

全精馏无氢制氮空分中氮系统的调优

王泽超

(新疆富蕴广汇新能源有限公司 新疆 乌鲁木齐 830002)

[摘要]针对全精馏无氢制氮系统的特性和操作相对复杂性,指出了氮系统和主塔间的关系平衡、操控的主要方面和启动时间的缩短等对氮系统的优化操作,以达到保持系统稳定,提高生产效益的目的。

[关键词]空分;全精馏制氮;粗氮塔;优化操作;启动时间

氮产品除了用于焊接外,还广泛用于炼钢业、灯泡业、电子工业等。由于氮市场需求大,利润高,又随着全精馏无氢制氮空分在国内的快速发展,很多气体生产单位对空分提氮系统的优化操作及提氮空分装置的挖潜改进都十分重视,也慢慢积累了相当的经验。兖矿国宏化工有限公司 3 万空分装置,采用分子筛变压吸附、增压透平膨胀机制冷、全精馏无氢制氮的内压缩流程,由四川空分设备集团有限责任公司设计、配套,属于典型的第六代空分工艺流程。本文就针对此流程阐述一下氮系统优化方面的操作。

1 主精馏塔与氮塔对应关系

空分主塔的稳定是氮塔工况正常的前提条件,同时粗氮塔精馏工况的好坏也将影响到主塔的稳定。在对氮系统进行调节时必须同时调节空分主塔和粗氮塔,才能获得尽可能高的氮提取率。

粗氮塔的原料气是来自上塔的氮馏分,来自下塔的液空给粗氮塔提供冷源,粗氮塔的回流液返回上塔,液空蒸汽和回流液空返回上塔。而在空分的主精馏塔中,进入下塔的氮组分将随着液空和污液氮流出,进入到上塔中,在塔板上上部冷凝,底部蒸发后在上塔中部形成一个氮富集区。氮组分从底部逐渐增加后达到最大值再逐渐下降,而粗氮塔进料所需的氮馏分就来自氮富集区偏下,也正是因为氮馏分抽口位置的相对固定,故精馏塔的工况改变也将影响氮富集区的移动而导致组分的变化,所以主精馏塔的工况与氮系统是相互制约相互平衡的。影响为氮富集区上移会造成氧含量增加,氮的提取率将减少;富集区下移的话,氮含量过高,将对粗氮塔冷凝器的换热情况造成影响,很容易出现不同程度的氮塞,破坏粗氮塔的精馏工况和主精馏塔的稳定。

2 控制氮系统的稳定运行

2.1 全精馏制氧流程把氮的精馏与主塔的精馏更紧密的联为一体,主塔的任何波动和调整都会对氮的精馏带来影响,因此应把氮塔的调整与主塔统一起来。对氮系统的调整不仅关系到氮的纯度及产量,而且影响到产品氧、氮的质量。

2.2 建立粗氮塔最佳精馏工况

由于大部分的氮损失在排放的污氮气中,故首先要使随污氮气排走的氮尽可能降至最小。通过适当降低液空纯度、合理选择粗氮塔冷凝器液空恒流量,以调节冷凝器蒸发侧液空氧含量来增大传热温差;保证粗氮塔的液空和液空蒸汽的温差,保证粗氮塔冷凝器的换热温差,以防止换热不足造成的精馏工况影响和氮塞的发生。液空液位要稳定轻微操作,合理设定回上塔的液空蒸汽流量及粗氮抽取量,以保证粗氮塔中适当的回流比,更有利于塔内的精馏,实践发现,要注意液空进入上塔和进入粗氮塔的阀门的变化,阀门在投入自动运行后有振荡的变化频率时要尽可能的打到手动操作,规律振荡说明氮馏分含氮量过高会有氮塞的可能。

2.3 防止上塔操作压力大幅波动

纯化系统充压时,氮馏分含氮量的波动较大,采取充压前开大空压机导叶来加大空气进纯化的量和压力,补充因充压而造成的空气量和压力的波动,从而避免了上塔压力下降,氮馏分氮氮组份的急促上升。在纯化泄压阶段,上塔的再生氮气不进入吸附器而经放空阀放空,由于阀门滞后性不能及时打开造成上塔憋压,引起操作压力大幅升高,氧氮和氮的分离能力减弱导致氮馏分中含氮量减少,氮含量升高,可提前开大放空来保证上塔压力的稳定。

2.4 保持产品氧纯度

因氧取出量过大,氧纯度降低,提馏段塔板上气相和液相的含氧浓度降低,由于每块塔板上氧、氮、氩三者浓度之和是 100%,因此塔板上氧、氮含量增加,富氮区的含氮量增加并下移,造成氮馏分含氮过

高。通常氧纯度波动 0.1%,氮馏分中氮含量变化 0.8~1%,所以氧纯度变化是引起氮馏分组成变化的主要因素,故在提氮工况中要保证氧、氮产量及纯度稳定。

2.5 保持主冷液面

主冷液面过高,温差会减小,上升蒸汽量减少,回流比增大,氧纯度降低,氮馏分含氮量就会升高。这种情况在液氮泵后、停泵时容易发生,运行氮泵要根据粗氮 II 塔底部液面高度及泵后压力相应调节外送阀和回流阀,避免大量的液体突然回流到上塔,造成主冷液面上升,氧纯度降低。若氮系统故障需临时停车,应果断停掉液氮泵,关闭阀门和回流粗氮 I 塔阀门,防止粗氮 II 塔底部的液氮大量回流主塔,影响氧纯度。

2.6 控制粗氮 I 塔顶部的含氧量

要控制粗氮 I 塔顶部的含氧量在 2~4% 范围内,并且要根据氮馏分中的含氧量、氮馏分量及粗氮 I 塔顶部的含氧量来决定粗氮产量,一般情况下氮馏分量是粗氮产量的 30~35 倍,粗氮 I 塔顶部的含氧量比正常含量低时有两个可能性:一方面原因可能是由于粗氮 II 塔顶部粗氮产品抽取量过小或粗氮 I 塔进口氮馏分的抽取量过大,造成后果是过剩氮通过粗氮 I 塔底部回流到主塔,使上塔底部液氧中混有大量液氮,造成产品氧纯度变坏。应采取增加粗氮 II 塔顶部粗氮产品抽取量或减小粗氮 I 塔进口氮馏分的抽取量等措施。另一方面如果出口处的氮馏分含氧量显示偏高,说明上塔内氮聚集区下移。氮馏分抽口处一般选择在氮聚集区氮含量的最高值略偏下一点,以防止氮馏分中含氮偏高,如果氮聚集区下移表现出氮馏分含氧量偏低,此时最危险的是过量氮的带入造成后果有可能引起“氮塞”。应采取降低污氮纯度、减少氧气产量、增大污氮流量、减小液氮回流量等措施,同时大量排放粗氮产品气体,将粗氮中的过量氮排除,恢复正常精馏工况。若生产需要少产或不产氮,那就必须增大污氮流量,使余氮通过污氮排出,以消除其对产品氧、氮纯度的影响。相反若粗氮 I 塔顶部的含氧量比正常含量低时则相反控制操作。

2.7 保持精馏塔的操作稳定

精馏塔在工况稍有波动时压力极易出现负压,负压会造成冷箱外湿空气倒吸入精馏塔中,冰冻结在管壁及换热器表面造成堵塞,因此应杜绝负压产生。如负压已产生,应马上关闭粗氮放空阀至恢复正压时在打开,调整进塔的液氮和蒸发氮气的量来提高塔内压力至逐渐恢复稳定。

3 调节优化以提高产量

3.1 降低空分设备的操作压力,对空分节能和氮提取率的提高都是很有利的操作。因为降低上塔的操作压力,由于氮馏分抽口的压力降低,汽液相浓度差相对增大,分离会更加彻底,从而使氮馏分量与工艺粗氮量的倍率降低(约 30 倍),在同等条件下氮的提取率会提高。

3.2 提高粗氮量,在正常稳定工况,适当提高粗氮 II 塔冷凝器热负荷,以增加氮馏分量,保持氮馏分稳定在 8~10%,在保证主塔的氧、氮量的情况下尽量增大氮抽取量,以增大粗氮塔内氮组分的积聚来增大氮产量。

3.3 严格控制污氮的含氧量,污氮气的物料平衡及冷量平衡决定污氮的量及组份,因氧与氮的沸点相近,若氧含量增加,则带走的氮气量也多,会减少氮的提取率。因此在保证氧、氮产品要求的前提下,尽可能提高污氮纯度以减少氮损失,这在污氮气出塔的温度变化中也得到体现,温度升高则氮馏分氧纯度也会降低,此情况可调整上塔底部放空管线排放部分氧来改变氮富集区的位置以降低氮馏分中含氧量。

3.4 氮馏分含氮量的多少决定了氮提取率的高低,将直接影响氮产品的产量。影响因素主要有:①氧气产量——氧产量越大氮馏分含氮量越高,但相应氧纯度会越低,氧气中氮含量越高;(下转第 40 页)

间接接触换热,反之则为直接接触换热。根据换热方式与蓄、放冷循环的组合,蓄冷系统可以具体分为以下四种类型:

类型一(直接蓄冷直接放冷):在蓄冷循环和放冷循环中都不采用换热器,两种换热介质直接接触。这种方式由于消除了换热器带来的传热热阻,在四种类型中是换热效率最高的一种,但需要采用昂贵的无油压缩机和干燥除水装置。

类型二(间接蓄冷间接放冷):蓄冷罐内接近上、下端盖处各有由换热管绕成的盘管,分别置于气相空间和液态制冷剂相空间,作为冷凝器和加热器用。

类型三(直接蓄冷间接放冷)和类型四(间接蓄冷直接放冷)很容易通过对类型一和类型二进行修改获得,在此不作详述。

目前国外实际应用的制冷剂水合物蓄冷装置都是间接接触换热式,分为外置式换热/促晶和内置式换热/促晶两类。这两种蓄冷方式都要求水合物—水介质必须具有足够的流动性。中科院广州能源研究所与中科院低温技术实验中心就共同研制了一种采用内置换热/外置促晶的制冷剂水合物蓄冷装置。

4) 制冷剂水合物蓄冷的传热传质研究

对制冷剂水合物蓄冷的传热传质过程的研究是水合物蓄冷一个至关重要的环节,但目前对于这方面的研究还处于初级阶段。不同的制冷剂水合物蓄冷装置,其蓄、放冷过程的传热传质是不一样的。

3 应用前景

发展蓄冷空调,尤其是“暖冰”蓄冷空调,将有效缓解电力负荷不平衡,减少国家电力投资的负担。因而可以节省燃煤,减少电厂 SO_2 、 NO_2 和粉尘的排放,改善城市空气质量,增进居民身体健康。同时,因为蓄冷空调主机装机容量减小,可以使运行噪声减少,降低噪声对环境的污染。根据国内外的发展趋势,蓄冷空调将成为 21 世纪集中空调的主流,是空调产业投资的下一个热点。“暖冰”蓄冷以其独特的优势,且以水合物作为其理想蓄冷介质,因此将会是蓄冷空调投资的首选。为了使气体水合物蓄冷技术真正实用化,今后的主要工作有以下

几方面:

建立实用制冷剂水合物蓄冷装置,并进一步加以改进、完善,在实际工程中展开应用研究;

继续寻找新的符合环保要求的蓄冷工质,以尽快寻找到性能更优的制冷剂水合物蓄冷工质;

从微观动力学和宏观动力学的角度对水合物生成和分解动力学进行进一步的研究,应用高效的促晶措施,如寻找新的更为有效的添加剂,进一步改进蓄冷槽的结构等;

结合具体的蓄冷槽,开展换热器强化传热传质方面的研究,并与水合物生长动力学相结合,从理论和实验方面探讨改善储冷/释冷性能的各种影响因素和措施,使其性能可以达到实用化的水平。

【参考文献】

- [1] D W Davidson, Clathrate Hydrates, Water—A Comprehensive Treatise (Edited by Felix Franks) // Plenum Press, New York—London, 1973.
- [2] 方贵银. 蓄冷空调工程实用新技术[M]. 北京: 人民邮电出版社, 2000.
- [3] Tran N., Kreider J. F., Brothers P. Field Measurement of Chilled Water Storage thermal Performance. ASHRAE Trans, 1989, 95(1): 1106—1112.
- [4] 张永铨. 国内外冰蓄冷技术的发展与应用//第九届全国冷水机组与热泵技术学术会议论文集[C]. 青岛, 1998: 172—176.
- [5] 郭开华, 舒碧芬. 空调蓄冷及制冷剂水合物蓄冷、制冷[J]. 1995, 53(3): 15—21.
- [6] 陈晶贵. 制冷剂水合物蓄冷技术研究进展[J]. 化工进展, 2003, 22(9): 942—946.
- [7] 刘勇, 郭开华, 梁德青. 在磁场作用下 HCFC-141b 制冷剂气体水合物的生成过程[J]. 中国科学: B 辑, 2003, 33(1): 89—96.
- [8] 刘永红, 郭开华, 梁德青. 超声波作用下的制冷剂水合物结晶过程研究[J]. 工程热物理学报, 2003, 24(3): 385—387.

作者简介: 杨群芳(1981—), 女, 硕士研究生毕业, 现从教于浙江建设职业技术学院。

[责任编辑: 王洪泽]

(上接第 18 页)氮塞的危险性越大。②膨胀空气量——膨胀空气量越小, 氮馏份含氮量越高, 但膨胀空气量越小, 液体产品减小。③氮馏分流量——氮馏分流量即粗氮塔负荷, 负荷越小, 氮馏份含氮量越高, 但负荷越小, 氮产量越小。

4 缩短启动时间

氮系统的启动即在粗氮塔中建立氧—氮精馏, 在精氮塔中建立氮—氮精馏的过程, 就如何快速的启动氮系统, 优化操作, 稳定生产, 提高效益。主要控制以下影响因素。

4.1 要建立粗氮塔的正常工况, 必须要在塔内积聚很多数量的氮组分。在操作中可以从以下两方面考虑: 一是尽可能使氮组分在粗氮塔内多积聚; 二是尽量减少粗氮塔中氮组分的损失。

4.2 投氮后氮塔内没有含氮液体时, 我们就应该在稳定的前提下尽量控制大的热负荷, 多抽氮馏分。保持氮流量的 15% 的排放一般也不会发生氮塞的情况。

4.3 空分装置停机时不要打开粗氮塔排放阀, 全开氮泵出口回流, 关氮泵后液体进上塔和工艺氮进精氮塔的阀门。

4.4 短期停车再启动时的关键是将停车时留在粗氮 II 塔底的含氮液体用好。因为这是积聚了很长时间氮纯度极高的液体, 能够加快氮组分的积聚和精馏的快速建立, 很好的缩短启动时间。

4.5 当主冷氧纯度达 99% 时即可投粗氮塔, 此时虽然氧纯度只有 99%, 但氮馏分抽口处的氮含量已达要求, 精馏时主冷液氧中的氮最易也最快被蒸掉, 液氧中尚余的非氧成分以停车时粗氮塔中流下来的氮为主, 此时抽氮馏分后, 还有利于主冷中的氮组分继续向提馏段氮富集区集中, 否则当提馏段氮富集区的氮含量达到平衡后, 主塔中的氮也必然从污氮、氧等气体中损失掉。

4.6 短期停车再启动投粗氮塔时热负荷控制要先小后大。待主塔和粗氮塔运行稳定一段时间后即可加大粗氮塔的热负荷, 以加快粗氮塔

的氮浓度的建立。主要通过调节粗氮冷凝器的液空液位、蒸发气体回上塔的阀门控制来提高冷凝的氮组分积聚到塔底, 增大氮馏分通过量。

4.7 若发生严重“氮塞”时应该将含氮液体保存好迅速果断地全开氮泵出口回流。保持放空, 将不凝的氮气组份排放出去, 保证换热和工况恢复。

4.8 精氮塔底部的不合格的液氮可以通过回流打回粗氮 II 塔进行再次精馏, 也可以大大缩小调氮时间。

4.9 保证精氮塔的压力 20—25kPa, 因精氮塔的操作压力低, 氮气的冷凝温度越低, 越有利于氮组份不易于冷凝到液氮中, 确保分离效果更好。

5 结束语

本文针对全精馏无氮制氮系统, 简要定性的说明了提氮系统的优化操作和缩短启动时间以提高氮产品经济效益。主要还是保持主塔与氮系统之间的平衡, 随时观察系统的异常和波动, 以便能及时调节, 防止工况被破坏。在稳定运行的基础上做出相应的操作以使装置能够更好的运行, 挖掘和发挥潜能, 增加经济效益。

【参考文献】

- [1] 刘建洲, 等. 太钢 730t/d 空分设备氮系统的恢复车操作[J]. 深冷技术, 2002(4): 25—27.
- [2] 钱立新. 缩短全精馏制氮系统启动时间的分析和操作[J]. 深冷技术, 2005(4): 32—36.
- [3] 吴琦, 徐福根. 两套 25000m³/h 空分设备的优化操作和改进[J]. 深冷技术, 2011(4).

[责任编辑: 周娜]