

## 工艺与设备

## 水悬浮造粒法溶剂回收系统工艺优化

邹高兴\*, 王勇, 罗志龙, 李萌, 徐其鹏

(西安近代化学研究所, 陕西 西安 710065)

**摘要:** 现有水悬浮造粒溶剂回收系统通过自来水对有机溶剂蒸气进行冷凝, 有机溶剂回收率较低。采用水冷和冷冻液冷却相结合并在有机溶剂接收罐出口设置二级冷凝器的工艺方式对水悬浮造粒过程产生的有机蒸气进行冷凝回收, 可将溶剂回收率从60%提高至90%。采用循环冷却水吸收抽真空过程产生的热量, 实现了自来水在水环式真空泵和水箱间的循环流动。工艺优化后废水处理站入口COD平均值从1 989 mg/L降至534 mg/L, 经处理后排水满足污水综合排放标准。

**关键词:** 水悬浮造粒; 溶剂回收; 工艺优化; 回收率

中图分类号: TJ55

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2017)12-0158-02

DOI: 10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2017.12.037

## Process optimization of solvent recovery system in water suspension granulation

ZOU Gao-xing\*, WANG Yong, LUO Zhi-long, LI Meng, XU Qi-peng

(Xi'an Modern Chemistry Research Institute, Xi'an 710065, China)

**Abstract:** In the existing solvent recovery system of water suspension granulation process, the organic solvent steam is condensed by tap water, which exhibits low recovery rate. The solvent recovery rate can be improved from 60% to 90% when tap water and freezing liquid together are used to cool down organic solvent steam and a secondary condenser is installed in the outlet of organic solvent collecting tank. The circulation flow of tap water between water-ring vacuum pump and water tank is realized through using circulated tap water to absorb heat generated in the vacuum pumping process. After process optimization, the average COD in the inlet of wastewater treatment station decreases from previous 1 989 mg·L<sup>-1</sup> to 534 mg·L<sup>-1</sup> and the drainage after treatment can meet the comprehensive discharge standards for wastewater.

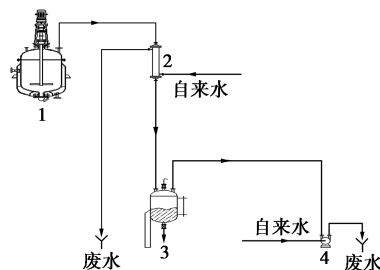
**Key words:** water suspension granulation; solvent recovery; process optimization; recovery rate

炸药造型粉水悬浮造粒是在一定真空条件下驱除单质炸药-水-黏结剂溶液悬浮体系中有有机溶剂而实现单质炸药包覆造粒的工艺过程, 具有操作简便、生产周期较短、易于工业化生产等优势<sup>[1-5]</sup>。制造过程中水既是分散介质又是传热介质, 可有效保障生产安全。目前, 军用和民用造型粉压装炸药大多采用此方法进行制造。

## 1 溶剂回收系统缺陷分析

原有水悬浮造粒溶剂回收系统如图1所示, 在原工艺中通过自来水对有机溶剂蒸气进行冷凝。自来水和有机溶剂蒸气间温差较小, 而乙酸乙酯、石油醚等有机蒸气具有沸点低、易挥发的特点, 有机溶剂回收效率为60%左右, 无法实现自来水换热下有机溶剂蒸气的充分冷凝。

在水悬浮造粒抽真空过程通过自来水在水环式真空泵内旋转所产生的负压抽除有机溶剂, 未冷凝的有机溶剂蒸气溶解至水中进而排入废水管道。随



1—造粒釜; 2—冷凝器; 3—溶剂接收罐; 4—水环式真空泵

图1 溶剂回收系统优化前工艺流程

着污水综合排放标准的提高和科研试制任务的增加, 造粒过程排放的有机溶剂对废水处理站产生了一定的环保压力。并且, 溶剂冷凝和抽真空过程使用的自来水均直接排放, 工艺废水排放量为23 m<sup>3</sup>/d, 自来水使用效率较低。

## 2 溶剂回收系统工艺优化及实施效果

## 2.1 优化后工艺流程及技术原理

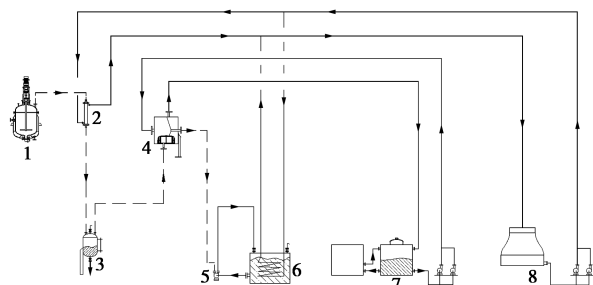
针对水悬浮造粒法溶剂回收系统存在的问题,

收稿日期: 2017-05-15

基金项目: 基础产品创新火炸药专项项目

作者简介: 邹高兴(1986-), 男, 硕士, 助理研究员, 从事火炸药新工艺研发, 通讯联系人, 029-88294489, zougaoxing@126.com。

项目团队采用源头治理的技术思路,着手降低试制生产过程的有机溶剂排放量<sup>[6-9]</sup>。优化后的工艺流程如图2所示,主要设备参数为:造粒釜(200 L,利旧),一级冷凝器(螺旋缠绕管式冷凝器,换热面积2 m<sup>2</sup>,利旧),二级冷凝器(螺旋板式冷凝器,换热面积2 m<sup>2</sup>),水箱(公称容积1 m<sup>3</sup>,水箱内盘管换热面积1 m<sup>2</sup>),制冷机组(风冷冷却型式,0℃时制冷功率8 kW),循环冷却水机组(冷却水量6 m<sup>3</sup>/h,风机风量4 800 m<sup>3</sup>/h)。图2中虚线表示有机溶剂蒸气的流动方向,有机溶剂蒸气在水环式真空泵产生负压的驱动下依次流经一级冷凝器、溶剂接收罐和二级冷凝器,通过循环冷却水和冷冻液对有机溶剂蒸气进行冷凝,冷凝后的液体流入溶剂接收罐。



1—造粒釜;2—一级冷凝器;3—溶剂接收罐;4—二级冷凝器;  
5—水环式真空泵;6—水箱;7—制冷机组;8—循环冷却水机组

图2 溶剂回收系统优化后工艺流程

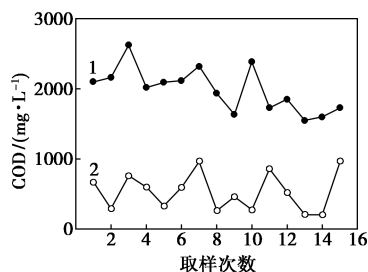
工艺优化原理:①通过水冷和冷冻液冷却相结合的方式对有机溶剂蒸气的冷凝回收,可实现能量的梯级利用,能耗较小<sup>[10-11]</sup>。②乙酸乙酯、石油醚等有机溶剂在抽真空条件下沸点降低,挥发性增强,设置于有机溶剂接收罐出口的二级冷凝器起到对通过一级冷凝器后未凝气体进行进一步冷凝的同时,也起到对溶剂接收罐中挥发出来的有机溶剂蒸气进行冷凝的作用,从而大幅降低排入真空泵内的有机溶剂量。③设置抽真空水箱,并在水箱内布置降温盘管,通过循环冷却水吸收水环式真空泵转动部件与自来水间摩擦而产生的热量,实现抽真空用水的循环使用,从而较大程度降低了抽真空过程的自来水消耗量。

## 2.2 工艺优化后实施效果

二级冷凝器的冷冻液进口温度是影响有机溶剂回收率的关键工艺参数,随着冷冻液温度的降低,有机溶剂蒸气的冷凝效率将逐渐增高。由于水悬浮造粒过程需将单质炸药-水悬浮体系加热至一定温度后再缓慢加入黏结剂溶液,抽真空操作开始时悬浮液体系有机物浓度较低,冷凝过程需避免水蒸汽在

换热器内的结冰现象。通过工艺实验,二级冷凝器冷冻液进口温度的优选范围为1~5℃。

综上所述,通过优化有机溶剂蒸气冷凝方式,提高有机蒸气和换热介质间温差,增大换热面积,增强气流湍动程度等手段将有机溶剂回收率从60%提升至90%,回收率提高50%。图3为水悬浮造粒法溶剂回收系统工艺优化前后(其他科研试制工房废水组分及排放量无明显变化)废水处理站入口COD的变化情况。由图3可知,溶剂回收系统投入运行之后,废水处理站入口COD平均值从1 989 mg/L降至534 mg/L,有效缓解了废水处理站的降解压力。



1—工艺优化前;2—工艺优化后

图3 工艺优化前后废水处理站入口COD  
变化情况

循环冷却水通过换热盘管吸收真空泵工作过程及少量未冷凝有机气体溶解时产生的热量,实现了自来水在水环式真空泵和水箱间的循环流动。通过水箱水温检测和循环冷却水进口阀门间的自动连锁控制,将抽真空水温控制在20~35℃,既避免了因水温过高而造成的真空度下降情况,又避免了因水温过低而产生的能量损失。经工艺优化后,废水排放量由23 m<sup>3</sup>/d降至1 m<sup>3</sup>/d,较大程度降低了抽真空过程的自来水消耗。

工艺优化后,由减少自来水消耗所产生的经济效益为22 m<sup>3</sup>/d×4.5元/m<sup>3</sup>×300 d/a=2.97万元/a。并且,有机溶剂排放量大幅降低,有利于废水处理站的平稳运行,节约厌氧池菌种培育成本约5万元/a。经冷凝回收的有机溶剂可在民用炸药水悬浮造粒过程进行回用,从而大幅降低民爆炸药试制生产过程的原料消耗。经测算,因有机溶剂回用而产生的经济效益为15万元/a。综上所述,本项目产生的直接经济效益约为23万元/a。并且,大幅降低了排入废水中的有机溶剂量,经废水处理站生化法降解后出水满足《黄河流域(陕西段)污水综合排放标准》,实现了试制生产线的高效环保运行,坚定

(下转第161页)

罗兰酮沸点较 $\alpha$ -紫罗兰酮高2~3℃。原料为棕黄色透明液体,其中 $\beta$ -紫罗兰酮质量分数为78%~86%, $\alpha$ -紫罗兰酮质量分数为10%~15%,杂质质量分数为5%~6%,由浙江医药工业有限公司新昌制药厂提供。

### 2.1.2 仪器

电加热填料精馏塔:塔径24 mm, $\theta$ 环不锈钢多层矩状丝网填料,填料高度2 000 mm(相当于80~90块理论塔板数);Agilent-7890气相色谱仪;2X-8型旋片真空泵。

## 2.2 分析方法

采用Agilent-7890气相色谱仪,色谱柱类型为SE-30(0.25 mm×30 m×0.25  $\mu$ m),程序升温:柱初始温度190℃,保持6 min,升温速率15℃/min,升温至268℃,升温速率改为20℃/min,升温至300℃,保持20 min,载气为氮气,分流比1:100,进样量0.1  $\mu$ L,气化室温度300℃(FID),定量数据计算方法采用面积归一化法。

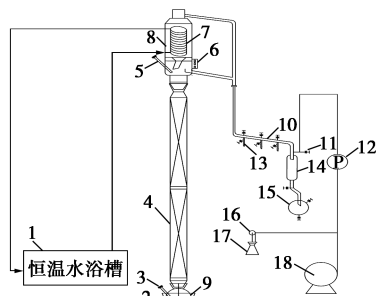
## 2.3 真空间歇精馏

### 2.3.1 实验装置

由于 $\alpha$ 、 $\beta$ 紫罗兰酮在常压下的沸点十分接近,不利于精馏操作,分离过程所需要的理论板数很大(由Aspen模拟得需要80块),普通的板式塔难以达到分离要求,故本文中采用了填料塔。

$\alpha$ 、 $\beta$ -紫罗兰酮2组分相对挥发度较低,采用普通的常压精馏难以将轻重组分完全分离。对于理想

物系,精馏操作压强越小,物系相对挥发度越大,越有利精馏。因此须选择真空精馏分离 $\alpha$ 、 $\beta$ -紫罗兰酮,使2物质形成较大的沸点差和相对挥发度,实验装置如图1所示。



1—恒温水浴槽;2—电加热装置;3—釜液测温热电偶;4—填料塔;5—塔顶蒸汽测温热电偶;6—回流比控制器(具摇摆漏斗);7—冷凝器;8—精馏头;9—塔釜;10—真空取样接输器;11—真空总阀;12—数显真空压力表;13—放空阀;14—气液分离器;15—废液接收槽;16—缓冲阀门;17—缓冲瓶;18—真空泵

图1 间歇精馏装置示意图

### 2.3.2 精馏操作步骤

量取一定体积的紫罗兰酮混合物加入塔釜中,将塔釜与塔节固定连接,关闭小容量真空双联接料系统处所有阀门,启动真空泵。待真空度计显示读数小于200 Pa,打开真空总阀使系统抽真空。塔釜加热升温,调节塔段保温温度,同时调节回流比控制器使精馏塔处于全回流状态。全回流2 h后,调节回流比至3~5,按一定时间间隔或一定体积批次取

(上接第159页)

履行了承担的社会责任,产生了良好的经济效益和社会效益。

## 3 结论

(1)水冷和冷冻液冷却相结合并在有机溶剂接收罐出口设置二级冷凝器的工艺方式可实现对水悬浮造粒过程产生有机溶剂的有效回收,溶剂回收率从60%提高至90%。

(2)通过循环冷却水吸收抽真空过程产生的热量,实现了自来水在水环式真空泵和水箱间的循环流动。经工艺优化后废水排放量由23 m<sup>3</sup>/d降至1 m<sup>3</sup>/d。

## 参考文献

[1] 李永祥,马建福,刘天生,等.某高聚物包覆RDX的影响因素[J].含能材料,2005,13(6):382-384.

[2] 张伟斌,杨雪海,杨仍才,等.流固耦合端流驱动TATB造粒凝结涡旋[J].含能材料,2014,22(3):376-381.

[3] Philip S H. Coating process for plastic bonded explosive: US, 6485587[P].2002-11-26.

[4] Hyung S Kim, Hyoun S Kim. Method for preparing compactable explosive: US, 5565651[P].1996-10-15.

[5] David J Kasprzyk, David A Bell. Characterization of a slurry process used to make a plastic-bonded explosive[J]. Propellants Explosive Pyrotechnics, 1999, 24(3):333-338.

[6] 王金梅,任保增,陈革新,等.挥发性有机废气净化工艺的选择[J].现代化工,2014,34(2):134-136.

[7] 康志鹏,李保军,贺高红,等.尾气中氯甲烷深度回收方法的比较[J].石油化工,2011,40(11):1220-1224.

[8] 黄维秋,石莉,胡志伦,等.冷凝和吸附集成技术回收有机废气[J].化学工程,2012,40(6):13-17.

[9] 冯军.冷凝法油气回收装置研究和应用[J].低温与特气,2008,26(6):21-23.

[10] 童志权.工业废气净化与利用[M].北京:化学工业出版社,2001:121-126.

[11] 郑新,李红旗,张伟,等.冷凝法甲苯回收系统性能研究与优化[J].制冷技术,2015,43(2):67-73.■