

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 96104976.6

[45]授权公告日 1999年12月15日

[11]授权公告号 CN 1047366C

[22]申请日 96.5.14 [24]颁证日 99.9.18

[21]申请号 96104976.6

[73]专利权人 中国石化茂名石油化工公司

地址 525011 广东省茂名市厂前路

共同专利权人 广东石油化工高等专科学校

[72]发明人 胡智华 郑琪美 龙军 王斌

陈少华 江良 吴雪 谭汉

潘周礼 欧积灿 马明 雷云周

梁鸿德

[56]参考文献

CN1061389 1992. 5.27 C01C1/12

US3054726 1962. 9.18 C01C1/12

US3383173 1968. 5.14 C01C1/12

US4060591 1977. 11.29 C01C1/10

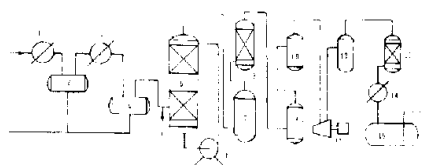
审查员 倪骏

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 氨精制工艺

[57]摘要

一种“洗涤-结晶-吸附-精脱硫”氨精制联合工艺,特别是在现有的“结晶-吸附-精脱硫”流程前加浓氨水洗涤流程。汽提出来的气氨经分凝冷却到40℃以下,使其硫化氢、水含量约1%(W),进入结晶罐、吸附塔进一步除去硫、水等杂质,最后经精脱硫得高纯液氨产品。本发明的液氨纯度高达99.8%,硫化氢含量低于1ppm;操作连续,运行平稳,结晶罐和吸附塔不需切换或再生;能耗低,无二次污染。



ISSN 1000-8-4274

权 利 要 求 书

1、一种氨精制工艺，其特征在于该工艺包括洗涤、结晶、吸附、精脱硫步骤，先将炼油厂污水汽提出来的气氨经冷凝分离温度降至 40°C 以下，再将脱水后的气氨与适量液氨混合后冷却，进入浓氨水洗涤塔(5)下部，气氨与来自塔顶的浓氨水在低于 10°C 的温度下逆流接触，经洗涤后的气氨自压进入结晶罐(7)底部，经分布器均匀地分散在结晶罐(7)的液氨中，结晶罐(7)的温度控制在 0°C 以下，液位控制在20-50%；结晶罐(7)出来的气氨经吸附塔(8)，用活性炭吸附剂在低于 20°C 的温度下吸附氨中杂质；吸附塔(8)出来的气氨经除尘器(9)、分液罐(10)、氨压机(11)、脱油罐(12)，然后进入精脱硫罐(13)，在 $90-130^{\circ}\text{C}$ 温度下进行精脱硫，再经液氨冷却器(14)冷却，进入液氨罐(15)得产品液氨。

2、按权利要求1所述的氨精制工艺，其特征在于汽提出来的含硫含水气氨经第1级冷却器(1)冷至 80°C 以下进入第1级分离器(2)，分离后的气氨经第2级冷却器(3)冷至 40°C 以下，再经第2级分离器(4)分离，进入浓氨水洗涤塔(5)。

说明书

氨精制工艺

本发明涉及氨精制工艺，尤其适用于炼油厂污水汽提出来的含硫含水等杂质的气氨回收精制。

污水汽提装置回收的气氨中，含有油、水、硫化氢、酚及其它有机化合物和固体粉尘。氨精制的任务是提高纯度、降低杂质，尤其要降低硫化氢含量。

现有的氨精制工艺中，浓氨水循环洗涤法是将汽提出来的含硫含水气氨经过洗涤塔，用循环泵将浓氨水打至塔顶，在 10℃ 以下吸收氨中的硫化氢、水等杂质，以达到精制的目的。德国专利 DD255720、美国专利 US4060591 采用浓氨水循环洗涤-液氨洗涤法精制，得液氨纯度高于 99.5%，硫化氢含量可控制在 10ppm 以下，但生产流程复杂，所用的动设备多，操作困难，能耗高，硫化氢脱除不够完全。

现有技术的结晶-吸附-精脱硫法是将汽提出来的含硫含水气氨，先经液氨冷却结晶，脱去大部分硫化氢和水，再经 γ - Al_2O_3 或活性炭吸附、压缩，然后精制，以进一步脱除其中的硫化氢。《石油炼制与化工 1995 年第 9 期 64 页报道了实验室中采用结晶-精脱硫工艺对气氨进行精制，所得的液氨硫化氢含量可控在 10ppm 以下，该两种工艺的缺点是产品中硫化氢、水含量仍较高，质量欠稳定，纯度欠高。结晶罐的气氨中含硫含水较高（~1%），硫化氢和水的积聚速度快，切换和冲洗周期短，操作繁琐，劳动强度大。结晶后气氨中的硫化氢含量较高，且随时间的增长而增高，吸附剂负荷大，床层被穿透的时间短，再生频繁。

本发明的目的旨在克服现有技术的不足而提供一种氨精工艺，称“洗涤-结晶-吸附-精脱硫”氨精制联合工艺。

本发明的目的是这样实现的：在现有的结晶-吸附-精脱硫工艺流程的前面加浓氨水洗涤流程，将污水汽提出来的气氨，经分凝、冷却至 40℃ 以下，使气氨中的硫化氢、水含量稳定在 1% (w) 左右进入洗涤塔，保证洗涤塔平稳运转。在洗涤塔中，用浓氨水在 10℃ 以下对含硫化氢和水约 1% (w) 的气氨进行洗涤，使其出口气氨中硫化氢和水的含量低于 200ppm，大大降低结晶罐入口硫化氢和水浓度。由此，结晶罐液相中硫化氢和水的积聚速

度慢，平衡气相中硫化氢的浓度可稳定在 30ppm 以下，同时结晶罐液相中硫化铵析出的可能性极小，只需简单地排出少量积液，不需切换和冲洗。由于进入吸附塔的气氨中硫化氢浓度能够稳定在 30ppm 以下的较低水平，吸附剂床层被穿透的时间长达一年以上，在一个生产周期中无需切换再生，同时吸附塔入口水汽含量低，吸附剂的机械强度损失小，床层不易板结，吸附剂不易失活。

本发明的氨精制联合工艺还对吸附塔出来的气氨经除尘器除去气氨所携带的微量吸附剂粉尘，并经分液罐除去气氨可能带有的液体，再经氨压机压缩，进入脱油罐脱除压缩时带入的润滑油，脱油后的气氨进入精脱硫罐底部，在 90~130℃条件下将微量硫化氢进一步除去，最后经冷却器得高纯度液氨产品。

采用本发明的“洗涤-结晶-吸附-精脱硫”氨精制联合工艺，所得的液氨纯度可高达 99.8%，硫化氢浓度可确保在 1ppm 以下；结晶罐的硫化氢、水负荷小，无需切换和冲洗；吸附塔切换再生周期长，吸附剂床层不易板结，吸附剂不易失活，再生次数少，使用寿命长；生产连续平稳，能耗低，无二次污染。

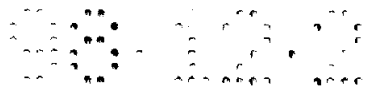
附图是本发明的“洗涤-结晶-吸附-精脱硫”氨精制联合工艺流程图。

下面结合实施例对本发明的技术方案作进一步的陈述。

见附图。从污水中汽提出来的含硫含水气氨，经第 1 级冷却器（1）冷至 80℃左右进入第 1 级分离器（2），冷凝分离下来的液相部分作为氨汽提塔的吸收液，部分作为硫化氢汽提塔的吸收液，少量冷凝液返回原料污水罐。分离后的气氨经第 2 级冷却器（3）冷却至 40℃以下，再经第 2 级分离器（4）分离，液相返回原料污水罐。

脱水后的气氨与适量的液氨混合冷却，进入浓氨水洗涤塔（5）下部。用浓氨水循环泵（6）将浓氨水打至洗涤塔（5）塔顶部作为洗涤剂。气氨与其逆流接触，洗涤脱除气氨中大部分的硫化氢和水，洗涤塔（5）塔顶温度控制在低于 10℃，洗涤塔（5）塔底积聚的含硫浓氨水排回原料污水罐。

洗涤后的含硫气氨自压进入结晶罐（7）下部，经分布器均匀地分散至结晶罐（7）的液氨中，与液氨充分接触，发生物质交换，利用液氨自身气化而降温。在低温下氨与硫化氢反应生产硫化铵，大部分硫化氢被固定在液相中而被除去。硫化氢的脱除率与结晶罐（7）气氨入口硫化氢浓度、



结晶罐（7）的操作温度、液位等因素有关。结晶罐（7）的温度控制在 0℃ 以下，通过自动调节阀控制结晶罐（7）的液位在 20~50%。

结晶罐（7）出来的气氨经吸附塔（8），用活性炭吸剂在温度低于 20℃ 下吸附气氨中的硫化氢、水、酚、油及其它杂质。

吸附塔（8）出来的含少量硫化氢的气氨含有少量吸附剂粉尘，特别是开停工时，为防止极细的吸附剂粉尘对氨压机的磨损，经除尘器（9）除去气氨所携带的微量吸附剂粉尘。

为防氨压机进液，除尘后的气氨经分液罐（10）除去气氨可能带有的液体。气氨再经螺杆氨压机（11）压缩至 1.5MPa 左右。压缩后的气氨经稍稍降温，进入脱油罐（12）脱除压缩时带入的润滑油，以保液氨的纯度。

脱油后的气氨进入精脱硫罐（13）上部，在 90~130℃ 条件下通过精脱硫催化剂的作用，将微量硫化氢进一步除去。该反应器同时还可除去氨中的微量氯、酚及其它杂质。

精脱硫后的气氨，经液氨冷却器（14）冷却，进入液氨罐（15）得高纯度液氨产品。

下表列出本实施例的原料、主要中间物流及产品的组成，可见经本发明的“洗涤-结晶-吸附-精脱硫”氨精制联合工艺后，氨的纯度高达 99.8% 以上，硫化氢含量低于 1ppm，水、油酚含量也大大降低。

项目物流名称	温度℃	流量 kg/h	氨含量%	硫化氢	水含量%
原料氨水气	110	3500	~45	~5%	
第 1 级分离后气氨	<80	500	96.5	~2%	~2
洗涤塔入口气氨	<40	470	98.0	~1%	~1
洗涤塔顶气氨	10	470	99.2	100ppm	~0.8
洗涤塔底排液	10	30	~33	3%	<5
结晶罐出口气氨	0	500	99.5	<30ppm	0.5
吸附塔出口气氨	20	500	99.7	<10ppm	<0.3
精脱硫罐入口氨	90~130	500	99.8	<10ppm	<0.2
产品液氨	<45	450	99.8	<1ppm	<0.2

说明书附图

