

综合利用

资 料 选 编

化 工 部 份

(内部资料 注意保存)

中国科学技术情报研究所重庆分所

1 9 7 1. 9.

毛主席语录

备战、备荒、为人民。

综合利用很重要，要注意。

综合利用大有文章可做。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

人民群众有无限的创造力。他们可以组织起来，向一切可以发挥自己力量的地方和部门进军，向生产的深度和广度进军，替自己创造日益增多的福利事业。

中国应当对于人类有较大的贡献。

自力更生，艰苦奋斗，破除迷信，解放思想。

选 编 说 明

在大搞综合利用的群众运动中，各行各业遵照伟大领袖毛主席关于“综合利用大有文章可做”和“综合利用很重要，要注意”的伟大教导，实行“一业为主，多种经营”，充分发挥厂矿企业的生产潜力，为我国社会主义建设增添力量。为了配合大搞综合利用，把综合利用的群众运动推向新高潮，现将我所馆藏的有关综合利用方面的资料，按专业选编成四册（资源、冶金、轻纺、化工），供有关厂矿企业参考。

选编时，对原资料进行了不同程度的删改。

由于我们水平有限，《选编》中难免存在缺点和错误，请批评指正。

编 者

一九七一年九月

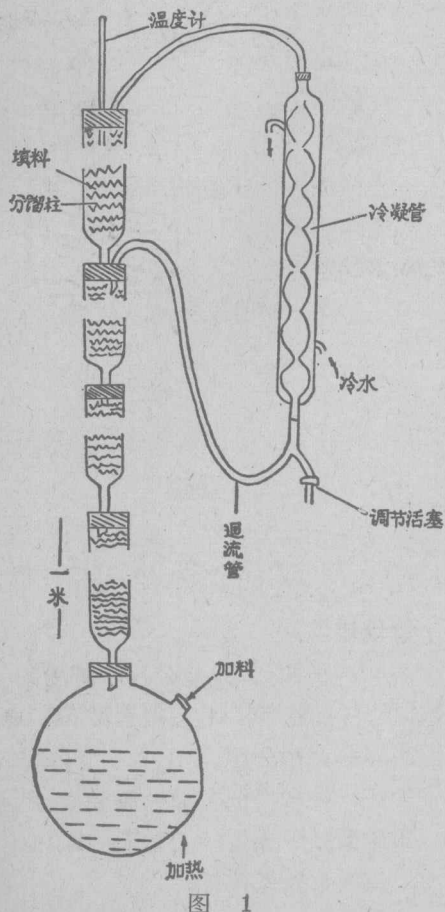
从试剂下脚中回收丁酮、丙酮、乙醇和四氯化碳

下脚来源主要是本市半导体元件工厂。

处理过程:

(1) 脱水: 每十公斤下脚丁酮约加一公斤干燥过的工业无水氯化钙, 放置数天, 不断搅拌, 使充分脱水。

(2) 分馏: (见附图一) 将脱水之原料下脚抽入装有多级分馏柱的锅子中进行分馏。



(一) 加回流装置: 主要使在分馏过程中促使冷热交换, 提高分馏能力。

(二) 控制出料速度: 用活塞控制。在

沸程温度前增加回流量 (约占总馏出量三分之二多), 达到沸程温度, 测定水份合格后, 再调节使两边流量基本相符。

(三) 分馏情况:

头子: 78°C 以前馏分。以及虽在 78°C , 而水份测定不合格者约 30%。

成品: $78-80.5^{\circ}\text{C}$ 馏分, 并水份合格。约 60—65%。

(3) 杂质吸附: 有时产品呈微黄色或久置后呈微黄色, 其原因是含 5-硝基萘, 用装有活性氧化铝 (碱性) 的吸附柱进行吸附 (见附图二), 并再蒸馏一次。

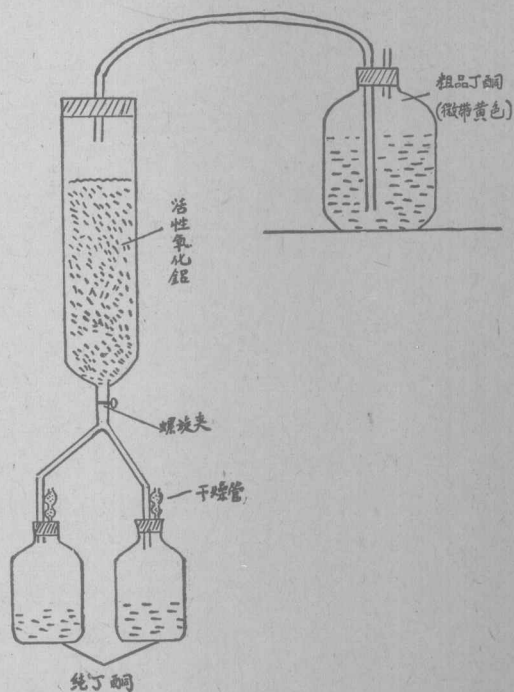


图 2

(4) 其他处理:

1. 头子处理: 头子主要含水份, 故需

脱水后同原料一样处理，分馏又得头子，尚可脱水，继续循环。

2. 氯化钙处理：脱水用过的氯化钙，

置一 20000 毫升圆底烧瓶中于水浴内进行蒸馏，回收被吸附的丁酮。回收的丁酮与上面头子同样手续进行处理回收。（见附图三）

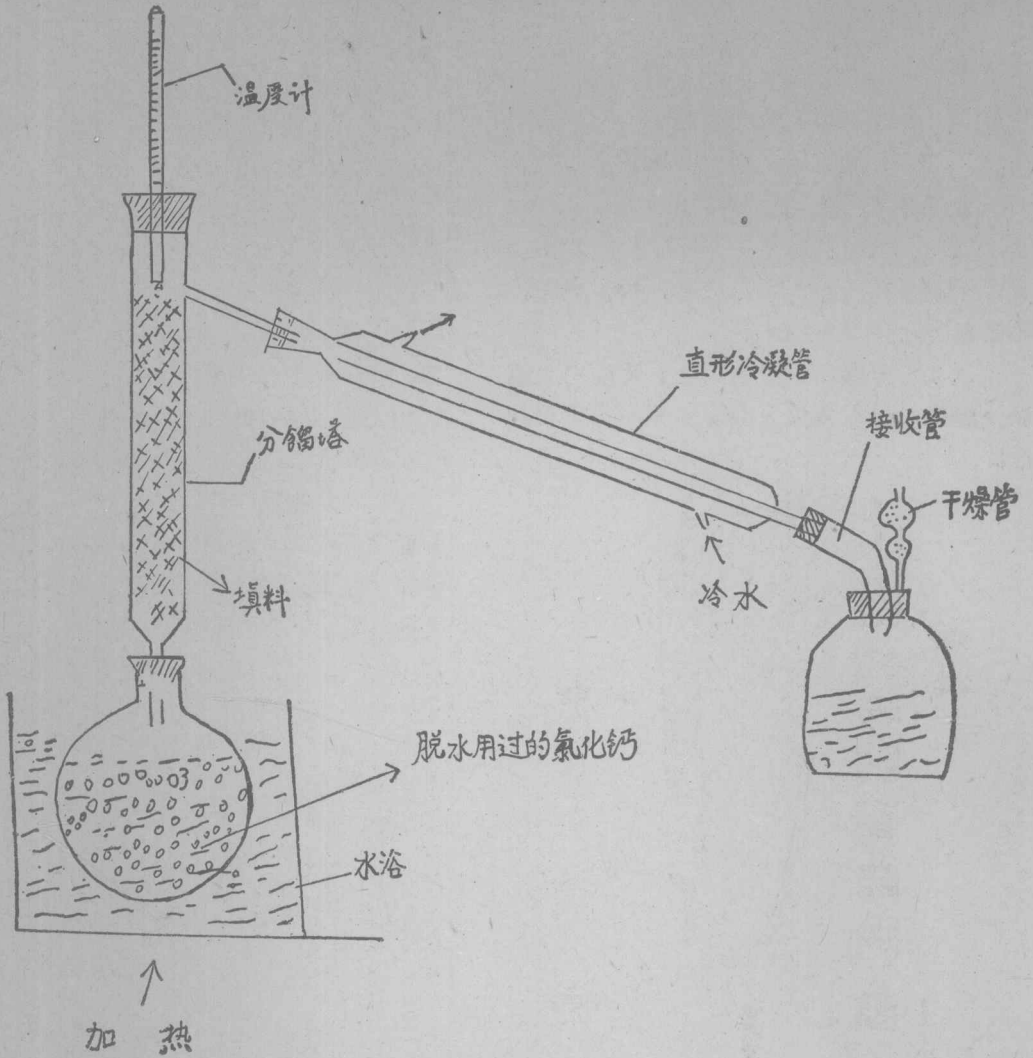


图 3

3. 活性氧化铝处理：当吸附柱大部分呈黄色以后，使流干，倒出自然凉干，再 800°C 灼烧，呈白色后即可使用。处理时注意安全，严防火灾和爆炸事故。

经处理回收的丁酮全部符合部颁三级试剂标准 (HGB 3505—62)，可继续供应高级晶体元件生产所用。回收率约 70% 左右。

丙 酮

下脚主要来源于生产半导体元件的工厂。

处理过程：

(一) 脱油：约 30 公斤下脚丙酮中加 1.5 公斤左右氢氧化钾，放置数天，搅拌，使丙酮与油泥物分层。

(二) 脱水：把上面经脱油的丙酮吸出，加适量经干燥过的工业无水氯化钙进行脱水，放置数天并搅拌。

(三) 分馏：原理和方法同丁酮的分馏（见附图一）

(四) 控制：除控制温度的沸程范围外，还要控制与水混合试验。以 25 毫升馏出

物加蒸馏水至 100 毫升后的混合液保持澄明为合格。

头子：55.5°C 以前馏分及少量沸点为 55.5°C 但与水混合试验不合格者，约 25%。

成品：55.5—56.8°C 之间馏分且与水混合试验合格者，约 60—70%。

残余物：56.8°C 以后馏分，一般很少，约 10% 以下。

(五) 头子处理：内主要含油，故再次脱油，又可得 80% 左右。

经处理后丙酮达到“电子工业特定试剂”标准。规定如下：

比重范围 (20/4°C)	0.789—0.792
沸点范围	55.5—57°C
不挥发物	0.001%
游离酸	0.002%
游离碱	0.001%
醛	符合检验
甲 醇	0.05%
还原高锰酸钾物质	符合检验
与水混合试验	符合检验

回收所得之试剂丙酮可供电子工业元件生产工厂使用。回收率约 60—70%

乙 醇

下脚主要来源是半导体元件生产工厂。

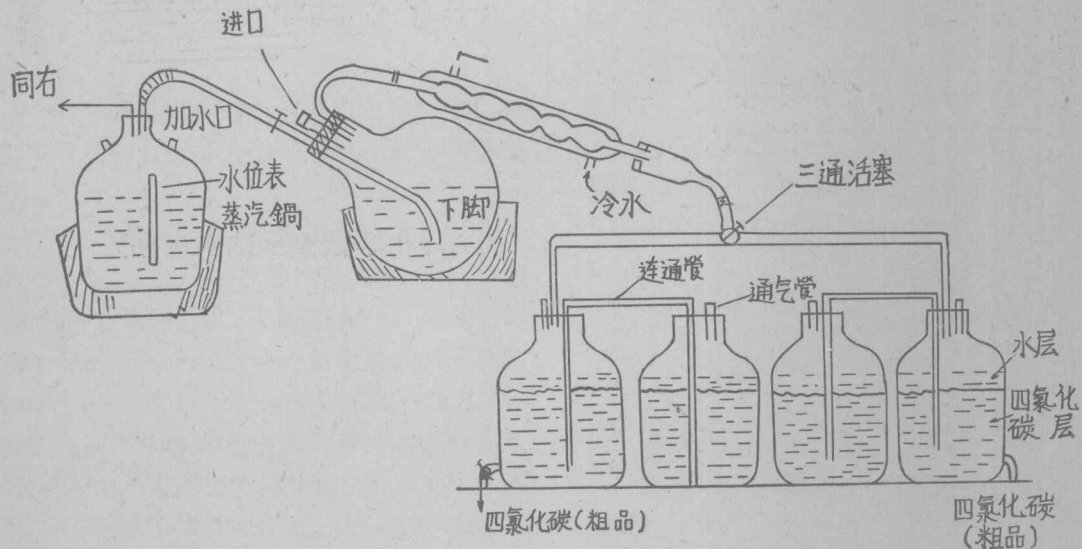


图 4

处理过程：

(一) 初馏：即初步提纯。用装有 1 米左右分馏柱的反应锅进行蒸馏，接收 78—90°C 馏出物。(85°C 以后馏出较少，可另行接受)

(二) 分馏：将 78—85°C 馏出物进行高塔分馏(方法同丁酮见附图 1)

头子：含量 85%—95% 之间与水混合试验不符合国家标准者。

成品：含量 95% 以上，与水混合试验合格。

(三) 质量存在问题：

头子：目前主要提供纺织工厂新工艺使用。

95% 以上者：由于下脚乙醇中，含大量丙酮而它们之间极难分离干净，因此，目前所得乙醇中，丙酮规定不合格，现正在积极改进，以提高质量达到试剂标准。

由于各厂下脚情况悬殊，得率不一，平均 50% 左右。

四 氯 化 碳

下脚来源主要是半导体元件工厂。

处理过程：

(一) 去油及其它杂质：

30 公斤下脚原料中加 2—3 公斤工业硫

酸，搅拌，搁置24小时。

(二) 水蒸汽蒸馏 (见附图四)

水蒸汽蒸馏脱油的下脚四氯化碳，使其初步提纯出来。静置24小时，使其分层。把下面四氯化碳层吸出来，即得粗品。

(三) 干燥脱水：

在粗品中，加适量的已干燥过的工业无水氯化钙，搅拌，搁置24小时左右。

(四) 精馏：(见附图五)

将脱水后的四氯化碳粗品，在水浴中进

行蒸馏。

头子：76°C以前馏分。

二级：76°C—77.5°C馏分。

头子主要含水分，故脱水后再进行蒸馏即可。

瓶底残余物主要含油，与下脚原料同样处理。

回收率80%以上，大部分符合国家试剂二级标准 (GB 688—65)。供应半导体元件工厂使用。

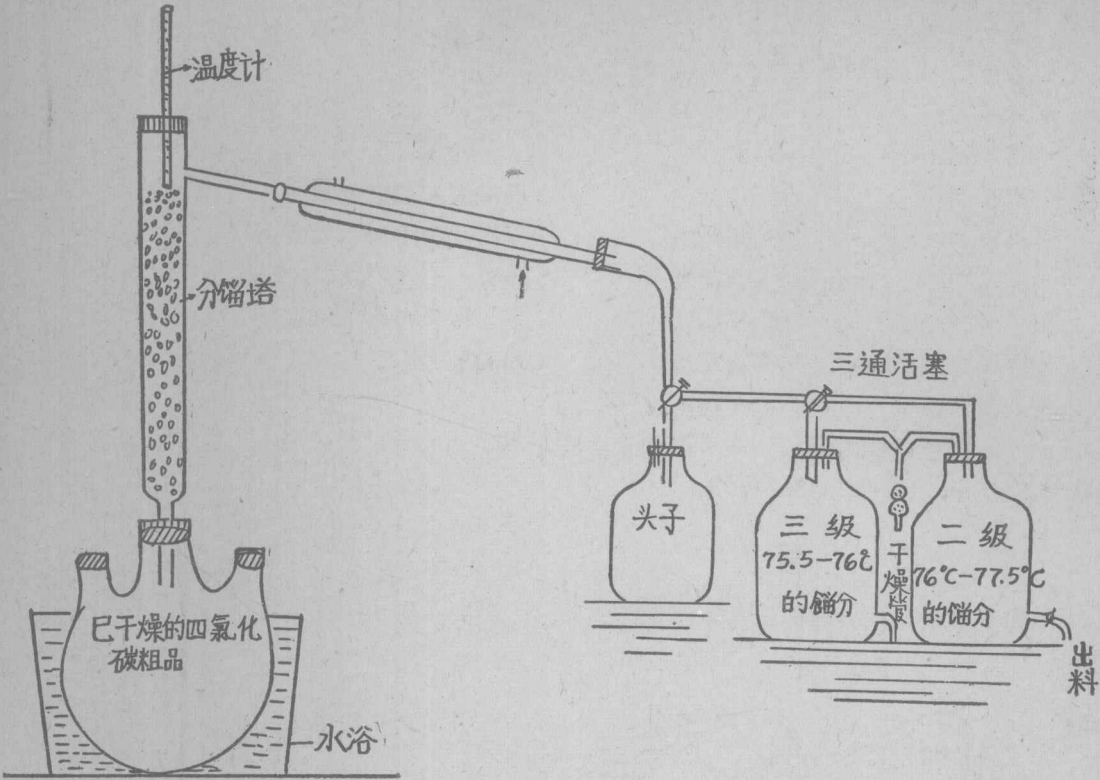


图 5

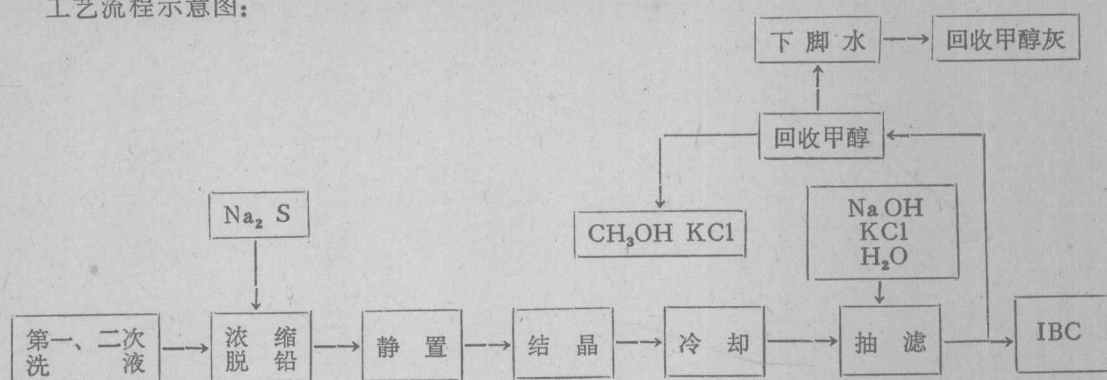
(上海化学试剂采购供应站)

溶蒽素蓝IBC车间三废的综合利用

一、回收溶蒽素蓝 IBC 方法

原料:

工艺流程示意图:



1. 由大车间氧化压滤后的滤渣1.5吨,加水 3.2米³ 升温到 60°C, 搅拌 2 小时, 然后静置24小时。

2. 将静置后的上澄液收入蒸浓锅内, 温度控制在60°C。蒸浓24—32小时, 到体积为 2.2 吨, 加 Na₂S 35 公斤脱铅, 搅拌15分钟。

3. 将脱铅后的浓缩液放入铁桶中自然沉淀, 沉淀时间冬天约48小时, 夏天约72小时。

4. 将静置沉淀后的脱铅浓缩液吸至结晶锅内结晶。以500升脱铅水为例, 加入280升甲醇 (CH₃OH) 升温至55°C, 加氯化钾 90公斤。(30—45分钟内加完) 保温一小时 (55°~60°C) 然后徐徐冷却至37—40°C(夏天), 冷天则冷却至室温, 再用冰水冷却至 18~20°C。冬天因室温较低, 不必用冰水降温。保持20°C搅拌 2 小时, IBC在28°C时就析出。

1)由大车间氧化压滤后含 PbO 的第一、第二次洗液。

2)由大车间脱铅抽滤后含 PbS滤渣的第一、二次洗液。

5. 放料到抽滤桶, 抽滤液中含甲醇, 送往大车间回收甲醇, 回收后的下脚水再加回收得还原灰。

抽滤时在料中放入 8 公斤氯化钾, 6 公斤氢氧化钠和16公斤水的混合液, 目的在于去除杂质和保持碱性。以后再加 8 公斤 K₂CO₃和 8 公斤水洗涤, 洗去未饱和的IBC成份。

以上是用PbO 滤渣作为原料生产IBC的工艺, 如用PbS滤渣为原料时, 工艺流程基本上相同。因已脱铅, 所以在蒸浓锅不再加 Na₂S。

二、回收 BC 蓝的方法

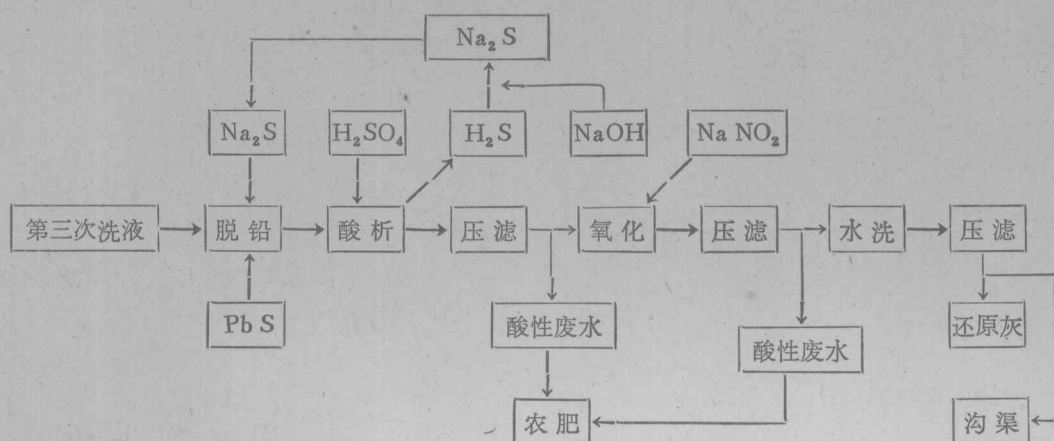
原料:

1. 由大车间氧化压滤后滤渣的第三次洗液。

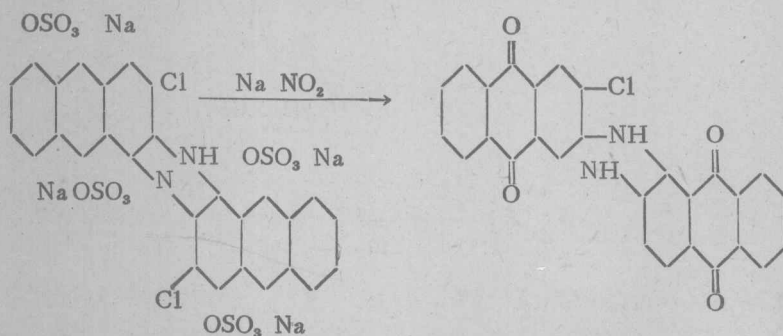
2. 由大车间脱铅后的PbS滤渣的第三

次洗液。

工艺流程示意图：



反应式：



1. 将第三次水洗液2800升吸入反应锅内进行搅拌。

2. 在锅内加入 Na_2S 脱铅。所加数量以达到反应终点为准。终点的测定方法如下：在一小块滤纸上滴以锅中的料液，液滴四周即出现扩散圈。再在其旁滴以 Na_2S 溶液，也会有扩散圈。两扩散圈交接处如呈现灰褐色，说明反应未到终点。须继续加 Na_2S ，再行测定，直至交接处不呈现灰褐色。说明反应已到终点。

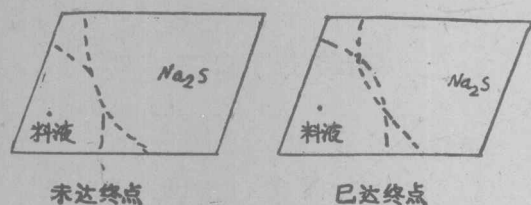


图1

反应到达终点后，关闭搅拌桨。静置48

小时，将上面的液体吸到另一锅内，其 PbS 去掉。

3. 在此锅内加入92.5%的 H_2SO_4 进行酸析，直到料液酸度能使刚果红试纸变浅蓝色为止，连续搅拌一小时。酸析时有 H_2S 气体逸出，现在用 NaOH 喷雾，装置吸收 H_2S 成为 Na_2S 再行回用。酸析后的料液吸入压力锅内，升温至70—80°C，保温20分钟。

4. 放料到压滤机进行压滤，酸性滤液作为肥料。

5. 将滤瓶重新放入反应锅内，加入搅拌，并加 NaNO_2 进行氧化。同时加 H_2SO_4 控制pH，用刚果红试纸测定至呈浅蓝色为止，加 NaNO_2 的量以达到终点为准。终点的测定方法如下：将料液滴一滴在小块滤纸上，在其旁再滴以 KI 溶液，如两者的扩散圈交接处呈现紫色线条说明已到终点，否则须再加

NaNO_2 。

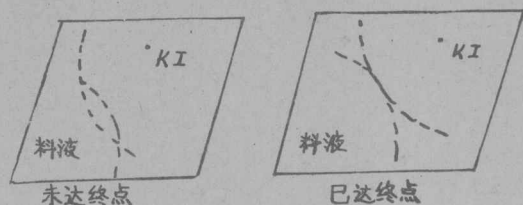
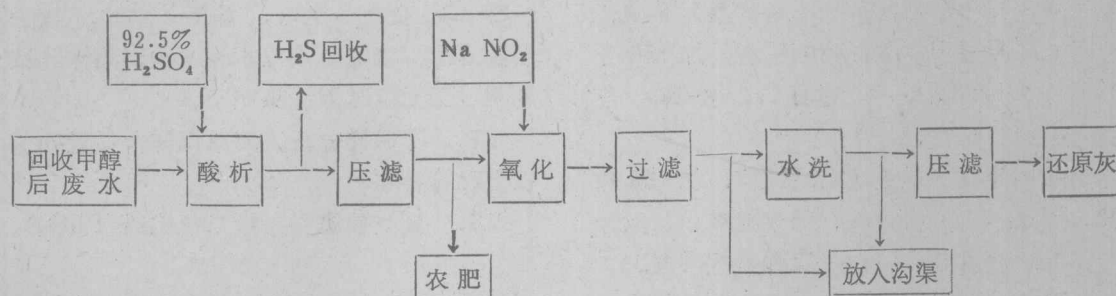


图 2

6. 反应完毕后将料液放入压力锅，升压到 $1.8\text{kg}/\text{cm}^2$ ，升温到 $70-80^\circ\text{C}$ ，保温20分钟不断搅拌。

7. 放料压滤，将滤瓶放入反应锅内，加水搅拌一小时，进行水洗，然后全部放入压力锅内，加压加热，保温20分钟，放料压滤（同法连续水洗三次），即得粗制品 BC

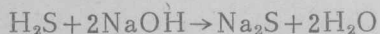
工艺流程示意图：



1. 工艺过程同 BC 蓝的回收相同。
2. 上述两种原料所得产品，在色光方面有所不同。染纱时第一种原料的产品显绿光，第二种原料的产品显黄光。
3. 酸析过程中产生大量 H_2S 气体，现用 NaOH 喷淋设备，可回收 Na_2S 产品。

四、回收 H_2S 的方法

在 BC 蓝和还原灰（甲醇灰）生产时的酸析过程中，有大量 H_2S 气体产生，现在用 NaOH 喷淋设备回收得 Na_2S ：



NaOH 溶液的浓度为 $16-17\%$ ，循环吸收到 Na_2S 达饱和浓度为止，即须另换新的 NaOH 溶液， Na_2S 作为本车间脱铅的原料。

蓝。

8. 精制，在粗制品内 $98\% \text{H}_2\text{SO}_4$ 再加水进行水析到酸度为 75% 抽滤，滤瓶再进行水洗。最后经砂磨，耙式干燥，即得成品 BC 蓝。

三、回收还原灰（甲醇灰）的方法

原料：

1. 大车间结晶，压滤后的滤液经过回收甲醇以后的下水水。
2. 回收车间生产 IBC 时的下水水经回收甲醇后的废水。

回收设备如图：

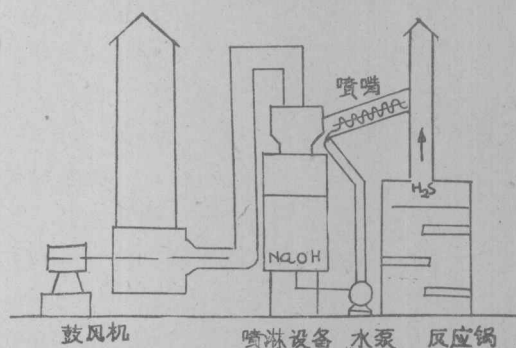


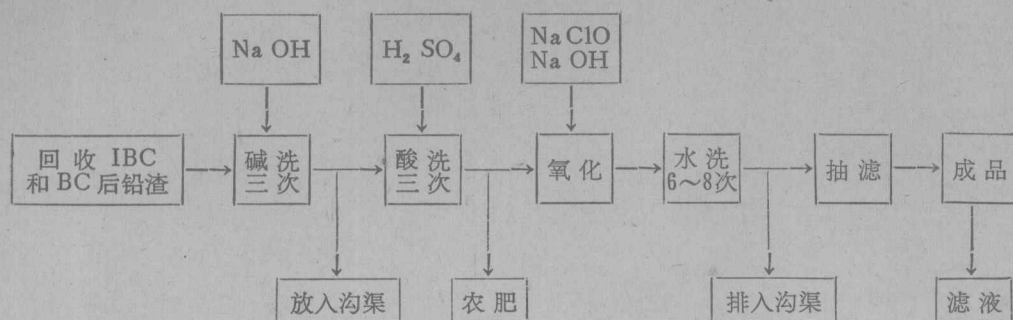
图 3

五、回收二氧化铅

原料：

大车间氧化压滤后的铅废渣。

工艺流程示意图:



1. 铅渣放入反应锅内,加水搅拌2小时,静置24小时,以同样方法水洗五次。每次洗涤废水放至沟渠排出。

2. 水洗过的铅渣加液碱250升,再加水至满锅,通蒸气加热到 80°C ,搅拌一小时,静置2小时,将上层清液排入沟渠,再加水满锅,升温到 $50-60^{\circ}\text{C}$,搅拌一小时,静置2小时,将上层清液排去,依此重复8次。

3. 经过上法洗涤后的铅渣,加250升30%NaOH进行碱洗,过程同2述一样,连洗二次到微酸性。

4. 经过上述洗涤后的铅渣,加160升92.5% H_2SO_4 进行酸洗。加水至满锅,搅拌一小时,静置2小时,过程和碱洗时同。

5. 洗后的铅渣中加入次氯酸钠氧化,浓度为10%时须加2吨。浓度6%时则加3.5

吨。加次氯酸钠时,须同时加NaOH,使pH值保持在5—6左右,反应终点的测定方法与BC蓝氧化时终点测定方法相同,达到终点后,还须加适量次氯化钠使反应完全,保温搅拌一小时,(此时pH值达8.6)静置2小时,将上层清液排入沟渠。

6. 加水至满锅进行水洗,加热到 $50-60^{\circ}\text{C}$,搅拌一小时,静置2小时,放去上层清液,按此法重复6~8次,用洋黄试纸测定至无色时即洗涤完毕。

7. 取铅样分析,使单锅样含铅量90%以上就算合格。

8. 真空抽滤得浆状二氧化铅(PbO_2)。

(上海染料化工三厂)

土 法 生 产 糠 醛

——适于县、社办厂的一个经验

一、土法生产糠醛的工艺过程

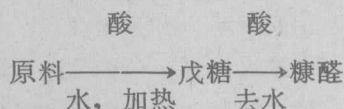
1. 原料:

凡是含有多缩戊糖的植物废料,如玉米芯、棉子壳、油茶壳、甘蔗渣、谷壳、木屑等都可用于制造糠醛。各种主要原料的含醛量大体如下:

原 料 名 称	理论含醛量(干基) %
茶 子 壳	20
玉 米 芯	19
棉 子 壳	17
甘 蔗 渣	16
荞 麦 壳	15
芦 苇	17
花 生 壳	11
谷 壳	12

2. 反应原理

植物原料中的多缩戊糖在酸氢离子的催化作用下,首先水解生成戊糖,然后戊糖失去三个分子水而形成糠醛。即:



3. 工艺过程及其设备

(1) 工艺流程图及其说明

将均匀拌好的原料人工装入水解釜中,在闷缶6~8小时之后,从釜底通入蒸汽进行水解,水解压力缓慢地由0.5公斤/厘米²逐步升至2公斤/厘米²,生成的醛气随蒸汽一道进入蛇管冷凝器冷凝,冷凝液流经缓冲

器、进料罐进入蒸馏塔,塔顶产物经蛇管冷凝器冷凝后进入分醛器进行水醛分离,将醛层收集即得成品——粗糠醛。

流程图:

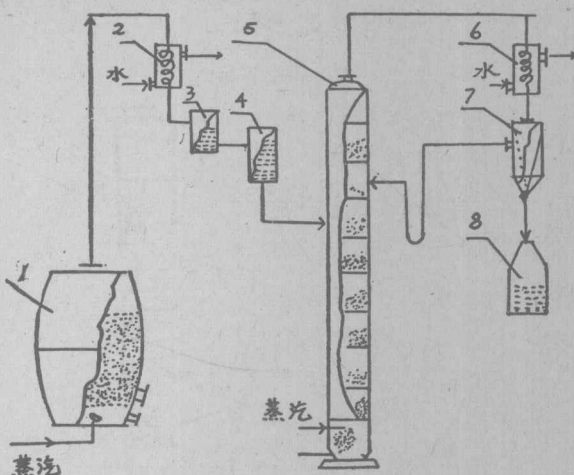


图1

1. 水解釜; 2. 冷凝器; 3. 凝液缓冲器;
4. 进料罐; 5. 蒸馏塔; 6. 冷凝器;
7. 分醛器; 8. 收集瓶。

(2) 主要设备

1)一吨锅炉一台,用于产生蒸汽供水解及蒸馏用。

2)水解釜:用直径为1米的二个大水缸(陶缶)缶口对扣做成,顶部中央开一个直径为200毫米的出气口;底侧开一个直径为200毫米的排渣口以及一直径为20毫米的釜凝液排出口,釜底开一蒸汽入口,釜内底部安装一锡制筛板。釜内衬以3毫米的桐油灰层。每釜可装原料250斤。

3)蒸馏塔:用十节直径为300毫米、高400毫米的陶瓷管制成,塔釜用蒸汽盘管加热,塔内装有锡制筛板,除最上一节外,各

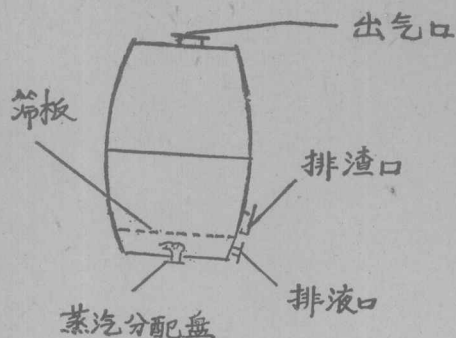


图2

筛板上堆放占板间距50~70%不等的碎陶瓷片。

4. 操作规程及工艺条件:

(1) 拌料、装料与闷缶:

称取每次拌料所需的原料, 倒入拌料池中, 每100斤原料用50斤釜凝液(水解釜内蒸汽凝液), 20斤18%盐酸(用硫酸也可以)10斤食盐溶解混合后, 均匀地加入原料中, 充分进行人工搅拌。

将拌好的原料迅速装入水解釜中, 扒平料面, 料面离釜顶应留有30~40公分的距离, 搁置6~8小时。

(2) 土法水解:

原料经过闷缶处理后, 即可装上水解釜出气管通入蒸汽进行水解, 同时打开蛇管冷凝器之进水阀。水解压力应严格地由0.5公斤/厘米²逐步缓慢地升至2公斤/厘米², 严禁急剧升压, 以防引起水解釜炸裂, 水解温度控制在105~110°C范围内。水解时间8小时左右(通常由观察分醛器出醛情况决定)。水解釜底蒸汽凝液应不断从排液管排入缶内供拌料用。水解完毕即可打开排渣口进行排渣。

(3) 土法蒸馏:

初次开车, 蒸馏釜应装入一定数量的水

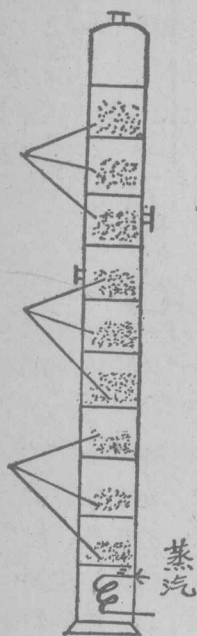


图3

进行升温。开始进料时应打开蛇管冷凝器之进水阀, 蒸馏塔塔顶应维持98°C左右, 塔釜维持102°C左右。分醛器之醛层应随时进行收集, 以免醛层随水回流入塔。

5. 操作中应注意事项:

(1) 配液时应先加釜凝液后, 加酸再加食盐, 切不可先加酸后加水, 以防发生爆溅, 灼伤人身。

(2) 配液、拌料与装料时应穿戴橡胶手套等保护用品。

(3) 打开加料口及排渣口时, 应将蒸汽关闭, 以防蒸汽冲出伤人。

6. 消耗定额: (以生产一吨粗糠醛计)

原料(棉子壳): 16吨

盐酸(18%): 3.5吨

食盐(工业用盐): 1.7吨

二、关于土法生产糠醛的几点看法

1. 南阳油厂土法生产糠醛的经验是可行的。以陶代钢制成糠醛生产主要设备水解釜与蒸馏塔, 经过实验考验同样可以达到预期的效果。

2. 这种土法厂的特点是: 设备少、工艺简单、投资省、使用钢材少、便于土法上马、遍地开花。建一个年产百吨的糠醛厂, 以生产92%粗糠醛为最终产品, 仅需投资3~4万元, 钢材2~3吨以及少量锡材, 两三个月即可建成投产。

3. 使用的原料为农业加工副产物、18%盐酸、食盐等。这些在许多地方说来, 都不困难。18%的废盐酸, 许多地方都有, 而且都还没有找到合理的用途, 因此办土醛厂, 不但生产土糠醛, 而且也解决了部分废盐酸利用问题, 在缺乏锡材的地方, 可采用其他易得的材料如陶瓷、辉绿岩等代替, 有条件的用塑料可能更好, 以完全不用锡或尽量减少锡的用量, 这看来是可能的。

(江苏省启东县南阳油厂)

氯乙烯分馏放空尾气的回收

氯化氢、乙炔气相法合成粗氯乙烯，经分馏精制成高纯度氯乙烯单体。分馏残存低沸馏分（一般的氢气、二氧化碳含量为主，含乙炔10%左右）由放空管排入大气，但放空的低沸馏分气体中，在一定温度下，还有相应的饱和蒸汽压的氯乙烯随即跑泄。

一、放空尾气回收试验流程及设备

（一）回收流程：

1. 概述：

我厂用活性氧化铝、活性炭、4A或5A

分子筛作吸附试验，以选择活性炭较为理想。且流程简单，投资省，操作费用低，吸附率高，操作简易。

活性炭吸附法，回收采用双床半连续加压吸附、蒸汽解吸取代、热风干燥、冷风降温之流程（见附图一）。

1. 固定床吸附器；2. 水分离器；3. 翅片式加热片；4. 鼓风机；5. 水封。

V_1 分馏尾气 V_2 吸附后废气 Y_1 含 C_2H_2 $V.C$ 解吸气 R_F 热风 S_1 工业上水 Z 蒸汽 $L_1 0^\circ C$ 盐水上水 $L_2 0^\circ C$ 盐水下水

$\odot$ 压力表 ∇ 温度计 $\square$ 放空砂封 $\times$ 阀门 $\bigcirc$ 疏水器

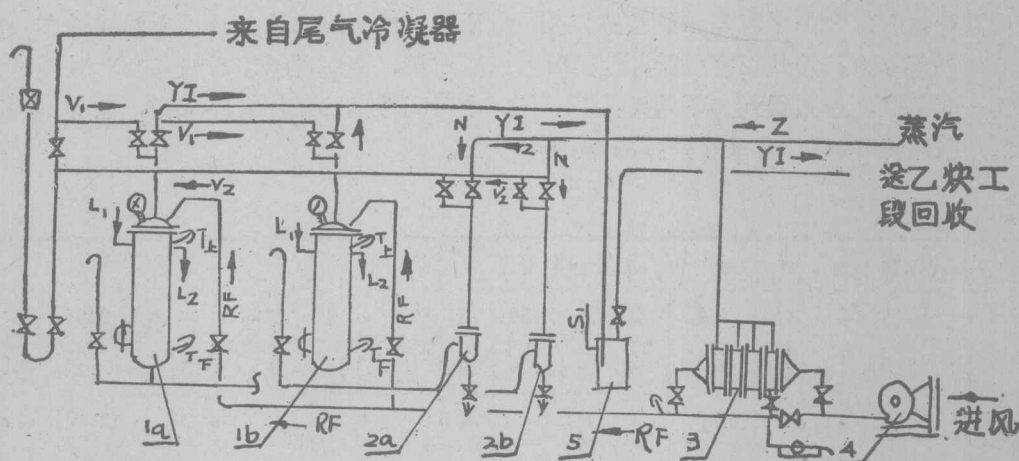


图 一

2. 流程与操作：

自尾气冷凝器排出之尾气以 5 atm 压力和 $-20^\circ C$ 进入吸附器 (I)，自上而下流经活性炭层，尾气中氯乙烯及乙炔吸附于活性炭中，吸附热量采用双层冷却盘管， $0^\circ C$ 盐水降温，废气经减压阀由放空管排空，当吸附器 (I) 吸附饱和达到平衡，便可切换到吸附器 (II) 进行吸附。对吸附器 (I) 进

行解吸。

吸附器 (I) 底部通入自下而上 $130^\circ C$ 蒸汽，以取代活性炭中吸附之乙炔及氯乙烯，解吸气体及蒸汽混合气经安全水封引至乙炔工段获得回收。

待乙炔与氯乙烯取代完全后（试验约需半小时），停止向床层通蒸气，开启鼓风机和蒸汽加热片，用 $160^\circ C$ 热风对床层进行干

燥（自上而下），当床层全部温度上升到110°~120°C即停止加热片加热，用鼓风机冷风来冷却床层，供下次吸附用，如此以两台吸附器往复轮转换吸附，再生，而使尾气得到连续回收。

(二) 设备规格及结构:

- 1. 吸附器结构（见附图2）
φ1200×3600内有同心两层冷却盘管。
(I) 床装活性炭1295kg。
(II) 床装活性炭1365kg。
- 2. 鼓风机（8—18—101№5）型。
Q=2700—3000NM³/hr。
- 3. 加热翅片 4片SRZ12×7D型。

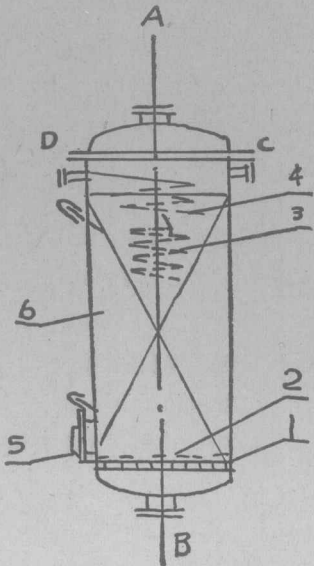


图 二

二、试验和生产结果

(一) 初步数据:

装置从1969年3月分起进行连续4个多月生产试验，8月分作了流程和设备部分改进，从1969年9月起转入正常生产，运转时期历近一年之久，探索得到如下结果：

- 1. 吸附操作（见附表1）：由表所

- 1.铁栅板； 2.不锈钢丝网；
- 3.内层冷却盘管； 4.外层冷却盘管；
- 5.人孔； 6.活性炭（吸附剂）。
- A.气体或热风进口（解吸气出口）；
- B.气体出口（蒸气进口）；
- C.盐水进口； D.盐水出口。

示，活性炭对乙炔、氯乙烯同样具有强烈吸附作用，但氯乙烯比乙炔容易吸附得多。表中所列数据都是用针筒取样，色谱分析鉴定。

附表一

(I)	吸 附 时 间		hr	0 → 8:25				0 → 8:50				
	分 析 时 间		hr	1:45	3:00	5:30	7:45	0:10	2:00	3:15	6:05	7:45
吸 附 床	吸附后	C ₂ H ₂	%	0	0	12.69	13.30	0	0	0	5.22	5.56
		VC	%	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	吸附前	C ₂ H ₂	%	11.45	9.18	11.45	10.56	4.44	4.47	4.52	5.47	5.29
		VC	%	8.68	8.85	11.55	13.13	5.24	5.85	5.64	6.26	5.73
(II)	吸 附 时 间		hr	0 → 8:45				0 → 9:15				
	分 析 时 间		hr	1:00	3:00	4:15	8:00	0:30	1:45	4:45	6:30	8:30
吸 附 床	吸附后	C ₂ H ₂	%	0	0	5.71	10.23	0	0	3.7	5.56	6.37
		VC	%	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	吸附前	C ₂ H ₂	%	3.57	7.43	2.86	3.92	2.86	3.14	3.33	5.4	5.04
		VC	%	8.29	8.46	7.18	7.7	7.27	6.25	6.30	6.40	7.74

初始吸附对氯乙烯、乙炔都起作用，排出废气中不含氯乙烯和乙炔，但随着吸附时间增加，对乙炔吸附趋于饱和吸附到一定时间（一般为3小时以后），氯乙烯的深入吸附会取代出吸附剂中乙炔，最终吸附剂被氯乙烯所饱和。

吸附时间是由吸附剂的吸附量而定，处理尾气时纯度不变，气量变大，吸附时间随

之缩短，在气量一定时，随着处理尾气中氯乙烯、乙炔的含量增加，运转时间也要减少的。一般吸附运转时间为85hr左右。

2. 解吸操作：一定时间后，吸附器内活性炭吸附尾气中乙炔、氯乙烯达到饱和即可停止吸附，而用蒸汽通入进行解吸，床压控制 $P=0.5\sim 1\text{ atm}$ 实测解吸需半小时，取样分析出气体组成。

附表二

解吸运转时间(分)		5	10	15	20*	3	8	13	20
解吸气	含 $C_2H_2\%$	25	52	0.4	0	12	22	1	0
	含 VC %	18	39	99	95	11.8	25	99.1	99

* 20 分钟取干样时，解吸气中有水蒸汽共存，致使VC含量偏低。

3. 干燥操作：解吸试验所用蒸汽导致活性炭层湿含量增加，必须脱湿，才能保证下一周期对乙炔、氯乙烯的吸附性能。初试设想用吸附后废气加热作为风源干燥，因其气量极微，干燥时间长达12hr之久。因而改用（8—18—101№5）型鼓风机送风用4片SRZ12×7D型加热翅片预热达160℃，风压490~530mm水柱，流向自床层上至下，待床层各点温度均达110~120℃即可完全干燥，干燥时间2.5~3.0hr。

4. 冷却操作：干燥后床温在 $>100^\circ\text{C}$ 采用鼓风机的冷风来吹除，带走床层热量，以使床温降低到30~50℃左右，冷却操作时间为1:30—2:00hr。

(二) 经济效益估算：

按24000吨/年产量聚氯乙烯计，开工天数330天，4L—20/8压缩机送气量1100m³/时，每班8小时运转；取3L—10/8压缩机送气量550m³/时，每班开3小时。粗氯乙烯纯度为90%，惰性气体10%、放空尾气含氯乙烯为7%；含乙炔9%。

每班尾气回收量：

放空尾气量 $Q=(1100\times 8+550\times 3)\times 0.10=1045\text{m}^3/\text{班}$ 。

注：从试验得知氯乙烯全回收，乙炔在六小时一周期中以前一小时全部回收。

故：氯乙烯回收体积
 $Q_1=1045\times 0.07=73.5\text{M}^3$ 。

乙炔回收体积
 $Q_2=1045\times 0.09\times 1/6=16\text{M}^3$ 。

16M³乙炔折为16M³氯乙烯，则每年回收量以氯乙烯计：

$\frac{89.5}{22.4}\times 62.5\times 3\times 330=250\text{吨}$

三、试验情况讨论

(一) 活性炭对尾气中乙炔和氯乙烯的吸附性能影响因素很多。

(i) 压力：加压对吸附过程有利，操作选用加压5atm条件。

(ii) 温度：吸附过程中温度是极重要的因素。3.0 l 吸附器填充1500g活性炭在4 atm（表压）下的小试验结果见附表3。

附表三

温 度 °C		30	10	0	-30	-30
尾气流量 l/min		3.5	1	1	1	1
进口含量	乙炔%	6.0	8.5	7.77	2.17	8.8
	VC %	9.33	8.3	5.9	6.3	9.8
吸 附 量	乙炔 g	24.2	41.9	53.6	46.8	68
	VC g	90.5	98	97.5	32.5	181
吸 附 %	乙 炔	1.6	2.78	3.6	3.1	4.9
	VC	6.05	6.52	4.1	21.7	11.7

由于吸附温度降低，吸附平衡点趋于下降，乙炔、氯乙烯吸附量会随之增加，从表三易见在进口尾气中乙炔浓度相近时，降低30°C温度，则0°C比30°C吸附率(%)增高1.25倍，-30°C比0°C要高0.36倍，对氯乙烯的吸附同样降低温度会使吸附率倍增。

最初上马运转时为了简化便利操作，同时结合生产中冷冻量不足故未考虑冷却装置，从试验中观察，伴随着乙炔、氯乙烯的吸附进行，释放的吸附热很大(查得乙炔吸附热8.29 Kcal/mal，氯乙烯吸附热17.205 Kcal/mal)当吸附开始炭层通入尾气，进行大量吸附时，床温曾会一度上升达100°C以上，因而整个吸附过程时，床温是不断上升，直至吸附饱和，因没吸附热释放床温才能稳定。为了提高吸附效果，适当按具体情况考虑用工业水或冷冻水进行床层降温是较有利的。

经69年8月检修改进，床内加接了两层同心圆冷却盘管，吸附时通入0°C盐水循

环，带出吸附热降低床层各点温度(见附图三)，因而使原吸附周期6 hr(没冷却时)延长达8 hr以上，吸附效率显著提高。

(二) 干燥问题:

解吸后用热风干燥，是不可忽视的操作环节，干燥效果好坏会导致活性炭机械强度和吸附性能变劣。

试验对活性炭层干燥设想，用放空废气或氮气等几种方法，但都因风量小，热量不足，干燥传热效果差而无法操作。

由于试验采用热蒸汽解吸，活性炭吸足的水蒸汽要干燥到<0.3%应考虑足够的风量，以利在较短的时间内完成干燥过程，腾出充裕的时间来充分降低床温，以利下次吸附。

生产中曾用热风由床层底部进入，自下向上进行干燥，干燥时间为3hr左右，由于解吸时通入之蒸汽携入部分冷水存积在床层底部，使其蒸发损失了部分热风的热量，故改用自上而下的热风气流干燥很为确切，实践中缩短了半小时干燥时间。一般用2.5hr即可。

(三) 活性炭的规格:

活性炭的物化性能影响对乙炔、氯乙烯吸附效果，小试验原选用太原新华回收活性炭，此次试验上海活性炭(吸苯率24~28%)，经试验初步认为，活性炭对乙炔、氯乙烯必具良好的吸附选择性，还必具较好的机械强度，以延长使用寿命。

(上海燎原化工厂)