



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111344541 B

(45) 授权公告日 2022.04.22

(21) 申请号 201880073973.4

(22) 申请日 2018.11.06

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 111344541 A

(43) 申请公布日 2020.06.26

(30) 优先权数据
17202123.0 2017.11.16 EP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2020.05.13

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2018/080264 2018.11.06

(87) PCT国际申请的公布数据
W02019/096623 EN 2019.05.23

(73) 专利权人 卡萨勒有限公司
地址 瑞士卢加诺

(72) 发明人 卢卡·鲁尼奥内

(74) 专利代理机构 北京三聚阳光知识产权代理
有限公司 11250

代理人 程钢

(51) Int.Cl.
G01F 23/284 (2006.01)
G01S 13/88 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 103733032 A, 2014.04.16
CN 104422494 A, 2015.03.18
WO 2017005802 A1, 2017.01.12
US 2014104099 A1, 2014.04.17

审查员 武正阳

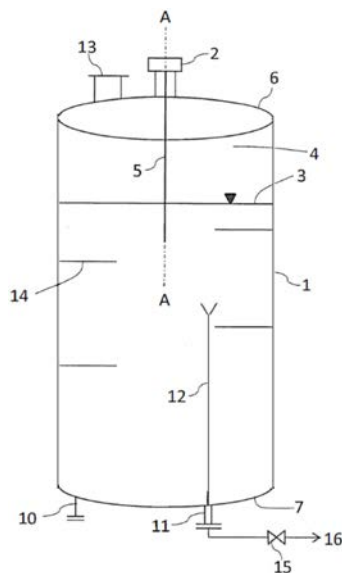
权利要求书2页 说明书5页 附图4页

(54) 发明名称

用于测量尿素合成设备的压力容器中液位的方法和系统

(57) 摘要

一种用于测量压力容器中液位的方法和系统,该方法包括:通过伸长实心杆(5)形式的波导传输电磁信号,并检测由液体表面反射所产生的信号,该波导的底部端浸入液体中。



1. 一种用于测量尿素合成设备的压力容器(1)中液位(3)的方法,包括:
通过波导从液位上方朝向液位发射第一电磁信号;
检测经液体表面反射的所述第一电磁信号所产生的第二电磁信号;
根据发射所述第一电磁信号与检测到所述第二电磁信号之间经过的时间确定液位,
其中,所述压力容器包含的所述液位以上的气相具有等于或大于80巴的压力和等于或大于120°C的温度,所述气相是包含氨和二氧化碳的气相,其特征在于,
所述波导为伸长的实心杆(5),所述实心杆在所述液位以下延伸并且其中,所述确定所述液位包括补偿所述气相的电介质的步骤。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述补偿包括在所述液位上方的所述实心杆(5)的已知位置处产生参考反射,以及基于所述参考反射来计算所述信号的实际速度。
3. 根据权利要求2所述的方法,其中,通过改变所述实心杆的直径产生所述参考反射。
4. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述第一电磁信号具有小于1.5GHz的频率。
5. 根据权利要求4所述的方法,其中,所述第一电磁信号具有100MHz至1.5GHz的频率。
6. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述实心杆是直的或弯曲的。
7. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述气相具有至少一个高于临界值的温度和压力。
8. 根据权利要求1所述的方法,所述实心杆的长度不超过5米。
9. 根据权利要求1所述的方法,所述实心杆为圆柱形杆。
10. 根据权利要求9所述的方法,所述实心杆的直径为12至20mm。
11. 根据权利要求1所述的方法,所述压力容器是尿素合成设备的高压反应器、高压汽提器或高压冷凝器中的任何一种。
12. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述液位以上的气相主要由氨和二氧化碳组成。
13. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述液位以上的气相具有等于或大于120巴的压力,和140至210°C的温度。
14. 一种根据权利要求1至13中任一项所述的方法用于测量尿素合成设备的压力容器(1)中的液位(3)的系统,包括发射器、伸长的实心杆(5)和接收器,其中,
所述发射器位于所述液位上方,并布置成通过所述伸长的实心杆向所述液位传输第一电磁信号;
所述实心杆(5)从所述液位上方延伸,并且具有的底部端在所述液位下方;
所述接收器被布置成检测经液体表面反射的所述第一电磁信号所产生的第二电磁信号;
所述系统输出的液位测量值根据从所述发射器发射出所述第一电磁信号到所述接收器检测到所述第二电磁信号之间的所经过的时间进行确定,并且
所述容器在等于或大于80巴的绝对压力和等于或大于120°C的温度下运行,并且其中,所述实心杆包括至少一个用于参考反射的源,所述参考反射用于计算所述液位以上的气相中的信号的实际速度。
15. 根据权利要求14所述的系统,其中,所述发射器和所述接收器是组合的发射器/接收器(2)的一部分。
16. 根据权利要求5所述的方法,其中,所述第一电磁信号具有100MHz至1GHz的频率。

17. 根据权利要求8所述的方法,所述实心杆的长度不超过3米。
18. 根据权利要求10所述的方法,所述实心杆的直径为14至18mm。
19. 根据权利要求13所述的方法,其中,所述液位以上的气相具有等于或大于140至220巴的压力。

用于测量尿素合成设备的压力容器中的液位的方法和系统

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于测量尿素合成设备的压力容器中的液位,特别是当该容器包含液位以上的高压下的和可能处于超临界状态的气相时的液位的方法和系统。本发明涉及的领域为用于尿素合成方法的设备,特别优选尿素合成反应器。

背景技术

[0002] 通常需要测量化工厂的压力容器,如反应器或气液分离器,的液体水平,例如用于控制运行过程。

[0003] 现有技术中的用于测量化学反应器中的液位的一种技术包括向液体发送电磁波,例如无线电波,并且检测由液体表面反射的回波。根据信号的发射与回波的检测之间经过的时间得出液位与无线电源之间的距离。此技术也被称为雷达(无线电探测和测距)液位测量。

[0004] 然而,雷达测量受液体上方的液体磁导的影响。磁导率表示流体允许物质或能量通过的能力。

[0005] 已经发现当在液位上方存在相对致密的相时,雷达方法的信噪比(S/N)可能并不令人满意。致密的相的实例包括超临界相和/或薄雾,能够影响测量的。该雷达方法具有由液位以上的流体引起的散射的缺点(称为廷德尔效应(Tyndall effect))。

[0006] 在尿素合成设备中,由于尿素合成设备的工作压力高,温度和压力接近或高于临界值(特别是在尿素合成反应器中),并且存在腐蚀性液体(例如氨基甲酸铵),因此测量压力容器中的液位是一项特别具有挑战性的任务。

[0007] 关于合成尿素的现有技术和设备的概述,可以在Wiley-VCH出版社的《乌尔曼工业化学百科全书》(Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry,Wiley-VCH Verlag.)中找到。大部分现代尿素工艺使用高压合成回路,该回路包括在约130至160巴的高压下运行的反应器、汽提塔和冷凝器。

[0008] 通常,氨和二氧化碳在130-160巴和180-200℃下反应生成尿素。尿素的合成包括形成氨基甲酸铵和将氨基甲酸铵转化(脱水)为尿素和水。反应器流出物包含尿素、氨基甲酸铵、未反应的氨和二氧化碳以及水。该反应器流出物被送至汽提塔,在汽提塔内,氨基甲酸铵被加热,并可能通过气态二氧化碳作为汽提介质进行分解。汽提塔的液体流出物是浓缩的尿素溶液,该浓缩的尿素溶液在低压下的一个或多个回收段中进行进一步的处理。从汽提塔抽提出的气相主要由二氧化碳和氨构成,并被送入高压冷凝器,在冷凝器中冷凝为液态氨基甲酸铵,然后再循环至反应器。

[0009] 上述高压回路的反应器、汽提器和冷凝器中的每一个可能包含处于平衡状态的气相和液相,并且可能需要检测内部的液位,即液相和气相之间的边界。

[0010] 然而,如上所述,因为接近超临界条件的温度和压力,气相的物理性质趋于接近液相的性质,使得区分该边界变得更加困难。

[0011] 与过程流体(process liquid)直接接触的探头,如膜片变送器(membrane

transmitter) 会受到腐蚀并且变得不可靠。因此,在尿素工艺中通常优选非接触系统。使用放射性探针已经获得了良好的结果,但是,这种放射性探针带来了安全和健康问题,因而被逐渐放弃。雷达液位测量表现为一种有希望的技术,但是目前的技术水平并不令人满意。

[0012] 例如,在尿素合成反应器中,液位以上的流体的密度可以大于 $100\text{kg}/\text{m}^3$,例如约 $130\text{kg}/\text{m}^3$ 。由于上述原因,这种稠密的流体会对雷达探测液位的信噪比产生负面影响。稠密的气体介质的存在容易导致在气-液界面上形成稳定的薄雾气氛。此外,液体混合物倾向于在液体表面的顶部上形成泡沫层。

[0013] 已经提出了使用喇叭型雷达来测量尿素反应器中的液位,但是由于信号分散在较大的体积的反应器中,使得效率较差。

[0014] WO 2013/036108也解决了在具有超临界流体的反应器,特别是尿素反应器中测量液位的问题,并且公开了一种雷达方法,其中,电磁波通过管从而向液体的方向传输,其中该管延伸到位于液体的所需最低水平之上的底部端,其中该管的端部是反射表面,该管包括至少一个用于排出气体的孔和至少一个用于允许液体进入的孔。

[0015] 但是,上述技术不能完全解决上述问题和缺点。与喇叭型雷达相比,提供空心管的目的是将雷达波保持在更稳定的环境中,但是并不能消除雾或泡沫对液体的影响。另外,在尿素反应器中安装相对较大的中空管产生了额外的费用,并且该管会干扰反应器本身的运行。

[0016] 为了降低管式雷达系统对上述不利影响(例如廷德尔效应)的敏感度,现有技术教导了将信号的频率增加到大约 6GHz 或更高。然而,增加频率的缺点是需要更昂贵的设备,特别是发射器和接收器,需要进行超标准设计。现有技术系统的另一个缺点是能量效率低。信号自由地通过气态介质传输,同时信号能量迅速消散,因此系统吸收了更多的功率用于运行。空心管的设置不能解决能量效率低的问题。

[0017] 高压尿素设备中液位测量的另一个问题是,液相上方的气相的介电常数可能显著大于1。当气相处于低压且未达到临界条件时,可以假设介电常数等于1且误差很小,这意味着假设电磁信号以速度 c 穿过气相,其中 c 是真空中光速。

[0018] 但是,上述假设在高压下并不成立,特别是当压力接近临界压力 p_{cr} 时。在这种情况下,根据以下关系,气态介质中光的实际速度 v 与气态介电常数 ϵ_r 的平方根成反比:

[0019]
$$v \propto \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r}}$$

[0020] 其中符号 \propto 表示比例。在上述条件下,信号的实际速度明显慢于 c 。因此,若假设速度等于 c ,将使液位表现为比实际液位低(距探头更远)。

[0021] US 2012/0242532公开了应用于监测乙烯聚合催化剂浆料的水平的方法的时域反射术(TMR),从而在低压和主要由氮气构成的气相下,在相对低压下起作用。

发明内容

[0022] 本发明旨在提供用于检测化学反应器中的液位的雷达方法,该雷达方法比现有技术的雷达方法更准确、有效和可靠。

[0023] 本发明的一个目的是提供一种雷达方法,其该方法降低了对由液体表面上方的流体引起的散射的敏感度。特别地,本发明的目的是提供一种雷达方法,其在液体表面上方存

在近临界或超临界流体的情况下更加精确。这里的超临界流体是指温度和压力高于临界值的流体。术语“接近临界”表示温度和/或压力接近临界值。

[0024] 另一目的是提供一种受液-气界面上的致密气相和/或泡沫层影响较小的方法。另一个目的是提供一种需要更少的能量来操作的更有效的方法。本发明的又一个目的是提供一种适合于检测尿素装置特别是高压合成回路的压力容器中的液位的方法。

[0025] 通过本申请所述的方法实现了上述目的,同时也描述了其他方面。

[0026] 本发明的方法包括以下步骤:通过波导从液位上方朝向液位发射第一电磁信号,该波导是伸长的实心杆并延伸到液位以下。该方法还包括:检测由液体表面反射的第一信号产生的第二电磁信号;以及根据发射第一信号与检测到第二信号之间经过的时间来确定液位。

[0027] 压力容器中包含的在液位以上的气相包括氨和二氧化碳,该气相的压力等于或大于80巴,且温度等于或大于120°C。优选地,压力为至少130巴或更高,并且温度为至少120°C,优选140°C至210°C。在高压尿素合成回路的压力容器中,通常的压力为140至220巴和温度为170至210°C。压力以巴表压(barg)给出。

[0028] 所述气相由与其下的液相处于平衡状态的蒸气形成。在最常见的实施方式中,所述气相主要由氨和二氧化碳构成,其余的可能是水和不可凝的气体。

[0029] 本发明的方法使用实心杆作为波导在液位以上的环境中传输信号。实心杆的部分浸入液体中。当实心杆状波导上传播的信号达到液位时,液位表面部分反射会产生沿相反方向传播的第二信号。第二信号也由实心杆状波导引导。第二信号被检测到并且根据该信号的传播时间测量得到液体表面,即液位的位置。

[0030] 液位的确定优选包括在液位以上补偿气相的电介质的步骤,该气相可以处于近临界或超临界条件。

[0031] 优选地,所述补偿包括在液位上方的实心杆的已知位置处产生参考反射,以及基于该参考反射来计算信号的实际速度。通过改变杆的至少一个特征,例如改变杆的直径来产生参考反射。因为参考反射源的位置是已知的,所以与期望的传播时间相比,参考反射的传播时间将给出介质中的实际速度。该方法考虑了气相的介电常数。

[0032] 术语“实心杆”表示不是空心的细长体。实心杆状波导具有连贯的横截面,即没有孔。根据不同的实施例,杆状波导的横截面是圆形或多边形,即杆状波导可以是圆柱状杆或者是方杆,或者是通常的多边形杆。

[0033] 根据不同的实施例,杆状波导可以是直的或弯曲的。在一个实施例中,杆状波导是具有90°弯曲的弯曲杆。具有弯曲杆的实施例有利于系统的侧面安装而不是顶部安装。优选具有弯曲杆的侧面安装,例如用于尿素汽提器。

[0034] 优选地,杆状波导的下部垂直于待测量的液位平面。

[0035] 优选地,通过实心杆状波导传输的第一电磁信号具有小于1.5GHz的频率。该频率优选为100MHz至1.5GHz,更优选为100MHz至1.2GHz,甚至更优选为100MHz至1GHz。根据一些实施例,该频率是0.5-1GHz。

[0036] 杆状波导的长度优选不超过5米,更优选不超过3米。根据一些实施例,杆可以具有包括多个部件的模块化结构。优选地,杆的各个模块化部件的长度为500mm至2.5m。

[0037] 特别优选的实施例包括的杆状波导呈直径为12mm至20mm,优选14mm至18mm的圆柱

杆状。

[0038] 本发明的另一方面是用于测量尿素合成设备的压力容器所包括的液体的液位的系统。该系统包括连接到杆状波导的发射器和接收器。在一些实施例中,发射器和接收器是同一设备(组合的发射器/接收器)。

[0039] 申请人已经发现,使用实心杆状波导具有意想不到的益处,特别是在液位以上存在雾或泡沫的情况下。另外,申请人已经发现,即使在苛刻的条件下,例如在超临界或接近临界的条件下,相对较低的频率也可以提供可靠、稳定和精确的测量。

[0040] 原因被认为是信号基本在实心杆状波导的表面上传播。在液面处,通过同一杆,信号的一部分反射回发射器。信号在环境中(即在液体上方的气相中)不能自由传播,这种自由传播导致了现有技术中所述的大量能量消耗,并且信号不受存在的雾或泡沫的干扰。此外,信号不会像空心体那样重复反射。因此,与现有技术相比,该方法更准确并且需要更少的能量。

[0041] 与现有技术相比,本发明使用低频信号,例如低至100MHz的信号。较低的频率对应于较长的波长,而较长的波长则降低了信号与液位以上的雾或泡沫的非常细小的液滴的相互作用。当波长与这种液滴的大小相当时,这种相互作用的影响最为明显。通过降低频率并相应地增加波长,本发明使得信号对这种干扰源的敏感度降低。

[0042] 例如,现有技术中在大于10GHz,例如40GHz至80GHz的高频下工作的雷达系统的波长约为1毫米,该长度与加压环境中的薄雾或泡沫的大小相当。根据本发明所述的雷达系统具有小于1GHz的频率,例如100MHz的频率,该雷达系统具有的波长大于1米,不能与上述的薄雾或泡沫相互作用。

[0043] 本发明的另一优点是不需要在压力容器中安装大型物品,例如大型空心管。在一些实施例中,特别是当杆具有相当长的长度时,保护性的管可以安装在杆状波导周围,但是这不是本发明的必要特征。

[0044] 本发明所述方法适用于各种已知的尿素的反应器和各种尿素方法,特别包括在相关文献中描述的CO₂-汽提尿素方法和氨-汽提或自汽提方法。

[0045] 通过以下关于优选实施例的描述,将更加明显地示出优点。

附图说明

[0046] 图1示出了根据本发明的实施例的压力容器,即尿素合成反应器,其具有用于测量液位的系统。

[0047] 图2示出了图1所述系统的杆状波导的横截面的一些示例。

[0048] 图3示出了根据实施例所述的系统到压力容器的法兰连接的细节。

[0049] 图4示出了根据一个实施例所述的杆状波导的远端的细节。

[0050] 图5示出了本发明的另一实施例。

具体实施方式

[0051] 图1公开了一种尿素合成反应器,包括安装有根据本发明实施例所述的液位测量系统的压力容器1。

[0052] 液位测量系统包括安装在压力容器1顶部的组合的雷达发射/传输装置2。

[0053] 压力容器1包括到达液位3的液体。液位3上方的空间4具有与下方液体平衡的气相或超临界流体。

[0054] 组合装置2包括雷达发射器和雷达传输器,并且连接到杆状波导5,该杆状波导5在反应器1内延伸以覆盖待测量的液位范围。杆状波导5的远端在液位3的下方,因此杆状波导5部分地浸入液体中。

[0055] 装置1的发射器发射经杆状波导5向下传播的微波。到达液位3(即液气界面)时,微波被反射并传播回组合设备2的接收器。然后,系统通过合适的处理单元进行计算,根据经过的时间(信号的传播时间)确定液位3与发射器/接收器的距离。该处理单元可以结合在设备1中。

[0056] 压力容器1具有盖6和底部7。图1进一步说明了压力容器1的以下组件:入口10、连接至下输管12的液体出口11、气体出口13、多个内部托盘14。

[0057] 在操作中,反应物(例如,氨和二氧化碳)通过入口10引入,液体产物(例如,尿素溶液)从液体出口11排出,蒸汽从气体喷嘴13抽出。通过液体出口11调节流速,以保持反应器内所需的液位3,例如以确保空间4的体积是足够的,同时作用于连接至所述出口11的管路16上的液位控制阀15上。

[0058] 图2示出了垂直于图1的轴A-A的杆状波导5的示例性剖面。可以看出,杆状波导5具有实心的剖面。该图示出了圆柱形杆(a)、方杆(b)和多边形杆(c)的示例。

[0059] 图3示出了将雷达装置2安装在压力容器顶部上的实施例。

[0060] 雷达装置2通过法兰16组装到设备法兰17上。为了密封目的,将垫圈环18插入法兰之间。在一个实施例中,垫圈环18包括用于注入冲洗介质的侧分支19。

[0061] 冲洗介质通过侧分支19注入可以是不连续的,例如用于洗涤目的的蒸汽冷凝液的注入,或者可以是连续的,例如试剂(如用于尿素合成的二氧化碳或氨)的注入。冲洗介质可以连续注入,以保护杆状波导5避免直接与侵蚀性环境接触并延长仪器的使用寿命。

[0062] 雷达装置2具有信号连接20,用于对应于所检测的液位3的输出信号。在一些实施例中,雷达装置2还可以包括用于冷却目的的翅片体。

[0063] 图3示出的实施例包括围绕杆状波导5的可选的外管21。优选地,该外管21设置有用于排气和排液以及用于压力平衡的孔。该外管21可以具有,例如25至100mm,优选40至80mm的直径。外管21可以连接至固定至压力容器的一个或多个支撑件22,或连接至合适的内部结构,以避免振动。

[0064] 如图4所示,杆状波导5的远端也可以由支撑件23保持,该支撑件23由合适的材料,例如PEEK或特氟隆(Teflon®)构成。该支撑件23通过梁24连接到容器1。

[0065] 杆状波导5根据应用由合适的材料构成。例如,如果压力容器1是尿素工厂的设备,则杆状波导5优选地由尿素级材料,例如超级奥氏体不锈钢或超级双相不锈钢构成。

[0066] 图5示出了另一实施例,其中,杆状波导5是弯曲的。例如,杆5具有90°弯曲。弯曲半径优选为100至400mm。在该实施例中,杆状波导5的总长度通常小于3000mm,并且不需要外管。具有弯曲波导5的该实施例对于高压尿素汽提塔的液位控制是特别优选的。

[0067] 在一些实施例中,杆状波导5包括在液位之上的参考反射源,例如该参考反射源为液位之上的阶梯(直径变化)形式。该参考反射用于计算受液位以上气相影响的信号的实际速度。

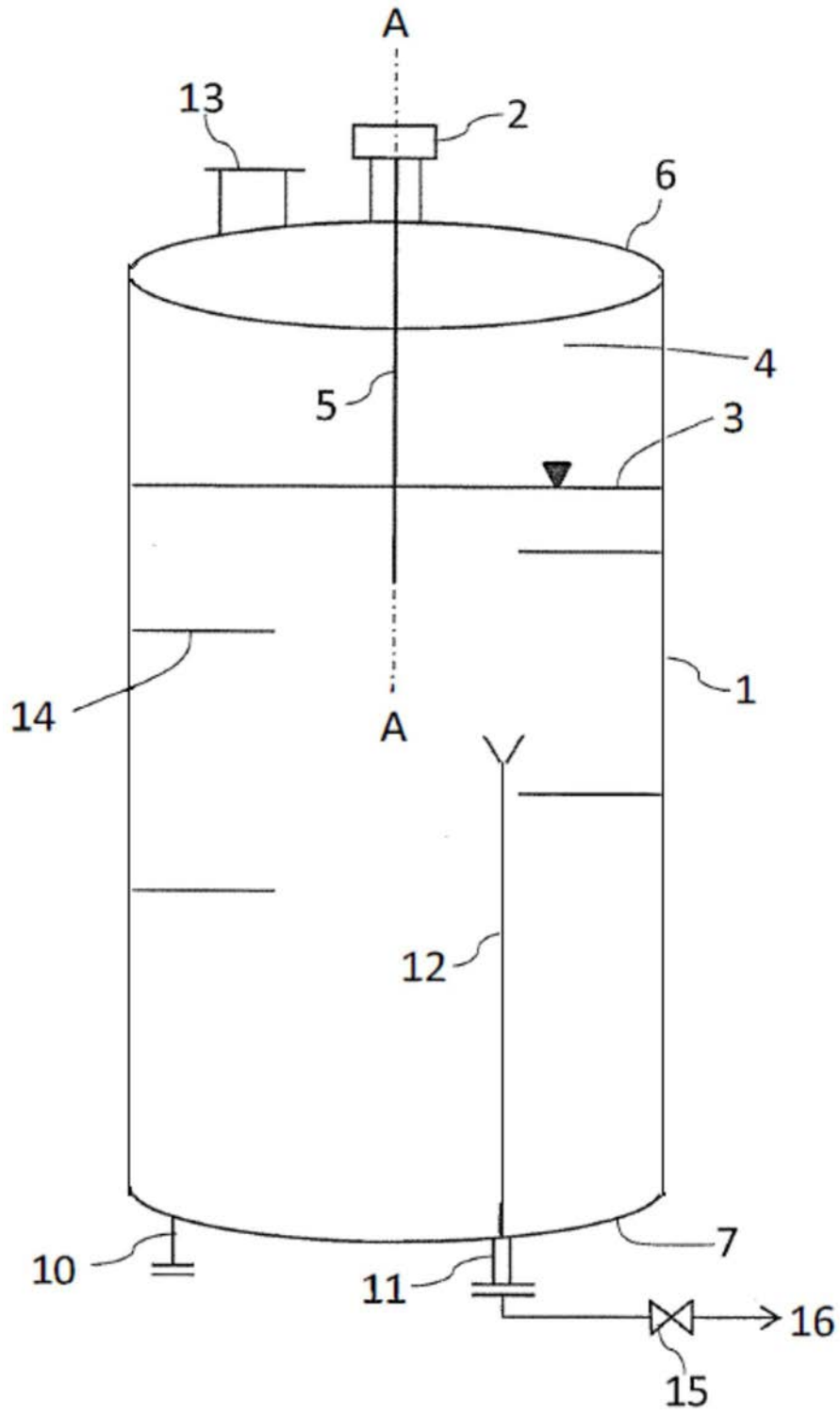


图1

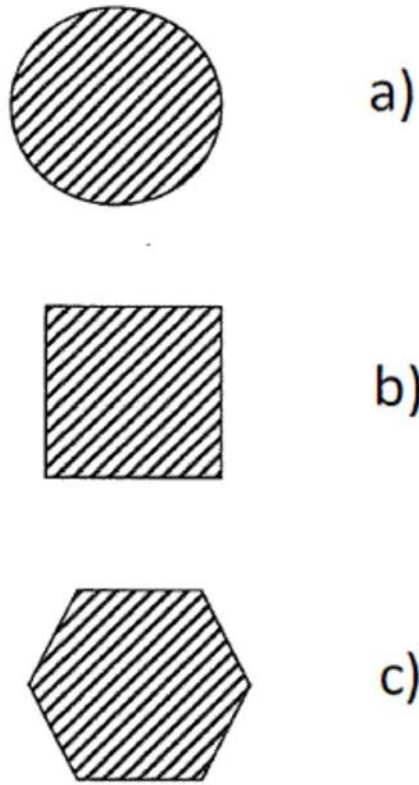


图2

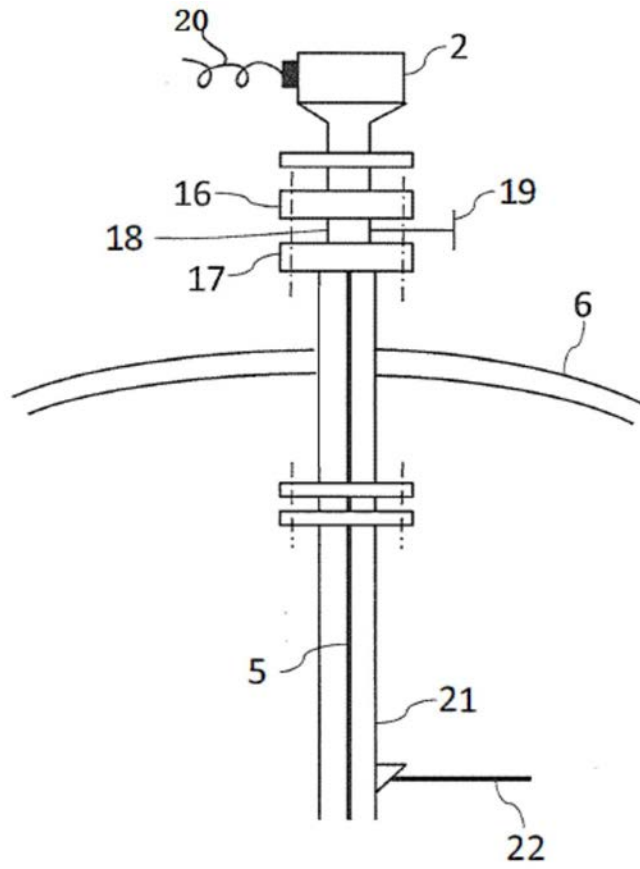


图3

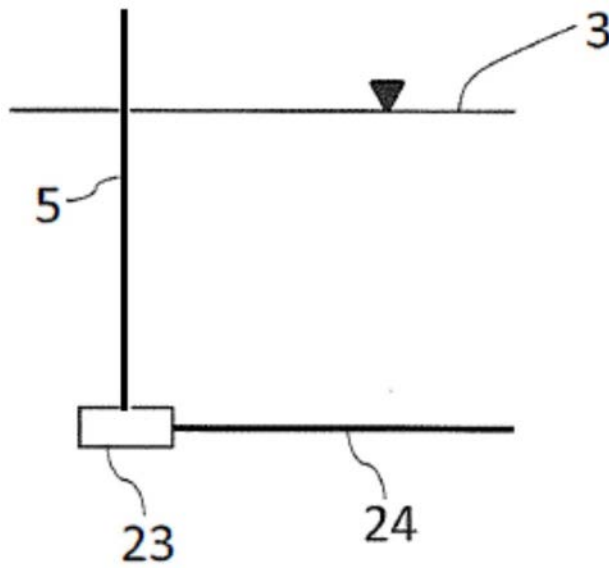


图4

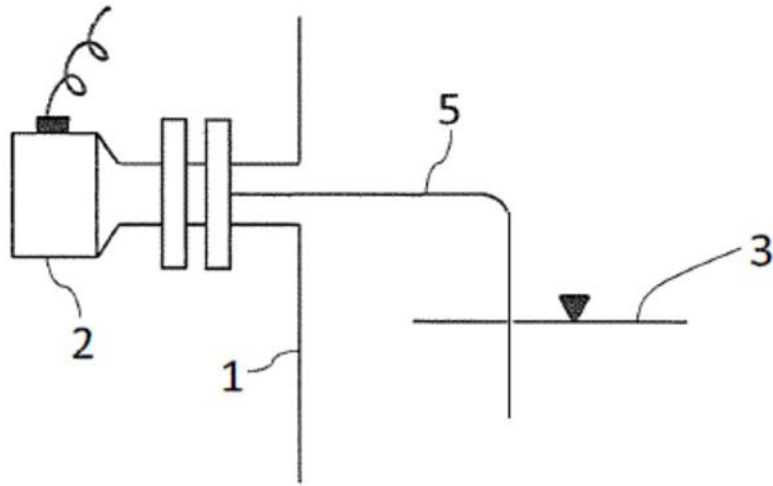


图5