



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109056402 A

(43)申请公布日 2018.12.21

(21)申请号 201811078538.9

(22)申请日 2018.09.13

(71)申请人 四川北方硝化棉股份有限公司
地址 646003 四川省泸州市龙马潭区高坝
四川北方硝化棉股份有限公司

(72)发明人 张仁旭 熊仕明 邱清海 薛刚
张尧 曹磊 张朝俊 唐彬
涂文军 何春体

(74)专利代理机构 成都虹桥专利事务所(普通
合伙) 51124
代理人 成杰

(51)Int.Cl.
D21C 9/06(2006.01)

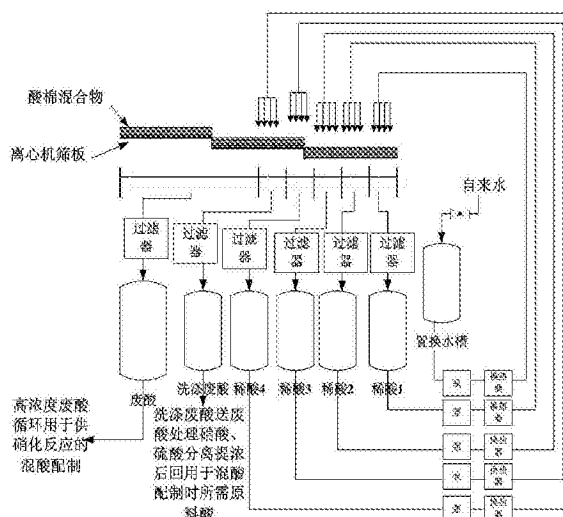
权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

连续多段驱酸置换洗涤工艺方法

(57)摘要

本发明涉及一种连续多段驱酸置换洗涤工艺方法,属于硝化棉驱酸工艺技术领域。本发明将硝化反应后的酸棉混合物进入卧式推料离心机内进行酸棉分离,卧式推料离心机的筛板包括高浓度废酸分离段和置换洗涤段,在置换洗涤段进行五段逆流置换洗涤。本发明采用五段逆流置换洗涤工艺,驱酸后酸性棉残酸度控制至8%以下,残酸度较传统的三段驱酸工艺得到了大幅度的降低,且最终的洗涤废酸浓度较高,含硝酸为18%~22%、含硫为47%~53%,便于废酸处理分离提浓,工艺流程及操作相对两台离心机串联驱酸工艺更为简便。



1. 连续多段驱酸置换洗涤工艺方法, 硝化反应后的酸棉混合物进入卧式推料离心机内进行酸棉分离, 卧式推料离心机的筛板包括高浓度废酸分离段和置换洗涤段, 其特征在于: 在置换洗涤段进行五段逆流置换洗涤。

2. 如权利要求1所述的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法, 其特征在于: 置换洗涤段的每一段洗涤段对应设有洗涤液收集容器, 由筛板末端往前依次得到稀酸1、稀酸2、稀酸3、稀酸4和洗涤废酸;

置换洗涤段由筛板末端往前依次设定为第一段洗涤段、第二段洗涤段、第三段洗涤段、第四段洗涤段和第五段洗涤段, 外部来水作为置换水, 置换水通过泵和换热器后作为第一段洗涤段的喷淋液, 稀酸1通过泵和换热器后作为第二段洗涤段的喷淋液, 稀酸2通过泵和换热器后作为第三段洗涤段的喷淋液, 稀酸3通过泵和换热器后作为第四段洗涤段的喷淋液, 稀酸4通过泵和换热器后作为第五段洗涤段的喷淋液;

置换水的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、通过换热器后的温度控制为 $\leq 20^{\circ}\text{C}$;

稀酸1的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.05\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;

稀酸2的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.10\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;

稀酸3的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.20\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;

稀酸4的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.30\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;

稀酸5的浓度控制为 $\geq 1.50\text{g}/\text{cm}^3$ 。

3. 如权利要求2所述的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法, 其特征在于: 置换水的喷淋流量控制为700L/h~900L/h;

稀酸1的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.05\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.10\text{g}/\text{cm}^3$;

稀酸2的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.10\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.20\text{g}/\text{cm}^3$;

稀酸3的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.20\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.30\text{g}/\text{cm}^3$;

稀酸4的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.30\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.40\text{g}/\text{cm}^3$ 。

4. 如权利要求1至3中任意一项所述的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法, 其特征在于: 各段喷淋液的输送泵均采用恒压供应, 压力控制为 $0.2\text{MPa} \sim 0.25\text{MPa}$ 。

5. 如权利要求1至3中任意一项所述的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法, 其特征在于: 高浓度废酸分离段的筛框长度为 $33\text{cm} \sim 39\text{cm}$, 筛板间隙为 $0.15\text{mm} \sim 0.2\text{mm}$, 离心机分离因素为 $946 \sim 1047$; 置换洗涤段的筛框总长度为 $36\text{cm} \sim 42\text{cm}$, 筛板间隙为 $0.2\text{mm} \sim 0.3\text{mm}$ 。

6. 如权利要求1至3中任意一项所述的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法, 其特征在于: 稀酸1、稀酸2、稀酸3、稀酸4和洗涤废酸对应的收集容器前分别设置有过滤器。

7. 如权利要求6所述的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法, 其特征在于: 过滤器为振动斜面筛。

8. 如权利要求1至3中任意一项所述的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法, 其特征在于: 置换洗涤段的每一段洗涤段分别配设一个喷头, 喷头结构包括设于喷头端面位置的进水口(10)以及设于喷头侧壁的喷水孔(20), 喷水孔(20)沿着喷头长度方向间隔设置; 喷头设于

筛框外侧,喷头水平横向设置,喷水孔(20)外端面与筛框外侧壁的距离控制为10cm~15cm,喷水孔(20)倾斜向下设置、并且与筛框外侧壁形成40°至50°的喷射角,喷头工作时的水平喷淋长度控制25cm~30cm,该水平喷淋长度是指喷头水平横向设置、且喷水孔水平设置时的水平喷淋距离。

9.如权利要求8所述的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法,其特征在于:在洗涤段的宽度方向上,喷头最前端的喷水孔(20)靠近对应洗涤段的前端设置,最末端的喷水孔(20)与该洗涤段的后端具有间距。

连续多段驱酸置换洗涤工艺方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种连续多段驱酸置换洗涤工艺方法,属于硝化棉驱酸工艺技术领域。

背景技术

[0002] 硝化棉生产过程中的驱酸置换洗涤过程是实现酸、棉固液分离的关键步骤,对硝化棉生产硝酸、硫酸消耗水平有着决定性的作用。传统的硝化棉驱酸置换洗涤工艺通常有:①硝化反应后的酸棉混合物进入卧式推料离心机进行酸棉分离后,送入后续煮洗工段进行安定处理及粘度调整等,此类工艺存在的问题主要有两方面,其一是驱酸后酸性棉残酸度约为30%~40%,生产过程酸耗高,后续煮洗过程调整酸度用水量较大,其二是硝化棉在酸棉分离过程中容易出现脱硝分解,影响产品质量及环保风险较大;②硝化反应后的酸棉混合物进入卧式推料离心机内先将高浓度废酸分离后,再采用3段逆流置换洗涤工艺,其工艺流程如图1所示,后续煮洗工段进行安定处理及粘度调整等,置换洗涤后的酸性棉残酸度高,约为20%,使得硝化棉生产的硝酸和硫酸消耗较高,造成废酸系统酸水处理成本高。③如图2所示,硝化反应后的酸棉混合物首先进入第一台驱酸机内分离高浓度废酸,然后物料进入1号洗涤槽洗涤后再送至第二台离心洗涤机内置换洗涤,该工艺洗涤后酸性棉残酸度较低,但存在设备投入大,工艺流程较复杂,且1号洗涤槽洗涤酸性水膨胀量较大、酸水酸度低(约5g/L),废酸处理脱硝塔需补加大量的88%硫酸调整废酸浓度,能耗高、处理能力小。

发明内容

[0003] 本发明要解决的技术问题是:在能使得酸性棉残酸度较低的前提下,提供一种工艺流程更简单、经济性更好的连续多段驱酸置换洗涤工艺方法,能降低硝化棉生产硝酸、硫酸消耗,同时保障有较高的置换洗涤废酸浓度,便于废酸回收提浓。

[0004] 为解决上述技术问题本发明所采用的技术方案是:连续多段驱酸置换洗涤工艺方法,硝化反应后的酸棉混合物进入卧式推料离心机内进行酸棉分离,卧式推料离心机的筛板包括高浓度废酸分离段和置换洗涤段,在置换洗涤段进行五段逆流置换洗涤。

[0005] 进一步的是:置换洗涤段的每一段洗涤段对应设有洗涤液收集容器,由筛板末端往前依次得到稀酸1、稀酸2、稀酸3、稀酸4和洗涤废酸;

[0006] 置换洗涤段由筛板末端往前依次设定为第一段洗涤段、第二段洗涤段、第三段洗涤段、第四段洗涤段和第五段洗涤段,外部来水作为置换水,置换水通过泵和换热器后作为第一段洗涤段的喷淋液,稀酸1通过泵和换热器后作为第二段洗涤段的喷淋液,稀酸2通过泵和换热器后作为第三段洗涤段的喷淋液,稀酸3通过泵和换热器后作为第四段洗涤段的喷淋液,稀酸4通过泵和换热器后作为第五段洗涤段的喷淋液;

[0007] 置换水的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、通过换热器后的温度控制为 $\leq 20^{\circ}\text{C}$;

[0008] 稀酸1的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.05\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;

[0009] 稀酸2的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.10\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^\circ\text{C}$;

[0010] 稀酸3的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.20\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^\circ\text{C}$;

[0011] 稀酸4的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.30\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^\circ\text{C}$;

[0012] 稀酸5的浓度控制为 $\geq 1.50\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0013] 进一步的是:置换水的喷淋流量控制为700L/h~900L/h;

[0014] 稀酸1的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.05\text{g}/\text{cm}^3\sim 1.10\text{g}/\text{cm}^3$;

[0015] 稀酸2的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.10\text{g}/\text{cm}^3\sim 1.20\text{g}/\text{cm}^3$;

[0016] 稀酸3的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.20\text{g}/\text{cm}^3\sim 1.30\text{g}/\text{cm}^3$;

[0017] 稀酸4的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.30\text{g}/\text{cm}^3\sim 1.40\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0018] 进一步的是:各段喷淋液的输送泵均采用恒压供应,压力控制为 $0.2\text{MPa}\sim 0.25\text{MPa}$ 。

[0019] 进一步的是:高浓度废酸分离段的筛框长度为 $33\text{cm}\sim 39\text{cm}$,筛板间隙为 $0.15\text{mm}\sim 0.2\text{mm}$,离心机分离因素为 $946\sim 1047$;置换洗涤段的筛框总长度为 $36\text{cm}\sim 42\text{cm}$,筛板间隙为 $0.2\text{mm}\sim 0.3\text{mm}$ 。

[0020] 进一步的是:稀酸1、稀酸2、稀酸3、稀酸4和洗涤废酸对应的收集容器前分别设置有过滤器。

[0021] 进一步的是:过滤器为振动斜面筛。

[0022] 进一步的是:置换洗涤段的每一段洗涤段分别配设一个喷头,喷头结构包括设于喷头端面位置的进水口以及设于喷头侧壁的喷水孔,喷水孔沿着喷头长度方向间隔设置;喷头设于筛框外侧,喷头水平横向设置,喷水孔外端面与筛框外侧壁的距离控制为 $10\text{cm}\sim 15\text{cm}$,喷水孔倾斜向下设置、并且与筛框外侧壁形成 40° 至 50° 的喷射角,喷头工作时的水平喷淋长度控制 $25\text{cm}\sim 30\text{cm}$,该水平喷淋长度是指喷头水平横向设置、且喷水孔水平设置时的水平喷淋距离。

[0023] 进一步的是:在洗涤段的宽度方向上,喷头最前端的喷水孔靠近对应洗涤段的前端设置,最末端的喷水孔与该洗涤段的后端具有间距。

[0024] 本发明的有益效果是:

[0025] (1) 通过不同浓度的五段置换洗涤后的酸性棉残酸度可降低至8%以下,较三段置换洗涤工艺的残酸度20%有了大幅度下降,大幅度的降低硝化棉生产的硝酸、硫酸消耗。

[0026] (2) 五段逆流置换洗涤后,在提高置换洗涤效果的同时,提高了最终的洗涤废酸浓度,洗涤废酸浓度含硫约50%、含硝约20%,可直接满足废酸处理脱硝塔的浓度要求,有利废酸中的硝酸、硫酸分离和提浓。

[0027] (3) 高浓度废酸回收率约91%,废酸收集与混酸配制总量基本平衡,有利于配酸系统的生产组织。

[0028] (4) 五段置换洗涤过程充分的对物料进行降温冷却,减少了硝化棉在驱酸生产过程的脱硝速度,降低了硝化棉驱酸置换生产过程的分解频率,提升了产品的质量,保障了生产的平稳运行。

附图说明

- [0029] 图1是现有技术中的三段置换洗涤过程工艺示意图。
 [0030] 图2是现有技术中的离心机串联驱酸置换洗涤工艺示意图。
 [0031] 图3是本发明的五段置换洗涤过程工艺示意图。
 [0032] 图4是本发明的喷头结构示意图。
 [0033] 图4中的编号及部件名称:10-进水口,20-喷水孔。

具体实施方式

- [0034] 下面结合附图及实施例对本发明作进一步说明。
 [0035] 如图3所示,本发明的工艺流程为,硝化反应后的酸棉混合物进入卧式推料离心机内进行酸棉分离,卧式推料离心机的筛板包括高浓度废酸分离段和置换洗涤段,在置换洗涤段进行五段逆流置换洗涤。若洗涤段数偏少,则洗涤次数减少,洗涤后残酸度相应会增高;若洗涤段数过多,各段置换酸进出难以控制平衡,不便于生产控制,因而本发明采用五段逆流置换洗涤。
 [0036] 置换洗涤段的每一段洗涤段对应设有洗涤液收集容器,由筛板末端往前依次得到稀酸1、稀酸2、稀酸3、稀酸4和洗涤废酸;置换洗涤段由筛板末端往前依次设定为第一段洗涤段、第二段洗涤段、第三段洗涤段、第四段洗涤段和第五段洗涤段,外部来水作为置换水,置换水通过泵和换热器后作为第一段洗涤段的喷淋液,稀酸1通过泵和换热器后作为第二段洗涤段的喷淋液,稀酸2通过泵和换热器后作为第三段洗涤段的喷淋液,稀酸3通过泵和换热器后作为第四段洗涤段的喷淋液,稀酸4通过泵和换热器后作为第五段洗涤段的喷淋液。
 [0037] 各段置换对应的工艺参数优选按照表1所示参数进行控制:
 [0038] 置换水的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、通过换热器后的温度控制为 $\leq 20^{\circ}\text{C}$;
 [0039] 稀酸1的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.05\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;
 [0040] 稀酸2的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.10\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;
 [0041] 稀酸3的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.20\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;
 [0042] 稀酸4的喷淋流量控制为400L/h~1200L/h、浓度控制为 $\geq 1.30\text{g}/\text{cm}^3$ 、通过换热器后的温度控制为 $\leq 15^{\circ}\text{C}$;
 [0043] 稀酸5的浓度控制为 $\geq 1.50\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0044] 表1

[0045]

项目	置换水	稀酸1	稀酸2	稀酸3	稀酸4	洗涤废酸
温度($^{\circ}\text{C}$)	≤ 20	≤ 15	≤ 15	≤ 15	≤ 15	/
浓度(g/cm^3)	/	≥ 1.05	≥ 1.15	≥ 1.25	≥ 1.35	≥ 1.50
流量(L/h)	400~1200	400~1200	400~1200	400~1200	400~1200	/

[0046] 为确保置换洗涤后有较低酸性棉残酸度,各段置换对应的工艺参数进一步优选按照表2所示参数进行控制:

[0047] 置换水的喷淋流量控制为700L/h~900L/h;

[0048] 稀酸1的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.05\text{g}/\text{cm}^3\sim 1.10\text{g}/\text{cm}^3$;

[0049] 稀酸2的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.10\text{g}/\text{cm}^3\sim 1.20\text{g}/\text{cm}^3$;

[0050] 稀酸3的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.20\text{g}/\text{cm}^3\sim 1.30\text{g}/\text{cm}^3$;

[0051] 稀酸4的喷淋流量控制为700L/h~900L/h、浓度控制为 $1.30\text{g}/\text{cm}^3\sim 1.40\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0052] 表2

[0053]

项目	置换水	稀酸1	稀酸2	稀酸3	稀酸4	洗涤废酸
浓度(g/cm^3)	/	1.05~1.10	1.10~1.20	1.20~1.30	1.30~1.40	≥ 1.50
流量(L/h)	700~900	700~900	700~900	700~900	700~900	/

[0054] 由于喷淋流量较低,输送泵若不采用恒压控制技术,输送泵容易憋压导致设备损坏,为实现各段喷淋流量稳定控制,各段喷淋液的输送泵均采用恒压供应,压力控制为 $0.2\text{MPa}\sim 0.25\text{MPa}$ 。置换酸输送管路系统上设置了压力变送器,将压力信号传送至输送泵的变频器,变频器根据压力数据调整输送泵的转速,从而实现置换酸压力恒压控制。

[0055] 各段置换温度可采用PLC自动控制,以实现置换温度控制稳定。置换酸降温调整采用换热器实现,换热器冷冻液进口管线设置了电磁阀,换热器置换酸出口管线设置了温度传感器,将温度信号传送至PLC组态,PLC组态根据温度情况调整冷冻液进口阀门开度,实现置换酸温度的恒温控制。

[0056] 卧式推料离心机的筛板包括高浓度废酸分离段和置换洗涤段,本发明中优选按照如下工艺参数实施:高浓度废酸分离段的筛框长度为 $33\text{cm}\sim 39\text{cm}$,筛板间隙为 $0.15\text{mm}\sim 0.2\text{mm}$,离心机分离因素为 $946\sim 1047$,可确保高浓度废酸回收率满足配酸系统的平衡;置换洗涤段的筛框总长度为 $36\text{cm}\sim 42\text{cm}$,由于物料经过第一部分离心分离时形成料层,为提高第二部分的置换洗涤效果,筛板间隙设定为 $0.2\text{mm}\sim 0.3\text{mm}$ 。

[0057] 分离洗涤过程液体中始终会带有少量纤维,而各段置换酸均为循环使用,液体中的纤维增多后经常会堵塞驱酸喷淋装置,因此本发明增加了过滤器,稀酸1、稀酸2、稀酸3、稀酸4和洗涤废酸对应的收集容器前分别设置有过滤器。本发明中的过滤器优选采用振动斜面筛,其余过滤装置只要能达到要求也可以,只不过振动斜面筛较常规斜面筛,可取消人工清理斜面筛工作,使用较为方便。

[0058] 置换喷淋对于置换洗涤是非常关键,喷淋需保证液体喷淋在料层上具有一定的穿透力,本发明中的喷头优选通过如下方式设置:置换洗涤段的每一段洗涤段分别配设一个喷头,喷头结构如图4所示,包括设于喷头端面位置的进水口10以及设于喷头侧壁的喷水孔20,喷水孔20沿着喷头长度方向间隔设置;喷头设于筛框外侧,喷头水平横向设置,喷水孔20外端面与筛框外侧壁的距离控制为 $10\text{cm}\sim 15\text{cm}$,喷水孔20倾斜向下设置、并且与筛框外侧壁形成 40° 至 50° 的喷射角,喷头工作时的水平喷淋长度控制 $25\text{cm}\sim 30\text{cm}$,该水平喷淋长度是指喷头水平横向设置、且喷水孔水平设置时的水平喷淋距离。

[0059] 各段喷淋应尽量喷淋在对应的置换洗涤段,由于液体喷淋在料层上会飞溅,防止液体飞溅至其余段,因此,本发明在洗涤段的宽度方向上,喷头最前端的喷水孔20靠近对应

洗涤段的前端设置,最末端的喷水孔20与该洗涤段的后端具有间距。本实施例中,各段置换洗涤段宽度只有约8cm,因此每段置换喷头喷淋宽度为5cm左右为宜,又由于置换酸中的细小纤维及酸垢难以去除干净造成常规的扇形喷嘴极易出现堵塞,因此本实施例使用的喷头采用5个直径为5mm的眼孔进行喷淋,眼孔间距10mm。

[0060] 本实施例采用上述表2中五段驱酸置换工艺条件,驱酸后酸性棉残酸度控制至8%以下,残酸度较传统的三段驱酸工艺得到了大幅度的降低,且最终的洗涤废酸浓度较高,含硝酸为18%~22%、含硫为47%~53%,便于废酸处理分离提浓,工艺流程及操作相对两台离心机串联驱酸工艺更为简便。

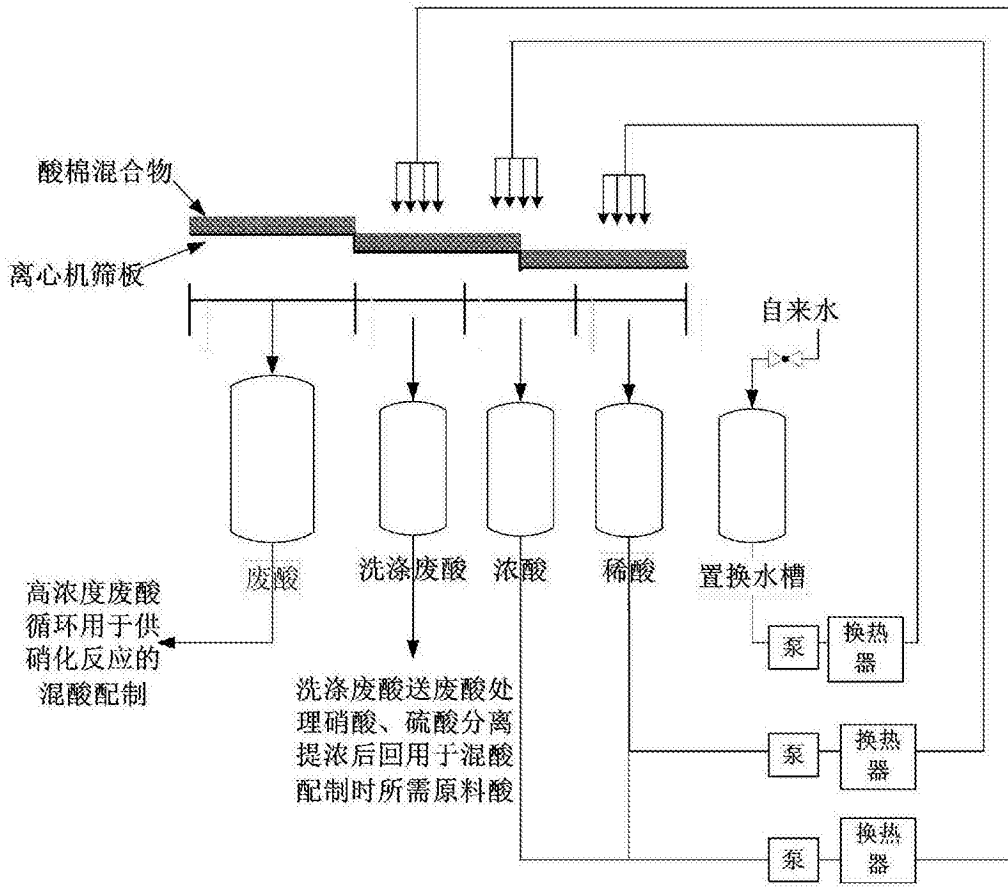


图1

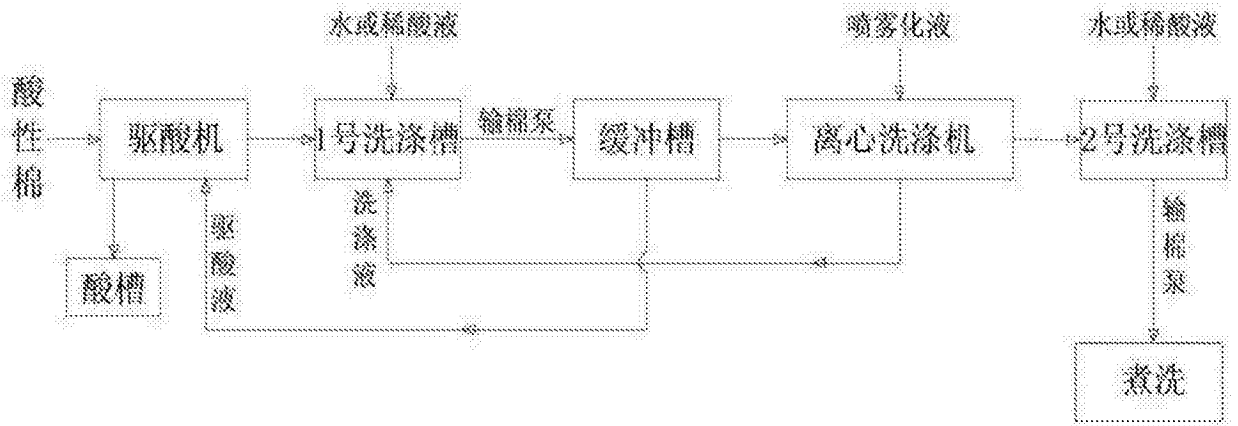


图2

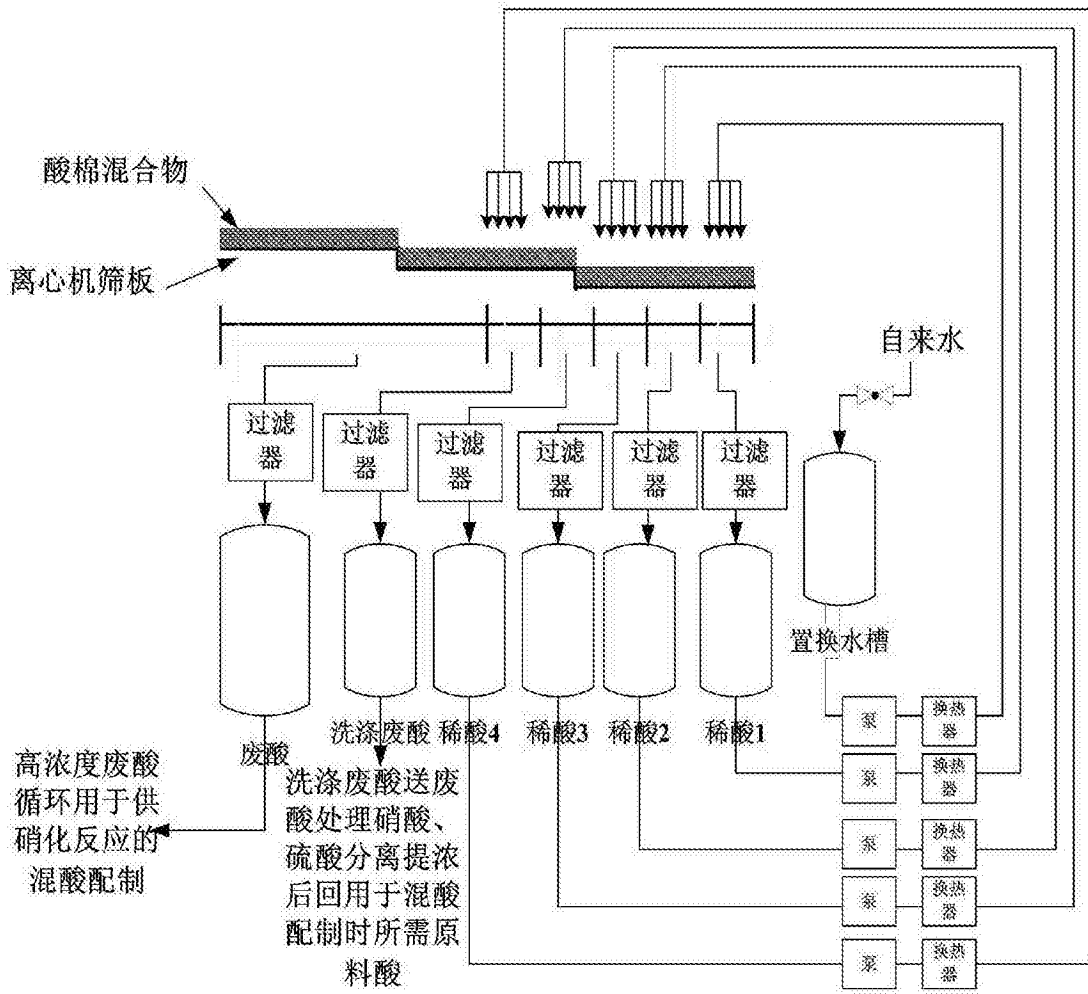


图3

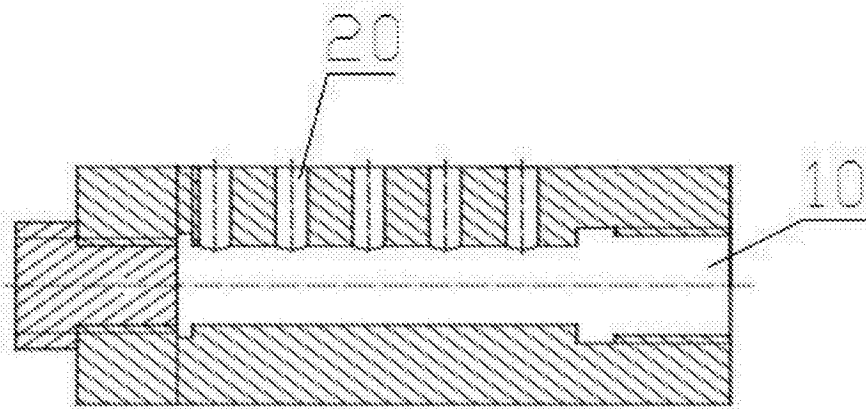


图4