(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 113368527 B
(45)授权公告日 2025.04.01

(21)申请号 202110619908.0

(22)申请日 2021.06.03

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 113368527 A

(43)申请公布日 2021.09.10

(73)专利权人 湖南百利工程科技股份有限公司
地址 414000 湖南省岳阳市岳阳楼区岳阳市岳阳经济技术开发区巴陵东路388号

(72)发明人 黄衍瑞 李文辉 蒋遥明 文捷 黄憩辉

(74)专利代理机构 长沙科明知识产权代理事务所(普通合伙) 43203
专利代理师 彭乃恩

(51)Int.Cl.
B01D 9/02(2006.01)
B01D 9/00(2006.01)
C01C 1/242(2006.01)

(56)对比文件
CN 111530119 A,2020.08.14
CN 205188312 U,2016.04.27
CN 206167968 U,2017.05.17
CN 215741894 U,2022.02.08

审查员 赵路芳

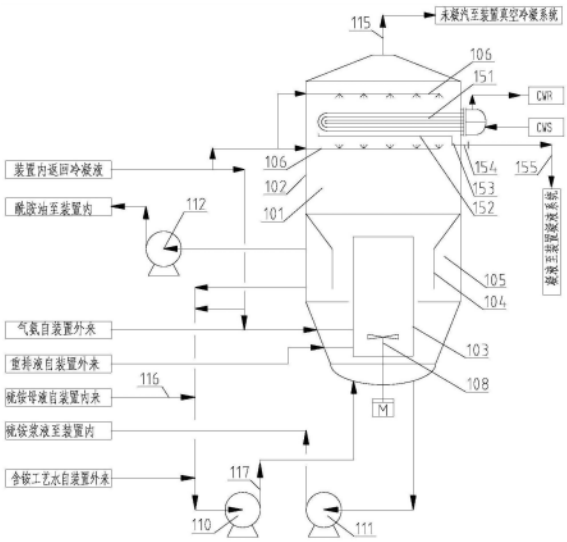
权利要求书2页 说明书13页 附图3页

(54)发明名称

一种己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置及其应用

(57)摘要

本发明专利涉及一种己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置及其应用,包括DTB中和结晶器,DTB中和结晶器本体内设有内置的主冷凝器,本体外设置有尾冷凝器、凝液系统;所述的主冷凝器配套有集液槽、集液斗、凝液排出口及凝液管道;尾冷凝器配套真空设施、喷射液系统。采用内置的主冷凝器,消除了蒸发汽侧的冷凝过程压降,大幅减少中和结晶器顶部外排的蒸发汽量、缩小顶部汽相管管径和布置难度;尾冷凝器采用喷射式真空冷凝器,低压降、低温差、能快速冷凝,抽真空不采用蒸汽;采用中和结晶器循环料液或装置内硫铵母液作为喷射液的补加液,运行时不产生废水,更环保;喷射液冷却器采用大流量、低温升的循环冷却水保持系统真空度稳定。



CN 113368527 B

1.一种己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,包括DTB中和结晶器,其特征在于:DTB中和结晶器本体内设有内置的主冷凝器,本体外设置有尾冷凝器、凝液系统;所述的主冷凝器配套有集液槽、集液斗、凝液出口及凝液管道;所述的尾冷凝器配套真空设施、喷射液系统;所述的尾冷凝器采用喷射式真空冷凝器,是将液体喷射真空泵嵌入喷射式冷凝器筒体内,在喷射尾冷凝器筒体内上部自上而下设置有用于冷凝冷却的雾化喷嘴和用于抽真空的喷射喷嘴,筒体以下部位依次设置有扩散管、集液管,底部设有排液口;所述的雾化喷嘴和喷射喷嘴在冷凝器壳体设有各自喷射液入口、喷射液腔,并通过管道与喷射液系统的喷射液冷却器出口端相接;所述的喷射喷嘴,垂直安装,喷射液经喷射喷嘴垂直向下高速喷出,对雾化冷凝冷却后的不凝气进行抽吸而形成真空,含凝液、不凝气的喷射液经喷射真空尾冷凝器的扩散管、集液管,从底部排液口排至喷射液系统的喷射液槽。

2.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述的主冷凝器型式为列管式冷凝器、板壳式冷凝器中的一种或组合,由1台或多台组成。

3.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述的主冷凝器主要换热部件或组件安装在DTB中和结晶器上部的汽相空间内,处于中和结晶器内的冷凝器换热段不设置壳体。

4.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述DTB中和结晶器上部的汽相空间对应筒体壁上设有安装孔,所述的安装孔朝筒体外焊接有与主冷凝器壳体直径相同的短管,短管的出口端带有法兰,法兰将主冷凝器、主冷凝器管箱与短管连接与组合,管箱上设有冷却水进口和出口,并分别与外部的冷却水管道相接。

5.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述的集液槽设置于主冷凝器换热部件的正下方,集液槽的集液区域不小于主冷凝器自正上方的投影区域;集液槽是凹槽形式或是带挡板的园弧形板;集液槽的凝液出口端与结晶器筒体内侧紧密连接,坡向凝液出口端,坡角范围1°～10°。

6.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述的集液斗设置于集液槽排出端与DBT结晶器筒体相接部位的内侧,集液斗、集液槽排出端和结晶器筒体三者间都是紧密相接的。

7.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述的凝液排出口是开设在集液斗与结晶器筒体结合部位壁上的管口,凝液排出口底部不高于集液斗底部;凝液排出口、集液斗、主冷凝器、集液槽是一一对应的;集液槽收集主冷凝器产生的凝液,集液槽内的凝液流至集液斗,再经凝液排出口、外部管道自流至凝液系统。

8.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述的主冷凝器上方设有一组或多组喷淋设施,集液槽下方设有一组或多组喷淋喷头,喷淋喷头与凝液系统连接。

9.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述喷射式真空冷凝器本体腔内上部空间安装有喷嘴,壳体设置有汽相入口和喷射液入口,冷凝器下部为集液管,冷凝器底部有排液口;所述的喷嘴为常规喷嘴或雾化喷嘴。

10.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述真空设施是液体喷射真空泵、液环真空泵和罗茨真空泵中的一种或几种组合。

11.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述的喷射液系统,主要包括喷射液槽、喷射液泵和喷射液冷却器;所述喷射液槽设有喷射液返回口、喷射液出口、溢流口、补液口,顶部设有排气口;尾冷凝器排液口与喷射液槽相连,喷射液出口与喷射液泵入口相连,喷射液泵出口与喷射液冷却器入口相连,喷射液冷却器出口与喷射真空尾冷凝器内的雾化喷嘴和喷射喷嘴对应喷液腔相连;雾化喷嘴和喷射喷嘴共用一套喷射液系统。

12.根据权利要求1所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,其特征在于所述喷射液冷却器采用间壁式冷却器,是列管式换热器、螺旋板式换热器、板式换热器中的一种或几种组合。

13.权利要求1-12任一所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置在己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵中的应用。

14.根据权利要求13所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置在己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵中的应用,其特征在于所述喷射液冷却器,其冷却介质采用循环冷却水,所述循环冷却水是先经喷射液冷却器换热后再至主冷凝器冷却水入口,主冷凝器循环冷却水的全部或部分先作为喷射液冷却器的冷却介质。

15.根据权利要求13所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置在己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵中的应用,其特征在于所述的至尾冷凝器入口的喷射液温度不超过45℃。

16.根据权利要求13所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置在己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵中的应用,其特征在于所述的自尾冷凝器底部排出的循环喷射液温度不超过55℃。

17.根据权利要求13所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置在己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵中的应用,其特征在于所述喷射液是由DTB中和结晶器的循环料液、硫酸铵母液中的一种或两种,与尾冷凝器凝液混合而成,PH值小于7,不含硫酸铵晶体;所述的凝液是由蒸发汽经在尾冷凝器冷凝产生的;所述循环料液是指结晶器循环泵从结晶器折流区中部抽出的、含硫酸铵的浆液,从结晶器循环泵出口管道上分接管道至喷射液槽补液管,向喷射液槽补加循环料液;所述硫酸铵母液是硫酸铵装置中离心工序产生硫酸铵母液,经母液泵送至结晶器循环泵入口管道,是从经母液泵出口管分接管道至喷射液槽补液管;所述循环料液补加量不超过尾冷凝器产生的凝液量。

一种己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及硫酸与氨反应制硫酸铵技术领域,特别是一种己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的工艺装置及其应用。

背景技术

[0002] 目前国内多数化工生产企业和部分冶金企业,在处理副产硫酸或氨气时,常采用中和结晶工艺、选用DTB中和结晶器(draft tube baffle)即导流筒加挡板蒸发中和结晶器,是双套筒导流管挡板,属于典型的内循环式结晶器,循环效能较高;含氨物流与含硫酸物流一同通入DTB中和结晶器内,同步实现中和与结晶体工艺,反应生成含固硫酸铵颗粒的硫酸铵晶浆;中和过程产生大量热而使溶液中的水被大量汽化,实现硫酸铵溶液的提浓与结晶;当底部硫酸铵晶浆达到规定浓度后通过泵排出,再进行稠化、离心和干燥步骤,最终得到硫酸铵晶体产品。郭欣欣等的《MMA生产中副产硫酸铵结晶清母液资源化处理》[J].煤炭与化工,2019,42(3)一文介绍了应用连续的硫酸铵DTB中和结晶器处理甲基丙烯酸甲酯生产副产硫铵废液。中国专利CN201411372Y公开了DTB中和结晶器以焦炉煤气净化工程生产硫酸铵溶液为原料生产大颗粒硫酸铵的结晶装置,是通过优化结晶器内、外循环通道,提高了内循环速率,辅之以底搅拌方式控制结晶的成长,使结晶器内各处的过饱和度较低且均匀,得到了大颗粒硫酸铵产品。中国专利CN1757599A“一种生产硫铵的方法”,公开了采用中和结晶技术处理己内酰胺装置中贝克曼重排液,分离重排液中己内酰胺并生产硫酸铵。

[0003] 文捷的《己内酰胺硫铵新装置中和反应结晶技术》[J].企业技术开发,2005,24(9);王进的《己内酰胺生产中硫酸铵蒸发结晶和中和结晶对比》[J].中国化工贸易,2014(3);都详细介绍了己内酰胺生产中硫酸铵中和结晶工艺技术与参数。在己内酰胺的生产过程中,配套的硫酸铵装置多数采用中和结晶工艺,装置包括DTB中和结晶器、滗析器、稠厚器、离心机、干燥器等主要设备;含硫酸的重排液与氨中和反应多数采用带折流区的DTB型中和结晶器;重排液和气氨通过比值调节分别由结晶器环状分布器上的喷嘴进入导流筒,在导流筒及搅拌器作用下形成了内循环通道,含晶粒的硫酸铵溶液被快速“提升”至导流筒上部的沸腾表面,水分开始蒸发,浆液从沸腾表面沿导流筒外侧向下流动,在导流筒外侧较低的区域,因结晶器形状改变而使流动速率降低,一部分悬浮液通过搅拌器作用返回导流筒,另一部分向上流动至折流区;在该区域因密度差,晶体与酰胺油发生沉降分离,含少量硫酸铵溶液的酰胺油层被酰胺油排出泵送往滗析器进行再分层;从折流区中部被结晶器循环泵抽出部分含硫酸铵晶粒的浆液,先在结晶器循环泵入口管线上与一部分凝液混合,又在该循环泵出口管线上与不饱和硫酸铵母液混合,然后返回导流筒内。当结晶器内硫酸铵的固含量达到设定值时,通过晶浆出料泵从底部抽出硫酸铵浆液送往稠厚器内。

[0004] DTB中和结晶器的操作压力控制在15KPa(A)左右;中和结晶器顶部汽相出口排出的蒸发汽进入表面冷凝器,被循环冷却水冷凝为凝液,自流至凝液罐而后被凝液泵增压,一部分凝液送入氨气进料管道内以溶解、吸收氨气,一部分凝液送至结晶器循环泵入口管道

以溶解细晶,少部分凝液用于各部位冲洗,最终返回到中和结晶器(101)内以平衡蒸发的水份;表面冷凝器排出的未冷凝汽则由蒸汽喷射真空泵抽出。

[0005] 上述硫酸铵中和结晶装置具有以下特点:1)该工艺装置的蒸发汽量很大,且蒸发汽温度偏低;2)冷却介质需要量很大,只能用循环冷却水作为冷却介质;3)受循环冷却水温度与冷热侧传热温差的限制,为保证结晶蒸发的真空度,需严格控制真空侧(蒸发汽)压降;4)DTB中和结晶器规格很大、表面冷凝器的面积大、蒸发汽排出管道粗大。以一套与己内酰胺装置配套建设的年产15万吨硫酸铵装置为例,每小时蒸发汽量约17吨,DTB中和结晶器顶部操作压力为15～20KPa(A),中和结晶器操作温度为55～65℃,循环冷却水耗量约1600m^3/h;中和结晶器直径约6.9米;自中和结晶器蒸发汽出口管道管径约1.2米;配置了2台换热面积为480m^{2}的列管式表面冷凝器。

[0006] 上述硫酸铵中和结晶装置仍有以下优化潜力:1)结晶器顶部蒸发汽相出料管管径大,管道费用高、配管难度大;2)采用外置的、间壁式表面冷凝器,真空侧的压降大;3)表面冷凝器的主体材质为不锈钢、设备规格大,布置占用较大的面积,综合投资高;4)采用蒸汽喷射真空泵,具有结构简单、工作可靠、寿命长,但存在效率低而蒸汽用量大,还需用循环冷却水对其动力蒸汽进行冷凝,加大了能耗;5)动力蒸汽被冷凝后,与工艺凝液混合后进入工艺系统,增加了工艺系统水量,加大了污水处理与排放量。

[0007] 中国专利CN103936032B公开了一种大颗粒硫酸铵产品的生产方法,采用中和结晶工艺和设备,通过控制DTB中和结晶器内硫酸的质量百分数,生产大颗粒硫酸铵。中国专利CN211798914U公开了一种硫铵结晶器,通过调整重排喷嘴的安装位置,实现导流筒内的中和反应更加充分、温度分布更加均匀,并降低了水蒸发过程中夹带的有机液滴。中国专利CN111530119A公开了一种串联的硫酸铵结晶方法及其装置,采用两个串联的结晶器、两效真空结晶工艺,充分了利用气氨溶解热、硫酸和氨的中和热,以第一效蒸发汽作为热源,减少循环冷却水消耗,提高大颗粒硫酸铵的比例。现有工业装置和公开技术都采用外置的、列管式表面冷凝器,都采用蒸汽喷射真空泵,未涉及冷凝方式与真空设施的优化改进。

[0008] 真空冷凝过程,真空侧压降因素是很重要的因素,影响真空冷凝器的设计、冷凝效果和真空度与抽吸能力;选用低压降的流程、设备与管道,有利于蒸发汽的冷凝,降低真空动力消耗。

[0009] 直接接触式冷凝器具有处理能力大、压降小、所需传热温差小,两相接触面积大、传热效率高的特点,适宜于工艺允许两种流体混合的场合,常用于气体的冷却或水蒸汽的冷凝;直接接触式冷凝器主要类型有液柱式冷凝器、液膜式冷凝器、充填塔式冷凝器、喷射式冷凝器4大类,其中1～3类是被冷凝的汽相与冷却介质在器内逆流流动,而喷射式冷凝器属于并流冷凝,汽相与从喷嘴喷出的冷却介质直接混合而被冷凝,夹带的不凝气从下部排出管流出,汽相冷凝过程压降极小,更适合真空场合使用;康川江的《水喷射冷凝器的设计与应用》[J].化工设计,2001,11(3)对其有较详细介绍。

[0010] 液体喷射真空泵在化工行业已有大量应用,其原理与结构与蒸汽喷射真空泵基本相同,由喷嘴、吸入室和扩压器三个主要部分组成,是利用流体流动时能量的互相转换和传递来实现抽气,具有一定压力的工作液自一组喷嘴高速喷出,呈锥形射向喉管,其静压能传换成动能,在喷嘴出口处造成局部真空,被抽流体由设备中被引射进入吸入室,进而与工作流体混合并被高速射流带走,经扩压器作用再把混合流体的动能换为压力能,气液混合物

从喷射泵出口排出。气液混合物至气液分离器,分离出不凝气,工作液经泵增压后至冷却器,工作液被冷却至要求的温度,返回至液体喷射泵的喷嘴。液体喷射真空泵适用于抽吸含可凝性汽体、粉尘、颗粒状介质,适合于工作液与工艺系统可兼容的场合,能采用水作为工作液的场合更具有优势。相对于蒸汽喷射真空泵,液体喷射真空泵有如下优点:1)不采用水蒸气作动力,效率相对高,能耗低;2)不需要大面积的冷凝器,安装简便;3)不额外产生废水;4)真空度调整方便;5)噪声很小。

[0011] 一个完整的喷射式冷凝器需配套喷射液槽、喷射液泵、喷射液冷却器以及仪表、管道等组成;一个完整的液体喷射真空泵包括需配套喷射液槽、喷射液泵、喷射液冷却器以及仪表、管道等组成;两者配套的设备相同,但相关工艺参数不尽相同。

[0012] 常见的喷射式冷凝器,单位汽相冷凝所需要的冷却介质量大;对于液体喷射真空泵,当抽气体量大、真空度高时,需要很大的喷射液量,特别是含凝汽量大的场合,需要的喷射液量更大;基于真空度、蒸发汽量与冷却介质等差别,不能简单将现有技术应于现有硫酸铵中和结晶装置。

[0013] 发明人在研究换热与真空技术过程中,发现制糖行业内采用的喷射雾化式冷凝器在特定条件下应用具有较好优势。叶智伟等的《论真空冷凝系统新设备—喷射雾化式冷凝器》[J],广西轻工业,2007,23(3)一文对喷射雾化式冷凝器在制糖行业应用及技术做了详细说明;中国专利CN201040758Y公开了属于制糖真空设备技术领域的一种结晶罐真空冷凝器,由进水管、集水室、壳体、锥管、尾管组成,集水室又分为冷凝段和抽吸段两部分,将汁汽(蒸发汽)冷凝段和抽吸段设计在一台冷凝器中,冷凝段是以雾化水来冷凝汁汽,抽吸段是以高速射流水来抽吸不凝气。中国专利CN107699640A公开了属于制糖真空工艺技术领域的一种水冷式高效真空冷凝器系统,包括汁汽发生罐、管道、水过滤装置、真空冷凝装置、水收集池、循环水池、吸水泵,通过管道连接在一起;采用多个雾化喷嘴和喷射喷嘴相结合的形式,有效提高真空度,节约用水量。上述两个专利采用的真空冷凝器的结构类似,属于直接接触冷凝器,是将喷射式冷凝器与水力喷射真空泵有机结合,设备腔内设计有喷雾喷嘴和喷射喷嘴,喷雾喷嘴通过喷出具有很大表面积的雾化水滴充分与汁汽快速混合与传热,使水汽迅速凝结成水而形成真空;余下的不凝气通过喷射喷嘴射出的射流水抽吸而排出尾管,从而达到稳定高真空的目的。

[0014] 在制糖工业中,真空煮糖、制糖结晶过程产生的汁汽(蒸发汽)大,真空冷凝器冷凝负荷很大,需要的冷却水量也很大,多采用河水等天然水作为冷却水,存在入口水温低、不限制出口水温度,一次性使用后排出的使用特点;该技术具有真空度稳定、相对节能等特点;但该技术中用冷却水量和喷射水量过大,且一次性用水不适应于大型化工装置生产需要,更不符合绿色环保的发展理念。

发明内容

[0015] 本发明技术的目的就是针对现有技术存在的不足,发明人分析了己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的DTB中和结晶工艺和设备的特点与要求,研究液体喷射真空泵、喷射式冷凝器、喷射雾化式冷凝器等技术,通过将喷雾冷凝真空技术与硫酸铵DTB中和结晶器工艺技术进行组合、改进,创造性提出一种低压降、低能耗、更环保、投资省的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置及其在己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵中

应用。

[0016] 一种己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置,包括DTB中和结晶器;DTB中和结晶器本体内设有内置的主冷凝器,结晶器本体外设置有尾冷凝器、凝液系统等相关设备组成中和结晶工艺和装置;所述的主冷凝器还配套有集液槽、集液斗、凝液出口及凝液管道;所述的尾冷凝器还配套真空设施、喷射液系统;所述的尾冷凝器,优选喷射式冷凝器;集液槽收集主冷凝器壳侧产生的凝液,并通过DTB中和结晶器筒体上的凝液出口排出,并自流至凝液系统;DTB中和结晶器顶部汽相出口连通至喷射式冷凝器,含不凝气的少量蒸发汽在喷射式冷凝器内被冷凝,不凝气被液体喷射真空泵抽吸而形成真空,含不凝气、凝液的喷射液从喷射式冷凝器底部排液口排至喷射液系统的喷射液槽内,再经喷射液泵加压、喷射液冷却器冷却,循环至喷嘴的喷射液入口,实现喷射液循环利用,排出的喷射液自流至凝液系统;主冷凝器上方和集液槽下方设有喷淋设施;采用中和结晶器循环料液作为喷射液的补加液,平衡后的喷射液自流至凝液系统;喷射液冷却器采用循环冷却水冷却。

[0017] 集液槽收集主冷凝器产生的凝液,途径集液斗、凝液出口,自流至凝液系统,凝液去向与现有工艺相同;余下的少量蒸发汽和不凝气从DTB中和结晶器顶部汽相出口排至尾冷凝器。未冷凝蒸发汽和不凝气在尾冷凝器内先被以喷射液作为冷却介质的喷雾冷凝器而冷凝,接着以喷射液作为动力介质的液体喷射泵抽吸并形成真空,含不凝气、凝液从尾冷凝器底部出口排至喷射液系统,再经喷射液泵加压至喷射液冷却器,被循环冷却水冷却至规定的温度,送至喷射式冷凝器喷射液入口,实现喷射液循环利用,平衡后的喷射液排至凝液系统,抽真空不采用蒸汽。

[0018] DTB中和结晶器具有筒体直径大、内部空间高的特点,发明人通过在DTB中和结晶器本体上部空间设置内置的主冷凝器,与中和结晶器构成一体化设备,冷凝器伸入在中和结晶器内换热部件不设置壳体,使大部分蒸发汽在无压降的条件下实现间壁冷凝,降低蒸发汽(真空)侧的压降;结晶器中和反应热产生的蒸发汽95%以上被主冷凝器被冷凝成液体,大大减少从DTB中和结晶器顶部汽相口向外排出的蒸发汽量,从而缩小了DTB中和结晶器顶部至尾冷凝器的汽相管管径和下游尾冷凝器冷凝冷却负荷。

[0019] 所述的主冷凝器为列管式冷凝器、板壳式冷凝器中的一种或组合,由1台或多台组成。中和结晶产生的蒸发汽可从多方位进入主冷凝器换热部件,不受折流板、管束(或壳板)与筒体间隙的影响,冷凝过程压力降可忽略;蒸发汽主要组份是水,水汽冷凝侧传热膜系数通常很大,大于管侧似热膜系数;主冷凝器的冷却介质是循环冷却水,走管侧(板程),与蒸发汽形成交错流,带走蒸发汽所释放的热量;冷凝器不设壳体、折流板对冷凝器的总传热系数影响较小,仍能保持冷凝器有较高的总传热系数;当水汽冷凝的真空度接近10KPa(a)时,低压降可明显地提高水汽冷凝温度,从而增大换热的对数平均温差,有利于冷凝进行。

[0020] 所述的主冷凝器的换热部件安装在DTB中和结晶器上部的汽相空间内,且处于DTB中和结晶器内的主冷凝器换热段不设置壳体。基于安装、内部空间和有效传热考虑,单台冷凝器壳体直径不宜超过Φ1500,最好不超过Φ1200,为了满足换热要求,结合DTB中和结晶器顶部可布置空间,按常规工程计算,综合确定内置的冷凝器规格与台数;本发明不要求所有冷凝器安装高度一致,以有利于降低蒸发汽侧压降、冷凝器有效传热和冷凝器设置;在不加大结晶器直径前提下,可按工程知识与设计规定适当加高DTB中和结晶器筒体,以增加顶部汽相空间高度,使各主冷凝器至结晶器的导流筒上方操作液面保持一定间距。

[0021] 所述DTB中和结晶器,其上部的汽相空间相应筒体壁上设有安装孔,所述安装孔朝筒体外焊接有与主冷凝器壳体直径相同的短管,短管长度以满足冷凝器需要;所述短管的出口端带有法兰,所述法兰将主冷凝器、主冷凝器管箱与短管连接与组合,实现DTB中和结晶器筒体与冷凝器管箱端的连接和固定;所述管箱上设有冷却水进口和出口,并分别与外部对应的冷却水上水、回水管相接;管箱、内部的分程隔板和冷却水进口和出口的设置,按通常工程做法设计。

[0022] 所述的主冷凝器,与安装于DTB中和结晶器内的钢梁、杆件等零件通过螺栓或/和焊接,实现主冷凝器在DTB中和结晶器内的固定、支撑或悬挂。主冷凝器换热部件几乎全处于中和结晶器内部,主冷凝器自身荷重重心也在中和结晶器内部,需在DTB中和结晶器内设置相应支撑梁、杆及等部件,既用于支撑主冷凝器各类荷载,还起固定或限制冷凝器位移等作用,再可便于主冷凝器的安装与维修;支撑梁的设置部位、数量与规格,与主冷凝器的规格、数量和布置有关,按常规工程技术进行设计。

[0023] 所述的集液槽,设置于主冷凝器换热部件的正下方,所述集液槽的集液区域不小于主冷凝器自正上方的投影区域;所述集液槽,可以是凹槽形式,也可是带挡板的园弧形板;所述集液槽,其凝液出口端与结晶器筒体内侧紧密连接,坡向凝液出口端,坡角范围1°～10°。DTB中和结晶器中和热产生的蒸发汽上升至主冷凝器周边,与循环冷却水进行热交换、释放潜热冷凝成液态,凝液受重力作用滴落至下方的集液槽,集液槽应设置于主冷凝器下方,集液区域应能覆盖对应上方主冷凝器凝液可能落下区域,保证收集到所有凝液。

[0024] 所述的集液槽,其凝液出口端与结晶器筒体内侧紧密连接,是指连接部件间不存在发生漏液的缝隙或缺口;除了按发明所述设置集液槽外,技术要求集液槽朝凝液出口端保持一定向下坡度;使集液槽中的凝液不应溢流或泄漏至DTB中和结晶器蒸发面;集液槽的水平坡角与凝液量、集液槽规格相关,这些是工程技术常识,能通过常规的工程计算并进行设计。

[0025] 所述的集液斗,设置于集液槽排出端与DBT结晶器筒体相接部位的内侧,集液斗、集液槽排出端和结晶器筒体三者间都是紧密相接的,集液斗与集液槽排出端的端板通过类似联接槽或板紧密相接;所述集液斗的功能与蒸馏塔的集液斗功能一样,集液斗深度、容积,与筒体、管口连接方式也与蒸馏塔的集液斗要求相同,按常规工程知识进行设计,使凝液不溢流或泄漏回结晶器内。

[0026] 所述的凝液出口,是开设在集液斗与结晶器筒体结合部位壁上的管口,凝液出口底部不高于集液斗底部,以利于排放和排净。所述凝液出口、集液斗、主冷凝器、集液槽是一一对应的,保证集液槽收集的凝液从集液槽顺利自流至收集斗,再从凝液出口顺利排出,最后通过外部管道自流至结晶装置配套的凝液系统;集液槽收集主冷凝器壳侧产生的凝液,集液槽内的凝液流至集液斗,再经凝液出口、外部管道自流至凝液系统;所述集液槽、集液斗、凝液出口的规格都能按常规工程知识计算,三者间连接方式、机械强度等能按通用机械进行设计。

[0027] DTB中和结晶器为真空操作,凝液系统的设置和管道设计应使凝液有足够的位差保证顺利自流,且应有液封功能,防止外部气体窜入DTB中和结晶器内,这是工程设计的常规要求与做法。

[0028] 所述的主冷凝器上方和集液槽下方设有喷淋设施,其特征在于,主冷凝器上方设

有一组或多组喷淋喷头,集液槽下方设有一组或多组喷淋喷头,应覆盖各自被冲洗设备水平投影区域;喷淋液来自本中和结晶器装置内的凝液系统,凝液主要组份是水,几乎不含硫酸铵,用凝液为介质去冲洗、溶解以除去可能粘结于部件上的硫酸铵晶体;喷淋喷头数量、布置和所需凝液量,可按工程专业手册提供的方法进行计算与布置。

[0029] 所述的尾冷凝器,外置于中和结晶器,可采用直接接触冷凝器,也可采用间壁式冷凝器,优选直接接触冷凝器,直接接触冷凝器具有冷凝效果好、传热温差小、冷凝过程压降小等特点,更重要的是本发明工艺技术中的凝液需返回中和结晶装置再使用,使得采用装置内液体(如凝液、循环料子液)作为直接冷却的冷却介质具有兼容性;公开技术采用的是间壁式表面冷凝器,冷却水在换热器冷侧以间接方式冷凝蒸发汽,间壁式冷凝器可以是列管式换热器、螺旋板式换热器、板式换热器中的一种或组合,现行技术多为列管式换热器;所述的直接接触冷凝器,其型式有:液柱式冷凝器、液膜式冷凝器、充填塔式冷凝器、喷射式冷凝器,优选喷射式冷凝器,冷凝过程压降极小,流体间接触面积大、冷凝效果好。

[0030] 所述的喷射式冷凝器,冷凝器本体腔内上部空间安装有喷嘴,壳体设置有汽相入口和喷射液入口,冷凝器底部有排液口,垂直布置;所述的喷嘴,有常规喷嘴和雾化喷嘴,优选雾化喷嘴;DTB中和结晶器内未被冷凝少量的蒸发汽和不凝气自其顶部汽相出口排至尾冷凝器汽相入口,与从喷射液腔分配至雾化喷嘴、经雾化喷嘴后呈雾化态喷射液直接接触,实现低压降、快速冷凝与冷却,凝液与喷射液因重力作用而落入喷射式冷凝器下部的集液管。

[0031] 所述的真空设施,用于抽吸尾冷凝器冷凝后的不凝气以形成所要求的真空度,真空设施可选液体喷射真空泵、液环真空泵和罗茨真空泵中的一种或组合,优选液体喷射真空泵;本发明技术通过优化改进,采用装置内已有的工艺液体作为喷射真空泵的喷射液的液体介质,不仅有利于稳定系统真空度,还有利于减少废水排放,不用蒸汽喷射真空泵,以节约能源。

[0032] 所述的喷射式冷凝器和液体喷射真空泵的设置,两者可各自独立设置,也可是将液体喷射真空泵嵌入喷射式冷凝器筒体内,称为喷射式真空冷凝器的设置;所述独立设置,喷射式冷凝器排出的不凝气要通过外部管道排至液体喷射真空泵;优选喷射式真空冷凝器,喷射冷凝后的气体立即被液体喷射抽吸,具有设备紧凑、冷凝与抽真空过程的压降小等特点。

[0033] 所述的喷射式真空冷凝器,其特征在于,是在喷射尾冷凝器筒体内上部自上而下设置有用于冷凝冷却的雾化喷嘴和用于抽真空的喷射喷嘴,筒体以下部位依次设置有扩散管、集液管,底部设有排液口;所述的雾化喷嘴和喷射喷嘴都在冷凝器壳体设有各自喷射液入口与喷射液腔,并通过管道与喷射液系统的喷射液冷却器出口端相接;所述的喷射喷嘴,垂直安装,喷射液经喷射喷嘴垂直向下高速喷出,对被雾化冷凝冷却后的不凝气进行抽吸而形成真空,含不凝气、凝液的喷射液经喷射真空尾冷凝器的扩散管、集液管,从底部的排液口排至喷射液系统的喷射液槽。对于给定工艺条件如冷凝负荷、真空度、冷却介质条件等,按现有公开技术资料所述公式与数据,设计喷射真空冷凝器,设计包括确定喷射真空冷凝器的规格、喷射真空冷凝器各部分尺寸,以及喷雾喷嘴与喷射喷嘴的规格、数量和分布,确保所设计成果既能达到冷凝效果,又能满足系统真空度的要求。

[0034] 所述的喷射液系统,包括喷射液槽、喷射液泵和喷射液冷却器等;所述喷射液槽设

有喷射液返回口、喷射液出口、溢流口、补液口,顶部设有排气口;喷射液、凝液挟带少量不凝气,在重力作用下从喷射真空尾冷凝器底部排液口一同流入喷射液槽,在喷射液槽中进行气液分离,其中不凝气从喷射液槽排气口经高点排放管排放,喷射液则从喷射液槽喷射液出口流至喷射液泵入口;喷射液经喷射液泵加压,在喷射液冷却器被循环冷却水冷却至规定温度后,循环至喷射真空尾冷凝器的雾化喷嘴和喷射喷嘴对应入口,实现喷射液循环利用;在冷凝过程所生成的凝液和补加的循环浆料都增加了系统的喷射液,多余部分的喷射液经喷射液槽溢流口及相应管道排至凝液系统,实现喷射液系统工作液平衡。

[0035] 所述的喷射液系统,冷凝的雾化喷嘴和抽真空的喷射喷嘴共用一套喷射液系统。

[0036] 上面所述的己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的装置在己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵过程中的应用:

[0037] 氨气、重排液经各自喷嘴进入DTB中和结晶器内,中和结晶器操作压力10-25KPa(a)、操作温度约40-60℃。中和结晶热产生的蒸发汽90-95%在主冷凝器壳侧被冷凝,凝液由主冷凝器下方的集液槽收集,流入集液斗、凝液出口排出结晶器,再自流至凝液系统,凝液去向与公开技术工艺相同。

[0038] DTB中和结晶器内未被主冷凝器冷凝的蒸发汽和不凝气,自其顶部汽相出口排至尾冷凝器汽相入口,在尾冷凝器(喷射式真空冷凝器)与雾化的喷射液直接接触而被冷凝,不凝气等组份被液体喷射抽吸而形成真空,所有流体而后途经喷射真空尾冷凝器的扩散管、集液管,最后从其底部的排液口排至喷射液系统的喷射液槽中;在喷射液槽中喷射液进行气液分离,不凝气从喷射液槽排气口经高点排放管排放,喷射液则从喷射液槽喷射液出口流至喷射液泵入口;喷射液经喷射液泵加压,在喷射液冷却器被循环冷却水冷却至规定温度后,循环至喷射真空尾冷凝器的雾化喷嘴和喷射喷嘴对应入口,实现喷射液循环利用;从结晶器循环泵出口管分接管道至喷射液槽补液口,将循环料液补加至喷射液系统;喷射液系统平衡后的喷射液经喷射液槽溢流口及相应管道排至凝液系统,回到结晶器内。

[0039] 所述的喷射液是DTB中和结晶器的循环料液、硫酸铵母液中的一种或两种与尾冷凝器的凝液混合而成,不含硫酸铵晶体;所述的凝液是喷射式真空冷凝器运行过程中蒸发汽的冷凝产生;所述循环料液是指结晶器循环泵从结晶器折流区中部抽出的、含硫酸铵的浆液,是从结晶器循环泵出口管上分接管道至喷射液槽补液管;所述的硫酸铵母液是硫酸铵装置离心工序产生硫酸铵母液,经母液泵送至结晶器循环泵入口管道而最终进入中和结晶器内,用做喷射液时是从经母液泵出口管分接管道至喷射液槽补液管,向喷射液槽补加循环料液;所述循环料液最大加入量以保证喷射液处于不饱和状态、不含有晶体,控制循环料液加入量不超过尾冷凝器产生的凝液量;所述循环料液最小加入量应保证进入尾冷凝器的喷射液PH值小于7。

[0040] 所述喷射液冷却器,其特征在于,采用间壁式冷却器,是列管式换热器、螺旋板式换热器、板式换热器中的一种或组合,优选板式换热器。板式换热器能提供更小的传热温差,特别适应于液-液换热场合,以获得更的换热效率与更低喷射液出口温度。

[0041] 所述喷射液冷却器,其特征在于,其冷却介质采用的是循环冷却水;所述循环冷却水,是主冷凝器所用的循环冷却水的一部分或全部,先作为喷射液冷却器的冷却介质,经过喷射液冷却器换热后再至主冷凝器冷却水入口,控制经过喷射液冷却器的冷却水进出温差不超过1℃;冷却介质采用大流量、低温升,使喷射液冷却器在不使用低温冷却水前提下,以

获得最大的对数平均温差,以降低喷射液出口温度,该温度是至尾冷凝器入口温度。

[0042] 所述的一种己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的方法,至尾冷凝器入口的喷射液温度不超过45℃,优选为35～40℃。该温度是喷射液经上述喷射液冷却器冷却后达到的。

[0043] 所述的一种己内酰胺重排液与氨中和结晶生产硫酸铵的方法,自尾冷凝器底部排出的循环喷射液温度不超过55℃,优选为40～50℃;排出的循环喷射液温度不应超过抽真空所允许的最高温度,该最高温度理论值是喷射液对应真空度下的饱和温度。

[0044] 所述的至尾冷凝器的喷射液入口温度、自尾冷凝器排出的喷射液温度,与工艺要求的真空度、冷凝负荷、真空负荷、喷射液量、外部冷却介质等有关;针对给定工艺条件,包括进入喷射真空冷凝器汽相量、不凝气量,中和结晶器的真空度,先设定的喷射液入口温度与排出温度,按照公开技术资料计算出冷凝喷射液量和抽真空喷射液量,并由此推算至喷嘴入口的最小工作压力,在喷射液进出温差、流量和压力间找到一个优化值。在冷凝喷射液入口管和抽真空喷射入口管设置调节设施,确保至真空尾冷凝器内两个喷嘴的喷射液符合要求。上述工作属于常规工程计算,行业工程师能按设计手册或数据进行设计,设计包括喷嘴在内喷射真空尾冷凝器,以及相关设备、工艺流程、仪表及管道等。

[0045] 本发明技术的有益效果是:

[0046] 1、采用内置的主冷凝器,取消了伸入中和结晶器内冷凝器换热段的壳体,结晶器的蒸发汽可多方位直接进入冷凝器管束(或板片)间而被循环冷却水冷凝,不再经过管道、进出口管、折流板,消除了蒸发汽侧的冷凝过程压降,降低抽真空负荷,有利于传热和蒸发汽充分冷凝。

[0047] 2、绝大部分蒸发汽在主冷凝器被冷凝后,大幅减小中和结晶器顶部外排的蒸发汽量、大大缩小DTB中和结晶器汽相管管径,降低了该管道的设计难度与投资。

[0048] 3、尾冷凝器采用喷射式冷凝器,冷却介质经喷射后以雾状与蒸发汽有更大表面积、直接接触而实现高效传热,实现低传热温差、低压降、快速冷凝效果。

[0049] 4、采用喷雾冷凝与液体喷射抽真空组合一体的喷射式真空冷凝器,既简化冷凝与真空设施设备,消除了不凝气在两设备间的流动阻力,进一步降低系统压降、真空泵需要的真空度和能耗。

[0050] 5、采用液体喷射抽真空,不采用蒸汽作为动力介质,降低了能源消耗。

[0051] 6、采用中和结晶器循环料液作为喷射液补加液,运行时不用外部补水也不向外部排水,更环保;同时由于结晶器循环料液为硫酸铵溶液,可再次提高真空系统的真空度。

[0052] 7、喷射液冷却器采用大流量、低温升循环冷却水,操作真空度更稳定。

附图说明

[0053] 图1本发明技术DTB中和结晶器系统示意图。

[0054] 附图1中,中和结晶系统100主要包括:DTB中和结晶器101,中和结晶器筒体102,导流筒103,分隔筒104,折流区105,冲洗设施106,除沫设施107,搅拌器108,结晶器循环泵110,晶浆出料泵111,酰胺油排出泵112,蒸发汽管115,硫铵母液管116,循环料液管117,主冷凝器151,集液槽152,集液斗153,凝液出口154,凝液管155。

[0055] 图2本发明技术DTB中和结晶器装置工艺流程图之一。

[0056] 附图2中,工艺流程由中和结晶系统100、喷射真空尾冷凝系统200、凝液系统300、喷射液系统400组成,其中:

[0057] 中和结晶系统100主要包括:DTB中和结晶器101,中和结晶器筒体102,导流筒103,分隔筒104,折流区105,冲洗设施106,除沫设施107,搅拌器108,结晶器循环泵110,晶浆出料泵111,酰胺油排出泵112,蒸发汽管115,硫铵母液管116,循环料液管117,硫铵母液支管118,循环料液支管119,主冷凝器151,集液槽152,集液斗153,凝液出口154,凝液管155。

[0058] 喷射真空尾冷凝系统200主要包括:喷射真空尾冷凝器210,喷射真空尾冷凝器筒体211,雾化喷嘴212,喷射喷嘴213,扩散管214、集液管215,汽相入口216,雾化喷射液腔217,抽真空喷射液腔218,雾化喷射液管220,抽真空喷射液管221,排液管222。

[0059] 凝液系统300主要包括:凝液罐301,凝液泵302,凝液返回管303。

[0060] 喷射液系统400主要包括:喷射液槽401,喷射液泵402,喷射液冷却器403,溢流管404,不凝气排放管405,喷射液管406,补液管407,冷却上水管408,冷却水旁路409,冷却水管410。

[0061] 图3本发明技术DTB中和结晶器装置工艺流程图之二。

[0062] 附图3中,工艺流程由中和结晶系统100、喷射尾冷凝系统200A、凝液系统300、喷射液系统400、液环真空系统500组成,其中:

[0063] 结晶系统100主要包括:DTB中和结晶器101, 中和结晶器筒体102,导流筒103,分隔筒104,折流区105,冲洗设施106,除沫设施107,搅拌器108, 结晶器循环泵110,晶浆出料泵111,酰胺油排出泵112,蒸发汽管115,硫铵母液管116,循环料液管117,硫铵母液支管118,循环料液支管119,内置的主冷凝器151,集液槽152,集液斗153,凝液出口154,凝液管155。

[0064] 喷射尾冷凝系统200A主要包括:喷射尾冷凝器210Ａ,喷射尾冷凝器筒体211A,雾化喷嘴212,雾化喷射液腔217,真空气管219,雾化喷射液管220,排液管222。

[0065] 凝液系统300主要包括:凝液罐301,凝液泵302,凝液返回管303。

[0066] 喷射液系统400主要包括:喷射液槽401,喷射液泵402,喷射液冷却器403,溢流管404,喷射液管406,补液管407,冷却上水管408,冷却水旁路409,冷却水管410,

[0067] 液环真空系统500主要包括:液环真空泵501,气液分离罐502,工作液冷却器503,工作液补液管504,不凝气排放管505,工作液排出管506。

[0068] 图4为现有公开技术DTB中和结晶器装置工艺流程示意图。

[0069] 附图4中,工艺流程由中和结晶系统100、真空冷凝系统200B、凝液系统300组成,其中:

[0070] 中和结晶系统100主要包括:DTB中和结晶器101,中和结晶器筒体102,导流筒103,分隔筒104,折流区105,冲洗设施106,除沫设施107,搅拌器108, 结晶器循环泵110,晶浆出料泵111,酰胺油排出泵112,蒸发汽管115,硫铵母液管116,循环料液管117。

[0071] 真空冷凝系统200B主要包括:冷凝器201,一级蒸汽喷射泵202,一级喷射冷凝器203,二级蒸汽喷射泵204,二级喷射冷凝器205,凝液排出管206,凝水排出管207,未凝汽管208,不凝气排放管209。

[0072] 上述图中英文代号含义,SML-中压蒸汽,压力0.9Mpa,过热不小于5℃;CWS-循环冷却水(上水),上水温度33℃;CWR-循环冷却水(回水),回水温度40℃;RWS-低温冷却水(上

水),上水温度7℃;RWR-低温冷却水(回水),回水温度12℃。

[0073] 上述图中所述装置内是指包含了本发明技术装置及其紧密相关的工艺工序,如:滗析、稠厚、离心和干燥工序,以制得固体硫酸铵。

[0074] 上述图中所述装置外是指未包括在上述装置内的物料、物流和设备等。

具体实施方式

[0075] 结合附图,对本发明技术作进一步的描述,但本发明的保护范围不限于此:

[0076] 实施例1:

[0077] 己内酰胺重排液与氨中和结晶装置,硫酸铵产能为15万吨/年。

[0078] DTB中和结晶器(101)本体内设置内置的主冷凝器(151),中和结晶器(101)本体外设置有喷射真空尾冷凝系统(200)、凝液系统(300)等;喷射真空尾冷凝系统(200)采用喷射真空尾冷凝器(210),配套喷射液系统(400),工艺流程如附图2。

[0079] 来自装置外的氨气、重排液通过比值调节加入量,氨气被凝液返回管(303)来的凝液溶解、吸收成氨水,氨水、重排液经各自喷嘴进入DTB中和结晶器(101)内;在导流筒(103)及搅拌器(108)作用下形成内循环,含晶粒的硫酸铵溶液被快速升至导流筒上部的沸腾表面,水分开始蒸发,晶浆液从沸腾表面沿导流筒外侧向下流动,在导流筒外侧较低的区域,因结晶器形状改变而使流动速率降低,一部分悬浮液通过搅拌器作用返回导流筒,另一部分向上流动至折流区(105)。在折流区(105)因密度差,晶体与酰胺油发生沉降分离,含少量硫酸铵溶液的酰胺油层被酰胺油排出泵(112)送往装置内的滗析器进行再分层;从折流区(105)中部被结晶器循环泵(110)抽出部分含硫酸铵晶粒的浆液,自装置外来含硫铵工艺水、后续工序母液循环泵送来的不饱和硫酸铵母液、以及其余的返回凝液,都接至结晶器循环泵(110)入口管线,与管内的循环硫酸铵浆液混合,然后返回导流筒(103)内。当中和结晶器(101)底部的硫酸铵固含量达到设定值时,通过晶浆出料泵(111)从底部抽出硫酸铵浆液送往装置内稠厚器进行增稠与分离。

[0080] 中和结晶器顶部操作压力15KPa(a)、操作温度约60℃。中和结晶热产生的蒸发汽95%在主冷凝器(151)壳侧被冷凝,凝液由主冷凝器(151)下方的集液槽收集(152),流入集液斗(153)并经凝液出口(154)排出中和结晶器(101),通过凝液管(155)自流至凝液系统(300),凝液去向与公开工艺技术相同。

[0081] DTB中和结晶器(101)内未被主冷凝器(151)冷凝的蒸发汽和不凝气,自中和结晶器(101)顶部汽相出口、蒸发汽管(115)排至喷射真空尾冷凝器(210)汽相入口(216)进入喷射真空尾冷凝器(210),与雾化喷嘴(212)喷射的喷射液直接接触而被冷凝,不凝气等组份被喷射喷嘴(213)的喷射液体抽吸而形成真空,所有流体而后途经喷射真空尾冷凝器(210)的扩散管(214)、集液管(215),最后从其底部的排液口、排液管(222)排至喷射液系统(400)的喷射液槽(401)中;在喷射液槽(401)中喷射液进行气液分离,不凝气从喷射液槽(401)排气口经高点不凝气排放管(405)排放,喷射液则从喷射液槽喷射液出口流至喷射液泵(402)入口;喷射液经喷射液泵(402)加压,在喷射液冷却器(403)被循环冷却水冷却至规定温度后,循环至喷射真空尾冷凝器的雾化喷射液腔(217)和抽真空喷射液腔(218)对应入口管,实现喷射液循环利用;从结晶器循环泵(110)循环料液管(117)分接循环料液支管(119)至喷射液槽(401)补液管(407),将循环料液补加至喷射液系统(400);喷射液系统平衡后的喷

射液经喷射液槽(401)的溢流管(404)排至凝液系统(300)的凝液罐(301),最终返回到中和结晶器(101)内。

[0082] 主冷凝器(151)采用列管式,伸入中和结晶器(101)内的换热段不带壳体,共3台,规格分别为:Φ1100X4500,Φ1100X6000,Φ1100X4500,三台换热器的总换热面积为1250m^2,水平安装于中和结晶器(101)上部汽相空间;冷却介质为循环冷却水,上水温度约为34℃、出水温度40℃,水量1465m^3/h。

[0083] 喷射真空尾冷凝器(210)采用喷射式真空冷凝器,是喷射冷凝与真空设备合为一体,1台,规格Φ900X2000,喷射液入口温度39℃,喷射液入口温度43℃,尾冷凝器顶部真空度为14KPa(a)。尾冷凝器中冷凝用雾化喷嘴(212)和抽真空的喷射喷嘴(213)共用一套喷射液系统(400),主要设备有:喷射液槽(401)、喷射液泵(402)、喷射液冷却器(403)。

[0084] 喷射液泵(402)主要参数:扬程35m,流量150m^3/h,电机功率22kw。

[0085] 喷射液冷却器(403),1台,板式换热器,换热面积72m^2,进入该冷却器循环冷却上水为494m^3/h,约占主冷凝器(151)冷却水上管(408)的三分之一,先经喷射液冷却器换热升温至33.8℃,然后与经冷却水旁路(409)其余冷却水在冷却水管(410)混合,至主冷凝器(151)冷却水入口;喷射液冷却器(403)出口的喷射液被降温至39℃。

[0086] 结晶器循环泵(110)向喷射液槽(401)补加的循环料液量为750kg/h。

[0087] 本技术方案公用工程消耗:电19kw;循环冷却水1465m^3/h;不用蒸汽和低温冷却水。

[0088] 实施例2:

[0089] 己内酰胺重排液与氨中和结晶装置,硫酸铵产能为15万吨/年。

[0090] DTB中和结晶器(101)本体内设置内置的主冷凝器(151),中和结晶器(101)本体外设置有喷射尾冷凝系统(200A)、凝液系统(300)等;喷射尾冷凝系统(200A)采用喷射尾冷凝器(210A),配套喷射液系统(400);真空设施设立独置,采用液环式真空系统(500),工艺流程如附图3。

[0091] 来自装置外的氨气、重排液通过比值调节加入量,氨气被凝液返回管(303)送来的凝液溶解、吸收成氨水,氨水、重排液经各自喷嘴进入DTB中和结晶器(101)内;在导流筒(103)及搅拌器(108)作用下形成内循环,含晶粒的硫酸铵溶液被快速升至导流筒上部的沸腾表面,水分开始蒸发,晶浆液从沸腾表面沿导流筒外侧向下流动,在导流筒外侧较低的区域,因结晶器形状改变而使流动速率降低,一部分悬浮液通过搅拌器作用返回导流筒,另一部分向上流动至折流区(105)。在折流区(105)因密度差,晶体与酰胺油发生沉降分离,含少量硫酸铵溶液的酰胺油层被酰胺油排出泵(112)送往装置内的滗析器进行再分层;从折流区(105)中部被结晶器循环泵(110)抽出部分含硫酸铵晶粒的浆液,自装置外来含硫铵工艺水、来自后续工序母液循环泵送来的不饱和硫酸铵母液、以及其余的返回凝液,都接至结晶器循环泵(110)入口管线,与管内的循环硫酸铵浆液混合,然后返回导流筒(103)内。当中和结晶器(101)底部的硫酸铵固含量达到设定值时,通过晶浆出料泵(111)从底部抽出硫酸铵浆液送往装置内稠厚器进行增稠与分离。

[0092] 中和结晶器顶部操作压力15KPa(a)、操作温度约60℃。中和结晶热产生的蒸发汽95%在主冷凝器(151)壳侧被冷凝,凝液由主冷凝器(151)下方的集液槽收集(152),流入集液斗(153)并经凝液出口(154)排出中和结晶器(101),通过凝液管(155)自流至凝液系统

(300),凝液去向与公开工艺技术相同。

[0093] DTB中和结晶器(101)内未被主冷凝器(151)冷凝的蒸发汽和不凝气,自中和结晶器(101)顶部汽相出口、蒸发汽管(115)排至喷射尾冷凝器(210A)汽相入口(216)进入在尾冷凝器(喷射尾冷凝器210A),与雾化喷嘴(212)喷射的喷射液逆流、直接接触而被冷凝,凝液与喷射液在重力作用下而落入喷射尾冷凝器(210A)下部的排液管(222)而排至喷射液系统(400)的喷射液槽(401)中;不凝气等未凝组份则从喷射尾冷凝器(210A)顶部气体出口排出,经真空气管(219)至液环真空泵(501)入口被抽吸而形成真空,气体从气液分离罐(502)排出并经不凝气排放管(505)高点排放。喷射液从喷射液槽(401)流至喷射液泵(402)入口,经喷射液泵(402)加压,在喷射液冷却器(403)被循环冷却水冷却至规定温度后,循环至喷射尾冷凝器(210A)的雾化喷射液腔(217)入口,实现喷射液循环利用;从结晶器循环泵(110)循环料液管(117)分接循环料液支管(119)至喷射液槽(401)补液管(407),将循环料液补加至喷射液系统(400)中的喷射液槽(401);液环真空系统(500)的工作液由喷射液泵(402)通过管道补加至气液分离罐(502)的工作液补液管(504);喷射液系统平衡后的喷射液经喷射液槽(401)的溢流管(404)排至凝液系统(300)的凝液罐(301);液环真空系统(500)平衡后的工作液通过工作液排出管(506)排至凝液系统(300)的凝液罐(301);最终返回到中和结晶器(101)。

[0094] 主冷凝器(151)采用列管式,伸入中和结晶器(101)内的换热段不带壳体,共3台,规格分别为:Φ1100X4500,Φ1100X6000,Φ1100X4500,三台换热器的总换热面积为1250m^2,水平安装于中和结晶器(101)上部汽相空间;冷却介质为循环冷却水,上水温度约为34℃、出水温度40℃,水量1465m^3/h。

[0095] 尾冷凝器采用喷射式冷凝器,尾冷凝器与真空设施分别设置。喷射式冷凝器,1台,规格Φ1000X1600,并配备一套喷射液系统;喷射液系统(400)主要设备有:喷射液槽(401)、喷射液泵(402)、喷射液冷却器(403);喷射液入口温度39℃,喷射液入口温度43℃,尾冷凝器顶部真空度为13.5KPa(a)。

[0096] 喷射液泵(402)主要参数:扬程32m,流量100m^3/h,电机功率18.5kw。

[0097] 喷射液冷却器(403),喷射液冷却器,1台,板式换热器,换热面积72m^2;进入该冷却器循环冷却上水为450m^3/h,不到主冷凝器(151)循环冷却上水(408)的三分之一,先经喷射液冷却器换热升温至34℃,然后与经冷却水旁路(409)的其余循环冷却水在冷却水管(410)汇合,再至主冷凝器(151)冷却水入口;喷射液被降温至39℃。

[0098] 液环真空系统(500),一套,包括液环真空泵(501)、气液分离罐(502)、工作液冷却器(503)等;操作参数:抽气量17m^3/min,液环真空泵(501)入口处真空度13.0KPa(a),电机功率30kw,低温冷却水消耗约20m^3/h。

[0099] 结晶器循环泵(110)向喷射液槽(401)补加的循环料液量为700kg/h;喷射液泵(402)向液环真空系统(500)的气液分离罐(502)补加的工作液量平均值为50kg/h。

[0100] 本技术方案公用消耗情况:新增用电44kw;循环冷却水1465m^3/h;新增低温冷却水20m^3/h;不用蒸汽。

[0101] 对比例1:

[0102] 按照实施例1、实施例2的产量规模,采用王进.己内酰胺生产中硫酸铵蒸发结晶和中和结晶对比[J].《中国化工贸易》2014年第3期,描述的己内酰胺硫酸铵装置中和反应结

晶技术,采用一个DTB型中和结晶器(101),采用外置式冷凝器(201),真空蒸汽喷射泵技术,工艺流程如附图4。

[0103] 中和结晶器操作压力15KPa(a)、操作温度约60℃。中和结晶热产生的蒸发汽从中和结晶器顶部汽相出口排出,经蒸发汽管(115)进入列管式冷凝器(201),被循环冷却水冷凝为凝液,经凝液排出管(206)自流至凝液罐(301);冷凝器(201)排出的未凝气则由蒸汽喷射真空泵抽出;蒸汽喷射真空泵为两级喷射,由一级蒸汽喷射泵(202)、一级喷射冷凝器(203)、二级蒸汽喷射泵(204)和二级喷射冷凝器(205)组成,排出的未凝气通过未凝汽管(208)至一级蒸汽喷射泵(202)被抽出与增压、接着至一级喷射冷凝器(203)冷凝,仍未被冷凝的气体至二级蒸汽喷射泵(204)又被抽出与增压,随后在二级喷射冷凝器(205)进一步冷凝,少量未被二级喷射冷凝器(205)冷凝的不凝气经不凝气排放管(209)安全高点排放;一级喷射冷凝器(203)和二级喷射冷凝器(205)的蒸汽冷凝水,通过凝液排出管(206)自流至凝液罐(301),凝液罐(301)内所有凝液被凝液泵(302)增压,经凝液返回管(303)循环回中和结晶系统(100)以平衡蒸发的水份,一部分凝液送入氨气进料管道内以溶解、吸收氨气,一部分送至结晶器循环泵(110)入口管道内以溶解循环浆料中的细晶,少部分凝液用于各部位冲洗,最终返回到中和结晶器(101)内。

[0104] 中和结晶器(101)顶部真空度均为15KPa(a),冷凝器(201)出口处真空度为12.5KPa(a),一级蒸汽喷射泵(202)入口处真空度均为12.0KPa(a)

[0105] 对比例1技术方案的公用消耗情况:电耗不新增,记为0;循环冷却水1600m^3/h;低温冷却水消耗不消耗,记为0;蒸汽消耗1200kg/h。

[0106] 公用价格:蒸汽,150元/t;电,0.65元/kw;循环冷却水,0.22元/m^3;低温冷却水,0.5元/m^3。

[0107] 硫酸铵产能为15万吨/年的硫酸铵结晶装置,实施例1、实施例2、对比例1公用工程消耗及计算成本,并作对比,情况如下表1。

[0108] 表1 本发明与现有技术对比

[0109]

项目	价格		实施例1		实施例2		对比例1	
	单位	数值	消耗./h	成本.元/h	消耗./h	成本.元/h	消耗./h	成本.元/小时
蒸汽	元/t	155	0	0	0	0	1.2	186
电	元/kw	0.65	19	1235	44	28.6	0	0
冷却水	元/m3	0.22	1465	322.3	1465	322.3	1600	352
冷冻水	元/m3	0.5	0	0	20	10	0	0
成本小计				334.65		360.9		538

[0110] 上述仅比较了实施例与对比例间公用工程消耗有差别方面,如生产装置按年操作8000小时计算,采用本发明技术一套15万吨/年的硫酸铵结晶装置一年可节省公用工程消耗折费用为:

[0111] (538-334.65)x8000=1626800(元/年)

[0112] 以上所述仅为本发明的部分实施例,并不用于限定本发明,也就是说,本发明并不局限于所述的实施例,本领域的技术人员在不脱离本发明的精神,即公开范围内,仍可作一些修正或改变,故本发明的权利保护范围以权利要求书限定的范围为准。

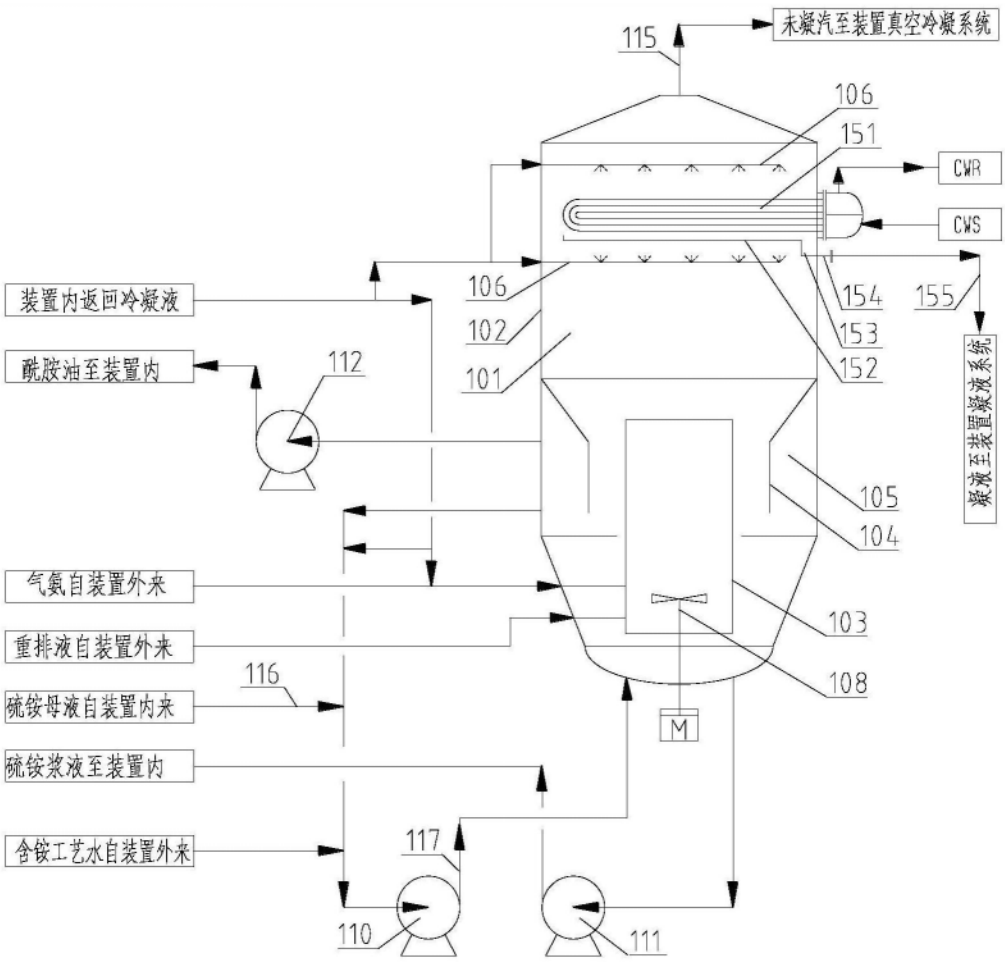

未凝汽至装置真空冷凝系统
115
106
151
CWR
CWS
106
154
155
装置内返回冷凝液
102
153
酰胺油至装置内
112
101
152
凝液至装置凝液系统
105
104
气氨自装置外来
103
重排液自装置外来
108
116
M
硫铵母液自装置内来
硫铵浆液至装置内
117
含铵工艺水自装置外来
110
111

图1

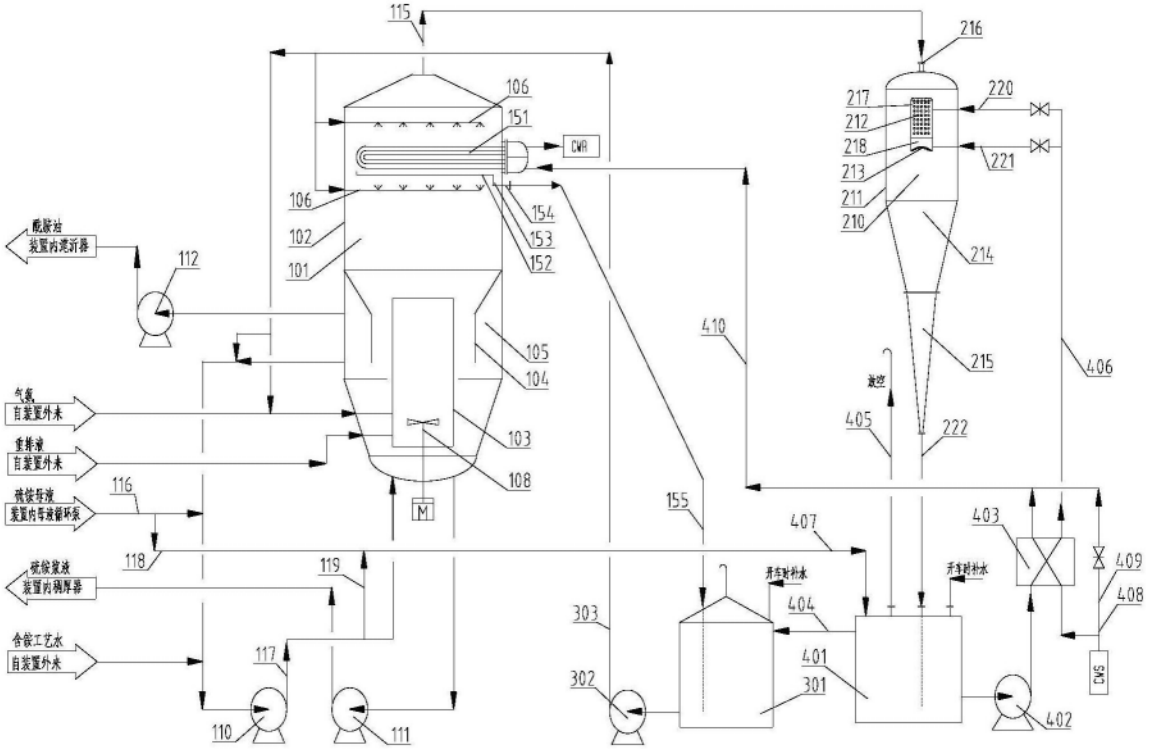

115
216
106
151
CWR
217
212
218
213
211
210
220
221
214
215
222
405
406
410
106
102
101
154
153
152
112
105
104
103
108
M
116
118
119
117
110
111
155
407
403
409
408
CWS
303
302
401
301
404
402
开车时补水
气氨
自装置外来
重烃液
自装置外来
硫铵母液
装置内母液循环泵
硫铵浆液
装置内铜厚器
含铵工艺水
自装置外来

图2

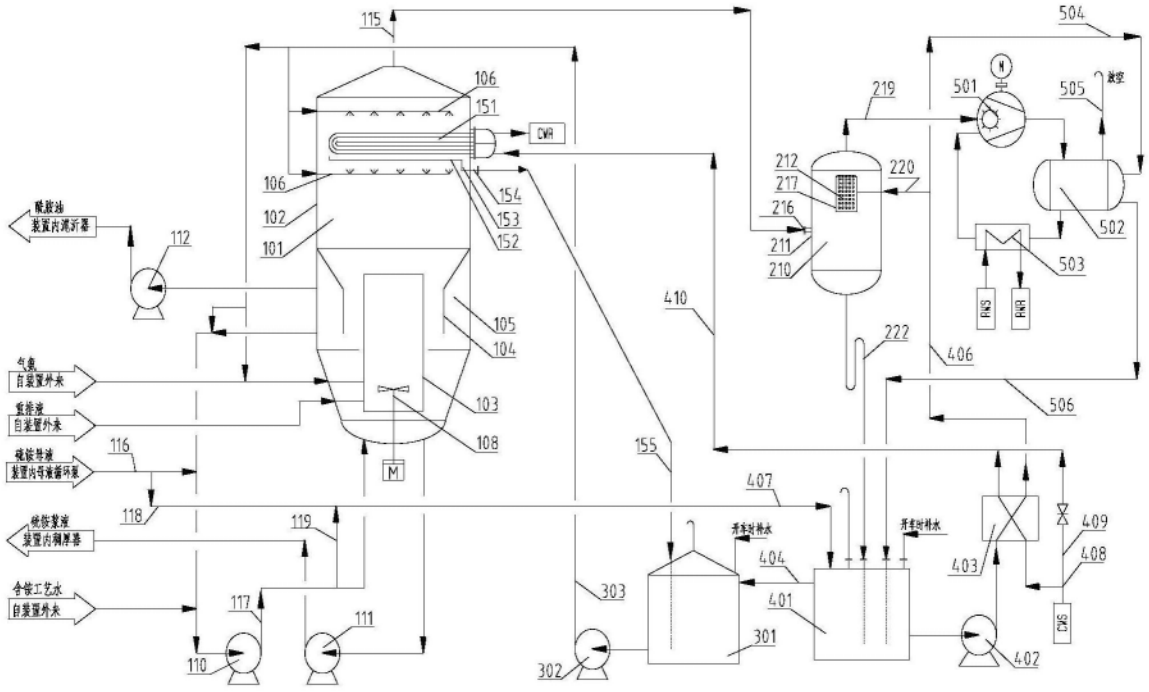

115
504
106
151
CWR
219
501
505
放空
212
217
216
211
210
220
502
503
CWS
CWR
222
406
506
410
106
102
101
154
153
152
112
105
104
103
108
M
116
118
119
117
110
111
155
407
403
409
408
CWS
303
302
401
301
404
402
开车时补水
气氨
自装置外来
重烃液
自装置外来
硫铵母液
装置内母液循环泵
硫铵浆液
装置内铜厚器
含铵工艺水
自装置外来

图3

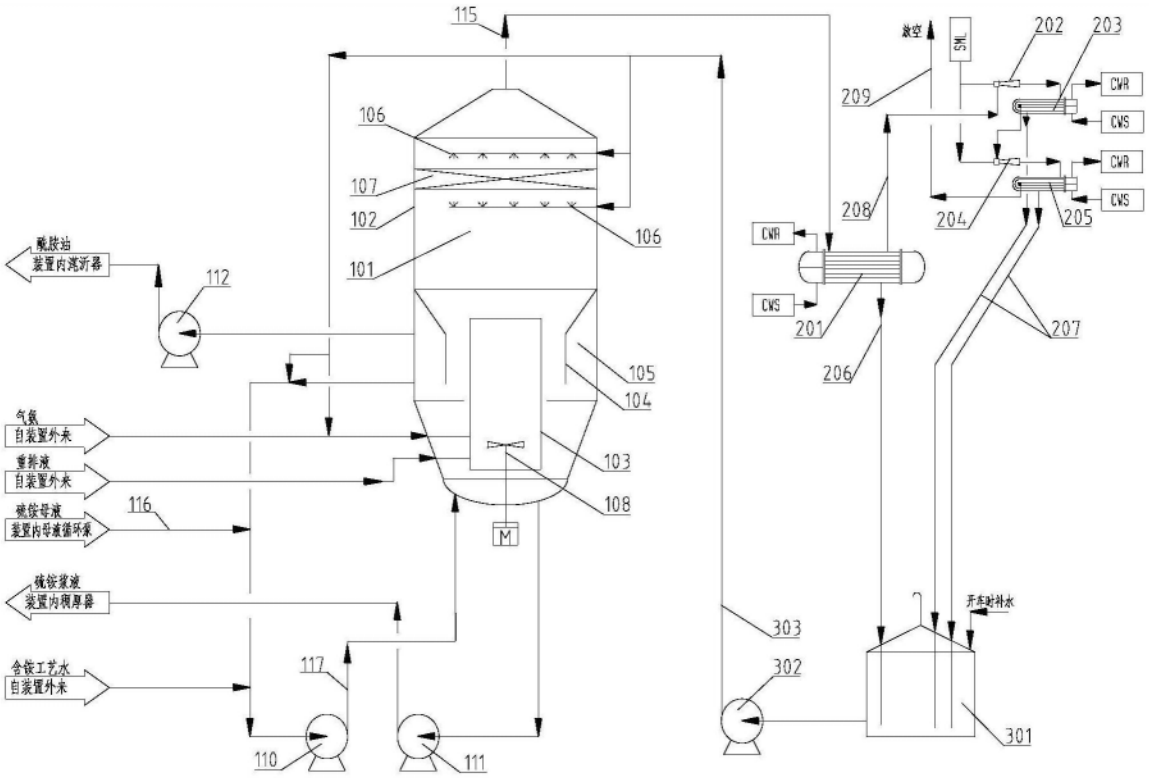

115
106
107
102
101
106
112
105
104
103
108
116
117
110
111
M
酰胺油
装置内浑沉器
气氨
自装置外来
重排液
自装置外来
硫铵母液
装置内母液循环泵
硫铵浆液
装置内稠厚器
含铵工艺水
自装置外来
放空
SWL
202
203
209
CWR
CWS
CWR
CWS
208
204
205
CWR
CWS
201
206
207
303
302
开车时补水
301

图4