

添加液相晶种方法研究与应用

徐海军 衡宇杰 (江苏炼兴新材料股份有限公司, 江苏 南京 210000)

摘要: 原设计添加固相晶种装置, 需要操作人员提前将规定数量的晶种预先放置于加晶种装置上部的储槽中, 需要加晶种时, 开启装置上的气动开关, 将晶种投放到结晶器中。固相晶种是通过离心机下料管取出固体粉料晶种, 操作工每次添加晶种需将固相晶种从二层平台抬到5层平台(60kg/桶), 整个操作过程, 存在工作量很大、不安全、不环保等问题, 同时, 长此以往操作工会有得职业病的风险。为了有效解决上述问题, 本文提出了将固相添加晶种方式改为液相添加晶种方式工艺方法, 得到天大工艺设计相关人员的认可后, 开始验证试验能否可行的通, 最终, 通过试验证明, 此次液相添加晶种系统的工艺是可行的。本文介绍了添加液相晶种的工艺, 分析了此工艺的优点, 针对试验过程中出现的困难, 提出了改进措施。从添加固相晶种和液相晶种对滤饼中均四甲苯的浓度的影响及离心机的振动进行对比分析, 事实证明, 这两项指标完全符合期望值。

关键词: 晶种罐; 结晶器; 均四甲苯; 滤饼

0 引言

本公司为6万t/a C₉芳烃综合利用装置, 本装置主要产品是均四甲苯, 副产品是溶剂油。装置由两部分组成, 即重芳烃分离单元和结晶单元。

重芳烃分离单元主要由两座间壁塔组成, 两座塔主要实现对重芳烃的馏分切割, 将原料组分切割成5个产品, 其中C1101侧线抽出做为结晶单元的原料, 其余4个产品做为目的产品直接出厂。结晶单元由溶剂结晶和熔融结晶两部分组成。溶剂结晶也称悬浮结晶, 是指在特定溶剂中, 固相物质从含有溶质的溶液中以固体颗粒形态析出的过程。溶剂结晶降温到一定温度时需及时添加“晶种”。随着温度的降低, 结晶器内均四甲苯逐渐析出, 形成晶浆, 晶浆可以通过相互连通的下料管向4台离心机的任意一台送料, 进入离心机离心过滤, 可以得到纯度83%以上的均四甲苯滤饼, 刮刀将滤饼刮成粉料, 落入熔化罐, 进入融化罐的粗均四甲苯通过3级分步熔融结晶提取出纯度为98%的均四甲苯目的产品。熔融结晶也称层式结晶, 是指熔融体的液相在冷却壁面逐步冻凝而形成层状固体的过程。熔融结晶工艺是把溶剂结晶得到的粗均四甲苯利用静态结晶器三级提纯, 就可以得到高纯度的均四甲苯。

具体工艺流程如图1所示。

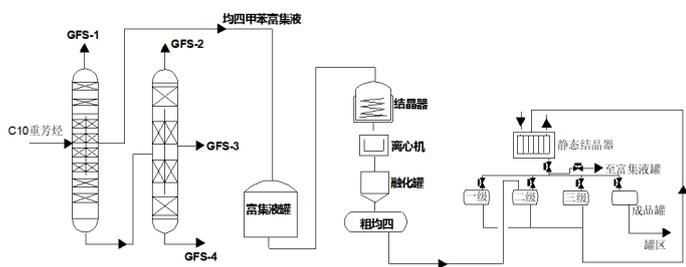


图 1

1 添加液相晶种试验介绍

液相添加晶种罐核心设备是晶种罐, 由我司自主研发, 晶种罐规格尺寸为: $\phi 500 \times 2000$, 罐外包夹套, 罐内设置盘管, 夹套和内部盘管通入冷媒水(约10℃), 晶种罐外部采用聚乙烯保冷板包裹。液相添加晶种系统是以一级结晶器降温程序结束时的浆液作为晶种, 通过P1409将浆液抽到晶种罐, 观察溢流线上视镜, 当出现溢流现象时, 停

P1409。抽浆液之前启动搅拌电机, 晶种罐中晶浆通过搅拌轴不断搅拌, 避免均四甲苯沉积。当S1401A中富集液降温程序到达加晶种提示时, 打开球阀, 添加液相晶种, 通过DCS中液位下降速度控制现场阀的开度。原工艺包设计一级结晶器需加均四甲苯纯度为83%粉状晶种2kg, 根据质量守恒定律及均四甲苯溶解度曲线计算得知, 液相晶种需添加0.0098m³的液相晶种量, 对应DCS液位下降5cm。

液相加晶种工艺流程如图2所示。

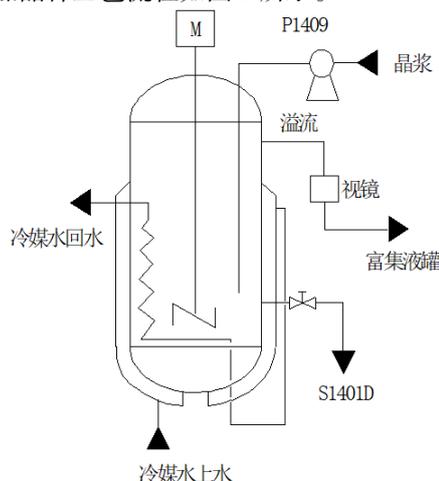


图 2

2 添加液相晶种能否替代添加固相晶种

本实验以一级结晶器S1401A为例, 主要从添加固相晶种和液相晶种对滤饼中均四甲苯的浓度影响及对离心机振动的影响两方面证明液相晶种能否代替。其中滤饼中均四甲苯的含量占决定性因素, 因为直接影响均四甲苯的收率; 而离心机振动是决定能否替代最直接的反应。

2.1 准备工作

S1401A到加晶种时间时, 加入均四甲苯含量为83.96%的固体晶种, 降温程序结束后, 将S1401A中晶浆通过隔膜泵打入晶种罐, 直到晶种罐到达指定液位, 将晶种罐中搅拌轴开启, 不断搅拌, 准备添加液相晶种使用。

2.2 添加固相晶种试验步骤

S1401A剩余晶浆下料到离心机进行固液分离, 直到全部下完, 在离心机下料管取样分析, 随机抽取5组数据。将5组数据值求平均值。

2.3 添加液相晶种试验步骤

S1401A 到加晶种时间时, 加入晶种罐中待用的液相晶种, 降温程序结束后, 晶浆下料到离心机进行固液分离, 直到全部下完, 在离心机下料管取样分析, 随机抽取 5 组数据。将 5 组数据值求平均值。分析结果如下表 1 所示。

表 1

添加方式	滤饼			
	均四甲苯	偏四甲苯	连四甲苯	瞬时振动值 (mm/s)
固相添加晶种	83.96	9.57	0.5	4.442
	83.82	10.58	0.55	4.246
	82.48	11.34	0.65	4.850
	84.18	9.07	0.51	4.039
	83.77	10.87	0.58	4.384
平均值	83.642	10.286	0.558	4.392
液相添加晶种	85.95	9.31	0.26	3.447
	84.12	10.67	0.39	4.052
	85.39	9.77	0.33	3.846
	85.32	9.64	0.54	3.855
	84.17	10.56	0.65	4.657
平均值	84.99	9.99	0.434	4.052

通过实验数据可以得出: ①液相添加晶种滤饼中均四甲苯的平均值含量大于固相添加晶种, 液相晶种滤饼中偏

四甲苯和连四甲苯的平均含量小于固相晶种。说明整个结晶降温过程中, 结晶形成的均四甲苯小颗粒变大, 滤饼的透油性变好, 均四甲苯的收率有所上升; ②液相添加晶种离心机的平均振动值稍低于固相添加晶种; ③滤饼中均四甲苯含量越高, 对应的离心机振动越小。

3 结论

①液相添加晶种滤饼中均四甲苯的含量略大于固相, 说明均四甲苯小颗粒在晶核上生长较好, 滤饼透油性增强; ②液相添加晶种形成的浆液对离心机的振动减小, 说明形成滤饼的厚度均匀, 液相晶种的分散性较好, 不存在结块现象; ③添加液相晶种工艺完全可以代替添加固相晶种。

4 优点

①减少操作工工作量; ②降低员工患职业病风险; ③环境污染得到改善。

5 优化

①液相添加晶种试验系统液位计选用的是双法兰液位计, 试验过程中发现, 晶浆经常会把测量通道堵死, 造成测量结果失真。后期准备将双法兰液位计更换为沉筒液位计且远传到 DCS; ②试验过程添加晶种是通过手动控制球阀, 由于此阀操作频繁, 后期考虑更换为气动开关球阀且远传到 DCS。

参考文献:

[1] 舒畅, 沙喜江, 李世松, 等. 晶种添加对 MTG 重汽油中均四甲苯结晶影响研究 [J]. 当代化工, 2019(5):973-976.

(上接第 115 页) 压力值后才会进行伸出动作。因此, 设定液压缸无杆侧压力值为 0 时对活塞位移、活塞速度以及活塞推力三个参数进行仿真分析。仿真结果分析如下: 当液压缸无杆侧压力为 0 时, 液压缸迅速伸出, 即在仿真开始阶段活塞杆的速度在瞬间达到最大值, 最大活塞速度为 0.056s; 随着液压缸无杆侧压力的增加, 活塞杆的伸出速度呈线性减小趋势, 直到液压缸无杆侧压力值等于系统设定压力值时, 活塞杆的速度为 0, 历时 4.2s, 此时活塞杆的伸出位移为 0.1m, 最终液压缸无杆侧的压力稳定在 15.3MPa, 上述仿真结果满足系统要求。

当控制系统的设定压力值小于液压缸无杆侧的压力时, 液压缸会进行收缩运行。此时将液压缸无杆侧的压力值设定为 20MPa, 同时对活塞位移、活塞速度以及活塞推力三个参数进行仿真分析可知, 在收缩工况下由于系统压力波动导致对系统造成冲击, 直接导致刮板输送机的链条张力产生较大浮动。为降低冲击, 在收缩工况下应适当降低活塞杆的运行速度、延长无杆侧的释压时间。

5 结论

刮板输送机作为空间综采工作面的主要机电设备, 担负着原煤运输的主要任务, 同时还是采煤机牵引的导轨, 保证刮板输送机的稳定运行非常重要。但是, 刮板输送机在实际运行工况下启动及载荷突变的情况下, 需及时的刮板输送机的链条张力进行调节。为此, 设计采用滑模控制算法在张紧程度调节上延迟性小, 稳定性更好, 能够很好的实现链条张紧稳定控制。特别是自动张紧装置具有响应速度快、张紧效果好的优点, 能够满足长距离、高带速、大运量综采工作面刮板输送机的技术要求, 实现对链条的动态张紧, 有效提升综采工作面采掘运输效率。

参考文献:

[1] 高志勇. 综采工作面刮板输送机监控系统研究 [J]. 机械工程与自动化, 2020(06):157-159.
[2] 于忠厚. 刮板输送机链条自动张紧系统的研究与应用 [J]. 山西焦煤科技, 2014(12):18-20.

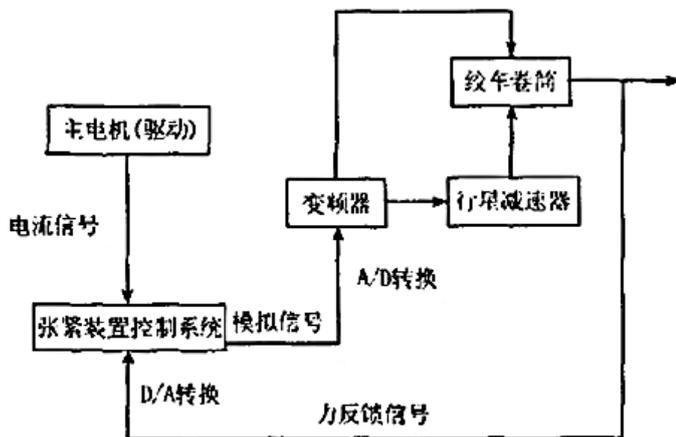


图 1 刮板输送机动态张紧装置系统结构