

# 重芳烃分离填料塔结构研究与工业应用

刘 杰 刘 岗

(锦州石化精细化工有限公司, 辽宁 锦州 121001)

**摘要:** 鉴于 1,2,4-三甲基苯装置原工艺流程存在偏三甲苯产品收率与纯度低、装置处理量小等缺点,对三甲苯填料塔的塔内件结构进行研究与改造设计,并新上 1 台预分馏塔,将原预分馏塔用作偏三甲苯精馏塔,原偏三甲苯精馏塔用作富集均三甲苯精馏塔。改造后偏三甲苯产品收率由 37.77% 提高到 96.39%,产量由原来的 3 961.6 t/a 提高到 14 963.2 t/a。

**关键词:** 1,2,4-三甲基苯; 填料塔; 结构; 应用

中图分类号: TQ053.5

文献标识码: A

文章编号: 0253-4320(2004)12-0048-03

## Design and application of construction of trimethylbenzene packed tower

LIU Jie, LIU Gang

(Jinzhou Petrochemical Fine Chemical Co.Ltd., Jinzhou 121001, China)

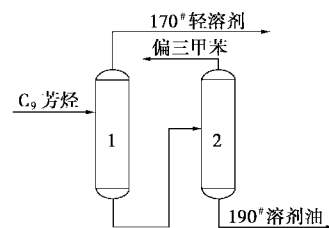
**Abstract:** Because of the problems existing in the conventional producing process of 1,2,4-trimethylbenzene such as low yield and purity of 1,2,4-trimethylbenzene, low capacity of the equipment, the internal parts of the trimethylbenzene packed tower were probed and redesigned. After adding a predistillation tower, and the primary predistillation tower and the distillation tower of 1,2,4-trimethylbenzene were used as the distillation tower of 1,2,4-trimethylbenzene and the distillation tower of 1,3,5-trimethylbenzene respectively, the yield of 1,2,4-trimethylbenzene increases from 37.77% to 96.39%, and the capacity comes up from 3 961.6 t/a to 14 963.2 t/a.

**Key words:** 1,2,4-trimethylbenzene; packing tower; structure; application

重整  $C_9$  芳烃主要来源于炼厂催化重整装置二甲苯塔底油,其中含有少量的间二甲苯、邻二甲苯、对二甲苯、正丙苯、异丙苯、1,2,4-三甲基苯(偏三甲苯)、1,3,5-三甲基苯(均三甲苯)和 1,2,3-三甲基苯(连三甲苯)等。在工业上,多采用精馏的方法从  $C_9$  芳烃中直接分离得到高纯度的 1,2,4-三甲基苯。锦州石化精细化工有限公司是国内最早采用填料塔技术分离  $C_9$  芳烃同分异构体的,主产品为 1,2,4-三甲基苯,副产 170<sup>#</sup>、190<sup>#</sup> 溶剂油。但是,  $C_9$  重芳烃分离装置存在偏三甲苯产品收率偏低、产品纯度不高、装置的处理量达不到设计能力等问题。其主要原因是塔的回流比过大( $R = 20$ ),塔内气相、液相负荷偏大,造成液泛、雾沫夹带及淹塔;尤其是原来的填料塔内构件设计不匹配,气相、液相在塔内的分布不理想。鉴于原装置存在的问题,在标定的基础上进行计算机优化模拟,新上 1 台预分馏塔,将原预分馏塔用作偏三甲苯精馏塔,原偏三甲苯精馏塔用作富集均三甲苯精馏塔,并对填料塔塔内件进行了改造设计。

### 1 改造前工艺运行情况及原因分析

改造前的工艺流程如图 1 所示。



1—预分馏塔; 2—偏三甲苯精馏塔

图 1 原偏三甲苯分离工艺流程图

一定流量的重整  $C_9$  芳烃经过换热(达到泡点温度)进入预分馏塔,塔顶馏分作为 170<sup>#</sup> 溶剂油外售,塔底组分进入偏三甲苯精馏塔进行分离,精馏塔顶为高纯度的 1,2,4-三甲基苯产品,塔底富集的 1,2,3-三甲基苯馏分作为 190<sup>#</sup> 溶剂油外售。

原工艺流程中当装置处理量小于 1.8 t/h 时,偏三甲苯收率为 85%。随着装置处理量的增加,偏三

甲苯产品收率减小,当处理量达到正常设计能力(3.125 t/h)时,偏三甲苯的收率只有 50%,偏三甲苯损失大。随着富集均三甲苯产品的开发,由于预分馏塔顶轻组分中偏三甲苯的质量分数大,一般  $\geq 10\%$ ,如果采用此组分生产具有一定质量要求的富集均三甲苯产品,必须采用二塔流程,不但投资大,而且操作费用及运行成本高。原预分馏塔及偏三甲苯精馏塔运行数据见表 1。

表 1 预分馏塔及偏三甲苯精馏塔运行数据

处理量/(t·h <sup>-1</sup> )	偏三甲苯质量分数/%	
	预分馏塔塔顶	偏三甲苯精馏塔塔底
3.1	29	23.9
2.5	19	23.0
2.2	14	22.0
2.0	9	20.0

原预分馏塔及偏三甲苯精馏塔采用 CY 不锈钢丝网波纹填料、单排管式液体分布器及再分布器。原预分馏塔塔径小,当处理量增大到一定值后,会产生严重的雾沫夹带现象;填料质量不符合 CY 填料质量指标,填料安装效果差,分离效率较低;内构件型式选择及设计不合理。根据实际生产的需要,要求填料塔操作弹性较大(50%~100%),同时对于直径为 2 m 的填料塔,也不宜选择排管式液体分布器,因为排管式液体分布器分布点较少,且操作弹性小;原设计塔径、进料位置、进料状况及回流温度等均存在一定的问题。

## 2 填料塔塔内件设计改造<sup>[1-2]</sup>

### 2.1 液体分布装置

填料层理论级数越多,液体初始分布质量对填料层效率的影响就越大;分布器的性能越高,结构就越复杂,其造价就越高。设计时需要考虑的因素包

(上接第 44 页)

COD 可以达到一级(B)排放标准。在 HRT 为 1.0 h、处理出水满足二级排放标准时,反应器去除 COD 容积负荷的平均值为 8.53 kg/(m<sup>3</sup>·d),最大可以达到 13.30 kg/(m<sup>3</sup>·d)。

(3)在 HRT 从 1.0 h 到 2.5 h 范围内变化时,随着 HRT 的延长,反应器对 NH<sub>3</sub>-N 的去除效率上升。反应器好氧区 HRT 为 2.5 h 时,出水 NH<sub>3</sub>-N 质量浓度达到《城镇污水处理厂污染物排放标准》(GB 18918—2002)的二级标准,即 NH<sub>3</sub>-N 出水质量浓度小于 25 mg/L。反应器对 TN 的去除效果表明,反应

括结构型式、几何尺寸、液位高度或压头大小(操作弹性)、每平方米分布点数及阻力等,它们取决于分离程度、理论级数、分布质量、填料形式及尺寸、液体流率、塔径、堵塞的可能性、进料状态及造价等。

### 2.2 采用的液体分布装置形式

二级槽式液体分布器由主槽和分槽组成,主槽置于分槽之上。回流液和加料液体由置于主槽上方的进料管进入主槽内,再按比例分配到各分槽中,分槽采用侧孔挡板式布液结构。主槽和分槽的结构尺寸由液体流率、塔径以及对分布质量的要求而定。主槽结构型式为矩形截面敞开式,长度由塔径、分槽尺寸决定,高度取决于操作弹性,一般为 200~300 mm。主槽的作用是将液体均匀稳定地分配到各分槽中,底部设有布液装置,槽内设有防冲装置和稳流装置,外部设有定位和固定装置。槽式分布器是靠槽内液位来分布液体的,一般情况下,最低液位以 30 mm 为宜,不得低于 15 mm,最高液位由操作弹性、塔内允许高度及造价而定,一般在 200 mm 左右。设计液位高度应取槽内有效高度的 70%,必要时槽上缘可开溢流孔,以便超过设计负荷较大时的液流分布。

### 2.3 采用的填料压紧装置形式

为了保持填料塔的正常操作,防止在高气速或高负荷突然波动时填料层发生松动,甚至遭到破坏、流失,必须在填料床层上端安装填料压紧装置或床层定位器。采用分块式填料压紧栅板,从塔的人孔装入后在塔内组装。设计时除考虑阻力及气体、液体的通过能力外,还要求空隙率大于 70%。

### 2.4 填料支撑装置

该装置支撑填料层中填料的质量,应有足够的刚度和强度。设计时应考虑的因素有:填料质量及持液量、开孔率、结构等。该设计采用分块式支撑栅

器具有较好的反硝化效果。

## 参考文献

- [1] 周平,钱易.[J].环境科学,1996,17(6):9-12.
- [2] 周平,钱易.[J].给水排水,1998,24(10):28-31.
- [3] 张玉魁,张砾,施汉昌.[J].环境科学学报,2003,23(6):726-732.
- [4] Russell A B, Thomas C R, Lilly M D. [J]. Biotechnology and Bioengineering, 1994, 43(1):69-76.
- [5] 卢刚,郑平.[J].浙江大学学报(农业与生命科学版),2003,29(2):188-194.
- [6] 张玉魁,施汉昌.[J].环境污染治理技术与设备,2003,4(7):74-78.
- [7] 郑平, Pieme Constant Anatole, 杜泽俊,等.[J].浙江大学学报(农业与生命科学版),2001,27(1):23-27. ■

板,由于新预分馏塔直径为2.4 m,故支撑装置下方增设支撑梁,支撑梁与支撑栅板固定。

### 2.5 液体分布器

该设计选用分体式液体分布器,它是一组遮板式集液板,放置并用连接板固定于焊在塔体的环槽上,收集的液体流入再分布器中。选用槽式液体再分布器,液位管的高度和截面积由最大流率决定,即稍大于最大流率下的液位高(一般为1.12~1.15倍);液位管的截面积由液体流率确定,要求管内液体的流速小于0.3 m/s。液体分配管与布液管的长度由塔径确定,截面积由液体流率确定,要求管内流速小于0.1 m/s,如无特殊情况,不可大于0.3 m/s,一般情况下,液体分配管截面积与液位管截面积相等。CY型丝网波纹填料对液体分布质量要求较高,每平方米塔截面积要求大于300个分布点,小孔的直径不得小于2 mm,而以3 mm为宜。为了保证填料塔的最佳性能,需要设计合理的气相入塔装置。该设计选用多级叶片导流式进气装置,气体经多级叶片分流进入塔中,以达到气液分离及气体均布的目的。

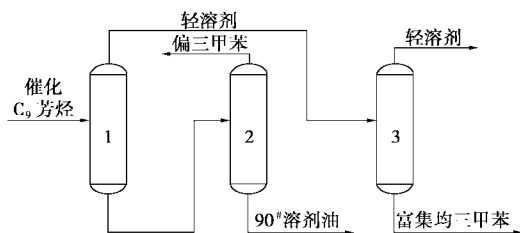
### 2.6 液体收集再分布装置

该装置用于收集上段填料下来的液体并进行再分布;将塔内不同径向流下来的液体进行混合,使下一层的液体具有相同的组成。

## 3 改造效果

在对原装置进行科学标定的基础上进行优化设计:尽量利用原预分馏塔及偏三甲苯精馏塔,减少装置的投资;采用三塔流程生产偏三甲苯、富集均三甲苯。新预分馏塔采用BX不锈钢丝网波纹填料、槽式液体分布器及液体再分布器,加大预分馏塔塔径,同时考虑到塔的操作弹性,优化其余2塔的操作条件,改变进料口位置等。

改造后的工艺流程如图2所示。



1—预分馏塔;2—偏三甲苯精馏塔;3—富集均三甲苯精馏塔

图2 新分离工艺流程图

催化重整C<sub>9</sub>芳烃由泵送入芳烃分离装置原料罐,然后打入原料预分馏塔(新增塔)中进行预分馏,

塔顶组分由泵送入富集均三甲苯精馏塔(原偏三甲苯精馏塔)进行精密分馏,生产富集均三甲苯产品,预分馏塔塔底组分用泵打入偏三甲苯精馏塔(原预分馏塔)进行精密分馏,生产出高纯度的偏三甲苯产品。

装置在改造扩建后,新预分馏塔同原预分馏塔的填料层高度基本一致,新预分馏塔采用BX填料,原预分馏塔采用CY填料。新预分馏塔的分离效率较原预分馏塔有很大提高,偏三甲苯收率明显提高。表2为新预分馏塔与原预分馏塔分离效果对比,表3为改造后的偏三甲苯精馏塔与原偏三甲苯精馏塔生产数据对比。

表2 新预分馏塔与原预分馏塔分离效果对比

处理量/ $t \cdot h^{-1}$	偏三甲苯质量分数/%	
	原预分馏塔塔顶	新预分馏塔塔顶
4.5		5.0
3.6		4.3
3.1	29	2.1
2.5	19	1.8
2.2	14	1.6
2.0	9	1.0

表3 改造前后的偏三甲苯精馏塔生产数据对比

处理量/ $t \cdot h^{-1}$	偏三甲苯质量分数/%	
	改造后精馏塔塔底	原精馏塔塔底
4.5	3.15	
3.6	2.86	
3.1	2.33	23.9
2.5	1.99	23.0
2.2	1.32	22.0
2.0	0.98	20.0

预分馏塔顶偏三甲苯的质量分数一般小于5%,把原偏三甲苯精馏塔改为富集均三甲苯精馏塔,采用一塔流程可以生产出合格的富集均三甲苯产品,不但减少了投资,而且降低了生产成本。新的塔内件设计应用后偏三甲苯收率达到93.2%,同时预分馏塔顶轻溶剂中偏三甲苯的质量分数降低,由原来的 $\geq 13\%$ 降低到 $\leq 4\%$ ,装置运行平稳,各项运行指标均达到了设计要求。装置在技改以后,通过填料塔内构件的设计与匹配,填料塔的分离效率、处理量、产品收率等均有明显提高,同时预分馏塔塔顶馏分中的1,2,4-三甲基苯的质量分数大幅度降低,一般 $\leq 2\%$ 。

(下转第52页)

轻馏分的蒸发,汽油的初馏点升高,蒸气压下降,启动性能变差,辛烷值降低。航空汽油在其损耗率达到 1.2% 时,起初馏点升高 3℃,蒸气压下降 20%,辛烷值下降 0.5 个单位。

## 2 膜法油气回收技术

### 2.1 国内外发展现状

油气回收技术可概括为 2 类:破坏法和回收法。破坏法是指采用催化燃烧等方法将油气消耗掉以降低油气浓度的方法。该方法经济效益差,现多不再采用。回收法顾名思义是将油气回收利用的方法,可创造一定的经济效益,它是当今采用得比较多的技术,主要包括活性炭或碳纤维吸附、贫油或专用吸收剂吸附、冷凝法、膜分离法等。文献[3]对除膜技术以外的其他几种技术有较全面的论述,这里不再赘述。但其称膜技术“尚无较成熟的用于油气分离的膜材料”的观点有待更正,实际上膜技术应用于油气回收在国外已经有 10 多年成功的商业化应用了。

膜法油气回收技术进入市场是在 20 世纪 80 年代末,主要集中在欧洲、美国、日本等发达国家和地区。第一套用于油库油气回收的膜装置是由日本 Nippon Kokan Kabushiki Kaisha(NKK)公司在 1988 年建造的<sup>[4]</sup>,之后欧美也相继开发了各自的油气回收膜。截至 2001 年 9 月,已经有 180 多套膜法油气回收装置在世界各地运行,其中约 60 套用于油库的油气回收<sup>[5]</sup>。

在我国,膜技术用于油气回收起步较晚。大连欧科力德环境有限公司于 2003 年为上海灵广加油站提供了一套膜法油气回收装置,为国内第一套投入商业运行的加油站膜法油气回收装置。该装置至今运行良好,取得了较好的经济效益和社会效益。

### 2.2 膜技术用于炼厂、油库的油气回收工艺

炼厂、油库等油气挥发量大且集中的地方,对油气的排放浓度要求较严格。如德国大气环境污染控制技术规范 TI Air 中规定的烃质量浓度为

(上接第 50 页)

## 4 经济效益分析

装置塔内件设计改造以后,原装置存在的问题得到了极大的改善,装置处理量大幅提高,偏三甲苯产品收率提高、成本降低,装置运行平稳。装置改造后,偏三甲苯产品产量由原来的 3 961.6 t/a 提高到 14 963.2 t/a,收率由 37.77% 提高到 96.39%。偏三

150 mg/m<sup>3</sup>。若单独采用膜技术,则投资过高,经济效益较差。此时可以采用膜技术与其他技术耦合的工艺。图 1 给出了欧洲新上油气回收装置采用最多的工艺流程<sup>[5]</sup>。该流程集成了压缩/冷凝、吸收、膜分离、变压吸附等工艺,充分发挥各技术的优点,避免其缺点,使整个油气回收工艺达到最优。

原料气中的油气浓度与温度、压力及汽油的装卸过程有关,一般为 30% ~ 40% (体积分数)。油气经压缩机增压后送入吸收塔用汽油吸收。压缩机采用液环式,环液为汽油,在增压的同时也可以起到降温的作用。压缩后的油气为过饱和的汽液混合物,在吸收塔内被由上喷淋而下的汽油吸收掉其中的液相组分。吸收塔内冷的汽油与热的油气直接接触实现传质过程直接换热,提高了换热效率。回收的汽油由吸收塔塔底流出。从吸收塔顶流出的饱和油气/空气混合物流入膜分离单元,进一步回收其中的油气。经过膜分离器后,产生 2 股物流:富集油气的渗透气,返回压缩机前循环;另一股为净化后的空气,其中含有少量的油气(10 g/m<sup>3</sup>),可以满足欧洲 94/63/EC 排放标准(35 g/m<sup>3</sup>)。若在膜分离后采用变压吸附工艺,可进一步将其油气质量浓度降至 120 mg/m<sup>3</sup>。

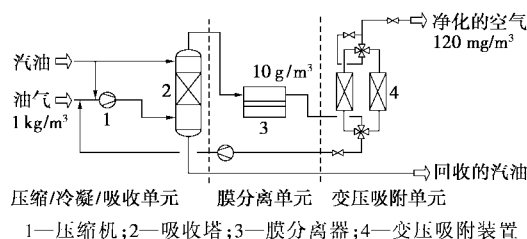


图 1 膜技术与其他技术集成油气回收工艺

该流程充分发挥了各种工艺的优点,首先利用压缩/冷凝、吸收工艺将原料气压力升高,这样既可以借助冷凝、吸收工艺回收其中的部分油气,也为吸收和膜分离操作创造了有利条件。因为压力越高,冷凝、吸收的效果越好;同时膜是以压差为推动力的,膜的进料压力和渗透压力相差越大越利于膜的

甲苯平均生产价格按 2 600 元/a 计,平均销售价格按 4 300 元/a 计,应用新的塔内件后直接经济效益为 1 870.3 万元/a。

### 参考文献

- [1] Kister H Z, Larson K F, Yangi F. [J]. Chem Eng Prog, 1994, 90(2): 23-26.
- [2] 王树盈. 现代填料塔技术指南[M]. 北京:中国石化出版社, 1998. 209-210. ■