

## 工业技术

## 某油田深冷空分制氮工艺比选及优化研究

王 恒<sup>1\*</sup>, 庞文彬<sup>1</sup>, 刘志明<sup>1</sup>, 马国光<sup>2</sup>

(1. 中国石油化工股份有限公司西北油田分公司, 新疆 乌鲁木齐 830011;

2. 西南石油大学油气藏地质及开发工程国家重点实验室, 四川 成都 610500)

**摘要:**选取了 4 种深冷空分制氮工艺, 运用 HYSYS 模拟软件进行计算, 综合评价比选各工艺。结果表明, 双塔双冷凝器正流膨胀工艺较优, 具有氮气产品含氧量低、比功耗最低的优势; 对工艺中的关键运行参数进行单因素分析, 得出关键参数的取值范围, 为采用响应面多因素优化提供了编码水平; 采用响应面优化后的关键参数, 双塔双冷凝器正流膨胀工艺氮气中氧含量降低了 7.7%、氮收率提高了 9.63%、比功耗降低了 7.69%, 其中氮气中氧含量降低对降低注氮开采石油过程中氮气对井筒的腐蚀具有重要的作用。

**关键词:**深冷空分制氮工艺; HYSYS 模拟; 响应面分析

**中图分类号:**TE9

**文献标志码:**A

**文章编号:**0253-4320(2023)S1-0250-08

**DOI:**10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2023.S1.050

### Comparison and optimization of nitrogen production process by cryogenic air separation in an oilfield

WANG Heng<sup>1\*</sup>, PANG Wen-bin<sup>1</sup>, LIU Zhi-ming<sup>1</sup>, MA Guo-guang<sup>2</sup>

(1. Sinopec Northwest Oilfield Branch Company, Urumqi 830011, China; 2. State Key Laboratory of Oil &amp; Gas Reservoir Geology and Exploitation, Southwest Petroleum University, Chengdu 610500, China)

**Abstract:** Four kinds of cryogenic air separation nitrogen production processes are simulated and calculated by using HYSYS simulation software, and comprehensively evaluated and compared. The results indicate that the double-tower double-condenser positive flow expansion process is superior, with the advantages of low oxygen content in nitrogen products and the lowest specific power consumption. Key operating parameters in the process are analyzed in a single factor mode to obtain their value ranges, which provides a coding level for the response surface multi-factor optimization. By using the key parameters optimized by the response surface method, the oxygen content in nitrogen product from the double-tower double-condenser positive flow expansion process drops by 7.7%, the nitrogen yield increases by 9.63% and the specific power consumption decreases by 7.69%. More importantly, the decrease of oxygen content in nitrogen plays an important role in reducing the corrosion of nitrogen to the wellbore in the process of nitrogen injection and oil recovery.

**Key words:** cryogenic air separation nitrogen production process; HYSYS simulation; response surface analysis

氮气是非凝结惰性气体, 在原油中难以溶解, 不与原油形成混相<sup>[1]</sup>, 油田注氮气开采石油技术已成为一种效果明显的提高原油采收率手段<sup>[2]</sup>。特别是对于缝洞型碳酸盐岩油藏, 注氮气开采具有巨大的驱替潜能。因此, 选取高效制氮工艺流程和优化工艺参数是降低开采石油成本、减少井筒腐蚀的关键。

近年来, 国内外学者采用过程模拟软件对深冷制氮工艺进行仿真研究。Cornelissen 等<sup>[3]</sup>利用 Aspen Plus 软件模拟深冷空分工艺流程, 对工艺中主要的物流数据进行焓分析, 得到了焓损失最大部分为压缩机。陈彩霞<sup>[4]</sup>分别采用 Aspen Plus 和 HYSYS 对深冷空分工艺进行软件模拟, 效果较好, 且总结了 2 个软件模拟深冷空分流程的优缺点。江健荣等<sup>[5]</sup>利用 Aspen Plus 对某深冷空分制氮工艺

流程进行模拟, 得到了单位产品能耗与空气中氧气体积分数的关系。苏昭辉<sup>[6]</sup>通过 HYSYS 对不同工况下空分工艺模拟数据进行对比, 得到了与氩提取率有关的关键因素。

通过文献调研发现, 对于深冷空分制氮流程, 常通过过程模拟软件进行仿真, 对流程各操作参数进行研究, 优化选取关键运行参数, 这种单因素优化方式未考虑到各因素间的相互影响关系。多因素分析法能克服这个缺陷, 响应面分析法是一种多变量控制优化方法, 通过对实验数组进行分析, 采用多元回归方程来拟合出变量与响应值之间的函数关系, 进而在指定目标条件下进行寻优。本文中提出多种深冷制氮方案并进行对比优选, 在选出最优制氮工艺的情况下, 利用中心复合旋转设计(central composite

收稿日期: 2023-03-09; 修回日期: 2023-07-11

作者简介: 王恒(1995-), 男, 硕士, 工程师, 从事油气田腐蚀与防护技术研究, 通讯联系人, wangh3359.xbsj@sinopec.com。

rotation design, CCRD) 响应面法来获取该制氮流程的最优工艺参数组合,为油田制定集中制氮工艺提供参考。

## 1 深冷空分制氮流程

根据 Douglas 系统分割理论<sup>[7]</sup>,将深冷空分工艺视为一个完整的系统,可分为3个子系统,有空气增压单元、空气预处理单元、深冷处理单元,本文中详细对深冷处理单元进行设计。

### 1.1 空气增压单元

空气增压单元如图1所示。空气经过原料气过滤器除去灰尘及机械杂质后,进入空气增压单元,经过共计3级的增压-降温装置,成为压缩空气。因后续包含水冷预冷流程,故只需将压缩空气降到95℃即可。

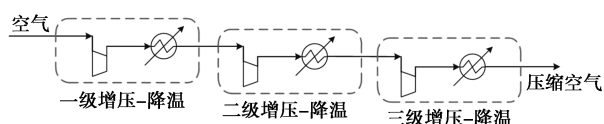


图1 空气增压单元

### 1.2 空气预处理单元

空气预处理单元如图2所示。来自空气增压单元的压缩空气从下部进入凉水塔,水自上部进入,空气逆流与水进行热质交换,凉水塔底部的凉水经冷却器1补冷后,经凉水循环泵输送到凉水塔继续为空气冷却提供冷量。降温空气经过顶端的不锈钢丝网捕雾器出塔,进入分子筛纯化系统,除去空气中的 $H_2O$ 、 $CO_2$ 等成分。

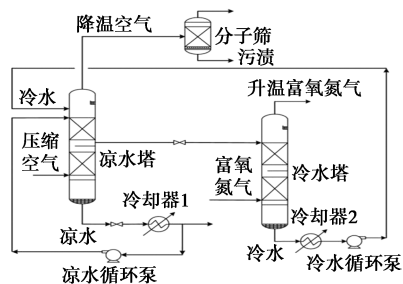


图2 空气预处理单元

凉水塔的作用为用空分冷箱排出的富氧氮气来冷却循环水,冷却后的水由冷却器2补冷后,经凉水循环泵送入凉水塔的上段。富氧氮气释放冷量后,从凉水塔的塔顶排出。

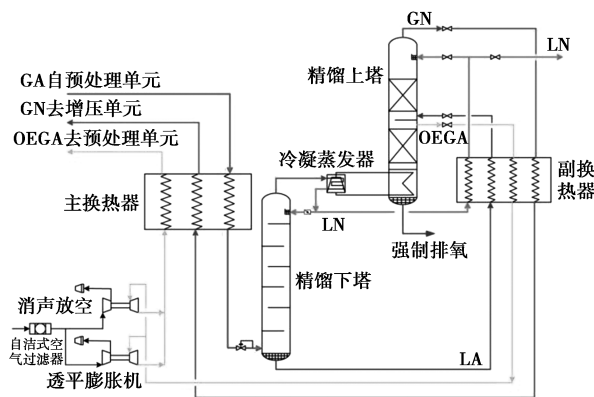
### 1.3 深冷处理单元

深冷处理单元是空分深冷制氮的核心单元,根据冷凝器数量和膨胀类型不同有4种工艺流程:双

塔单冷凝器废气反流膨胀制冷(简称单冷反流)、双塔单冷凝器空气正流膨胀制冷(简称单冷正流)、双塔双冷凝器废气反流膨胀制冷(简称双冷反流)和双塔双冷凝器空气正流膨胀制冷工艺(简称双冷正流)。

#### 1.3.1 双塔单冷凝器废气反流膨胀制冷工艺

如图3所示,经过预处理的压缩空气以约15℃的温度进入冷箱主换热器,经主换热器和塔前调压阀处理后接近饱和状态(760 kPa, -169.1℃)进入精馏下塔的底部参与精馏,精馏下塔顶部出口氮气经过冷凝蒸发器后变为液氮,取1%引出作为储备液氮使用,剩下的液氮经副换热器的过冷换热并在节流后进入精馏上塔顶部参与精馏。



LN—液氮;LA—液空;GN—氮气;GA—空气;OEGA—富氧氮气

图3 双塔单冷凝器废气反流膨胀制冷工艺

精馏下塔的富氧液空与液氮均为精馏上塔的进料,精馏上塔中部富氧氮气抽出经副换热器复热-透平膨胀机膨胀制冷-主换热器复热后出冷箱,顶部氮气经副换热器、主换热器回收冷量。

#### 1.3.2 双塔单冷凝器空气正流膨胀制冷工艺

如图4所示,主换热器中流出一部分深冷空气(565 kPa, -152℃)经膨胀制冷去上塔提供冷量并

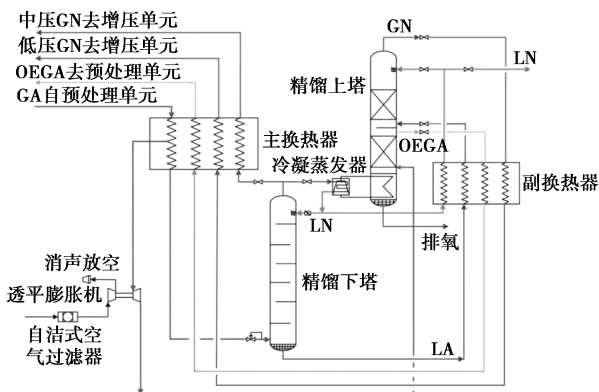


图4 双塔单冷凝器空气正流膨胀制冷工艺

参与精馏,接近饱和状态(570 kPa, -173℃)的空气进入精馏下塔的底部参与精馏。精馏下塔的液空去精馏上塔中部参与精馏,精馏下塔液氮取 99% 进入精馏上塔顶部参与精馏,1% 的液氮作为储备液氮。

### 1.3.3 双塔双冷凝器废气反流膨胀制冷工艺

如图 5 所示,接近饱和状态(930 kPa, -166.2℃)的空气进入一级精馏塔的底部参与精馏,空气在一级塔中分离成纯氮气(摩尔分数 99.99%)和液空;一级冷凝器出口空气进入二级精馏塔底部参与精馏,含氧摩尔分数约 35% 的空气在二级塔中经精馏分离成纯氮气(摩尔分数 99.99%)和富氧液空;纯氮气进入二级冷凝器中冷凝,一部分液氮作为二级精馏塔回流液,一部分液氮作为一级精馏塔回流液,一部分作为储备液氮使用。

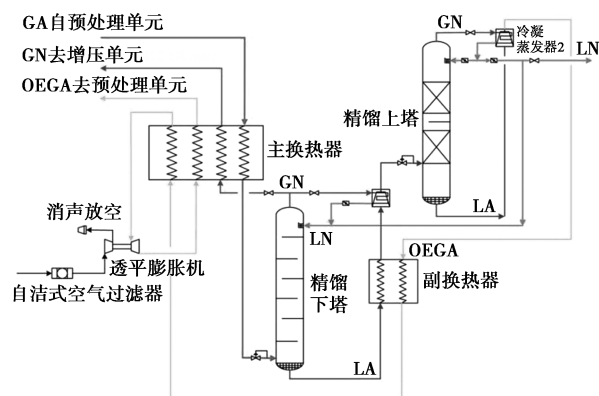


图 5 双塔双冷凝器废气反流膨胀制冷工艺

### 1.3.4 双塔双冷凝器空气正流膨胀制冷工艺

如图 6 所示,经增压和预处理后的空气分成 3 股,约 85% 的空气处理至饱和状态(945 kPa, -165.5℃)进入精馏下塔参与精馏;一小股空气经增压-冷却-膨胀后去上塔参与精馏;另一小股空气构成制冷循环。精馏下塔的塔顶可获得较高压力的氮气和液氮,精馏上塔塔顶处可获得较低压力氮气和液氮。

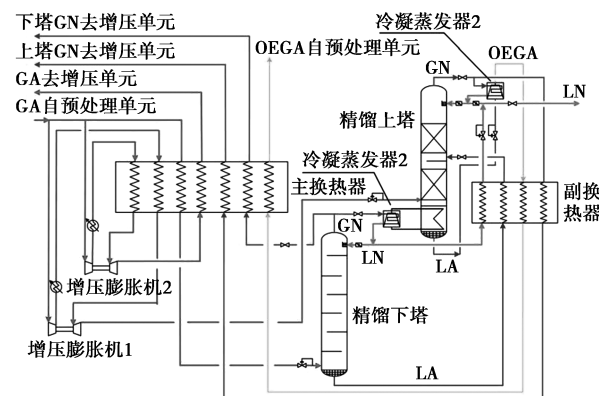


图 6 双塔双冷凝器废气反流膨胀制冷工艺

在深冷空分制氮全流程中,空气增压单元、空气预处理单元基本相同,唯有深冷处理单元有不同的工艺流程,因此,本文中只研究深冷处理单元,对其进行比选和优化研究。

## 2 制氮方案比选

### 2.1 基础数据

该油田的空气进行增压、脱水、除杂等处理<sup>[8-10]</sup>之后,得到能够进行深冷处理的常温空气,随方案不同,进料压力在 0.60 ~ 0.95 MPa,空气处理量在 73.11×10<sup>4</sup> ~ 87.79×10<sup>4</sup> m<sup>3</sup>/d。预处理后空气组分见表 1。

表 1 预处理后空气组分表

组分	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	Ar	Ne	He	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O
摩尔分数	78.20	20.88	0.92	0.0018	0.0005	0	0.0005	0

### 2.2 方案模拟与比选

方案模拟采用 HYSYS 软件分别建立前面提出的 4 个深冷处理单元模型,各方案模拟计算结果见表 2。

表 2 各方案模拟结果对比

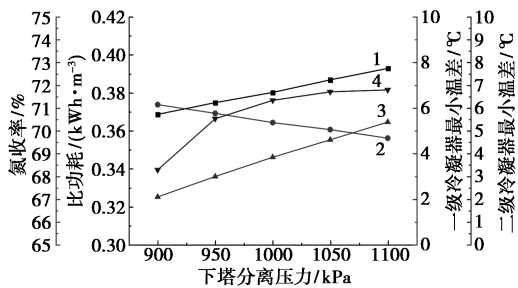
名称	单冷	单冷	双冷	双冷
	反流	正流	反流	正流
空气处理量/ ×10 <sup>4</sup> (m <sup>3</sup> ·d <sup>-1</sup> )	71.33	65.61	78.00	74.98
干燥气进冷箱压力/kPa	780	590	950	965
干燥气进冷箱温度/℃	15	15	15	15
纯氮气出冷箱压力/kPa	168	107/575	895	500/900
纯氮气出冷箱温度/℃	12	12	12	12
氮气产量/×10 <sup>4</sup> (m <sup>3</sup> ·d <sup>-1</sup> )	40.41	41.38	40.55	40.58
氮收率/%	72.44	82.66	68.14	70.92
氮气含氧量/10 <sup>-6</sup>	6.8	4.0	5.7	2.6
比功耗/(kW·h·m <sup>-3</sup> )	0.4418	0.4152	0.3782	0.3745
装置最低操作温度/℃	-190.0	-193.5	-184.5	-188.4
冷凝蒸发器最小温差/℃	2.4	2.0	1.3(一级), 2.0(二级), 2.0(二级)	4.7(二级)

影响装置最主要的参数是氮气中氧含量和比功耗,氮气中氧含量是决定所产氮气质量的重要指标,氧含量越高,在注氮开采时对井筒腐蚀性越大,因此,应尽量降低氮气中氧含量。比功耗是装置是否节能的重要指标,该值越小越节能。从表 2 中可以看出,氮气产量在 40×10<sup>4</sup> m<sup>3</sup>/d 左右时,双冷正流工艺的氮气中氧含量和比功耗都最低,因此,该油田深冷处理单元采用双冷正流工艺。

### 3 基于响应面的双塔双冷凝器空气正流膨胀制冷工艺参数优化研究

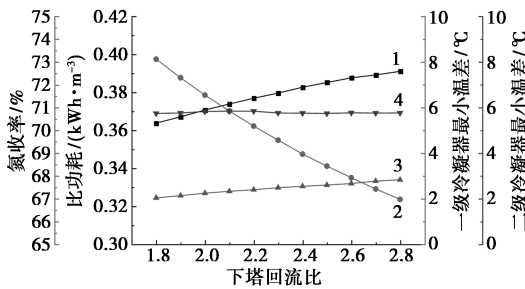
#### 3.1 最优寻值区间的确定

按照空分行业通常取换热器最小温差 $\geq 2^{\circ}\text{C}$ 的经验来看<sup>[11]</sup>,双塔双冷凝器空气正流膨胀制冷工艺还存在相当大的优化空间,比功耗还可进一步降低。通过对各工艺参数进行分析,找到下塔分离压力、下塔回流比、上塔进料液空温度、上塔分离压力、上塔回流比、制冷循环气占空气量比例6个关键运行参数的取值范围。现对这6个因素进行单因素分析,见图7~图12。



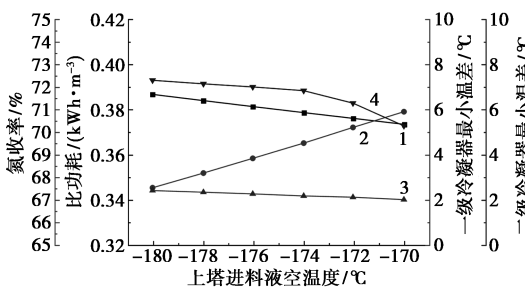
1—比功耗;2—氮收率;3—一级冷凝器最小温差;  
4—二级冷凝器最小温差

图7 下塔分离压力单因素分析



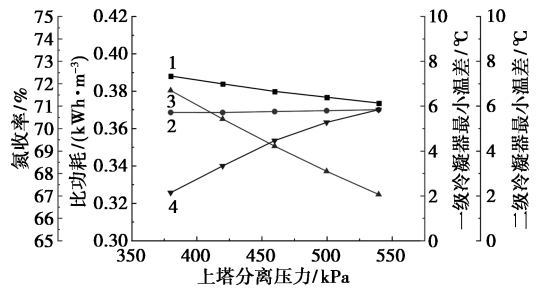
1—比功耗;2—氮收率;3—一级冷凝器最小温差;  
4—二级冷凝器最小温差

图8 下塔回流比单因素分析



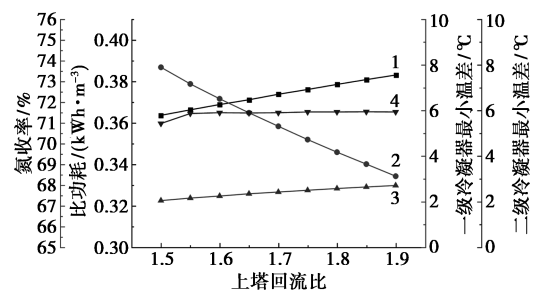
1—比功耗;2—氮收率;3—一级冷凝器最小温差;  
4—二级冷凝器最小温差

图9 上塔进料液空温度单因素分析



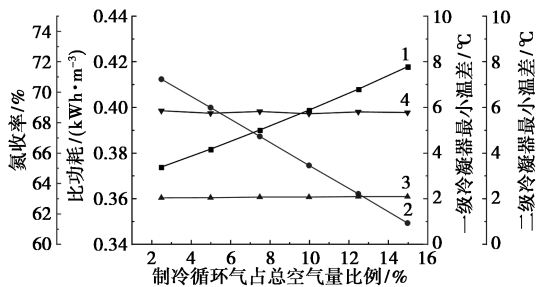
1—比功耗;2—氮收率;3—一级冷凝器最小温差;  
4—二级冷凝器最小温差

图10 上塔分离压力单因素分析



1—比功耗;2—氮收率;3—一级冷凝器最小温差;  
4—二级冷凝器最小温差

图11 上塔回流比单因素分析



1—比功耗;2—氮收率;3—一级冷凝器最小温差;  
4—二级冷凝器最小温差

图12 制冷循环气占空气量比例单因素分析

根据物料平衡方程、能量平衡方程和过冷节流阀的J-T效应,上下塔的压差是冷凝蒸发器换热温差的决定性因素。下塔分离压力对流程的影响如图7所示。以冷凝蒸发器最小温差 $\geq 2^{\circ}\text{C}$ 为选值依据<sup>[12]</sup>,将下塔分离压力的优化选值区间定为900~1100 kPa。

操作中改变下塔回流比的大小,可以满足产品的纯度要求。当塔顶馏分中重组分含量增加,常采用增加回流液的方法吸收重组分以使产品杂质含量降低,但同时损失了塔的生产能力,致使比功耗增加<sup>[7]</sup>。下塔回流比对流程的影响如图8所示。同理

可得,下塔回流比的优化选值区间定为 1.8~2.8。

上塔进料液空温度对上塔精馏和冷凝蒸发器传热效果影响较大,上塔进料液空温度对流程的影响如图 9 所示。同理可得,将上塔进料液空温度的优化选值范围定为-180~-170℃。

在流程中,上塔应尽可能处在较低压力工况下,使得氮气产量增加、纯度提高,下塔工作压力随之降低,使比功耗减小,上塔还兼具压力塔角色,分离压力受到二级冷凝蒸发器的约束<sup>[8]</sup>。上塔分离压力对流程的影响如图 10 所示。同理可得,上塔分离压力的优化选值范围定为 380~540 kPa。

当精馏段的轻组分下到提馏段造成塔下部温度降低时,可以用适当减少回流比的方法以使冷凝蒸发器的蒸发侧温度提升起来,减小换热温差<sup>[9]</sup>。上塔回流比对流程的影响如图 11 所示。同理可得,上塔回流比的优化选值范围定为 1.5~1.9。

制冷循环气膨胀比大,则温降大,小气量即可产生富裕冷量,是调节深冷单元制冷量的重要组成部分,其作用包括降低空气进塔前温度、增加主换热器的冷量输入等,不参与上下塔的精馏过程。制冷循

环气比例对流程的影响如图 12 所示。同理可得,循环气比例的优化选值范围定为 2.5%~15%。

### 3.2 多变量的响应面分析

响应面分析法是一种统计方法和数学方法相结合的产物,用于对因变量受多个变量影响的问题进行建模和分析,以优化此响应。一般在响应面法问题中,响应值和自变量之间的关系是未知的,因此响应面法问题的第一个步骤就是寻求响应值和自变量集合之间真实函数关系的拟合式。它将未知的函数关系在小区域内用简单的多项式模型来拟合,计算比较简便,是降低开发成本、优化加工条件、提高产品质量的一种有效方法<sup>[13-16]</sup>。

将下塔分离压力、下塔回流比、上塔进料液空温度、上塔分离压力、上塔回流比、制冷循环气比例 6 个设计变量分别视为 A、B、C、D、E、F 6 个因素,工艺流程的比功耗、氮收率、一级冷凝蒸发器最小温差(简称一级温差)、二级冷凝蒸发器最小温差(简称二级温差)为响应值,分别设为 W、X、Y、Z,在 CCRD 响应面法下最后得到共计 52 组实验方案如表 3 所示,通过对实验方案进行处理得到回归模型。

表 3 实验方案设计结果

序号	因素						响应值			
	A	B	C	D	E	F	W	X	Y	Z
1	936	2.62	-178.2	511	1.57	4.76	0.3944	66.24	3.14	6.47
2	1064	2.62	-171.8	511	1.57	4.76	0.4055	67.62	4.97	6.15
3	1000	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72
4	936	1.98	-171.8	409	1.83	4.76	0.3773	69.48	5.74	3.01
5	1064	1.98	-178.2	409	1.57	12.74	0.4215	63.76	7.72	3.38
6	936	2.62	-178.2	409	1.83	4.76	0.4088	63.04	6.42	3.96
7	1000	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72
8	1064	2.62	-171.8	409	1.83	4.76	0.4208	64.28	8.30	3.67
9	936	1.98	-178.2	409	1.57	4.76	0.3731	70.59	5.60	3.16
10	1064	1.98	-171.8	409	1.57	4.76	0.3843	71.87	7.42	2.85
11	1064	2.62	-171.8	511	1.83	12.74	0.4526	58.67	5.35	6.51
12	1000	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72
13	1064	1.98	-171.8	409	1.83	12.74	0.4268	62.69	7.86	3.25
14	1000	2.30	-175.0	540	1.70	8.75	0.4115	64.27	3.30	7.01
15	1000	2.30	-175.0	460	1.70	2.50	0.4100	64.57	5.90	5.70
16	936	1.98	-171.8	511	1.57	4.76	0.3655	72.73	2.31	5.45
17	1000	1.80	-175.0	460	1.70	8.75	0.4116	63.85	5.55	5.34
18	900	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.3946	64.92	3.80	4.76
19	1000	2.30	-180.0	460	1.70	8.75	0.4415	58.72	6.06	6.10
20	1000	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72

续表

序号	因素						响应值			
	A	B	C	D	E	F	W	X	Y	Z
21	1000	2.30	-170.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72
22	1064	1.98	-178.2	511	1.83	12.74	0.4352	61.08	5.09	6.52
23	936	2.62	-178.2	511	1.83	12.74	0.4398	57.49	3.49	6.81
24	1100	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4277	63.64	7.06	5.11
25	1064	2.62	-178.2	409	1.83	12.74	0.4638	56.81	8.51	4.18
26	1064	1.98	-171.8	511	1.83	4.76	0.3966	68.81	4.84	6.03
27	1064	1.98	-171.8	511	1.57	12.74	0.4128	65.59	4.47	5.70
28	1000	2.30	-175.0	460	1.70	15.00	0.4592	56.01	5.93	5.71
29	1064	1.98	-178.2	409	1.83	4.76	0.4044	66.96	8.03	3.67
30	1000	2.80	-175.0	460	1.70	8.75	0.4506	57.61	6.16	5.97
31	1000	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72
32	1000	2.30	-175.0	380	1.70	8.75	0.4099	64.58	7.94	2.49
33	936	1.98	-178.2	511	1.57	12.74	0.4004	64.47	2.64	5.99
34	1000	2.30	-175.0	460	1.50	8.75	0.4208	62.64	5.67	5.48
35	1000	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72
36	1064	2.62	-171.8	409	1.57	12.74	0.4358	61.68	7.98	3.37
37	1064	2.62	-178.2	511	1.57	12.74	0.4467	59.69	5.24	6.70
38	1000	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72
39	936	2.62	-171.8	511	1.83	4.76	0.3994	65.11	3.26	6.28
40	936	2.62	-178.2	409	1.57	12.74	0.4234	60.48	6.13	3.66
41	1064	2.62	-178.2	511	1.83	4.76	0.4309	62.28	5.52	6.97
42	1064	1.98	-178.2	511	1.57	4.76	0.3924	69.84	4.71	6.18
43	936	2.62	-171.8	511	1.57	12.74	0.4131	62.53	2.91	5.96
44	936	1.98	-171.8	409	1.57	12.74	0.3925	66.27	5.36	2.68
45	936	1.98	-171.8	511	1.83	12.74	0.4051	63.46	2.78	5.85
46	1000	2.30	-175.0	460	1.90	8.75	0.4446	58.19	6.11	5.91
47	1064	2.62	-178.2	409	1.57	4.76	0.4156	65.38	8.18	3.87
48	936	1.98	-178.2	409	1.83	12.74	0.4135	61.69	5.99	3.51
49	936	2.62	-171.8	409	1.83	12.74	0.4293	59.37	6.26	3.49
50	936	1.98	-178.2	511	1.83	4.76	0.3846	67.66	2.98	6.30
51	936	2.62	-171.8	409	1.57	4.76	0.3851	68.45	5.86	3.12
52	1000	2.30	-175.0	460	1.70	8.75	0.4331	60.25	5.91	5.72

### 3.3 模型方差分析

对于比功耗模型,  $R^2 = 0.9977$ ,  $R^2_{Adj} = 0.9952$ ,  $R^2_{pred} = 0.9909$ , 预测准确性较高。相关系数接近于 1,  $R^2_{pred} - R^2_{Adj} < 0.2$ , 表明产品比功耗回归模型的拟合情况良好, 信噪比 84.87, 大于 4, 表明模型可信度高。

从图 13 可以看出, 实验数据点基本分布在拟合曲线两侧, 表示回归模型所代表的定量关系准确。

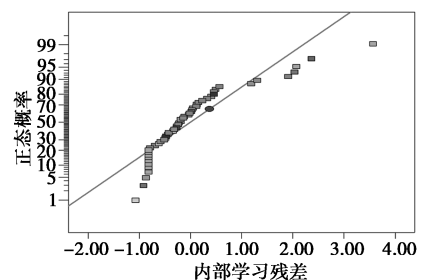


图 13 比功耗实验残差

在研究过程中发现  $BE$ 、 $BC$ 、 $AB$  对比功耗影响较大,利用 Design Expert 软件绘制比功耗变化的等高线及响应面图,同时考虑  $BE$ 、 $BC$ 、 $AB$  对氮收率的影响,结果如图 14~图 19 所示。

从图 14~图 19 可以看出,在  $BE$ 、 $BC$  和  $AB$  项交互影响下的比功耗与氮收率变化情况。以  $BE$  项

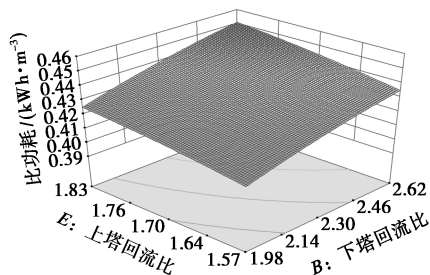


图 14 下塔回流比  $B$ 、上塔回流比  $E$  与比功耗间的响应面

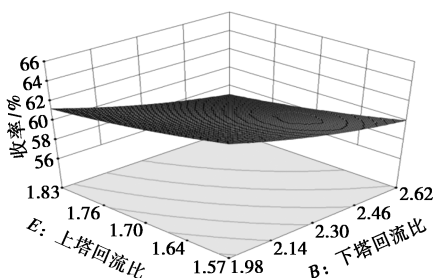


图 15 下塔回流比  $B$ 、上塔回流比  $E$  对氮收率的响应面

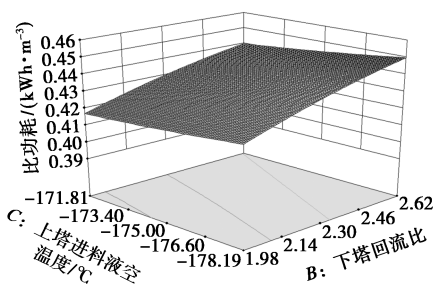


图 16 下塔回流比  $B$ 、上塔进料液空温度  $C$  与比功耗间的响应面

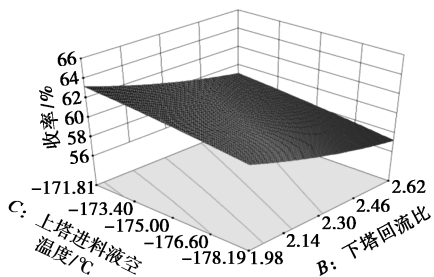


图 17 下塔回流比  $B$ 、上塔进料液空温度  $C$  与氮收率间的响应面

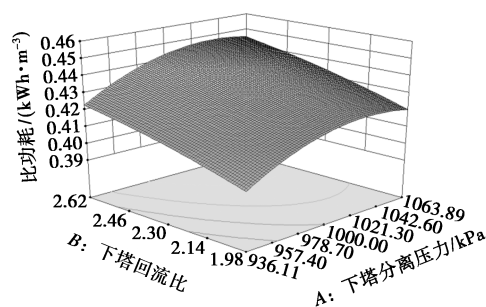


图 18 下塔分离压力  $A$ 、下塔回流比  $B$  与比功耗间的响应面

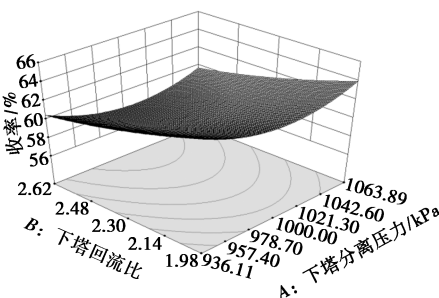


图 19 下塔分离压力  $A$ 、下塔回流比  $B$  与氮收率间的响应面

的交互作用影响为例,当其他因素处于中心水平,且下塔回流比为一定值时,比功耗随上塔回流比的增加而增加,氮收率随上塔回流比的增加而降低;而上塔回流比为一定值时,比功耗随下塔回流比的增加而增加,氮收率随下塔回流比的增加而降低。最终优化结果如表 4 所示。

表 4 最佳参数组合

下塔分离压力/kPa	下塔回流比	上塔进料液空温度/°C	上塔分离压力/kPa	上塔回流比	制冷循环气比例/%
863.9	2.14	-171.3	434.3	1.50	2.5

#### 4 优化参数在装置上的应用

油田采用双塔双冷凝器空气正流膨胀制冷工艺生产氮气进行注氮开采石油,采用表 4 的最佳参数组合得出表 5 的结果。由表 5 可知,通过多因素参数优化,氮气产量从  $16\,905\text{ m}^3/\text{h}$  上升到  $18\,541\text{ m}^3/\text{h}$ ,提高了 9.68%;氮气中氧含量从  $2.6 \times 10^{-6}$  降低到  $2.4 \times 10^{-6}$ ,降低了 7.7%;氮收率从 70.92% 上升到了 77.75%,增加了 9.63%;比功耗从  $0.374\,5\text{ kW}\cdot\text{h}/\text{m}^3$  下降到了  $0.345\,7\text{ kW}\cdot\text{h}/\text{m}^3$ ,下降幅度为 7.69%。由此可以看出,优化效果明显。

表5 深冷空分制氮工艺新参数使用效果

工况参数名称	原运行参数	优化后运行参数
产品压力/MPa	0.9/0.5	0.9/0.5
空气处理量/( $\text{m}^3 \cdot \text{d}^{-1}$ )	30483.3	30483.3
下塔分离压力/kPa	935	863.9
下塔回流比	2.3	2.14
上塔进料液空温度/ $^{\circ}\text{C}$	-174.7	-171.3
上塔分离压力/kPa	540	434.3
上塔回流比	1.7	1.5
制冷循环气比例/%	2.5	2.5
氮气产量/( $\text{m}^3 \cdot \text{d}^{-1}$ )	16905	18541
氮气氧含量/ $10^{-6}$	2.6	2.4
氮收率/%	70.92	77.75
比功耗/( $\text{kW} \cdot \text{h} \cdot \text{m}^{-3}$ )	0.3745	0.3457
一级冷凝蒸发器最小温差/ $^{\circ}\text{C}$	2.0	2.8
二级冷凝蒸发器最小温差/ $^{\circ}\text{C}$	4.7	2.0

## 5 结语

(1) 油田采用集中大规模制氮工艺,双塔双冷凝器正流膨胀在4种工艺中较优,有着最低的氮气氧含量( $2.6 \times 10^{-6}$ )、较高的氮收率(70.92%)、最低的比功耗( $0.3745 \text{ kW} \cdot \text{h} / \text{m}^3$ )综合优势。

(2) 采用CCRD响应面法进行参数优化,优化后比功耗下降幅度为7.69%、氮收率增加了9.63%、氮气中氧含量降低了7.7%,氮气中氧含量降低对减少注氮开采石油过程中氮气对井筒的腐蚀具有重要的作用。

## 参考文献

- [1] 枣儿古,依明.塔河油田单井注氮采油技术现场应用[J].云南化工,2018,45(3):119.
- [2] 程强.油田油井增产措施浅析[J].化工管理,2019,525(18):222.
- [3] Cornelissen R L, Hirs G G. Exergy analysis of cryogenic air separation[J]. Energy Conversion and Management, 1998, 39(16): 1821-1826.
- [4] 陈彩霞.全低压空分装置流程与精馏过程的模拟分析[D].武汉:华中科技大学,2008.
- [5] 江健荣,冯霄,段明哲,等.深冷空分装置不同产品纯度下的产品能耗[J].现代化工,2018,38(6):198-201.
- [6] 苏昭辉.结合HYSYS仿真模型优化空分装置运行方式[D].上海:华东理工大学,2020.
- [7] 刘兴高.精馏过程的建模、优化与控制[M].北京:科学出版社,2007:28-32.
- [8] 黄震宇,赖勇杰.带辅冷制冷循环的大型双塔制氮流程设计[J].机械研究与应用,2020,33(3):172-174.
- [9] 王新杰,彭旭东,周锋.带液体膨胀机 $43\ 000 \text{ m}^3/\text{h}$ 空分设备的设计和运行分析[J].深冷技术,2014,(5):26-29.
- [10] 李雅娴.高含氮天然气液化工艺的研究与优化[D].成都:西南石油大学,2019.
- [11] 聂江华,杨宏军,徐文东,等.利用液化天然气冷能空分新流程及模拟分析[J].节能技术,2011,29(3):211-213,218.
- [12] Hamayun M H, Ramzan N, Hussain M, et al. Evaluation of two-column air separation processes based on exergy analysis[J]. Energies, 2020, 13(23): 1-20.
- [13] 吴松,高城,申权,等.南堡联合站轻烃回收工艺参数优化研究[J].石油与天然气化工,2022,51(3):56-64.
- [14] 冷南江,马国光,张涛,等.高含有机硫天然气的净化研究与探索[J].化工进展,2022,41(10):5342-5353.
- [15] 王晓磊,吕小明,廖明旺,等.基于响应面分析法的天然气乙烷回收工艺参数优化[J].天然气化工:C1化学与化工,2022,47(2):122-128.
- [16] 姚丽蓉,赵德银,崔伟,等.基于响应面分析法的天然气脱氮工艺优化[J].天然气化工:C1化学与化工,2020,45(6):75-81. ■
- [12] Chiang Y, Chung S, Bloking J T. Electronically conductive phospho-olivines as lithium storage electrodes[J]. Nature Materials, 2002, 1(2): 123-128.
- [13] Song Y, Zavalij P Y, Suzuki M, et al. New iron(III) phosphate phases: Crystal structure and electrochemical and magnetic properties[J]. Inorganic Chemistry, 2002, 41(22): 5778-5786.
- [14] Proisini P P, Carewska M, Scaccia S, et al. A new synthetic route for preparing  $\text{LiFePO}_4$  with enhanced electrochemical performance[J]. Journal of The Electrochemical Society, 2002, 149(7): A886.
- [15] 吴云胜.低热固相反应法制备水合磷酸铁正极材料及其充放电性能研究[D].南京:南京师范大学,2011.
- [16] 徐宇桑,陈建铭,宋云华.水热控制合成球形碱式磷酸铁及生长机理研究[J].人工晶体学报,2013,42(9):1757-1761.
- [17] Kahoul A, Hammouche A. Electrochemical performances of  $\text{FePO}_4$ -positive active mass prepared through a new sol-gel method[J]. Ionics, 2010, 16(2): 105-109.
- [18] 叶焕英,郑典模,陈骏驰,等.超细二水磷酸铁的制备研究[J].无机盐工业,2012,44(4):59-61.
- [19] 陈召勇,王文华,朱华丽,等.沉淀法制备 $\text{FePO}_4$ 的形貌控制[J].长沙理工大学学报(自然科学版),2013,10(2):82-88.
- [20] 龚福忠,易均辉,周立亚,等.两种不同形貌 $\text{FePO}_4$ 的制备及其正极材料 $\text{LiFePO}_4$ 的电化学性能[J].广西大学学报(自然科学版),2009,34(6):731-735.
- [21] 苏建宇,陈文利.硫酸铁废料制备磷酸铁的初步探究[J].化工时刊,2020,34(8):1-3.
- [22] 刘培,江健,刘宗宽,等.双酸法提取硫铁矿烧渣中铁[J].化工学报,2013,64(7):2619-2624.
- [23] 李威,华涛,周启星.盐酸酸溶硫铁矿烧渣的最佳工艺条件[J].应用基础与工程科学学报,2008,16(6):795-801. ■

(上接第249页)