

异丙醇共沸除水工艺及装置改进

师红亮

新天地药业股份有限公司

摘要：本文是在结合异丙醇理化性质及共沸精馏原理的基础上，着重论述连续式共沸精馏在异丙醇除水提纯流程中的应用及工艺装置的创新改进。

关键词：异丙醇；共沸精馏；带水剂

1 异丙醇简介

异丙醇 (Isopropyl Alcohol, 简称“IPA”) 在常温常压条件下, 呈无色透明可燃液体状态, 伴有强烈特征气味。该物质的分子式为 $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$, 相对分子质量为 60.06; 其气味近似乙醇与丙酮的混合气味, 味微苦, 且具备易燃属性。在溶解性方面, 异丙醇可与水、乙醚及氯仿实现互溶, 而不溶于盐类溶液; 此外, 它能与水形成共沸混合物, 该混合物中异丙醇的质量分数为 87.4%, 水的质量分数为 12.6%。

2 含水异丙醇在制药及化工流程中的缺陷

在化工生产流程中, 异丙醇 (IPA) 的产品纯度需求通常不低于 99.5%, 其中对水含量的控制要求尤为严格。微量水分的存在, 会直接影响异丙醇的正常使用性能, 并对下游相关产品的收率与质量造成不利影响, 这一现象在制药行业中表现得更为突出。

从物理特性来看, 常压条件下异丙醇与水会形成共沸物, 该共沸物中异丙醇质量分数为 87.4%、水质量分数为 12.6%, 共沸点为 80.3℃。受此特性限制, 采用常规蒸馏工艺难以将异丙醇的含水量降至 0.5% 以下, 其含水量甚至会长期维持在 12.6% 左右的共沸组成水平。

因此, 异丙醇除水技术始终是其

应用领域的核心技术要点。基于此, 设计一种适用于精细化工及制药企业, 且流程简洁、分离效率高的异丙醇除水方法, 对提升异丙醇的资源利用价值具有重要意义。

3 异丙醇精馏提纯工艺及装置

异丙醇生产企业多采用多塔并行的方法对异丙醇进行脱水提纯, 而对于使用异丙醇的精细化工或制药企业, 采用大型多塔并行的方式显然是不现实的。本文在结合异丙醇共沸精馏原理的基础上着重论述连续式共沸精馏在异丙醇除水提纯流程中的应用及改进^[1]。

3.1 异丙醇共沸精馏的原理

共沸精馏技术的核心原理, 是利用混合物中不同组分在气-液两相中的分配系数差异, 通过多次气液相间的传质与传热过程, 实现目标组分的高效分离。

以含水异丙醇体系的除水过程为例, 其具体实施流程如下: 首先向“异丙醇-水”二元共沸溶液中加入特定带水剂 (即共沸剂), 使体系形成“异丙醇-水-带水剂”三元共沸物。该三元

共沸物的共沸点需显著高于或低于原“异丙醇-水”二元共沸物的沸点, 且其各组分含量与原二元共沸体系存在明显差异, 在此条件下即可通过常规精馏工艺进行分离。精馏过程中蒸出的三元共沸物, 进入油水分相器后会自然分层, 形成“异丙醇-带水剂”有机相层与水相层; 其中“异丙醇-带水剂”有机相需返回精馏体系循环利用, 水相则直接排出体系外, 最终实现异丙醇与水的有效分离。

3.2 带水剂的选择

带水剂的选择是异丙醇除水提纯的关键技术, 由于异丙醇能与水和多种有机溶剂形成三元共沸物, 利用这些溶剂与异丙醇-水具有较低共沸点的特性, 在精馏过程中把水从共沸体系中带出进而实现异丙醇的除水提纯。对于异丙醇共沸精馏来讲, 能够作为工业化使用的带水剂有环己烷、正己烷、苯以及二异丙醚等, 它们与异丙醇所形成共沸物组成及沸点见表 1。

根据表 1 所示的共沸物组成及共沸点可以看出, 苯作为带水剂用于异丙

表 1 异丙醇共沸物组成^[2]

共沸物组成	组成比例 (%)	共沸点 /℃	共沸类型
水 - 异丙醇	12.6 : 87.4	80.3	二元
水 - 环己烷 - 异丙醇	7.5 : 74 : 18.5	64.3	三元
水 - 苯 - 异丙醇	8.2 : 72 : 19.8	65.7	三元
水 - 二异丙醚 - 异丙醇	5-91-4	61.8	三元

醇除水的效果会相对略微优于环己烷和二异丙醚。但是,由于苯的毒性较大,恐对产业工人和环境带来危害,医药及精细合成中多选用带水效果与之接近的环己烷来代替苯作为带水剂^[3],在实际应用中的效果也是非常好的。

3.3 异丙醇的间歇式共沸精馏

在异丙醇除水提纯领域,间歇式共沸精馏是此前较为常用的工艺方法。该工艺操作模式为批次式处理,即通过批次进料、批次精馏的方式完成分离过程。

从工艺性能来看,间歇式共沸精馏存在明显局限:一是生产能力较低,难以满足大规模连续化生产需求;二是目标产物的收率与分离效率相对偏低;三是单位产品的能耗成本较高。

基于上述特点,该工艺更适用于特定场景:包括小型企业的异丙醇除水提纯需求,以及实验室研发、中试车间小批量生产等对处理规模要求较低的异丙醇提纯场景。

3.4 异丙醇的连续式共沸精馏^[4]

基于间歇式精馏的不足,我们对异丙醇精馏工艺和装置进行创新改进,在之前间歇式精馏工艺及装置基础上选用环己烷作为带水剂,引入了精馏塔上部进料、塔中采出产品的设计理念,引入了连续式油水相分离装置的设计思维,精馏塔底部加装了沉降球,精馏塔顶部加装了流体分布器,引入了压力平衡管的创新设计。连续式共沸精馏与间歇式共沸精馏除水方式相比产能较高,能连续进料和源源不断地采出合格异丙醇。异丙醇连续共沸精馏除水的工艺流程图如图1所示。

3.5 异丙醇共沸精馏的操作流程

异丙醇连续式共沸除水的具体操作运行流程如下:1) 首先检查精馏系统各管道及阀门的闭合状态,确保系统密封完好,随后向精馏釜内注入异丙醇含量不低于87.4%的粗品异丙醇,完成进料准备;2) 启动再沸器加热,当塔顶温度升至80~81℃时,依据工

艺标准操作规程(SOP)启动循环泵,带水剂自中转罐经流量计计量后输送至塔顶,通过塔顶流体分布器自上而下均匀喷洒,进入精馏塔内;3) 控制系统全回流运行30 min以上,此时带水剂(环己烷)与塔内物料形成“异丙醇—水—环己烷”三元混合相;该混合相经塔顶出口进入螺旋板换热器降温后,流入由流体分散器、阻波板、沉降板组成的串联式油水相分离器,实现油水相分离。其中,“环己烷+异丙醇”组成的油相进入带水剂中转罐,经循环泵再次输送至塔顶流体分布器,形成带水剂循环,分离出的废水则在反U形弯管与压力平衡管的协同作用下有序排出,整个分离过程中需始终维持混合相流入量与油相、水相流出量的高度平衡;4) 当在线检测口显示物料水分含量 $\leq 0.5\%$ 且异丙醇含量 $\geq 99.5\%$ 时,开启合格异丙醇接收控制阀门,近似无水的气态异丙醇经合

格品冷凝器(18[#])冷凝降温后,收集至合格品接收罐。操作过程中需控制纯品带水剂(环己烷)的补充滴加速度,确保带水剂流失量与补充量平衡,分离后的废水经油水分离器组合下部的反U形弯管持续排出;5) 通过上述流程,粗品异丙醇可实现连续进料,合格异丙醇持续采出,废水有序排出,最终形成异丙醇连续式共沸精馏除水系统,稳定产出水含量 $\leq 0.5\%$ 、异丙醇含量 $\geq 99.5\%$ 的优质产品^[5]。

3.6 本设计的主要创新点

本设计的异丙醇连续式共沸精馏除水提纯装置的创新点包括以下4方面:1) 采用两组串联的油水相连续分离器,可显著提升油水相分离的速度与彻底性;2) 在油水相分离器内部设置沉降板与阻波板,能够有效减弱液体波动,为快速分层创造有利条件;3) 反U形管顶部连接压力平衡管,该设计旨在消除虹吸现象,维持油水分离

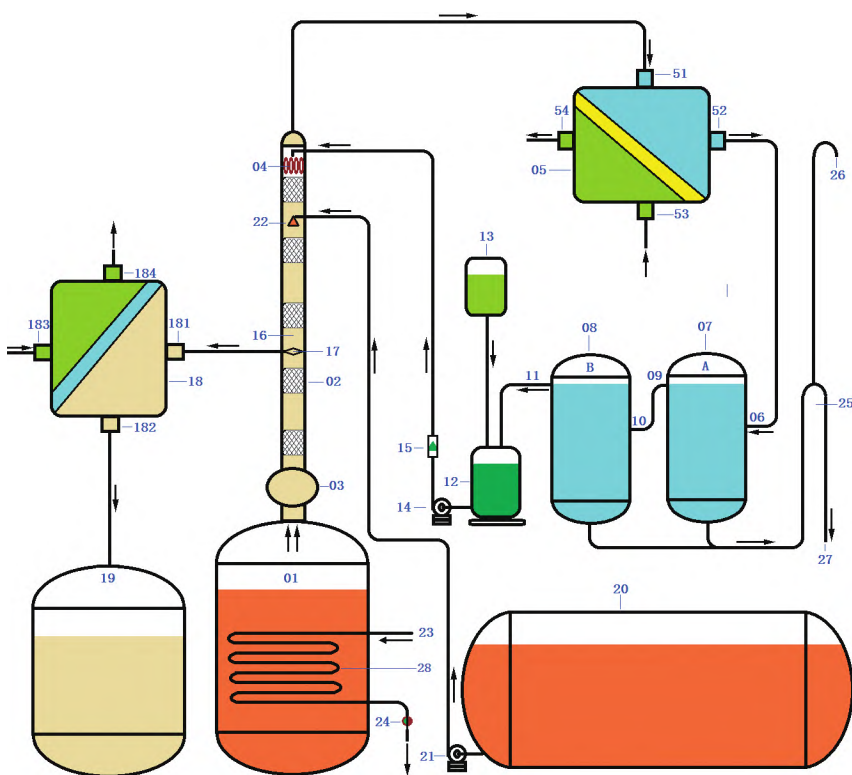


图1 异丙醇共沸精馏除水工艺流程示意

01—精馏釜、02—精馏塔、03—沉降球、04—流体分布器、05—螺旋板换热器、06—混合相进口、07—油水相分离器A、08—油水相分离器、11—油相出口、12—中转罐、13—带水剂计量罐、14—循环泵、15—流量计、16—在线取样口、17—引流槽、18—合格品冷凝器、19—合格品接收罐、20—粗品储罐、21—粗品上料泵、22—粗品喷淋头、23—蒸汽进口、24—疏水阀、25—反U形弯管、26—压力平衡管、27—废水出口、28—再沸器

器内油相和水相界面的稳定,避免分离器内物料因虹吸作用被抽干;4)精馏塔底部增设沉降球,可有效抑制因高温或高真空环境引发的气液夹带现象,对提高产品纯度及保障流程稳定性具有重要作用。本创新设计的油水相连续分离器^[6]如图2所示。

4 异丙醇连续共沸除水装置的有益效果

本文所述的异丙醇连续式共沸精馏除水工艺装置的改进,具有以下5方面显著优势:1)采用单塔运转模式,设备整体结构紧凑,空间占用量小,可有效降低项目总投资成本;2)精馏装置实现连续化运行,不仅日处理能力大幅提升,还具备收率高、能耗低的特点,生产效率显著优于间歇式工艺;3)精馏塔底部沉降球的设计,能有效克服气液夹带问题,从工艺源头减少影响产品纯度的关键因素;4)连续式油水相分离器组合的设计与应用,彻底解决了传统分离工艺中油相、水相分离速度慢、分离不彻底的痛点,对控制运行成本及减少环境排放均具有积极意义;5)设备整体安装难度低、

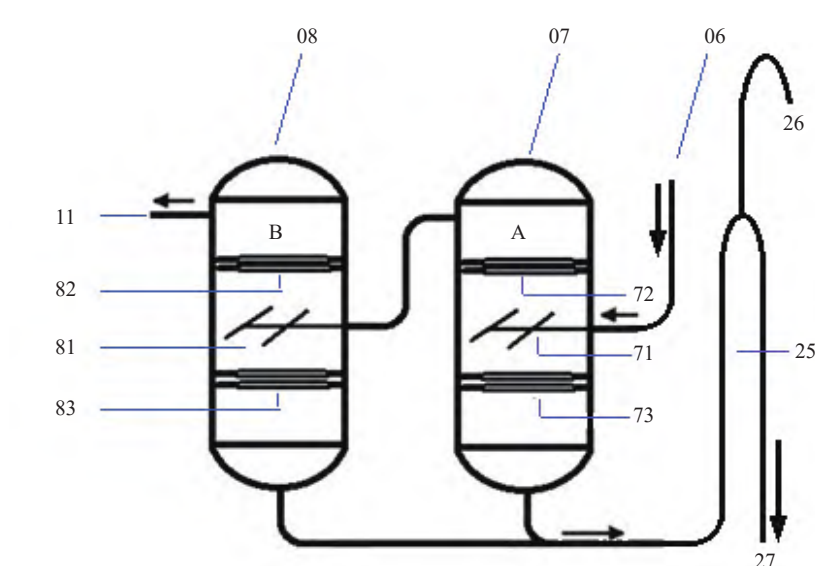


图2 油水相连续分离器结构示意图

06—混合相进口、07—油水相分离器A、08—油水相分离器、11—油相出口、71和81—流体分散器、72和82—阻液板、73和83—沉降板、25—反U形弯管、26—压力平衡管、27—废水出口

后期维护便捷,且操作流程简单,可长期保持稳定运行状态,降低生产过程中的操作与管理难度。

参考文献:

- [1] 付正立. 异丙醇脱水技术研究进展[J]. 化工时刊, 2010, 24(4):55-60.
- [2] 程能林, 胡声闻. 溶剂手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 1995: 282-287.
- [3] 王春蓉. 异丙醇-水间歇共沸精馏模
- 拟研究[J]. 应用化工, 2010, 39(3): 387-389.
- [4] 胡湖生. 用填料塔将异丙醇连续共沸精馏脱水[J]. 浙江化工, 2018, 49(3): 18-24, 31.
- [5] 师红亮. 一种实现异丙醇共沸精馏连续运行的组合装置: CN201820794443.6[P]. 2019-02-12.
- [6] 师红亮. 一种油水相连续分离装置: CN201820794445.5[P]. 2019-02-12.



扫二维码
关注Sievers分析仪官方微信
查看行业应用文集

电话: 400 887 8280
sievers.china@veolia.com
cn.sieversinstruments.com

Sievers* M系列与InnovOx系列TOC分析仪用于检测水样中的有机碳浓度,适用于各种排入/排出的水流,测量浓度范围极广,广泛应用于石油炼化、化学品制造及环境监测。



Sievers*总有机碳TOC分析仪 ——石油化工行业有机物监测解决方案

- 锅炉补给水TOC监控
- 蒸汽冷凝液、热交换器泄漏监测
- 源水、回用水有机物监控
- 生物污水处理厂前后有机物监测及优化
- 废水排放监测, COD/BOD相互关系
- 高盐海水和卤水有机物监测
- 零排放过程及副产盐有机物监测
- 含实验室、在线、便携不同型号
- 部分在线型号已获得NEPSI一体化防爆认证



*威立雅的商标, 可能在一个或多个国家注册。