

# DW-DTB 结晶器在硫铵装置的应用

曹祥瑞<sup>1,2</sup>, 包宗宏<sup>1</sup>

(1. 南京工业大学化学化工学院, 江苏南京 210009; 2. 上海宝钢化工梅山分公司, 江苏南京 210039)

**摘要:** 上海宝钢化工梅山分公司煤气精制系统的硫铵装置采用 DW-DTB 结晶器以后, 暴露出一些运行问题: 煤气酸洗主线运行和硫铵产品质量不稳定。经过对 DW-DTB 结晶器及其附属设备的分析与技术改造, 优化了结晶器生产工艺, 降低了设备运行的能源消耗, 改善了煤气主干线的吸收液质量, 硫铵月度产量增加了 10% 以上, 产品优级品率比技术改造前有大幅度提升, 彻底解决了因结晶系统不稳引发煤气主线生产异常的问题。

**关键词:** DW-DTB 结晶器; 硫铵; 煤气

**中图分类号:** TQ026.5; TQ051.63

**文献标识码:** A

**文章编号:** 0253-4320(2010)07-0075-04

## Application of DW-DTB crystallizer in ammonium sulfate crystallization unit

CAO Xiang-ru<sup>1,2</sup>, BAO Zong-hong<sup>1</sup>

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Nanjing University of Technology, Nanjing 210009, China; 2. Meishan Chemical Branch, Shanghai Baosteel Chemical Company, Manjing 210039, China)

**Abstract:** Some problems which exist in gas refining system are revealed after adopting the DW-DTB crystallizer in ammonium sulfate crystallization unit, Meishan Chemical Branch, Shanghai Baosteel Chemical Company, it affects the running stability of the main line in gas absorption process and makes the ammonium sulfate product's quality unstable. After a detailed analysis and technical modification for the DW-DTB crystallizer unit and its auxiliaries, the process parameters of crystallization unit is optimized, and the energy consumption of the unit process is reduced, the quality of absorption solution in the main line of gas is improved, the monthly product output is increased by 10%, and the high grade product is substantially improved than before. After the technical improvement, the problems which exist in the main line of gas caused by the abnormal production in the crystallization unit are resolved completely.

**Key words:** DW-DTB crystallizer; ammonium sulfate; coal gas

上海宝钢化工梅山分公司在 2007 年 12 月底完成了产能 100 万 t/a 焦炉改造配套的新煤精生产装置改造任务。煤气脱氨由老装置的喷淋式饱和器<sup>[1]</sup>“酸洗 + 结晶”一体式的生产模式, 改为现在的酸洗煤气脱氨和 DW-DTB 结晶器生产硫铵的模式。DW-DTB 结晶工艺虽具有其本身特点, 但是在附属设备设施和过程控制上依然制约着产品产量和质量, 出现的问题有: 产品呈蓝色或淡灰色, 游离酸含量偏高, 水分和含氮量不稳定, 产品颗粒不均匀以及产品夹带黑色颗粒等。需要进一步优化工艺, 调节结晶器内酸度, 改善生产环境。

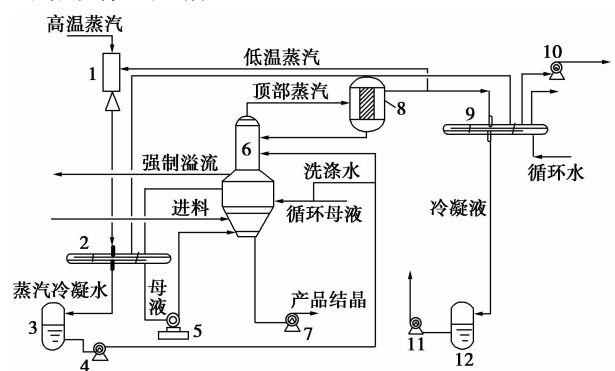
本文围绕 DW-DTB 结晶器以及相关附属设备开展分析与计算, 以解决新的生产系统工艺控制参数和操作性能完善等问题, 目标是通过工艺优化提高产品质量和实现产能最大化。

## 1 原装置存在问题

### 1.1 原设计工艺流程说明

从排送工段过来的煤气经过洗萘装置除萘后, 在酸洗塔内进行稀酸吸收, 产生的硫铵不饱和和母液

连续不断地送入 DW-DTB 结晶器, 硫铵结晶生产流程见图 1。硫铵母液经过底部搅拌、闭路循环、溶液加热、真空蒸发、提取结晶溶液、离心分离、干燥脱除水分后, 装包入库。该工艺得到原饱和器法所不能生产出的较大颗粒的硫酸铵产品, 同时也可将过剩的溶液存入贮槽。



1—蒸汽喷射泵; 2—石墨加热器; 3—蒸汽冷凝水槽;  
4—蒸汽冷凝水泵; 5—母液循环泵; 6—结晶器; 7—结晶泵;  
8—捕雾器; 9—冷凝冷却器; 10—真空泵; 11—冷凝水泵;  
12—冷凝液槽

图 1 DW-DTB 结晶器的生产流程

收稿日期: 2010-02-03

作者简介: 曹祥瑞(1978-), 男, 硕士, 工程师, 从事煤化工生产管理工作, cxrgu@163.com; 包宗宏(1955-), 男, 博士, 研究员, 主要从事化工传质与分离方面的教学和研究, 通讯联系人, zhbao@njut.edu.cn。

该工艺的吸收、结晶蒸发系统的设备完全分开,运行过程中不受主线煤气系统的影响。同时,系统本身的开、停可以通过对 2 个系统物料的平衡自由操作,煤气主线循环母液中无结晶参与循环吸收。与饱和器的结晶过饱和溶液吸收相比,吸收效率得到大幅度提高。结晶系统设备检修时不影响酸洗吸收系统的正常运行,检修较为方便,为煤气系统的大生产提供了可靠的保证。

DW-DTB 结晶器属于典型的晶浆内循环结晶器,图 2 所示。

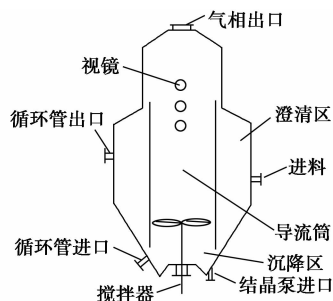


图 2 DW-DTB 结晶器设备结构图

酸洗系统来的母液经过滤液槽的沉降、混合后,经过滤液泵从进料口进入结晶器的下部,与结晶器内的母液混合后,在导流筒底部附近并由缓慢转动的机械密封搅拌器的作用下,在导流筒内中向上流动到液面,并折返至沉降区,再经导流筒作循环流动。在观察视镜处能看到含小颗粒结晶的浆液流动过程。溶液在液面闪蒸、冷却达到过饱和状态,析出硫铵结晶。澄清区域内的母液经过循环泵从澄清区域经过石墨加热器进行循环加热带来热量,同时从结晶器底部进入结晶器,参与搅拌和传热、传质。硫铵母液在整个结晶器的循环和搅拌等机械作用下,对沉降区中的硫铵结晶颗粒进行淘洗,在沉降区内大颗粒沉降,而小颗粒则随母液入循环管并受热溶解,消除细小晶粒。通过母液的循环浓缩,使硫铵结晶颗粒不断长大,大颗粒结晶不断从输出口输出,实现整个过程的结晶。

## 1.2 原结晶系统存在的问题

(1) 结晶泵供料量问题。原装置硫铵结晶泵的额定流量只有  $12 \text{ m}^3/\text{h}$ ,按照结晶器的设计处理能力以及母液晶比进行核算,可以计算出目前的流量、输送能力要求为:

$$Q = \frac{\text{结晶器设计处理量}}{\text{晶比} \times \text{母液密度}} = \frac{3.6 \times 10000}{351 \times 24 \times 1766 \times 15\% \times 1360} = 17.95 (\text{m}^3/\text{h}) \quad (1)$$

结晶器硫铵的处理能力为  $3.6 \text{ 万 t/a}$ ;结晶器年运行天数  $351 \text{ d}$ ;结晶器正常开车晶比  $15\%$ ;结晶器内母液密度  $1360 \text{ kg/m}^3$ ;结晶的密度为  $1766 \text{ kg/m}^3$  [2]。

从核算的结果来看,结晶泵的处理能力偏低,造成离心机洗涤产生的水量增加,直接带来酸洗塔母液过剩,抑制上下工序之间的物料平衡,以及结晶在结晶器内停留时间过长,造成结晶颗粒发生机械性粉碎。

(2) 稠化器容量问题。原稠化器为容积  $0.5 \text{ m}^3$  ( $\Phi 800 \text{ mm} \times 1000 \text{ mm}$ )的筒状结构,内置锥形的滤网,稠化器的受到容积限制,母液分离时间短。结晶温度在  $50 \sim 55^\circ\text{C}$ ,真空度  $9.1 \text{ kPa}$  的条件下,进入常温、常压下进行分离,结晶析出的时间缩短,过饱和母液和部分小颗粒的结晶又重新回到结晶器,造成二次结晶,增加能源消耗。

(3) 石墨加热器换热故障。发现石墨加热器列管断裂,母液串到蒸汽冷凝水里,造成外排水 pH 呈强酸性,影响环保废水处理。从对加热器进行抢修,降低结晶器真空度、反复退液清洗、试漏堵漏,到最后的生产恢复,需要近  $24 \text{ h}$ ,影响生产的连续运行,同时造成蒸汽能源的消耗大幅度增加。

(4) 结晶器酸度控制问题。为了保证酸洗系统中煤气的吸收效果,母液酸度越高对酸洗系统煤气中氨氮吸收效率越高 [3],但是酸度高对设备腐蚀严重,且对结晶产品的游离酸含量、颗粒影响很大。生产过程对结晶器酸度控制的具体要求还不明确,无法真正实现有效控制,对产品质量和设备腐蚀的影响还很大。

## 2 改造方案与模拟分析

通过对硫铵 DW-DTB 结晶器进行分析,针对存在的问题进行方案设计。结晶器设计的生产能力、定修时间是与煤气净化系统处理能力相配套,同样按照该条件进行相应的改造和处理。改造的最终结果是要解决以下几个方面的问题:一是结晶泵、稠化器、母液循环泵以及石墨加热器等存在的设备问题;二是工艺过程控制参数引发的产品质量问题,进一步优化工艺,提高产品质量,减少设备腐蚀。

(1) 结晶泵扩能改造。根据核算情况,在原来设备基础上更换新的结晶泵,对结晶泵进行扩能改造,选用额定流量为  $36 \text{ m}^3/\text{h}$ ,扬程为  $35 \text{ m}$ ,电机功率为  $15 \text{ kW}$  的结晶泵替换原结晶泵,提高结晶泵的输送能力。另外,对配套结晶泵出口管(即稠化器

进料管)进行核算,确保过程的配套能力。

(2)石墨加热器操作改进。针对加热器列管经常性断裂问题<sup>[4]</sup>,首先对蒸汽喷射器进行改进,根据厂家提供石墨加热器的升温曲线,加强开停工过程对石墨加热器的操作,保护设备。

(3)稠化器扩容。当前稠化器的容积为0.5 m<sup>3</sup>,改造后的稠化器的容积为15.0 m<sup>3</sup>,增加母液停留时间,自然冷却过饱和母液促进结晶生长、沉降分离,提高离心机进料晶比,提高硫铵产品的洗涤效果,改善硫铵产品的游离酸偏高问题。

(4)工艺改进及参数优化。对结晶系统的其他附属设备及操作参数进行改进:①梅山总蒸汽压力在0.6~1.0 MPa波动,在喷射器前蒸汽进口管上实施蒸汽管道变径,稳定加热器进口压力在0.4 MPa以下,满足石墨加热器的使用要求。②DW-DTB结

晶器进料流程改进。在酸洗系统与结晶系统之间,利用贮槽的便利进行调节。③离心机洗涤水改造。在原来喷嘴的基础上实施改进,改为宝山钢铁股份有限公司自有专利喷嘴<sup>[4]</sup>,放大洗涤喷嘴的宽度,水量和压力维持原状,这样提高单个洗涤喷嘴的洗涤质量,可以减少喷嘴的使用数量,降低洗涤水量,保证洗涤效果。④结晶器酸度控制指标设定。通过对结晶系统各部分的外冲洗水的控制以及结晶器溢流的调节,制定出结晶器内母液酸度指标≤5.0%。

### 3 硫铵结晶装置改造运行效果

#### 3.1 产品产量的提升

(1)月度产量增加。从2008年和2009年的月度产量统计表可以看出(见表1),2009年5—9月的月度产量比2008年对应的月度产量增加了10%以上。

表1 月度产量情况

月份	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
2008年											
月度产量				1420	1450	1459	1581	1541	1265	1563	1258
每8h母液消耗量/t				11.2	7.2	11.0	10.1	6.9	3.6	6.1	5.3
结晶器月度运行时间/d				28	29	31	31	30	27	30	26
2009年											
月度产量	1520	1560	1661	1561	1700	1741	1752	1768			
每8h母液消耗量/t	13.5	15.2	11.2	14.7	15.8	16.2	13.0	17.2			
结晶器月度运行时间/d	23	24	24	24	25	25	24	24			
数据比较											
月度产量变化率/% <sup>①</sup>				+9.93	+17.24	+19.32	+10.82	+14.73			
每8h母液消耗量变化率/%				+31.3	+119.4	+47.3	+28.7	+149.3			
结晶器月度运行天数变化/d <sup>②</sup>				-4	-4	-6	-7	-6			

注:①2009年同比2008年产量增加量;②2009年同比2008年结晶器月度运行天数减少天数。

(2)母液消耗量持续稳定。技术改造前(2008年,表1),结晶器连续运行过程中每8h母液消耗量(每个班次酸洗系统动态过程增加母液的消耗量)不能维持稳定,表明结晶器运转不正常。此技术指标在技术改造后的2009年则能够持续稳定,每8h母液消耗量基本稳定且明显高于2008年对应月份的数值。

(3)月度结晶器的运行时间大大缩短。2009年5—9月的结晶器月度运行时间比2008年对应的月份减少了4~7天(表1),这就为月度检修计划安排和生产计划安排提供了便利,同时可以看出结晶器对产品产量的调控能力得到加强。

#### 3.2 产品质量的提高

从投产以来产品的游离酸含量一直制约着产品质量的改善。图3是2008年2—12月445批次硫铵产品的游离酸含量统计。图3中虚线为产品硫铵游离酸控制指标。由图3可见,虽然整体发展呈下降趋势,但是游离酸含量大部分处于超出产品质量的控制指标。经过技术改造之后,产品的质量得到提高,特别是产品的游离酸含量下降最为明显。图4是2009年1—8月465批次全部产品游离酸含量统计数据,由图4可见,产品游离酸质量分数均降到0.05%以下,且基本稳定。

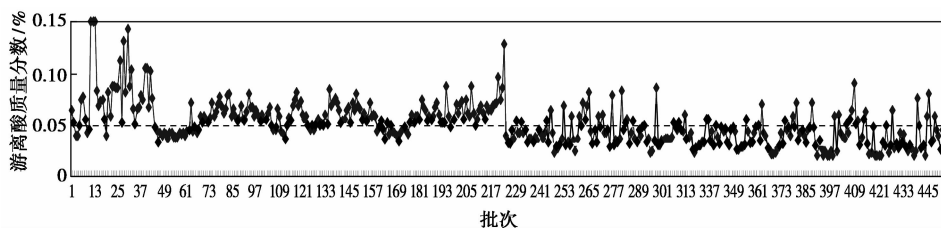


图3 2008年2—12月产品游离酸统计

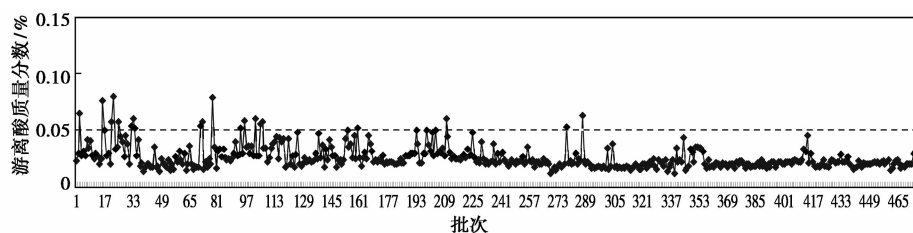


图4 2009年1—8月产品游离酸统计

从产品的整体数据来看,产品质量也全面得到提高。表2是2008年和2009年优级品率统计对比。技术改造前2008年5、6、7三个月的优级品为0,整个生产系统非常不稳定,虽然后期几个月的质量有所提高,但是总的来说还是不稳定,产品质量差。技术改造后的2009年2—8月产品优级品率的统计表明,产品优级品率比技术改造前有大幅度提升。

表2 2008年和2009年优级品率统计对比

时间/年-月	优级品率/%	时间/年-月	优级品率/%
2008-5	0	2009-02	64.37
2008-6	0	2009-03	50.42
2008-7	0	2009-04	69.79
2008-8	15.85	2009-05	70.84
2008-9	22.87	2009-06	90.32
2008-10	29.94	2009-07	91.81
2008-11	49.34	2009-08	93.24
2008-12	43.70	2009-09	91.57

#### 4 结语

对上海宝钢化工梅山分公司硫铵 DW-DTB 结

晶器进行分析与技术改造,取得了初步的成果,但依然有许多有待研究和待改进的地方,具体而言,有以下几个方面值得进行更深入的研究:①结晶器内部循环管挂料,循环量大幅度降低,造成母液热量供应不足,蒸发、结晶速度下降,导致结晶器无法正常运行,期望从根本上解决内壁挂料问题;②水蒸气喷射泵至今无法正常投入使用,需要进一步深入核算。在生产控制上,产品颗粒的规整度需要进一步研究,设备挂料也需要进一步改进,从梅山化工的实际应用来看,DW-DTB 结晶器值得在化工行业进一步推广应用。

#### 参考文献

- [1] 淮南矿业学院煤化工教研室工艺学编写组. 煤化工工艺学[M]. 下册. 北京:化学工业出版社,1978.
- [2] 何建平. 炼焦化学品产品回收与加工[M]. 北京:化学工业出版社,2005.
- [3] 王耀林,徐涛. 浓缩石墨加热器大面积爆管原因分析及预防[J]. 磷肥与复肥,2004,19(6):18-19.
- [4] 宝山钢铁股份有限公司. 洗涤喷嘴以及采用该喷嘴的硫铵离心机洗涤装置:中国,200620041370.0[P]. 2007-06-06. ■

#### 《现代化工》“海外纵横”栏目征稿启事

《现代化工》“海外纵横”主要介绍国外某一国家或地区热点科研领域的开发应用状况、开发方向,或某一行业的发展现状、发展方向和问题探讨,以及有突出表现的国外公司的科研动态和研发经验等。

有意投稿的作者,请与“海外纵横”栏目编辑童志勇联系,以确定合适的主题和格式。联系电话:010-64444105-839, E-mail: tongzy@cheminfo.gov.cn。(本刊编辑部)