

工业聚乙二醇二甲醚脱碳液净化 处理研究

申红艳, 刘有智, 谷磊, 李鹏

(中北大学化学工程技术研究中心, 山西太原 030051)

摘要:采用助剂对石英砂过滤系统改进处理,对聚乙二醇二甲醚(NHD)脱碳液进行净化除杂试验。研究了助剂种类、助剂添加量及操作压力等因素对过滤效果的影响,确定了改进石英砂过滤处理 NHD 脱碳液的适宜条件。结果表明:在室温、0.03 MPa 条件下,采用石英砂过滤助剂,其添加量为 1 g/g(1 g 固体杂质需要添加 1 g 助剂)时,NHD 脱碳液固体杂质去除率可达 90.0% 以上,且处理后的 NHD 脱碳液的吸收性能未变。

关键词:聚乙二醇二甲醚;脱碳液;净化处理

中图分类号:TQ171.411;TQ223.27

文献标识码:A

文章编号:0253-4320(2006)08-0057-03

Study on treatment of industrial polyethylene glycol dimethyl ether decarburized solution

SHEN Hong-yan, LIU You-zhi, GU Lei, LI Peng

(Research Center of Chemical Engineering, Zhongbei University of China, Taiyuan 030051, China)

Abstract: Assistant catalyst was used for modifying quartz sand filtration, and the modified quartz sand filtration was used for purifying dimethyl ether of polyethylene glycol (NHD) decarburized solution. The influencing factors including the kind and content of assistant catalyst, and pressure on the filtration effect were studied. The optimal conditions of quartz sand filtration used for purifying the NHD decarburized solution were determined. The experimental results showed that the optimal operational pressure was 0.03 MPa. An assistant catalyst was adopted with 1 g/g (solid impurities) of its content. Under these conditions, the removal rate of solid impurities can be up to 90.0%, and the absorptive property of NHD decarburized solution can be maintained.

Key words: dimethyl ether of polyethylene glycol; decarburized solution; purifying treatment

聚乙二醇二甲醚(NHD)溶剂是一种新型高效的脱硫、脱碳剂,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、合成气等气体中 H₂S、CO₂、羰基硫(COS)、硫醇等有害成分的脱除。氮肥厂合成氨原料气中含有的 CO、CO₂、H₂S 等无用或有害杂质,经气体净化系统经 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、CO₂ 脱除。在上述 CO₂ 脱除工序中,许多中、小型氮肥厂采用 NHD 溶剂吸收 CO₂ 的脱碳工艺。脱碳液在吸收塔内将 CO₂ 吸收后,自塔底引出,在再生塔内将 CO₂ 解析后投入系统循环工作。脱碳液长期运转后通常含有粒径细小的悬浮物杂质,如:硫、尘埃、催化剂粉末、腐蚀铁屑及副反应产物等^[1],脱碳液的黏度可达 4.3 mPa·s^[2],因此仅用常规工艺处理脱碳液一般不能达到使用要求,需增加预处理或强化常规

工艺来改善处理效果。笔者通过添加助剂有效地去除了脱碳液中的固体杂质,并对助剂种类、助剂添加量及操作压力等进行了优化试验。

1 试验内容

1.1 试验材料及仪器

山西某化肥厂 NHD 脱碳液,固含量 14.07 g/L;选择助剂 A、B,助剂 A、B 均为粉末状的非金属氧化物,由笔者所在研究中心研制。助剂 A 为化学性质稳定的多孔性物质,与助剂 B 相比,助剂 A 具有较大的比表面积、相对大的不可压缩性。助剂 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,助剂 A 内外表面分布着众多纳米级微孔,为三维网状结构,助剂 B 的颗粒内部是蜂窝状结构。表 1 为助剂的物性参数。

收稿日期:2006-05-08;修回日期:2006-06-19

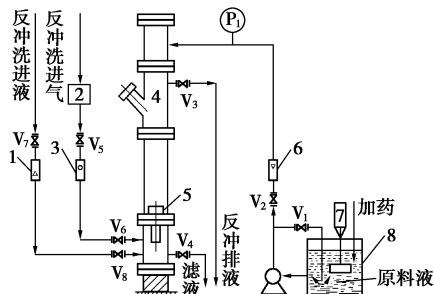
作者简介:申红艳(1982-),女,硕士生;刘有智(1958-),男,博士,博士生导师,教授,从事工业脱碳液净化处理研究,通讯联系人,0351-3921986,shy_shenhongyan@163.com。

表 1 助剂的物性参数

	助剂 A	助剂 B
相对密度	2.20 ~ 2.50	2.64 ~ 3.00
孔隙率/%	95.5	85.2
粒径/ μm	5 ~ 40	5 ~ 40
渗透率/ $\text{mL}\cdot\text{s}^{-1}$	0.48	0.40
化学性质	稳定	稳定

试验仪器:G 10-2.4 A 型离心分离机;TG628A 分析天平;石英砂过滤器(粒径为 0.60 ~ 0.80 mm,床层高度为 600 mm)^[3]。

1.2 试验装置及其流程



1,6—液体流量计;2—空压机;3—气体流量计;4—滤柱;
5—滤头;7—搅拌器;8—配兑罐

图 1 试验流程

如图 1 所示,打开配兑罐进料阀门,定量泵入待滤的 NHD 脱碳液,然后开启搅拌器,按一定比例加入助剂并搅拌 15 min。开启阀门 V_2 ,将配兑罐内混合均匀的脱碳液经泵进入石英砂过滤器内过滤(严格控制操作压力为 0.03 MPa)。打开阀门 V_4 ,接取滤液且在相同时间间隔取样分析。过滤一个周期后,关闭所有阀门,打开阀门 V_5 、 V_6 ,对石英砂过滤

(上接第 56 页)

改造前每年拆卸板式换热器 2 次/台,改造后将减少为 1 次/台,2004 年更换垫片费用为 11.9 万元,改造后可节约垫片费用近 6.0 万元/a。另外换热器油清洗费用、拆装费用未计算;改造实施后中压蒸汽用量较改造前蒸汽用量降低约 2.0 t/h,蒸汽按 120.0 元/t 计,节约蒸汽费用 210.0 万元。项目实施后可节约费用共计 216.0 万元/a。

项目改造后减少了换热器处理次数,减小了对环境造成的污染与人力、设备的损耗,改善了现场操作环境。为洗涤、脱酸蒸氨工序的正常运行打下基础,改善了后工序工艺运行工况,减少了停车次数及

器进行气反冲洗;然后再打开阀门 V_3 、 V_7 、 V_8 ,对过滤器进行气液混冲;最后关闭所有阀门,仅打开阀门 V_3 、 V_7 、 V_8 ,对过滤器进行单液漂洗^[4]。

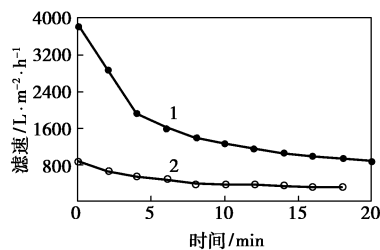
1.3 分析测试方法

分别取各操作条件下的样品 15 mL 置于离心管(已称量)中,将离心机转速调至 10 000 r/min,离心分离 20 min 后,将液体倒出,擦净管壁上的液珠,用半自动电光分析天平称量固体杂质及离心管的质量,计算出样品的固含量。

2 实验结果与讨论

2.1 助剂种类的选择

在滤液固含量一定的情况下,石英砂过滤助剂的种类对其滤速有很大的影响。图 2 为助剂 A 和助剂 B 对滤速的影响。由图 2 可以看出,在助剂添加量相同时,添加不同种类的助剂,滤速相差较大,助剂 A 的平均滤速是助剂 B 的平均滤速的 3.5 倍。这是因为:助剂 A 的密度较小,悬浮性较好;助剂 A 的渗透率较大且硬度较强,在滤床中能形成坚固的格子结构的小过滤器,从而保持了良好的渗透性,能使滤液中的细小颗粒或胶状物质被截留在格子骨架上,并在滤床中形成能使清液及其所携带的游离悬



1—助剂 A;2—助剂 B

图 2 助剂 A、B 对滤速的影响

其带来的负面影响。

4 结语

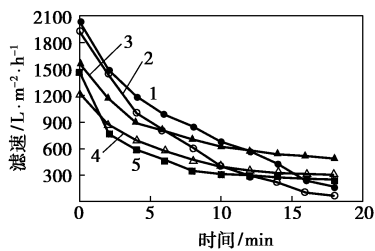
FJL 射流气浮机与微孔陶瓷过滤器投用后,板式换热器未作任何处理,换热效果良好;热富液温度可稳定在 69℃ 以上,且温度波动幅度较小,符合审计指标 ($\geq 65^\circ\text{C}$) 的要求;原系统中压蒸汽消耗量大,平均为 12.0 t/h,最高可达 14.6 t/h,项目改造后系统中压蒸汽量稳定在 10.0 t/h 左右,较项目实施前蒸汽用量平均低 2.0 t/h。经过近一年的运行检测,系统运行稳定,经处理后剩余氨水、富液的含油量与悬浮物含量均达到设计指标。■

浮物通过的沟道,所以其平均滤速大于助剂 B。在山西某化肥厂通过中试,试验结果证明:助剂 A 能大大提高过滤能力,改善滤液澄清度,提高生产效率,降低过滤成本。从工业化和经济性角度考虑,笔者选取助剂 A 作为石英砂过滤助剂。

2.2 助剂添加量

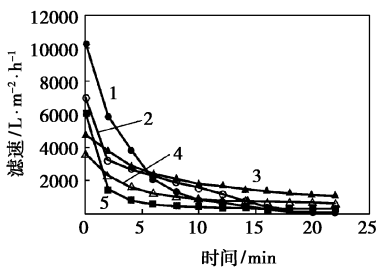
2.2.1 添加量对滤速的影响

恒压过滤时,随着助剂添加量的增多,初始过滤速度将逐渐增大。随着过滤过程的进行,固体杂质沉积层逐渐增厚,导致通量衰减逐渐增大。图 3 所示为助剂 B 在不同添加量时的过滤速度;图 4 所示为助剂 A 在不同添加量时的过滤速度。由图 3 和图 4 可知,不论加入哪种助剂,其过滤速度比未加助剂时明显增大,并且助剂添加量越大,平均滤速增加得也越多,但随着助剂添加量的增多导致通量衰减程度增大。这是因为添加量越多,滤层表面的固体杂质沉积层形成的时间就越短,很快堵塞了滤层,致使通量衰减较快。试验结果表明,助剂的添加量直接影响过滤速度以及通量的衰减程度。所以一个过滤循环中并非助剂越多越好,助剂的添加量是有限度的。由图 3、图 4 可知,在过滤过程中,过滤速度较快、通量衰减较慢的助剂添加量为最佳的添加量,即助剂的最佳用量为 1 g/g(1 g 固体杂质需要添加助剂 1 g,下同)。



助剂添加量(g/g):1—1.5;2—2.0;3—1.0;4—0.5;5—0.0

图 3 助剂 B 的添加量对滤速的影响



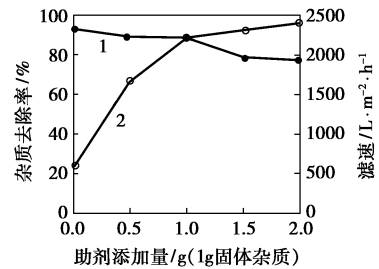
助剂添加量(g/g):1—2.0;2—1.5;3—1.0;4—0.5;5—0.0

图 4 助剂 A 的添加量对滤速的影响

2.2.2 助剂添加量对固体杂质去除率的影响

图 5 所示为助剂添加量对过滤速度和固体杂质

去除率的影响。由图 5 可知,随着助剂添加量的增多,固体杂质去除率逐渐降低。但助剂添加量为 1 g 以上时,平均过滤速度增大缓慢,有效过滤时间增长,相应过滤阻力增大,而过滤驱动力不变,导致过滤效果受到影响。为了确保过滤效果,应选择过滤速度快、固体杂质去除率高的助剂添加量。所以图 4 中的交叉点为助剂的最佳添加量(1 g/g)。



1—杂质去除率;2—滤速

图 5 助剂添加量对杂质去除率和滤速的影响

2.3 最佳操作压力的选择

压力是过滤过程中的推动力,必然会影响过滤速度以及滤液澄清效果。图 6 所示为操作压力对固体杂质去除率的影响。由图 6 可知,在助剂 A 添加量为 1 g/g 的情况下,随着压力的升高,固体杂质去除率随之下降。当压力不断增大时,不断沉积的固体杂质所形成的沉积层的空隙率不断减小,使得截留速率不断下降。因此,并非压力越大过滤效果就越好,从图 6 可看出:当压力升至 0.04 MPa 时,杂质去除率明显下降,所以该试验操作压力选择 0.03 MPa。

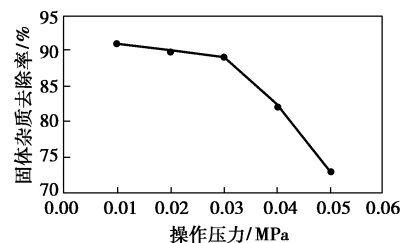


图 6 操作压力对固体杂质去除率的影响

3 结语

在室温、操作压力为 0.03 MPa 的条件下,采用石英砂过滤助剂 A,其添加量为 1 g/g,NHD 脱碳液经改进石英砂过滤净化处理后,固体杂质去除率可达 90.0% 以上,且处理后的 NHD 脱碳液的吸收性能

(下转第 61 页)

三是将装置分解为几大部分,如人、机、环境、管理或设备、物料、工艺过程、周围环境、操作、安全管理等,再用层次分析等方法确定权重^[3]。这种方法对权重的确定更为科学合理,但指标划分更粗,评价的精度更难保证。

总之,目前在确定评价指标及其权重时,存在着指标划分不够具体、指标设置不够完备、指标权重的确定主要依赖经验等主要问题。如何使指标的确定既足够细致和完备,又能使指标及其权重的确定更加科学是当前安全现状评价有待研究和解决的重要问题。

2 建立在役化工装置安全评价指标体系的新思路

2.1 评价指标的确定

根据现状评价的一般思路提出了图1所示的建立安全评价指标体系的思路。

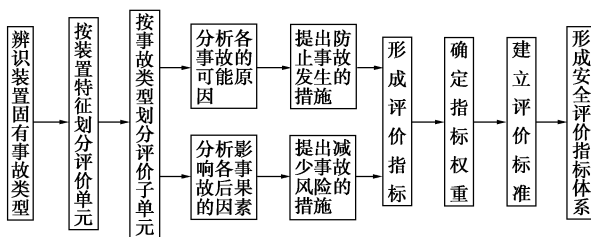


图1 建立在役化工装置安全评价指标体系的思路

首先识别装置固有的危险,即可能会发生的事故风险类型;其次,根据装置特征将其划分为相互独立的评价单元,再根据事故类型将每一单元划分为若干评价子单元。为便于分析风险因素、确定安全措施,还可通过事故树分析将事故类型进一步分解为基本类型,最小割集中的基本事件即为各类型所对应的基本原因。第三是针对导致各事故风险的基本原因,提出预防事故发生的安全措施,同时,针对导致风险损失各因素,提出相应的减少事故损失的安全措施。措施可根据国家和地方的相关安全法

规和标准,以及企业的规章制度、操作规程要求制定,总结同类装置所发生的事故案例,并结合本单位的实际情况,从技术、经济等方面综合分析所应采取的对策措施。还可通过一些评价方法,如DOW化学指数法、ICI蒙德法评价中对装置的评价提出安全补偿措施。最后,将上述的安全措施进行汇总、归纳,即构成装置的安全评价指标体系。

2.2 评价指标权重的确定

评价指标的权重可利用层次分析法来确定,具体可分为以下几个步骤:

(1)建立系统的递阶层次结构;

(2)对同一层次各元素关于上一层次中某一准则的重要性进行两两比较,构造比较判断矩阵。比较的依据是各风险的大小或各事故原因的发生概率;

(3)由判断矩阵计算被比较元素对于该准则的相对权重;

(4)由相对权重乘以上一层准则的分值即得各元素的分值。

层次分析的关键是建立安全评价层次结构模型,具体应注意以下几点:

(1)层次数的多少取决于装置的复杂程度及需分析的详尽程度。每个元素所支配的元素一般不超过9个,过多时可将一部分元素合并后再在下一层次中做进一步分析。

(2)层次之间元素的联系要比同一层次各元素间的联系强得多,否则,层次位置必须重新确定。

(3)同一层次上的元素相对于上一层次同一元素的权重相差不能太悬殊,否则应将权重小的元素做适当合并。

层次分析法具有很强的灵活性和抗干扰性,当某一层次包含的元素发生变化时,对整个层次结构的影响是有限的。即使某一层次中出现某些失误,对最终目标的影响也要比采用非层次分析方法小得多。同时由于在分析时要进行整体一致性检验,也使得人为失误得到一定程度的控制^[4]。

(上接第59页)

未变。此项应用有效地避免了NHD脱碳液直接用石英砂过滤器过滤的不利因素,提高了过滤效果。

参考文献

[1] 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):25-28.

[2] 林民鸿,樊玲.NHD净化工艺应用领域[J].化肥设计,2002(40):40-42.

[3] 高璟,刘有智,王苏,等.陶瓷膜澄清食醋前的预处理工艺[J].化工进展,2005,24(9):1046-1049.

[4] 李惠清.直接过滤气水反冲洗参数的确定[J].内蒙古科技与经济,2001(5):117-118. ■