



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103691257 B

(45) 授权公告日 2016. 02. 10

(21) 申请号 201310723238. 2

(22) 申请日 2013. 12. 25

(73) 专利权人 湖北泰盛化工有限公司
地址 443007 湖北省宜昌市猗亭区长江路
29 号

(72) 发明人 张昌

(74) 专利代理机构 宜昌市三峡专利事务所
42103

代理人 成钢

(51) Int. Cl.
B01D 53/14(2006. 01)
B01D 53/18(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101357294 A, 2009. 02. 04, 说明书具体实施方式, 附图 1.
CN 101357294 A, 2009. 02. 04, 说明书具体实施方式, 附图 1.
CN 203678222 U, 2014. 07. 02, 权利要求 8.
EP 0323821 A1, 1989. 07. 12, 说明书实施例 1.

CN 1446782 A, 2003. 10. 08, 说明书具体实施方式.

CN 1629112 A, 2005. 06. 22, 说明书具体实施方式, .

CN 101633600 A, 2010. 01. 27, 说明书具体实施方式, 附图 1.

CN 101875596 A, 2010. 11. 03, 说明书具体实施方式, 附图 1.

CN 103288606 A, 2013. 09. 11, 说明书具体实施方式, 附图 1.

审查员 张濛

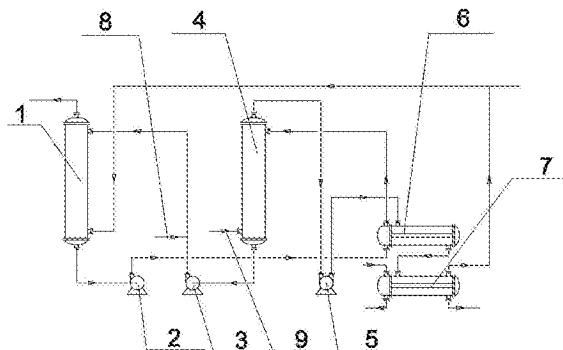
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

草甘膦尾气吸收液循环利用工艺及其设备

(57) 摘要

本发明涉及一种草甘膦尾气吸收液循环利用工艺及其设备, 通过吸收、解吸工序将草甘膦尾气中的甲醇、甲缩醛浓度进行浓缩富集, 通过冷凝回收气体中的甲醇、甲缩醛。吸收液通过解吸后, 甲醇、甲缩醛浓度大幅度降低, 作为循环吸收液进入吸收塔重新被利用。本发明解决了草甘膦尾气中甲醇、甲缩醛吸收效率低的问题, 循环利用提高吸收剂的循环量, 保持吸收液在吸收过程中维持在较低浓度, 大幅度提高吸收效率。本发明中吸收剂被重复利用, 整个循环过程中的吸收剂补充量非常少, 避免了传统处理方式中废液的大量产生。



CN 103691257 B

1. 草甘膦尾气吸收液循环利用工艺,包括以下工艺步骤:

1) 草甘膦生产的氯甲烷尾气进入吸收塔,吸收液进入吸收塔中与氯甲烷尾气逆流接触,同时往吸收塔中补充清水,洗涤氯甲烷尾气中的甲醇及甲缩醛,经过洗涤后的氯甲烷气体进入后续回收工序,吸收液经过一次洗涤后含有甲醇及甲缩醛并进行进一步的循环利用;

2) 步骤 1) 中一次洗涤后的吸收液经循环泵泵入热交换器,吸收液在热交换器内升温至 25-30℃后送入经真空泵抽真空减压的解吸塔,并至解吸塔顶部均匀流下,与至下而上补充的纯净氯甲烷气体进行逆流接触,将解吸尾气经真空泵送入热交换器,吸收液经解吸过程后,重新泵入吸收塔吸收甲醇、甲缩醛;

3) 解吸尾气经热交换器进入冷凝器,尾气中甲醇、甲缩醛、水分被冷凝下来,形成质量浓度高于 50-90% 的甲醇、甲缩醛水溶液,进入精馏工序进行回收,未被冷凝下来的甲醇、甲缩醛的氯甲烷气体重新送回到草甘膦氯甲烷尾气中。

2. 根据权利要求 1 所述的草甘膦尾气吸收液循环利用工艺,其特征在于,步骤 1) 中清水补充量应保证吸收塔总循环量等于吸收塔中吸收液采出量,氯甲烷尾气中至少洗涤 75~80% 的甲醇、甲缩醛。

3. 根据权利要求 1 所述的草甘膦尾气吸收液循环利用工艺,其特征在于,步骤 1) 中所述吸收液为质量浓度低于 0.2% 的甲缩醛水溶液、质量浓度低于 0.2% 甲醇和甲缩醛的水溶液或纯水。

4. 根据权利要求 1 所述的草甘膦尾气吸收液循环利用工艺,其特征在于,步骤 2) 中解吸塔中采出液体中甲醇、甲缩醛的质量浓度低于 0.2%。

5. 根据权利要求 1 所述的草甘膦尾气吸收液循环利用工艺,其特征在于,步骤 2) 中真空泵降低解吸塔压力至 5-10KPa。

6. 根据权利要求 1 所述的草甘膦尾气吸收液循环利用工艺,其特征在于,步骤 3) 中所述的冷凝器气压控制为 120KPa,冷凝器回流气体温度控制在 -5~-10℃。

7. 根据权利要求 1 所述的草甘膦尾气吸收液循环利用工艺,其特征在于,步骤 1) 中清水补充流量控制在 40m³/h,纯净氯甲烷补充量控制在 100-400Kg/h。

8. 根据权利要求 1~7 任一项所述的草甘膦尾气吸收液循环利用工艺所用的草甘膦尾气吸收液循环利用设备,其特征在于,草甘膦尾气经输料管通入吸收塔(1)下部,吸收塔(1)底端经循环泵(2)通入热交换器(6)底端进料口,热交换器(6)顶端出料口通入解吸塔(4)上部,解吸塔(4)底端经循环泵(3)进入吸收塔(1)上部,所述的解吸塔(4)顶部经真空泵(5)通入热交换器(6)顶端进料口,热交换器(6)底端出料口通入冷凝器(7),所述的解吸塔(4)下部添加纯氯甲烷补气系统(9);解吸塔(4)经循环泵(3)通入吸收塔过程中,添加补水系统(8)。

草甘膦尾气吸收液循环利用工艺及其设备

技术领域

[0001] 本发明涉及一种草甘膦尾气吸收液循环利用工艺及其与之匹配的设备,属于化工生产技术领域。

背景技术

[0002] 采用烷基酯法生产草甘膦会产生大量的氯甲烷尾气,在对氯甲烷尾气进行回收处理时需要通过冷凝、水洗除掉氯甲烷尾气中夹带的甲醇、甲缩醛。因水洗吸收液能够达到的平衡浓度较低,需要补充大量清水,后续产生的低浓度甲醇、甲缩醛水溶液回收成本较高,并产生的大量的废水。在夏季气温较高时,氯甲烷尾气冷凝不能达标时,情况会更加严重。因此解决氯甲烷水洗吸收液循环利用的问题能够产生较大的经济效益和环保效益。

[0003] 传统上,一般采用吸收塔氯甲烷尾气进行洗涤,除掉氯甲烷尾气中的甲醇、甲缩醛,吸收液浓度仅在 4%~5%,净化 1 吨甲醇、甲缩醛含量在 15% 的氯甲烷,需要产生 3 吨废水,其回收效率低、成本高,并附加有相应的环境问题。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种草甘膦尾气吸收液循环利用工艺,有效降低吸收液的使用量及回收成本,并解决因吸收液大量使用而带来的环保问题。具体工艺方案如下:

[0005] 1. 草甘膦生产的氯甲烷尾气进入吸收塔,吸收液进入吸收塔上部与吸收塔下部的氯甲烷尾气逆流接触,同时往吸收塔中补充清水,清水补充量应保证吸收塔总循环量等于吸收塔中吸收液采出量,控制清水补充流量为 $40\text{m}^3/\text{h}$,并保证将氯甲烷尾气中至少 75~80% 的甲醇、甲缩醛被洗涤下来,经过洗涤后的氯甲烷气体进入后续回收工序,吸收液经过一次洗涤后含有甲醇及甲缩醛并进行进一步的循环利用;

[0006] 所述吸收液为质量浓度低于 0.2% 的甲缩醛水溶液、质量浓度低于 0.2% 甲醇和甲缩醛的水溶液或纯水。

[0007] 2. 步骤 1 中的经一次洗涤后的吸收液经循环泵泵入热交换器,吸收液在热交换器内升温后送入经真空泵抽真空减压至 5~10KPa 的解吸塔,并至解吸塔顶部均匀流下,与至下而上补充的纯净氯甲烷气体进行逆流接触,其中纯净氯甲烷补充量控制为 100~400Kg/h。吸收液中绝大部分甲醇、甲缩醛挥发到气体中,液体中甲醇、甲缩醛含量降低到 0.2% 以下,解析尾气甲醇、甲缩醛通过真空泵进入热交换器,吸收液在解吸过程中,被重新泵入吸收塔吸收甲醇、甲缩醛,此循环过程中解吸塔尾气经过真空泵压缩会出现升温,利用吸收液与解吸塔尾气进行热交换,吸收液升温,解吸塔尾气降温。

[0008] 3. 步骤 2 中解吸尾气经热交换器进入冷凝器,控制冷凝器气压为 120KPa 及冷凝器回流气体温度控制在 $-5\sim-10^\circ\text{C}$,尾气中甲醇、甲缩醛、水分被冷凝下来,形成高浓度的甲醇、甲缩醛水溶液,进入精馏工序进行回收,未被冷凝的甲醇、甲缩醛的氯甲烷气体被重新送回到草甘膦氯甲烷尾气中。

[0009] 本发明的另一目的在于提供一种草甘膦尾气吸收液循环利用设备,具体为草甘膦

尾气经输料管通入吸收塔下部,吸收塔底端经循环泵通入热交换器底端进料口,热交换器顶端出料口通入解吸塔上部,解吸塔底端经循环泵进入吸收塔上部;

[0010] 所述的解吸塔顶部经真空泵通入热交换器顶端进料口,热交换器底端出料口通入冷凝器;所述的解吸塔下部添加纯氯甲烷补气系统;

[0011] 所述的解吸塔经循环泵通入吸收塔过程中,添加补水系统。

[0012] 本发明解决了草甘膦尾气中甲醇、甲缩醛吸收效率低的问题,通过循环利用可以最大限度的提高吸收剂的循环量,保持吸收液在吸收过程中维持在较低浓度范围,大幅度提高吸收效率。本发明中吸收剂被重复利用,整个循环过程中的吸收剂补充量非常少,避免了传统处理方式中废液的大量产生。实现了所有热量及物料的循环利用,既降低了成本,又实现了环保回收。

附图说明

[0013] 图1为草甘膦尾气吸收液循环利用工艺流程图,其中1.吸收塔,2.循环泵,3.循环泵,4.解吸塔,5.真空泵,6.热交换器,7.冷凝器,8.补水系统,9.纯氯甲烷补气系统。

具体实施方式

[0014] 实施例1

[0015] 将氯甲烷尾气导入吸收塔1中,质量浓度为0.1%的甲缩醛水溶液进入吸收塔上部与吸收塔下部的氯甲烷尾气逆流接触,一次清水补充流量控制到 $40\text{m}^3/\text{h}$,真空泵5运行,稳定控制解吸塔4真空度在 9.5KPa ,吸收液经循环泵2泵入解吸塔4循环,根据解吸塔4底部采出液体甲缩醛含量,逐步增加解吸塔4中纯氯甲烷并控制纯净氯甲烷流量为 $100\text{Kg}/\text{h}$,保持解吸塔底部采出液体甲缩醛含量在0.2%以下。解吸液经循环泵3泵入吸收塔1循环,降低清水补充量使吸收塔总循环量控制在 $40\text{m}^3/\text{h}$ 。解吸尾气通过真空泵5压缩后进入热交换器6,冷凝器7进行分级冷凝,调节冷凝器气压在 120KPa (绝压),冷凝剂流量使回流气体温度控制在 -10°C 。气体中的绝大部分甲醇、甲缩醛、水分被冷凝下来,形成质量浓度高于85%的甲醇、甲缩醛水溶液,进入精馏工序回收,含有极少量甲醇、甲缩醛的氯甲烷气体被重新送回到草甘膦氯甲烷尾气中,调节系统稳定运行。

[0016] 实施例2

[0017] 将氯甲烷尾气洗涤回收的10%甲缩醛稀溶液以 $40\text{m}^3/\text{h}$ 的流量通入解吸塔4中,连续补充纯净氯甲烷并控制补充流量在 $400\text{Kg}/\text{h}$,启动真空泵5,控制解吸塔4压力在 5KPa ,解吸尾气通过真空泵后依次进入热交换器6、冷凝器7,控制冷凝器回流气体温度在 -5°C ,冷凝器气压在 120KPa (绝压),气体中的甲缩醛及少量水分被冷凝分离,形成质量浓度高于50%的甲缩醛富集液,进入精馏塔进行回收利用,解吸塔形成的质量浓度低于0.2%的解吸液被补充用来进行氯甲烷水洗回收。

[0018] 实施例3

[0019] 草甘膦生产的氯甲烷尾气进入吸收塔,纯水进入吸收塔上部与吸收塔下部的氯甲烷尾气逆流接触,同时往吸收塔中补充清水,并控制清水补充流量为 $40\text{m}^3/\text{h}$,清水补充量应保证吸收塔总循环量等于吸收塔中吸收液采出量,并保证将氯甲烷尾气中至少75%的甲醇、甲缩醛被洗涤下来,经过洗涤后的氯甲烷气体进入后续回收工序,吸收液经过一次洗涤

后将含有甲醇及甲缩醛并进行进一步的循环利用。

[0020] 上述步骤中经一次洗涤后的吸收液经循环泵泵入热交换器,吸收液在热交换器内升温制 28℃后,送入经真空泵抽真空减压至 8.5KPa 的解吸塔,并至解吸塔顶部均匀流下,与至下而上补充的纯净氯甲烷气体进行逆流接触,其中纯净氯甲烷补充量控制为 320Kg/h。吸收液中绝大部分甲醇、甲缩醛挥发到气体中,控制采出的液体中甲醇、甲缩醛含量降低到 0.2% 以下。解吸尾气甲醇、甲缩醛通过真空泵进入热交换器,吸收液在解吸过程中,被重新泵入吸收塔吸收甲醇、甲缩醛。

[0021] 上述步骤中解吸尾气经热交换器进入冷凝器,控制冷凝器气压为 120KPa 及冷凝器回流气体温度控制在 -7℃,尾气中甲醇、甲缩醛、水分被冷凝下来,形成质量浓度高于 50% 的甲醇、甲缩醛水溶液,进入精馏工序进行回收,未被冷凝的甲醇、甲缩醛的氯甲烷气体被重新送回到草甘膦氯甲烷尾气中。

[0022] 实施例 4

[0023] 草甘膦生产的氯甲烷尾气进入吸收塔,0.2 的甲缩醛水溶液进入吸收塔上部与吸收塔下部的氯甲烷尾气逆流接触,同时往吸收塔中补充清水,并控制清水补充流量为 40m³/h,清水补充量应保证吸收塔总循环量等于吸收塔中吸收液采出量,并保证将氯甲烷尾气中至少 78% 的甲醇、甲缩醛被洗涤下来,经过洗涤后的氯甲烷气体进入后续回收工序,吸收液经过一次洗涤后将含有甲醇及甲缩醛并进行进一步的循环利用。

[0024] 上述步骤中经一次洗涤后的吸收液经循环泵泵入热交换器,吸收液在热交换器内升温制 30℃后,送入经真空泵抽真空减压至 10.0KPa 的解吸塔,并至解吸塔顶部均匀流下,与至下而上补充的纯净氯甲烷气体进行逆流接触,其中纯净氯甲烷补充量控制为 280Kg/h。吸收液中绝大部分甲醇、甲缩醛挥发到气体中,控制采出的液体中甲醇、甲缩醛含量降低到 0.2% 以下。解吸尾气甲醇、甲缩醛通过真空泵进入热交换器,吸收液在解吸过程中,被重新泵入吸收塔吸收甲醇、甲缩醛。

[0025] 上述步骤中解吸尾气经热交换器进入冷凝器,控制冷凝器气压为 120KPa 及冷凝器回流气体温度控制在 -10℃,尾气中甲醇、甲缩醛、水分被冷凝下来,形成质量浓度高于 75% 的甲醇、甲缩醛水溶液,进入精馏工序进行回收,未被冷凝的甲醇、甲缩醛的氯甲烷气体被重新送回到草甘膦氯甲烷尾气中。

[0026] 实施例 5

[0027] 草甘膦生产的氯甲烷尾气进入吸收塔,质量浓度为 0.15% 甲醇与甲缩醛的混合溶液进入吸收塔上部与吸收塔下部的氯甲烷尾气逆流接触,同时往吸收塔中补充清水,并控制清水补充流量为 40m³/h,清水补充量应保证吸收塔总循环量等于吸收塔中吸收液采出量,并保证将氯甲烷尾气中至少 80% 的甲醇、甲缩醛被洗涤下来,经过洗涤后的氯甲烷气体进入后续回收工序,吸收液经过一次洗涤后将含有甲醇及甲缩醛并进行进一步的循环利用。

[0028] 上述步骤中经一次洗涤后的吸收液经循环泵泵入热交换器,吸收液在热交换器内升温制 27℃后,送入经真空泵抽真空减压至 6.5KPa 的解吸塔,并至解吸塔顶部均匀流下,与至下而上补充的纯净氯甲烷气体进行逆流接触,其中纯净氯甲烷补充量控制为 250Kg/h。吸收液中绝大部分甲醇、甲缩醛挥发到气体中,控制采出的液体中甲醇、甲缩醛含量降低到 0.2% 以下。解吸尾气甲醇、甲缩醛通过真空泵进入热交换器,吸收液在解吸过程中,被重新

泵入吸收塔吸收甲醇、甲缩醛。

[0029] 上述步骤中解吸尾气经热交换器进入冷凝器,控制冷凝器气压为 120KPa 及冷凝器回流气体温度控制在 -5°C ,尾气中甲醇、甲缩醛、水分被冷凝下来,形成质量浓度高于 78% 的甲醇、甲缩醛水溶液,进入精馏工序进行回收,未被冷凝的甲醇、甲缩醛的氯甲烷气体被重新送回到草甘膦氯甲烷尾气中。

[0030] 实施例 6

[0031] 草甘膦尾气经输料管通入吸收塔 1 下部,吸收塔 1 底端经循环泵 2 通入热交换器 6 底端进料口,热交换器 6 顶端出料口通入解吸塔 4 上部,解吸塔 4 底端经循环泵 3 进入吸收塔 1 上部。

[0032] 所述的解吸塔 4 顶部经真空泵 5 通入热交换器 6 顶端进料口,热交换器 6 底端出料口通入冷凝器 7。所述的解吸塔 4 下部添加纯氯甲烷补气系统 9;解吸塔 4 经循环泵 3 通入吸收塔过程中,添加补水系统 8。

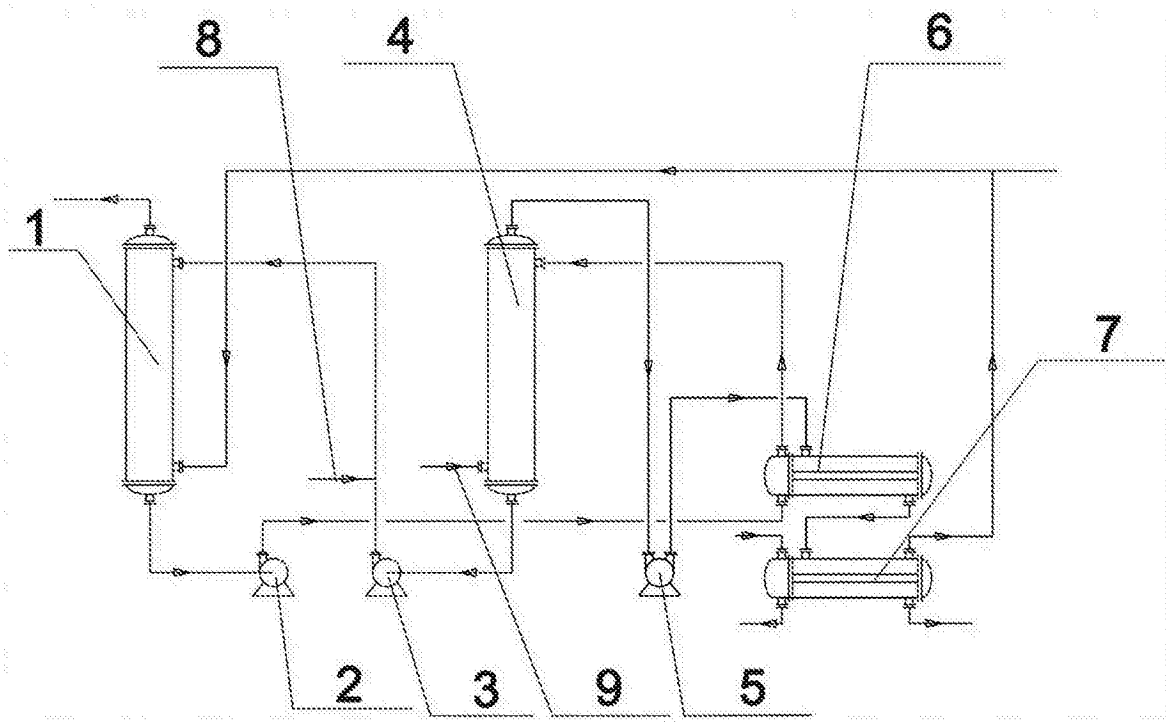


图 1