МОЛЕКУЛЯРНЫХ СИТВ. Е. БАДАЛЯН, А. Л. МКРТЧЯН, С. С. ОВСЕПЯН,
Д. Г. ДОЛУНЦ и С. С. ХАЧАТРЯН

Ереванское отделение ОНПО «Пластполимер»

Поступило 27 IX 1978

Исследован процесс глубокой очистки этилена от метанола (до 0,001 вес.%) различными молекулярными ситами. Найден адсорбционные емкости молекулярных сит в динамических условиях. Определены оптимальные параметры адсорбции и регенерации молекулярных сит.

Рис. 2, табл. 2, библиографические ссылки 3.

В ряде процессов химической промышленности важнейшим фактором является содержание кислородсодержащих углеводородов в исходных продуктах, в частности содержание метанола в этилене. Наличие метанола в этилене приводит к преждевременному отравлению и перерасходу катализатора, снижению выходов целевого продукта, образованию ряда побочных продуктов и т. д. Содержание метанола в исходном этилене может колебаться в пределах от 0,005 до 0,05 вес. %. Между тем для длительной эксплуатации ряда катализаторов содержание метанола в этилене не должно превышать 0,0001 вес. %. В настоящее время имеется ряд работ [1—3] по очистке газов от микропримесей. Однако нет конкретных данных по очистке этилена от метанола.

Целью настоящей работы явилось исследование процесса глубокой очистки этилена от метанола (до 0,0001 вес.%) при помощи различных молекулярных сит. В качестве адсорбентов были применены молекулярные сита марок СаА-5, NaA, KA-3M и NaX. Исследования проводились сначала на лабораторной, а затем на пилотной установке с объемом адсорбера 1 л при 20—30° и атмосферном давлении. Принципиальная технологическая схема установки по очистке этилена от метанола молекулярными ситами приведена на рис. 1. Газообразный этилен из баллона 1 через ротаметр 2 поступал в адсорбер 3. Предварительно в линию этилена из мерника 4 вводилось необходимое количество метанола для получения заданной концентрации метанола в этилене (от 0,01 до 0,05 вес. %). Этилен, проходя через слой испытуемого цеолита, очищался от метанола и выбрасывался в атмосферу. Периодически до и после адсорбера проверялось содержание метанола в исходном и очищенном эти-

лене. С увеличением содержания метанола в очищенном этилене выше 0,0001 вес. % прекращалась подача этилена в адсорбер и производилась регенерация цеолита азотом. Азот через ротаметр 5, проходя перегревателем 6, нагревался водяным паром до 140—150° и поступал в адсорбер 3, где при помощи электронагрева подогревался до 180—260°. Горячий азот, проходя через слой цеолита, вытеснял из него адсорбированный метанол и выбрасывался в атмосферу. Конец регенерации определялся по отсутствию метанола в отходящем азоте. После регенерации цеолит охлаждался и повторялся процесс очистки этилена. Анализ этилена на содержание метанола проводился хроматографически на приборе «Цвет 100» (с пламенно-ионизационным детектором, длиной колонки 2 м, диаметром колонки 3 мм, заполненной насадкой полисорб-1, фракцией 0,25—0,5 мм). Температура колонки 60°, испарителя 170°, скорость газа-носителя—гелия, 25 мл/мин.

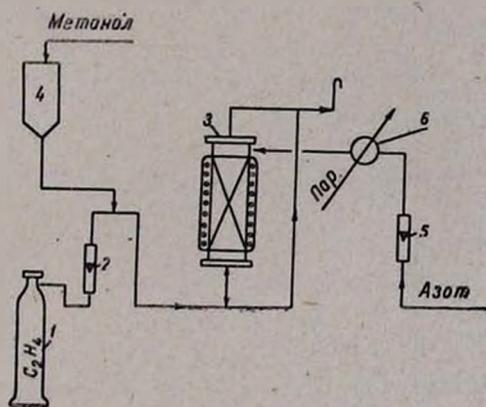


Рис. 1. Схема галлотной установки очистки этилена от метанола: 1 — баллон этилена; 2, 5 — ротаметры; 3 — адсорбер; 4 — мерник метанола; 6 — подогреватель.

В табл. 1 приведены результаты опытов по изучению влияния объемной скорости подачи этилена на адсорбционную емкость цеолита при постоянном содержании метанола на входе в адсорбер. Полученные данные показывают, что наибольшей динамической активностью обладают молекулярные сита марки NaX, адсорбционная емкость которых при объемной скорости подачи этилена 800—2200 час⁻¹ находится в пределах 60—61,6 г/л цеолита. Из таблицы видно также, что с увеличением объемной скорости подачи этилена динамическая активность молекулярных сит снижается примерно на 1,6—1,8 г/л цеолита. Если молекулярные сита марки KA-3M уступают по динамической активности цеолиту марки NaX всего лишь на 4—5,2 г/л цеолита, то цеолиты марок CaA-5 и NaA—на 28—30 г/л цеолита.

В табл. 2 приведены данные по изучению динамической активности цеолитов в зависимости от содержания метанола в исходном этилене при

постоянной объемной скорости подачи этилена. Результаты опытов показывают, что с увеличением содержания метанола в исходном этилене от 0,01 до 0,05 вес. % динамическая активность цеолитов несколько возрастает (на 1,8—2,1 г/л цеолита).

Таблица 1

Результаты опытов по очистке этилена от метанола (содержание метанола в исходном этилене 0,02 вес. %, очищенном до 0,0001 вес. %)

Марка цеолита	Объемная скорость подачи этилена, час ⁻¹	Продолжительность опыта до проскака, час	Динамическая активность цеолита по метанолу, г/л
CaA-5	800	160,0	32,0
"	1000	126,4	31,6
"	1400	89,1	31,2
"	1800	68,5	30,8
"	2200	54,9	30,2
NaA	800	168,0	33,6
"	1000	133,2	33,3
"	1400	94,3	33,0
"	1800	72,4	32,6
"	2200	58,2	32,0
KA-3M	800	288,0	57,6
"	1000	229,6	57,4
"	1400	163,1	57,1
"	1800	125,8	56,6
"	2200	101,5	55,8
NaX	800	308,0	51,6
"	1000	245,2	61,3
"	1400	174,3	61,0
"	1800	134,7	60,6
"	2200	109,1	60,0

Таблица 2
Результаты опытов по очистке этилена от метанола (объемная скорость подачи этилена 1800 час⁻¹, содержание метанола в очищенном этилене не более 0,0001 вес. %)

Марка цеолита	Содержание метанола в исходном этилене, вес. %	Продолжительность опыта до проскака, час	Динамическая активность цеолита по метанолу, г/л
CaA-5	0,01	135,1	30,4
"	0,02	68,5	30,8
"	0,03	46,4	31,3
"	0,04	35,3	31,8
"	0,05	28,8	32,4
NaA	0,01	142,6	32,1
"	0,02	72,4	32,6
"	0,03	49,0	33,1
"	0,04	37,4	33,7
"	0,05	30,4	34,2
KA-3M	0,01	250,2	56,3
"	0,02	125,8	56,6
"	0,03	84,7	57,2
"	0,04	63,9	57,5
"	0,05	51,6	58,1
NaX	0,01	268	60,3
"	0,02	134,7	60,6
"	0,03	90,4	61,0
"	0,04	68,3	61,5
"	0,05	55,3	62,2

Изучался также процесс регенерации молекулярных сит марки NaX и определены оптимальные параметры регенерации. Регенерация проводилась горячим азотом при различных температурах и объемных скоростях. Влияние температуры на продолжительность регенерации изучалось при постоянной объемной скорости (1400 час⁻¹) подачи азота, а влияние скорости подачи азота на продолжительность регенерации— при постоянной температуре 230°. Результаты экспериментов приведены на рис. 2, из которого видно, что оптимальная температура регенерации

лежит в интервале $220-240^{\circ}$, а объемная скорость подачи азота $1200-1400 \text{ час}^{-1}$.

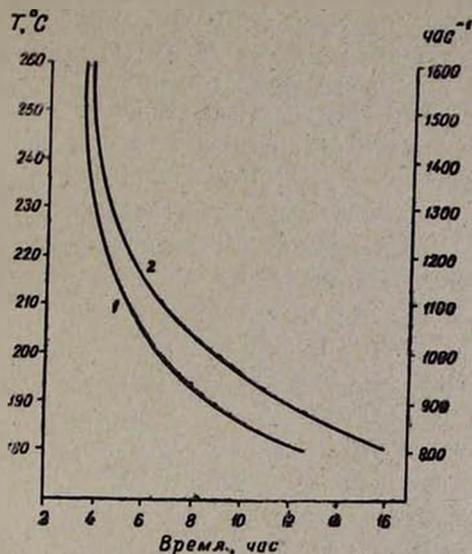


Рис. 2. Зависимость времени регенерации от: 1 — температуры; 2 — объемной скорости подачи азота.

На основе проведенных исследований можно сделать вывод, что для глубокой очистки этилена от метанола (до $0,0001$ вес.%) целесообразно применять молекулярные сита марки NaX (или KA-3M), адсорбционная емкость которых при оптимальной скорости подачи азота ($1800-2000 \text{ час}^{-1}$) составляет $57-61 \text{ г/л}$ цеолита. Цеолиты можно регенерировать азотом для повторного использования, причем оптимальными параметрами регенерации являются: а) температура регенерации $220-240^{\circ}$; б) объемная скорость подачи азота $1200-1400 \text{ час}^{-1}$; в) продолжительность регенерации $4-6$ час.

ԷՔԻԼԵՆԻ ՄԵՔԱՆՈՒԼԻՑ ՄԱՔՐՄԱՆ ՊՐՈՑԵՍԻ ՀԵՏԱԶՈՏՈՒՔՅՈՒՆՆԵՐԸ ՄՈԼԵԿՈՒԼԱՅԻՆ ՄԱՂԵՐԻ ՄԻՋՈՑՈՎ

Վ. Ե. ԲՈՒԱՅԱՆ, Ա. Լ. ՄԿՐՏՅԱՆ, Ս. Ս. ՀՈՎՍԵՓՅԱՆ,
Դ. Գ. ԴՈՒՈՒՆՑ և Ս. Ս. ԽԱԶԱՏՐՅԱՆ

Թռիչքային սարքավորման վրա հետազոտվել է էթիլենի մեթանոլից մաքրման (մինչև $0,0001\%$) պրոցեսը մոլեկուլային մաղերի (ցեոլիտների) միջոցով: Հետազոտվել է մոլեկուլային մաղերի ռեգեներացման պրոցեսը և որոշվել վերջիններիս օպտիմալ պայմանները:

INVESTIGATION OF THE ETHYLENE PURIFICATION PROCESS
FROM METHANOL WITH MOLECULAR SIEVESV. E. BADALIAN, A. L. MKRTCHIAN, S. S. OVSEPIAN, D. G. DOLOUNTZ
and S. S. KHACHATRIAN

The process of purifying ethylene through adsorption of methanol (up to 0.0001% by weight) with various types of molecular sieves (zeolites) has been investigated. NaX type molecular sieves were found to be the best adsorbents at an optimal feeding rate of ethylene from 1800—2000 $l \cdot hour^{-1}$, the average adsorption capacity of the sieves at the dynamic conditions being 61 g of methanol/l zeolite.

The adsorption capacity of KA-3M type molecular sieves was little lower, i. e. 57 g of methanol/l zeolite.

The regeneration process of molecular sieves has been investigated too.

The optimal regenerations conditions were found to be:

- a) space velocity of nitrogen supply 1200--1400 $l \cdot hour^{-1}$,
- b) temperature 220—240°C,
- c) regeneration time 4—6 hours.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. Л. Коуль, Ф. С. Рифенфельд, Очистка газов, Гостептехиздат, 1962.
2. В. Босачек, Сб. «Цеолиты, их синтез свойство и применение», 1965.
3. Н. В. Кельцев, Основы адсорбционной техники, 1976, стр. 397.