



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111574423 A

(43)申请公布日 2020.08.25

(21)申请号 201910118325.2

(22)申请日 2019.02.15

(71)申请人 中国石油化工股份有限公司

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街
22号

申请人 中国石化集团重庆川维化工有限公
司

重庆川维科技有限公司

(72)发明人 陈天文 王萍萍 柯月亮 周昌福
曹宝山

(74)专利代理机构 重庆弘旭专利代理有限责任
公司 50209

代理人 石欢欢

(51)Int.Cl.

G07D 207/267(2006.01)

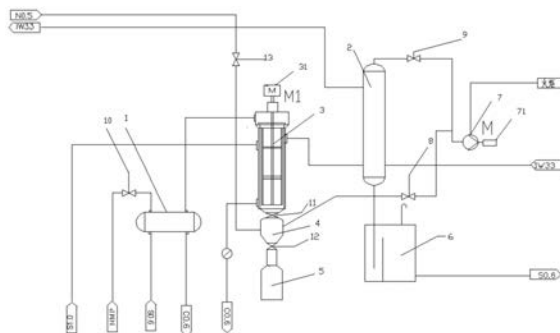
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54)发明名称

天然气部分氧化制乙炔工艺中NMP溶剂的回收方法

(57)摘要

本发明属于通过使一薄层液体与已加热的表面相接触的蒸发实现分离技术领域,具体涉及一种天然气部分氧化制乙炔工艺中NMP溶剂的回收方法。所述方法包括以下步骤:将NMP溶剂经预热器加热至80-99℃,然后置于薄膜蒸发器中实现气相NMP溶剂和固体干馏渣的分离。该方法能够实现对含有易结晶、热敏组分的NMP溶剂的回收,提高了回收率;能够避免结晶、结焦形成的堵塞问题;能够有效控制生产现场的VOCs散排超量问题,不会造成环境污染及职业健康危害;且不需要人工清渣,提高了NMP溶剂回收装置的自动化水平。



1. NMP溶剂的回收方法,其特征在于,包括以下步骤:将NMP溶剂经预热器1加热至80-99℃,然后置于薄膜蒸发器3中实现气相NMP溶剂和固体干馏渣的分离。

2. 根据权利要求1所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述预热器1为列管式预热器,且预热器的内壁采用抛光处理。

3. 根据权利要求1或2所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述预热器1加热介质为蒸汽或导热油。

4. 根据权利要求1、2或3所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述预热器1的液相进口管线上设置有流量调节阀10。

5. 根据权利要求1、2、3或4所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述薄膜蒸发器3为刮片式薄膜蒸发器。

6. 根据权利要求5所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述薄膜蒸发器的刮片为活动式刮刀。

7. 根据权利要求1、2、3、4、5或6所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述薄膜蒸发器的温度为120-170℃,绝对压力为1-5KPa。

8. 根据权利要求1、2、3、4、5、6或7所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,还包括以下步骤:从薄膜蒸发器出来的气相NMP经冷凝器2冷凝成液相。

9. 根据权利要求8所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述冷凝器2为立式壳管式冷凝器。

10. 根据权利要求8或9所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述冷凝器2底部设置有排液口,该排液口经降液管与溶剂回收罐6相连接,冷凝成液相的NMP溶剂经该降液管落入溶剂回收罐6中。

11. 根据权利要求10所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述溶剂回收罐6设置有竖向设置的隔板,隔板将罐体内腔分隔为储存区和降液区,隔板顶部与罐体顶部之间留有间隙。

12. 根据权利要求10或11所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述降液管的一端连接冷凝器2的排液口,另一端浸入溶剂回收罐6降液区液面以下,降液管两端之间的垂直距离在10m以上。

13. 根据权利要求1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11或12所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述薄膜蒸发器3的底部设置有排渣口,该排渣口经排渣管连通有干馏渣收集罐4,该干馏渣收集罐4设置在薄膜蒸发器3的下方,所述干馏渣收集罐4的底部经卸渣管与干馏渣储罐5连通,该干馏渣储罐5在所述干馏渣收集罐的下方。

14. 根据权利要求13所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述冷凝器2和干馏渣收集罐4分别通过管线与真空泵7相连接。

15. 根据权利要求14所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,连接真空泵7与干馏渣收集罐4的管线上设置有真空控制阀8。

16. 根据权利要求13、14或15所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述干馏渣收集罐4的底部设置有氮气流量调节阀13。

17. 根据权利要求13、14、15或16所述的NMP溶剂的回收方法,其特征在于,所述排渣管设有排渣阀11,卸渣管上设置有卸渣阀12。

天然气部分氧化制乙炔工艺中NMP溶剂的回收方法

技术领域

[0001] 本发明属于通过使一薄层液体与已加热的表面相接触的蒸发实现分离技术领域，具体涉及一种天然气部分氧化制乙炔工艺中NMP溶剂的回收方法。

背景技术

[0002] 乙炔是一种非常重要的有机化工原料，广泛用于金属加工、焊接、切割等领域，及乙烯、氯乙烯、三氯乙烯、醋酸乙烯、丙烯腈、聚丙烯腈、1,4-丁二醇等化工产品的制备（“乙炔在有机合成化学中新进展探讨”，步召胜，中国化工贸易，2015年第7卷第22期，第103页，公开日2015年12月31日；“热等离子体裂解低碳烷烃制乙炔的研究进展”，苏宝根等，化学反应工程与工艺，2013年第29卷第3期，第230-236页，公开日2013年06月30日）。乙炔的制备方法主要有非催化部分氧化法、电弧法和等离子法等，其中电弧法因能耗高已经被淘汰，等离子法尚处于试验阶段（“天然气乙炔技术研究现状与思考”，安杰，维纶通讯，2013年第33卷第2期，第15-20页，公开日2013年12月31日），且电耗高、对设备要求较苛刻，至今难以推广应用，非催化部分氧化法是乙炔生产的主要方法。

[0003] 现有技术中，天然气非催化部分氧化制乙炔的过程中所采用的生产装置的主要结构和主要生产过程为：天然气管路和氧气管路，先分别与气体加热器连接，天然气与氧气先分别预热至600-650℃后，先将天然气接入乙炔反应炉，待天然气的温度达到设定值时，打开反应炉的辅氧调节阀，操作点火枪进行点火；点火成功后再引入氧气进行投氧，天然气和氧气组成的反应气体在乙炔炉反应室内发生部分氧化反应，经过几毫秒的反应后冷却以结束反应，烃部分氧化裂解为包含有乙炔、一氧化碳、二氧化碳、氢气以及炭黑等组分的裂化气混合物；从乙炔反应炉出来的裂化气混合物再经过冷却塔下段、电除尘器、冷却塔上段之后，进一步冷却和洗涤其中的炭黑后，经过压缩机进入提浓系统，得到产品乙炔和合成气。在乙炔炉、冷却塔、电除尘器底部排出的含有炭黑的水进入到收集管中，再经过一个一级筛板脱气罐闪蒸脱除其中少量的气体后，进入到敞开式炭黑水槽，进行炭黑与水的分离，得到的清洁水部分返回乙炔炉用作淬水，一部分送至凉水塔冷却后再送至冷却塔、电除尘器和提浓装置用作喷淋冷却水（如附图1所示）。

[0004] 在天然气部分氧化制乙炔工艺过程中，N-甲基吡咯烷酮（英文简称NMP）溶剂被广泛运用于其裂解气的提浓工艺过程。在绝对压力为0.8-1.0MPa条件下，裂解气与分段喷淋的NMP逆流接触，其中，易溶组分高级炔烃和乙炔等物质被NMP吸收。载气NMP经常压塔和真空塔，分别解析其中的乙炔组分和高级炔组分。NMP在吸收和解析过程中，部分苯、萘、高级炔烃等易结晶、易聚合成分不断在NMP中积聚，一方面影响循环溶剂的吸收能力，另一方面易结晶、聚合成分不断在NMP中积聚，从而堵塞管线和填料。现有工艺为取出部分循环溶剂经连续闪蒸罐初步浓缩，底部NMP溶剂经悬液分离器分离后得到含聚合物的浓缩NMP溶剂。浓缩NMP溶剂进入溶剂储罐，再从储罐中分批次加入到干馏罐，干馏后得到清洁的回收NMP溶剂。重组分干馏渣经人工从干馏罐掏出并转移至储槽中。干馏渣含有少量NMP溶剂，需要再对干馏渣中的NMP溶剂进行回收，否则会造成NMP溶剂的大量损失。

[0005] 现有的间歇式干馏系统(如附图2所示)热效率低,蒸馏时间长。由于干馏罐罐体采用盘管加热,该干馏设备热效率约55%左右,热效率相对较低,蒸馏时间长达22小时每罐,且运行周期长。罐底和罐壁加热温度不能精确控制,局部受热不均,干馏渣易结焦成块,需要人工清渣。人工清渣不仅劳动强度大,而且会有大量恶臭VOCs气体排出,污染环境且易造成严重的职业健康危害。此外,干馏渣中含有约29%(质量含量)左右的NMP溶剂,需要再对干馏渣中的NMP溶剂进行回收,否则会造成NMP溶剂的大量损失。公开号为CN1044474780A的中国专利文件公开了一种聚苯硫醚生产装置的NMP溶剂连续回收的方法,步骤包括将原料预热后进入精馏塔C-101,废气从塔顶采出,塔底浓缩釜液通过离心泵进行强制循环,部分固体产物经离心机脱水后排出界区外,上清母液打入精馏塔C-102塔顶分离出对二氯苯,塔釜液进入精馏塔C-103,塔顶蒸出的NMP溶剂与进料液换热后,进一步冷却采出,塔底通过强制循环泵采出NMP溶剂的氯化盐溶液。该方法使原料中组分的分离更加细化,产品的分离纯度更高,可操作性更好。但是,对于含有大量热敏性成分和易结晶成分的NMP物料,只能分离部分NMP溶剂,随着精馏塔进料口以下,NMP量逐渐减小,相对挥发度小的物质溶度相对不断增加,这将使易结晶物更容易析出。随着高聚物浓度的增加和底部温度的升高,高聚物也更易聚合,这些聚合物一部分会附着在塔器内壁和填料表面,从而造成聚合物堵塞填料和管线现象,这在多年的乙炔提浓生产运行实践中已得到证实;而另一部分结晶物和聚合物通过塔底呈悬浊液体排放,因其中含有大量NMP溶剂,NMP回收率明显偏低,并将产生更大的后续处置成本。高级炔是造成天然气制乙炔装置乙炔浓缩系统管线堵塞的主要原因,高级炔气体主要富含甲基乙炔、乙烯基乙炔、丁二烯、丁二炔以及其他微量C4以上组分,由于各炔烃组分不饱和键的存在,在一定的温度和压力以及系统中微量氧、过氧化物等的存在下,容易发生自由基聚合,所生成的自由基经过链引发、链增长和链终止的过程生成大分子的聚合物,而大量聚合物的生成容易在高级炔管线内沉积、污染,堵塞设备管线,从而影响提浓系统安全稳定、长周期运行(“乙炔提浓装置高级炔管线堵塞原因浅析”,谢全兵,天然气化工,2011年第36卷,第34-37页,公开日2011年12月31日)。

[0006] 针对含有热敏性成分的NMP溶剂,在处理过程中如何实现自动连续化生产、如何提高干馏过程热效率、如何防止残留物大块结焦和实现自动化排渣,对于天然气制乙炔提浓装置溶剂回收体系的能耗、自动化升级、工业固废的处置具有至关重要的意义。

发明内容

[0007] 有鉴于此,本发明的目的在于提供一种NMP溶剂的回收方法,该方法能够实现对含有易结晶、热敏组分的NMP溶剂的回收,提高了回收率,且能够避免结晶、结焦形成的堵塞问题,同时,有效解决人工清渣所带来大的重体力劳动和以此引起的VOCs排放超标及职业健康危害。

[0008] 为实现上述目的,本发明的技术方案为:

[0009] NMP溶剂的回收方法,包括以下步骤:将NMP溶剂经预热器加热至80-99℃,然后置于薄膜蒸发器中进行蒸发分离。

[0010] 该方法能够实现含有易结晶、热敏组分的NMP溶剂的回收,提高了回收率。

[0011] 该方法能够避免结晶、结焦形成的堵塞问题,实现自动化排渣,提高该干馏装置自动化水平。

- [0012] 该方法不需要人工清渣,不会造成污染环境及职业健康危害。
- [0013] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述预热器为列管式预热器,且预热器的内壁采用抛光处理。
- [0014] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述的加热介质为蒸汽或导热油。
- [0015] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述预热器1的液相进口管线上设置有流量调节阀10。
- [0016] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述薄膜蒸发器为刮片式薄膜蒸发器。
- [0017] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述薄膜蒸发器的刮片为活动式刮刀。
- [0018] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述薄膜蒸发器的温度为120-170℃,绝对压力为1-5KPa。
- [0019] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,还包括以下步骤:从薄膜蒸发器出来的气相NMP经冷凝器冷凝成液相。
- [0020] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述冷凝器2为立式壳管式冷凝器。
- [0021] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述冷凝器2底部设置有排液口,该排液口经降液管与溶剂回收罐6相连接,冷凝成液相的NMP溶剂经该降液管落入溶剂回收罐6中。
- [0022] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述溶剂回收罐6设置有竖向设置的隔板,隔板将罐体内腔分隔为储存区和降液区,隔板顶部与罐体顶部之间留有间隙。
- [0023] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述降液管的一端连接冷凝器2的排液口,另一端浸入溶剂回收罐6降液区液面以下,降液管两端之间的垂直距离在10m以上。
- [0024] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述薄膜蒸发器3的底部设置有排渣口,该排渣口经排渣管连通有干馏渣收集罐4,该干馏渣收集罐4设置在薄膜蒸发器3的下方,所述干馏渣收集罐4的底部经卸渣管与干馏渣储罐5连通,该干馏渣储罐5在所述干馏渣收集罐的下方。
- [0025] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述冷凝器2和干馏渣收集罐4分别通过管线与真空泵7相连接。
- [0026] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,连接真空泵7与干馏渣收集罐4的管线上设置有真空控制阀8。
- [0027] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述干馏渣收集罐4的底部设置有氮气流量调节阀13。
- [0028] 为了进一步提高NMP溶剂的回收率,所述排渣管设有排渣阀11,卸渣管上设置有卸渣阀12。
- [0029] NMP溶剂从预热器1的进液口进入预热器1,该进液口设置有控制阀,预热器1采用导热油或蒸汽加热,该预热器1为列管式预热器,且预热器1的内壁经过抛光处理。NMP溶剂经过预热器1加热后进入薄膜蒸发器3,该薄膜蒸发器3为刮片式薄膜蒸发器,所述刮片式薄膜蒸发器3的刮片为活动式刮片。在薄膜蒸发器3中,加热后的NMP溶剂实现气相NMP溶剂和固相干馏渣的分离。
- [0030] 气相NMP溶剂经设置在所述薄膜蒸发器3顶部的管线进入冷凝器2,所述冷凝器2为立式壳管式冷凝器,所述冷凝器2底部设置有排液口,该排液口经降液管与溶剂回收罐6相连接。

[0031] 冷凝后的液相NMP溶剂靠重力经降液管落入溶剂回收罐6的降液区(所述溶剂回收罐6设置有竖向设置的隔板,将隔板将罐体内腔分隔为储存区和降液区,隔板顶部与罐体顶部之间留有间隙)。

[0032] 所述降液管的一端连接冷凝器2的排液口,另一端浸入溶剂回收罐6降液区液面以下,降液管两端之间的垂直距离在10m以上。

[0033] 所述薄膜蒸发器3底部设置有排渣口,该排渣口经排渣管连通所述干馏渣收集罐4,所述干馏渣收集罐4设置在薄膜蒸发器3的下方。该干馏渣收集罐4的底部经卸渣管与所述干馏渣储罐5连通,该干馏渣储罐5设置在干馏渣收集罐4的下方。所述排渣管设有排渣阀11,卸渣管上设置有卸渣阀12。

[0034] 真空泵7通过管线分别与立式管气体冷凝器2和干馏渣收集罐4相连接,连接真空泵7与干馏渣收集罐4的管线上设置有真空控制阀8,连接真空泵7与立式气体冷凝器2的管线上设置有压力调节阀9。

[0035] 所述预热器1的液体进口管线上设置有NMP流量调节阀10,所述薄膜蒸发器3和干馏渣收集罐4的底部设置有相互配合的电磁阀,且干馏渣收集罐4的底部设置有氮气流量调节阀13。

[0036] 氮气流量调节阀13通过管线与氮气管网相连接。排渣时,排渣管上的排渣阀11关闭,真空控制阀8关闭,氮气流量调节阀13开启,干馏渣收集罐恢复正压,卸渣管上的卸渣阀12开启,干馏渣因重力排入干馏渣储罐5中。干馏渣排完,排渣管上的排渣阀11关闭,氮气流量调节阀13关闭,真空控制阀8开启,压力达到薄膜蒸发器3的压力时,真空控制阀8关闭,排渣管上的排渣阀11,完成一次排渣过程。通过以上设置,实现连续化运行下的自动排渣功能。

[0037] 本发明的有益效果在于:

[0038] 本发明的方法能够实现对含有易结晶、热敏组分的NMP溶剂的回收,提高了回收率。

[0039] 本发明的方法能够避免结晶、结焦形成的堵塞问题。

[0040] 本发明的方法不需要人工清渣,提高了NMP回收装置的自动化水平。

[0041] 本发明的方法能够有效控制生产现场的VOCs散排超量问题,不会造成环境污染及职业健康危害。

附图说明

[0042] 图1为乙炔提浓系统流程图;

[0043] 图2为间歇干馏系统;

[0044] 图3为实施例1的薄膜蒸发器系统,其中,1为预热器,2为冷凝器,3为薄膜蒸发器,31为薄膜蒸发器电机,4为干馏渣收集罐,5为干馏渣储罐,6为溶剂回收罐,7为真空泵,71为真空泵电机,8为真空控制阀,9为压力调节阀,10为NMP流量调节阀,11为排渣阀,12为卸渣阀,13为氮气流量调节阀,为N0.5为压力为0.5MPa的氮气,Iw33为循环冷却水,S1.0为导热油或压力为1MPa的蒸汽,NMP为NMP原液,S0.6为导热油或压力为0.6MPa的蒸汽,C0.6为冷凝液。

具体实施方式

[0045] 所举实施例是为了更好地对本发明的内容进行说明,但并不是本发明的内容仅限于所举实施例。所以熟悉本领域的技术人员根据上述发明内容对实施方案进行非本质的改进和调整,仍属于本发明的保护范围。

[0046] 实施例1

[0047] 取NMP原液(来自天然气部分氧化制乙炔工艺过程中提浓工序)进行成分检测,结果如表1所示;

[0048] 其中,NMP含量按照《GB/T 614-2006化学试剂遮光率测定通用法》进行检测;

[0049] 热敏性聚合物总含量的检测方法为重量法,具体为:将质量为M的溶剂于气体惰化条件下加热蒸发至衡量(质量为N),则热敏性聚合物总含量为 $N/M*100\%$;

[0050] 水含量按照《GB/T 6283-2008化工产品中水分含量的测定》进行检测;

[0051] 乙炔、甲基乙炔、丁二炔、乙烯基乙炔、二乙烯基乙炔和苯含量检测均采用常规色谱分析法进行检测。

[0052] 采用附图3所示系统处理NMP原液,该系统包括预热器1、冷凝器2、薄膜蒸发器3、干馏渣收集罐4、干馏渣储罐5、溶剂回收罐6和真空泵7。所述预热器1为列管式预热器,所述冷凝器2为立式壳管式冷凝器,所述薄膜蒸发器3为刮片式薄膜蒸发器,所述刮片式薄膜蒸发器的刮片为活动式刮片。

[0053] NMP溶剂从预热器1的进液口进入预热器1,该进液口设置有控制阀,预热器1采用导热油或蒸汽加热,且预热器1的内壁经过抛光处理。NMP溶剂经过预热器1加热后进入薄膜蒸发器3,在薄膜蒸发器3中,加热后的NMP溶剂实现气相NMP溶剂和固相干馏渣的分离。

[0054] 气相NMP溶剂经设置在所述薄膜蒸发器3顶部的管线进入冷凝器2,该冷凝器2底部设置有排液口,该排液口经降液管与溶剂回收罐6相连接。

[0055] 冷凝后的液相NMP溶剂靠重力经降液管落入溶剂回收罐6的降液区(所述溶剂回收罐6设置有竖向设置的隔板,隔板将罐体内腔分隔为储存区和降液区,隔板顶部与罐体顶部之间留有间隙)。

[0056] 所述降液管的一端连接冷凝器2的排液口,另一端浸入溶剂回收罐6降液区液面以下,降液管两端之间的垂直距离在10m以上。

[0057] 所述薄膜蒸发器3底部设置有排渣口,该排渣口经排渣管连通干馏渣收集罐4,所述干馏渣收集罐4设置在薄膜蒸发器3的下方。该干馏渣收集罐4的底部经卸渣管与所述干馏渣储罐5连通,该干馏渣储罐5设置在干馏渣收集罐4的下方。所述排渣管设有排渣阀11,卸渣管上设置有卸渣阀12。

[0058] 所述真空泵7通过管线分别与冷凝器2和干馏渣收集罐4相连接,连接真空泵7与干馏渣收集罐4的管线上设置有真空控制阀8,连接真空泵7与冷凝器2的管线上设置有压力调节阀9。

[0059] 所述预热器1的液体进口管线上设置有NMP流量调节阀10,所述薄膜蒸发器3和干馏渣收集罐4的底部设置有相互配合的电磁阀,且干馏渣收集罐4的底部设置有氮气流量调节阀13。

[0060] 氮气流量调节阀13通过管线与氮气管网相连接。排渣时,排渣管上的排渣阀11关闭,真空控制阀8关闭,氮气流量调节阀13开启,干馏渣收集罐恢复正压,卸渣管上的卸渣阀

12开启,干馏渣因重力排入干馏渣储罐5中。干馏渣排完,卸渣管上的卸渣阀12关闭,氮气流量调节阀13关闭,真空控制阀8开启,压力达到薄膜蒸发器压力时,真空控制阀8关闭,排渣管上的排渣阀11开启,完成一次排渣过程。通过以上设置,实现薄膜蒸发器连续化运行下的自动排渣功能。

[0061] 具体工艺为:将NMP原液加入泵前储罐,调节预热器1上的控制阀,进料量为 $0.3\text{m}^3/\text{h}$,经预热器1预热至 99°C 后引入薄膜蒸发器3(启动薄膜蒸发器3前,向溶剂回收罐6的降液区补充NMP溶剂至溢流)。调节薄膜蒸发器3温度在 170°C ,压力调节阀9的压力在 $1.1\text{--}1.2\text{Pa}$ (绝对压力)。排渣管上的排渣阀11开启,卸渣管上的卸渣阀12关闭,氮气流量阀13关闭。溶剂回收罐6降液区充液至溢流。60分钟后,干馏收集罐排渣。干馏渣收集罐4启动排渣,排渣阀11关闭,真空控制阀8自动关闭,通过氮气流量调节阀13向系统充低压氮气恢复恢复干馏渣收集罐4正压,卸渣管上的卸渣阀12自动打开,底部干馏渣物料排入密闭干馏渣储罐5中。干馏渣排放完毕,卸渣管上的卸渣阀12自动关闭,氮气流量调节阀13关闭,压力调节阀8缓慢打开阀位,调节干馏渣收集罐4真空度,当真空度达到薄膜蒸发器系统压力时,真空控制阀8关闭,自动打开排渣管上的排渣阀11,完成一次排渣过程。

[0062] 表1 NMP原液成分检测结果

[0063]

检测项目	检测结果
NMP	96%(质量)
热敏性聚合物	2.01%(质量)
水	0.77%(质量)
乙炔	8mg/L
甲基乙炔	20mg/L
丁二炔	25mg/L
乙烯基乙炔	15mg/L
二乙烯基乙炔	27mg/L
苯	1.9mg/L

[0064] 实施例1、实施例2及对比例1

[0065] 除表2所示参数外,实施例2其他参数设置与实施例1相同。

[0066] 表2实施例2及对比例1

来源	预热器预热温度/ $^\circ\text{C}$	薄膜蒸发器温度/ $^\circ\text{C}$	薄膜蒸发器压力(绝压) /KPa
实施例1	99	170	1.1-1.2

实施例2	80	120	4.9-5.0
------	----	-----	---------

[0069] 对比例1

[0070] 采用图2所示干馏系统处理NMP原液(组成与实施例1相同),具体为:

[0071] 将 4m^3 的NMP原液送入干馏罐中,开启 1MPa 伴热蒸汽温度升至 170°C ,启动真空系统,压力控制在 $1.1\text{--}1.2\text{Kpa}$.A,干馏22小时,人工清渣。

[0072] 性能检测

[0073] 检测实施例1-2及对比例1所述方法处理得到的干馏渣中NMP残存率、干馏渣状态及周围空气中挥发性有机物(英文简称VOCs)含量,结果如表3所示;

[0074] 其中,干馏渣中NMP含量按照《GB/T 614-2006化学试剂遮光率测定通用法》进行检测;

[0075] 干馏渣状态的检测方法为目视观察;

[0076] 周围空气中VOCs含量的检测方法为采用便携式VOCs检测仪现场检测。

[0077] 表3性能测试结果

[0078]

来源	NMP残存率/%	干馏渣状态	干馏渣除渣状态	VOCs含量/ppm
实施例1	12.5	成片状	自动出渣	<5
实施例2	23.4	成片状	自动出渣	<5
对比例1	29	结焦成饼状	人工除渣	1200

[0079] 由表1和表3可知,实施例1-2的方法能够避免结晶、结焦形成的堵塞问题,且能够实现含有易结晶、热敏组分的NMP溶剂的回收,提高了回收率。

[0080] 由表1和表3可知,与对比例1相比,实施例1和实施例2处理的干馏渣未结块,干馏渣自动排渣顺畅。由此证明,本发明的方法能够避免结晶、结焦形成的堵塞问题,有效提高本干馏装置自动化程度。

[0081] 由表1和表3可知,与对比例1相比,实施例1-2处理的干馏渣中NMP残存率得到了明显降低;且周围空气中VOCs含量得到了显著减少。由此证明,本发明的方法能够有效回收NMP溶剂,且能够有效控制生产现场的VOCs散排超量问题,解决了人工除渣过程存在的职业健康隐患。

[0082] 此外,应当理解,虽然本说明书按照实施方式加以描述,但并非每个实施方式仅包含一个独立的技术方案,说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起见,本领域技术人员应当将说明书作为一个整体,各实施例中的技术方案也可以经适当组合,形成本领域技术人员可以理解的其他实施方式。

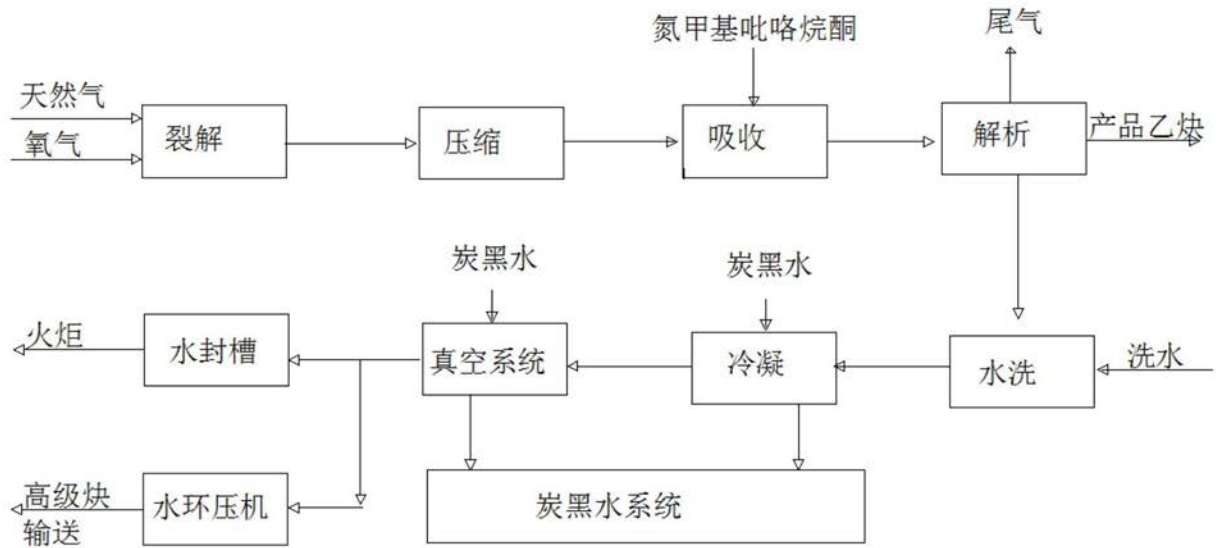


图1

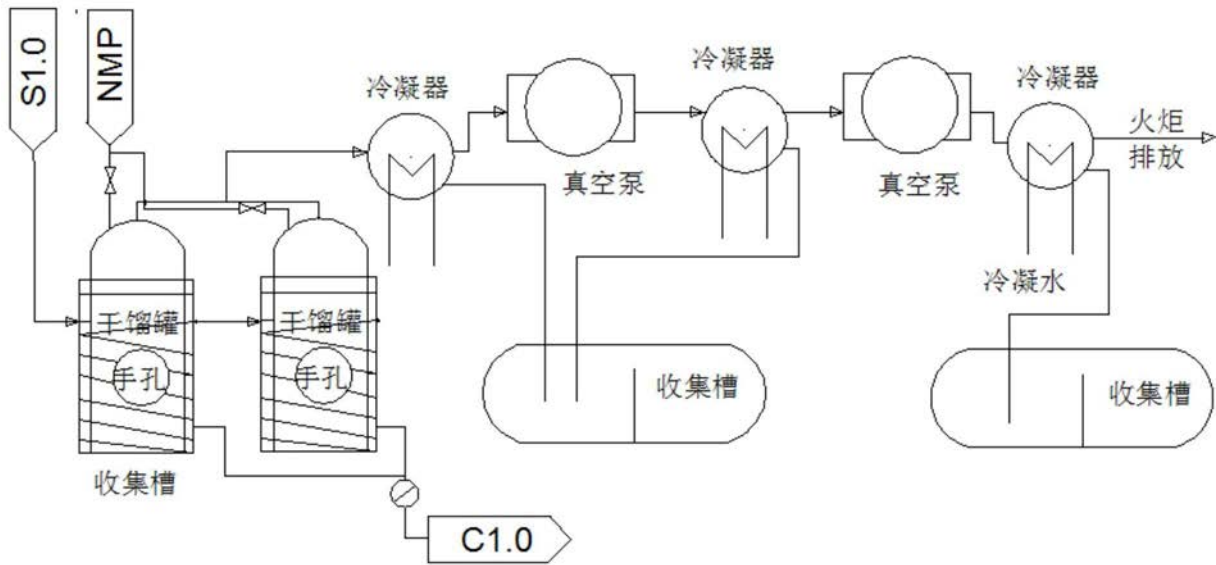


图2

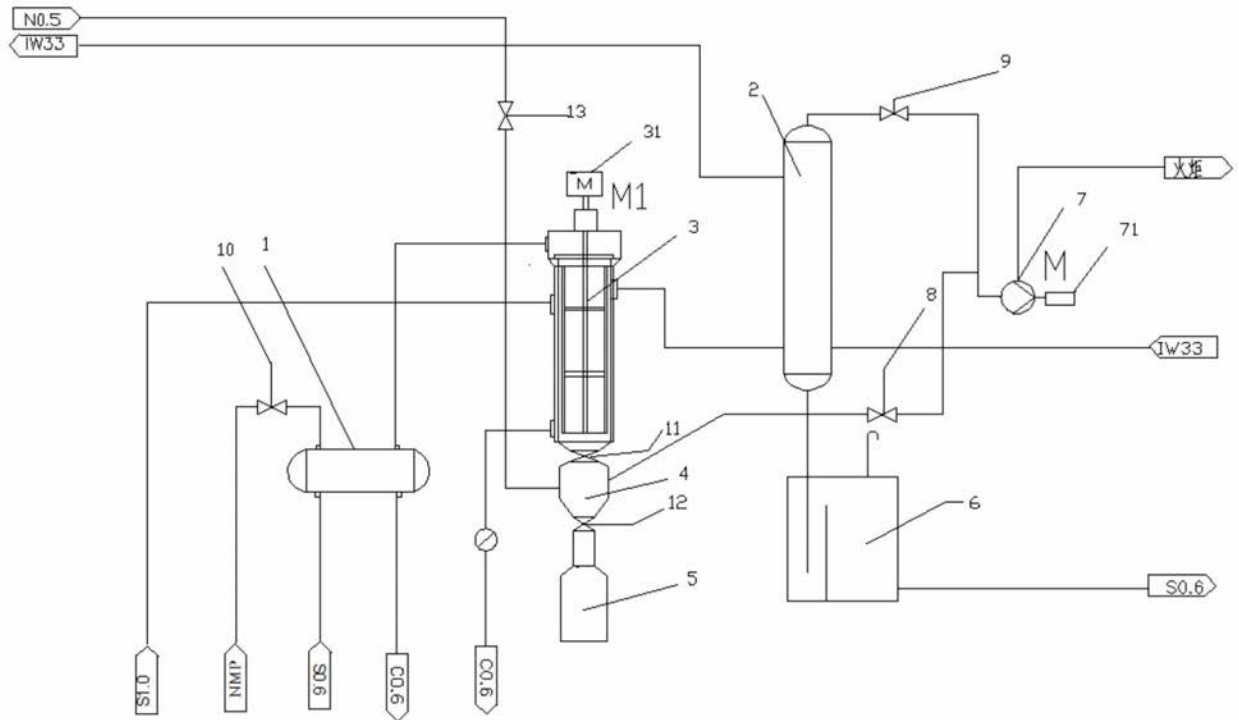


图3