

# 山东联众分析仪器有限公司

电话: 0632-3973766 传真: 0932-3973878 网址: www.lz17.com 邮箱: sdz17@163.com 手机: 18663229366

## 蒸汽中糠醛在线分析方案

### 一、前言:

糠醛又称呋喃甲醛，纯品是无色液体，有特殊香味。是有机合成化学工业中的主要原料之一。它的用途很广，可制造橡胶、塑料、合成纤维、农药、医药、涂料、化学试剂和各种助剂等。另外，糠醛生产中的渣滓可作肥料，对改良盐碱地和提高土壤肥力具有良好作用。生产糠醛的原料充足。这些原料主要是农副产品，如燕麦壳、玉米芯、棉籽皮、稻壳、花生壳、荞麦壳、玉米秆和麦秸等。其中以玉米芯的出醛率较高，理论出醛率为 19%，可以利用玉米芯生产糠醛。

由于糠醛生产具有资源、劳动力、环境等众多因素，上世纪末一些发达国家糠醛生产企业因环境和生产成本问题把企业转移到发展中国家。我国正处于发展中国家，由于资源和劳动力成本，其糠醛价格在国际上极具竞争力，随着糠醛出口量剧增，在国际上占有越来越大的份额，现已成为世界上最大的糠醛生产和出口国，

### 二、检测目的

生产糠醛水解工序，蒸汽用量是水解工序最主要的消耗指标，减少蒸汽用量对该产品的经济价值有着重要意义。蒸汽中含有糠醛等一些有机物，其含量是不均衡的，根据蒸汽中糠醛含量变化，改变蒸汽大小（糠醛含量高蒸汽开大，糠醛含量低蒸汽开小），来实现减少蒸汽用量节约成本。

### 三、蒸汽组分

# 山东联众分析仪器有限公司

电话: 0632-3973766 传真: 0932-3973878 网址: [www.lz17.com](http://www.lz17.com) 邮箱: [sdlz17@163.com](mailto:sdlz17@163.com) 手机: 18663229366

- 3.1 水蒸汽约 70-80%;
- 3.2 糠醛 0-10%;
- 3.3 氯化氢 0-10%;
- 3.4 醋酸 0-1%;
- 3.5 糠醇 0-1%;
- 3.6 呋喃类 0-1%;
- 3.7 其他有机物 0-5%。

## 四、检测设备

- 4.1 GC-L6气相色谱仪配TCD、FID (FID具有分流/不分流及尾吹装置);
- 4.2 气体自动进样装置, 0.5-1ml定量环;
- 4.3 分离装置: 毛细管柱、填充柱;
- 4.4 加热辅助装置: 管道加热带, 加热控制装置;
- 4.5 数据处理系统、工控机;
- 4.6 氮、氢、空气体等。

其中气相色谱仪是整个系统核心设备, 工控机为该系统控制部分, 其他为辅助设备; 毛细管柱、填充柱为耗材。

## 五、检测条件

- 5.1 糠醛生产设备蒸汽出口条件
  - 5.1.1 气体温度: 150-200℃
  - 5.1.2 气体压力: 常压-0.3Mpa
  - 5.1.3 气体流量: 最大 1500ml/s

# 山东联众分析仪器有限公司

电话: 0632-3973766 传真: 0932-3973878 网址: www.lz17.com 邮箱: sdz17@163.com 手机: 18663229366

## 5.2 色谱条件:

5.2.1 柱温: 135℃

5.2.2 气化温度: 220℃

5.2.3 FID 检测器温度: 200℃

5.2.4 TCD 检测器温度: 160℃

5.2.5 FID 载气: 氮气, 流量为 20 mL/min

5.2.6 氢气流量: 30 mL/min

5.2.7 空气流量: 250 mL/min

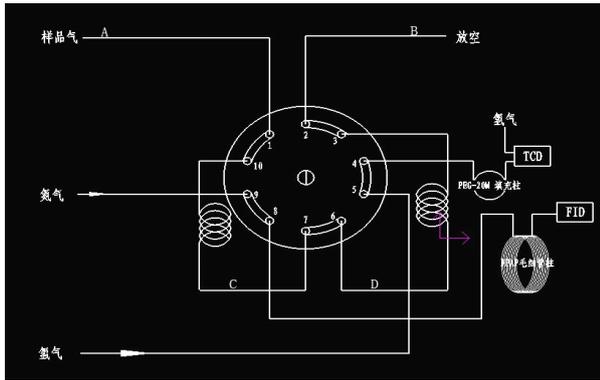
5.2.8 TCD 载气: 氢气, 流量为 35 mL/min

## 检测方案

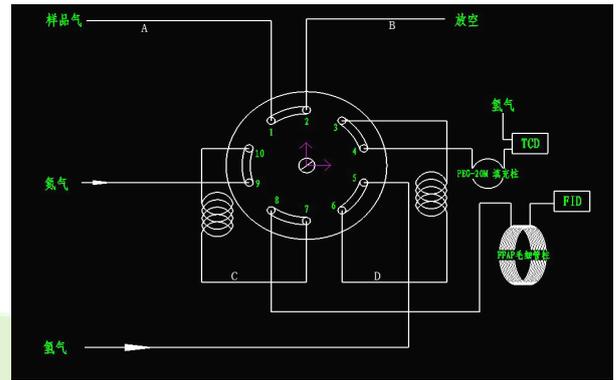
玉米芯和酸反应生产水解过程中, 蒸汽组分多, 低、高费物含量低。要对蒸汽中各组分含量变化快速检测, 缩短其分析时间是必然。蒸汽中多数是水分, 用热导检测器检测, 但热导检测器只能做常量分析, 一些微量的低沸点物和高沸点物在热导检测器检测不出来, 显然用热导检测器检测不能完全达到预期要求。那么氢火焰检测器灵敏度高, 能检测微量甚至痕量的有机物, 但是水在氢火焰检测器上没有响应, 显然用氢火焰检测器检测也不能完全达到预期要求。我公司根据糠醛生产企业要求, 对蒸汽不间断检测进行研究; 采用一次进样氢火焰和热导检测器并用, 对蒸汽中所有组分进行检测。蒸汽在常温下很快冷凝成液态, 故不能用采样袋取样。我们采用管道和阀加热方式, 要求管道和阀达到蒸汽温度, 管路和阀中蒸汽无冷凝现象, 十通阀切换气路进样。

# 山东联众分析仪器有限公司

电话: 0632-3973766 传真: 0932-3973878 网址: www.lz17.com 邮箱: sdlz17@163.com 手机: 18663229366



图一



图二

十通阀取样状态（图一）；蒸汽由生产装置流入加热管路A，进入十通阀1，由10出来进入定量环C，流经十通阀7、6然后进入定量环D，流经十通阀3、2最后通过B放空。

十通阀进样状态；由驱动电机带动阀柄转动（图二）位置。氮气由十通阀9进入10，然后冲发定量环C中的蒸汽组分，由十通阀7进8，然后进入FFAP毛细管柱入口端，经过一定的柱长蒸汽组分得到分离，最后进入氢火焰进行检测。检测组分（糠醛、呋喃类、低沸点有机物）。氢气由十通阀5进入6，然后冲发定量环D中的蒸汽组分，由十通阀3进4，然后进入GDX不锈钢填充柱入口端，经过一定的柱长蒸汽组分得到分离，最后进入热导检测器进行检测。检测组分（水蒸汽、氯化氢、醋酸、缩醛类）。

整个操作系统由微机控制，按周期自动取样，无须人工坚守岗位，数据自动保存及调用。