

# 陶瓷膜过滤受污 NHD 脱碳液的改进工艺研究

申红艳, 刘有智, 袁志国, 高 璟, 谷 磊

(中北大学化学工程技术研究中心, 山西 太原 030051)

**摘要:**通过添加配料对受污 NHD 脱碳液中固体杂质进行改性处理, 然后采用陶瓷膜对添加配料后的受污 NHD 脱碳液进行净化处理, 研究了配料种类、添加量及跨膜压差等因素对过滤性能的影响, 确定了添加配料后陶瓷膜过滤受污 NHD 脱碳液的最佳操作条件。试验结果表明: 在室温、操作压力为 0.10 MPa 的条件下, 选用配料 a、其添加质量分数为 0.2% 时, 对受污 NHD 脱碳液进行净化处理, 处理后受污 NHD 脱碳液的固体杂质去除率可达 94.5%, 且 NHD 脱碳液的吸收性能未变。

**关键词:**受污脱碳液; 配料; 陶瓷膜; 过滤

中图分类号: TQ028.2

文献标识码: A

文章编号: 0253-4320(2009)06-0074-03

## An improved process of filtering polluted NHD decarburizing solution by ceramic membrane

SHEN Hong-yan, LIU You-zhi, YUAN Zhi-guo, GAO Jing, GU Lei

(Technology and Research Center of Chemical Engineering, North University of China, Taiyuan 030051, China)

**Abstract:** For the experiment on treating polluted NHD solution by adding the ingredients in polluted NHD solution to modify the surface of the solid impurities of the polluted NHD solution, a ceramic membrane filtering is used to treat the solution. The influencing factors on filtration property including the kinds of ingredients, amounts of ingredients added and trans membrane pressure are studied. The optimal condition of the ceramic membrane filtration for NHD solution being added in ingredients are determined. The experimental results show that the solid impurities removal rate is up to 94.5%, which under the optimal conditions of room temperature, amounts addition of ingredients of 0.2%, trans membrane pressure being 0.10 MPa, the absorption property of NHD solution appears unchanged.

**Key words:** polluted decarburizing solution; ingredients; ceramic membrane; filtration

NHD 脱碳液是国内 20 世纪 90 年代初开发的一种新型高效的物理吸收溶剂, 已广泛用于天然气、油田伴生气、炼厂气、燃料气、煤制气、城市煤气、合成气等工艺气体中  $H_2S$ 、 $CO_2$ 、羰基硫(COS)、硫醇等有害成分的脱除, 尤其是对  $H_2S$ 、 $CO_2$  具有较高的吸收脱除功能<sup>[1]</sup>。在氮肥厂, 合成氨原料气中含有的  $CO$ 、 $CO_2$ 、 $H_2S$  等无用或有害杂质, 经由气体净化系统的 4 个工序将它们转化或清除: 即常压脱硫、中压变换、变换气脱硫、 $CO_2$  脱除。在上述  $CO_2$  脱除工序中, 许多中、小型氮肥厂采用 NHD 脱碳液吸收  $CO_2$  的脱碳工艺。NHD 脱碳液在高压、低温下吸收  $CO_2$ , 吸收后自塔底引出。

当系统压力降低、温度升高时, 溶液中溶解的气体在再生塔内解析出来, 实现脱碳液的再生过程。再生后的脱碳液投入系统循环工作。由于 NHD 脱碳液长期运转后, 通常含有粒径细小的悬浮物杂质, 如硫杂质、尘埃、催化剂粉末、腐蚀铁屑及副反应产物等<sup>[2]</sup>, 且 NHD 脱碳液的黏度为  $4.3 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ , 直接用

无机膜过滤会产生较大的过滤阻力, 并且渗透通量衰减较快, 过滤周期较短, 需增加预处理或强化常规工艺来改善处理效果。为提高过滤性能, 本试验通过在受污 NHD 脱碳液中添加配料, 对受污 NHD 脱碳液中的固体杂质进行表面改性处理, 再将添加配料后的受污 NHD 脱碳液进行过滤, 从而改进无机膜的过滤性能, 减小过滤阻力、提高过滤精度, 并且在一定程度上降低了膜污染。笔者主要研究了配料对过滤性能的影响。

## 1 试验部分

### 1.1 试验材料及仪器

山西某化肥厂受污 NHD 脱碳液, 固含量 14.07 g/L。选择配料 a、b, 配料 a、b 均为粉末状物质, 其主要成分为非金属氧化物(两者不同)。配料 a 为化学性质稳定的多孔性物质, 与配料 b 相比, 配料 a 具有较大的比表面积、相对的不可压缩性。配料 b 是一种化学性质稳定的非多孔球状空心膨胀物。在显微镜下观察, 配料 a 内外表面分布着众多纳米级微孔,

为三维网状结构,配料 b 的颗粒内部是蜂窝状结构。表 1 所示为配料的物性参数<sup>[3]</sup>。

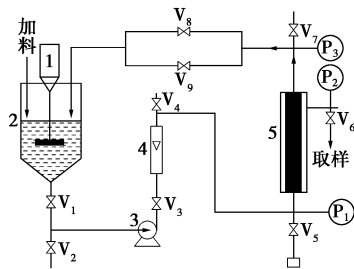
表 1 配料的物性参数

	配料 a	配料 b
密度/ $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	2.20 ~ 2.50	2.64 ~ 3.00
孔隙率/%	95.5	85.2
粒度分布/ $\mu\text{m}$	5 ~ 40	5 ~ 40
渗透率/Darcy	0.48	0.40
化学性质	稳定	稳定

仪器:G10-2.4 A 型离心分离机;TG628A 分析天平;无机膜过滤器(孔径为  $1.0 \mu\text{m}$ )。

## 1.2 试验装置及流程

如图 1 所示,打开配兑罐进料阀门,定量泵入待滤受污 NHD 脱碳液,然后开启搅拌器,按一定比例加入配料,搅拌 15 min。开启阀门  $V_1$ 、 $V_3$ ,将配兑罐内搅拌混合均匀的受污 NHD 脱碳液泵入无机膜过滤器内进行过滤(严格控制操作压力于  $0.1 \text{ MPa}$ )。打开阀门  $V_8$ 、 $V_9$ ,将膜管截留液回流入配兑罐中,打开阀门  $V_6$ ,接取滤液且在相同时间间隔内取一次样。



1—搅拌器;2—配兑罐;3—离心泵;4—液体流量计;5—膜组件;  
 $P_1, P_2, P_3$ —压力表; $V_1 \sim V_9$ —阀门

图 1 陶瓷膜澄清受污 NHD 脱碳液工艺流程

## 1.3 分析测试方法

分别取各操作条件下,相同时间间隔内所取的样品 15 mL 置于离心管中,将离心机转速调至  $10\,000 \text{ r/min}$ ,离心分离 20 min 后,将液体倒出,擦拭管壁上的液珠,用分析天平称量固体杂质及离心管的质量,样品的固含量  $\omega$  的计算公式:

$$\omega = (m_2 - m_1) / 15 \times 1000$$

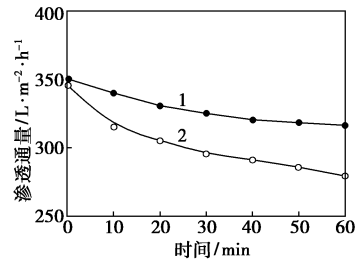
式中  $m_1$  为离心管质量(g),  $m_2$  代表离心管 +

固体杂质质量(g),  $\omega$  为样品的固含量(g/L)。

## 2 试验结果与讨论

### 2.1 配料种类对过滤性能的影响

在滤液固含量一定的情况下,配料种类对膜的渗透通量有很大的影响。图 2 为配料 a 和配料 b 对渗透通量的影响。



1—配料 a;2—配料 b

图 2 配料 a、b 对渗透通量的影响

由图 2 可以看出,在配料添加量相同时,添加不同种类的配料,渗透通量随时间的变化却相差较大,即配料 a 的通量衰减与配料 b 相比,比较缓慢。这是因为:①配料 a 的密度较小,悬浮性较好,在原料液中分布均匀;②加入配料 a 可以降低膜的过滤阻力;③配料 a 的多孔结构及其较大的比表面积使其具有较强的吸附性能,使原料液中的细小固体颗粒或胶体被吸附在配料 a 上形成蓬松的无黏性的絮状物,显著降低了膜的污染,减小了膜孔的堵塞,保持了高而稳定的渗透通量<sup>[4]</sup>,这是配料 a 提高膜渗透通量和截留效果的主要原因。试验结果证明:配料 a 能大大提高过滤能力,改善澄清度,提高生产效率,降低过滤成本。从工业化角度考虑,选取配料 a 对受污 NHD 脱碳液进行预处理具有可行性。

### 2.2 配料添加量对过滤性能的影响

#### 2.2.1 配料添加量对渗透通量的影响

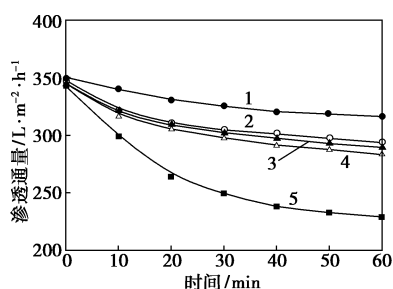
本试验膜通量分别采用即时膜通量和平均膜通量的 2 种表示方法,即每隔 1 h 测即时膜通量,试验结束后求即时膜通量的平均值即为平均膜通量。在室温、配料种类为 a、跨膜压差为  $0.10 \text{ MPa}$  的操作条件下,配料添加量对渗透通量的影响见图 3。

(上接第 73 页)

- [13] 梁文杰.石油化学[M].东营:中国石油大学出版社,1995:291-299.  
[14] 魏耀东,宋健斐,张锴,等.催化裂化装置沉降器内结焦的微观结构及其生长过程的分析[J].燃料化学学报,2005,33(4):445-449.  
[15] 宋健斐,魏耀东,时铭显.催化裂化装置沉降器内结焦物的基本特性分析及其形成过程的探讨[J].石油学报:石油加工,2006,

22(2):39-44.

- [16] 卢春喜,孙风侠,魏耀东,等.新型紧凑型催化裂化沉降器系统的实验研究[J].石油学报:石油加工,2007,23(6):6-12.  
[17] 魏耀东,宋健斐,陈建义,等.无沉降器催化裂化工艺装置的设想[J].炼油技术与工程,2008,38(5):9-11.  
[18] 魏耀东,宋健斐,陈建义,等.管式沉降器催化裂化工艺装置的设想[J].炼油技术与工程,2008,38(7):1-2. ■



添加量(质量分数):1—0.2%;2—0.3%;3—0.4%;4—0.1%;  
5—原料

图 3 配料 a 的添加量对渗透通量的影响

从图 3 可以看出,过滤原液时通量衰减很快;添加配料后,平均通量明显增大,且通量衰减减缓;随着配料添加量的增加,通量衰减减缓,配料添加量达到 0.2% (配料与脱碳液的质量比,下同)时,平均通量变化缓慢。这主要是因为过滤原液时大分子的胶体为膜截留而积累在膜表面,导致浓差极化阻力逐渐增大,细小的固体颗粒被膜吸附,导致吸附阻力逐渐增大;添加配料后,大部分的大分子胶体和细小颗粒被配料吸附而除去,从而浓差极化阻力和吸附阻力大为减小,因而通量衰减减缓;当添加量达到 0.2% 时,原液中的大分子胶体和细小颗粒基本被吸附,配料过量时,降低了配料的利用率且易造成经济损失。

### 2.2.2 配料添加量对固体杂质去除率的影响

配料添加量对澄清效果的影响较大,因此应选择适量的配料澄清受污 NHD 脱碳液。在室温、配料种类为 a、跨膜压差为 0.10 MPa 的操作条件下,不同添加量对澄清度的影响见表 2。由表 2 可以看出,在对脱碳液的吸收性能无影响的情况下,固体杂质去除率随配料添加量的增加而增大。当添加量为 0.3% 时,固体杂质去除率增大缓慢。这可能是配料添加量达到 0.2% 时,原脱碳液中的固体杂质基本完全被吸附;添加量过量时,配料利用率降低,相应地系统的过滤阻力增大。因此,配料添加量选择 0.2% 较适宜。

表 2 配料添加量对杂质去除率的影响

配料添加质量分数/%	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4
固体杂质去除率/%	86.8	89.7	94.5	95.2	96.0
吸收性能	未变	未变	未变	未变	未变

### 2.3 跨膜压差对过滤性能的影响

跨膜压差是膜过滤过程中的推动力,必然会影响膜通量。在室温、配料种类为 a、添加量为 0.2% 的操作条件下,对不同跨膜压差下的膜通量进行了研究,结果见图 4 所示。

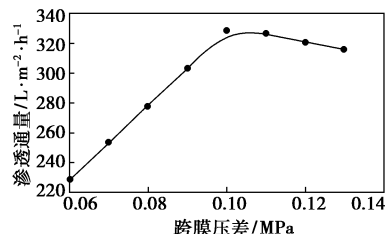


图 4 跨膜压差对平均膜通量的影响

从图 4 中可以看到,跨膜压差小于 0.10 MPa 时,随着跨膜压差的增大膜通量线性增大;而跨膜压差大于 0.10 MPa 时,随着跨膜压差的增大膜通量逐渐减少。这是因为跨膜压差的变化不但直接影响膜通量,而且使过滤阻力发生了变化,从而间接地影响膜通量。因此,并非跨膜压差越大越好。从图 4 可知,该试验的最佳跨膜压差为 0.10 MPa。

### 3 结论

在室温、跨膜压差为 0.10 MPa 的条件下,采用配料 a,其添加量为 0.2% 对受污 NHD 脱碳液中的固体杂质进行表面改性处理,再经陶瓷膜过滤后,显著降低了膜的污染,减小了膜孔的堵塞,保持了高而稳定的渗透通量,固体杂质去除率可达 94.5%,且处理后的受污 NHD 脱碳液的吸收性能未变。此项应用有效地避免了受污 NHD 脱碳液直接用陶瓷膜过滤的不利因素,改善了陶瓷膜的过滤性能,提高了过滤效果。

### 参考文献

- [1] 林民鸿,樊玲.NHD 净化工艺应用领域[J].化肥设计,2002,40(5):40-42.
- [2] 张新民,孙斌,宋志胜.刚性高分子微孔过滤在脱碳液过滤改造中的应用[J].化工设计通讯,2005,31(1):25-28.
- [3] 申红艳,刘有智,谷磊,等.工业聚乙二醇二甲醚脱碳液净化处理研究[J].现代化工,2006,26(8):57-59.
- [4] 徐南平,邢卫红,赵宜江.无机膜分离技术与应用[M].北京:化学工业出版社,2003:135-136. ■

欢迎订阅《现代化工》杂志,邮发代号 82—67。