

## 碟片式离心机在正丁烷法顺酐装置中的应用

蒲叶学

淄博海益精细化工有限公司, 山东 淄博 256410

**[摘要]**通过对某公司5万t/a顺酐装置在溶剂洗涤系统中碟片式离心机CHPX517的实际运行情况,说明碟片式离心机CHPX517在整个正丁烷氧化法生产顺酐工艺中的重要性。文章主要从装置实际运行情况分析了影响溶剂洗涤效果的因素,并提出了可行性改造措施,以改善溶剂洗涤效果。

**[关键词]**顺酐;溶剂洗涤;碟片式离心机CHPX517;邻苯二甲酸二丁酯(DBP)

DOI: 10.33142/aem.v3i9.4958

中图分类号: TQ216

文献标识码: A

## Application of Disc Centrifuge in N-butane Maleic Anhydride Unit

PU Yexue

Zibo Haiyi Fine Chemical Co., Ltd., Zibo, Shandong, 256410, China

**Abstract:** Through the actual operation of the disc centrifuge CHPX517 in the solvent washing system of a 50000 t / a maleic anhydride unit of a company, the importance of the disc centrifuge CHPX517 in the whole process of producing maleic anhydride by n-butane oxidation is explained. This paper mainly analyzes the factors affecting the solvent washing effect from the actual operation of the unit, and puts forward feasible transformation measures to improve the solvent washing effect.

**Keywords:** maleic anhydride; solvent washing; disc centrifuge CHPX517; dibutyl phthalate (DBP)

### 1 顺酐溶剂吸收工艺

正丁烷氧化法生产顺酐工艺中溶剂回收系统采用溶剂吸收生产工艺,它与传统的水吸收工艺相比具有顺酐收率高,连续稳定,溶剂循环使用,产品质量好等特点,是目前国内外正丁烷氧化法生产顺酐在溶剂回收工序上采用的先进、成熟的工艺。在溶剂吸收生产工艺中,由于溶剂没有水的干扰,降低了溶剂及产品中富马酸、马来酸等一系列的副产物的形成,使顺酐在后处理工艺的回收方面收率高,装置能耗低。在后续的溶剂解析过程中,溶剂与顺酐及副产物富马酸、马来酸等发生反应生成单异丁基马来酸盐(MIBM)和六氢邻苯二甲酸酐(HHPA),并且会进一步热分解、水分解、酯化反应生成大分子聚合物——焦油、胶质。如果不能及时的通过溶剂洗涤系统将这些单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、焦油、胶质从溶剂中分离移除就会在溶剂中不断积累,从而导致溶剂洗涤系统分离的效果变差,水中溶剂含量增加,造成了溶剂的跑损消耗。溶剂循环将以上杂质带入整个溶剂系统形成恶性循环,不仅会使溶剂吸收的效率缓慢下降,而且这些单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、焦油、胶质还会堵塞吸收塔塔盘、解析塔填料、板式换热器等溶剂循环通道。溶剂洗涤系统的作用就是将生产过程中在溶剂中产生的单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、及焦油、胶质及时的分离移除,以确保溶剂的纯度,从而保证装置溶剂循环系统能够长周期运行。

某公司5万t/a顺酐装置采用正丁烷固定床气相催化氧化工艺、溶剂吸收和解析、蒸馏精制后处理工艺、结片成型工艺路线生产顺酐。原料正丁烷通过与空气混合进入固定床反应器,在催化剂床层上发生氧化反应,得到含顺酐的混合气体,经溶剂吸收、解吸、精制得到顺酐。该装置于2014年12月份一次投产开车成功,通过装置实际运行一段时间后,发现存在溶剂消耗偏高并且容易乳化,污水中COD高等问题,经过充分研讨论证后决定在现有装置的基础上对吸收解析以及后处理系统进行技术改造,溶剂由邻苯二甲酸二异丁酯(DIBE)改为邻苯二甲酸二丁酯(DBP)(简称溶剂DBP),并对部分流程、设备进行了改造,以最小的投资达到最大的效益。吸收解析系统流程如图1所示。

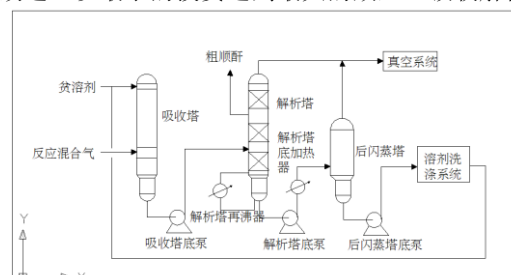


图1 顺酐吸收解析及后处理工艺流程

## 2 溶剂洗涤系统

在溶剂洗涤系统中,水解析后 15%的循环贫溶剂按照 6~4: 1 的比例进入水洗混合罐,经转速为 15~30r/min 搅拌器搅拌充分混合后作为碟片式离心机进料,碟片式离心机的进料温度通过加热器控制在 60~70℃之间。由于单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、焦油、胶质等杂质在水中的溶解度远大于溶剂,水洗混合罐内物料在低速搅拌过程中,大部分杂质会溶解到水中,从而实现分离过程。由于 DBP 的密度(相对密度:1.045)与水的密度相当,水洗混合罐中的溶剂与水混合物需要通过泵输送到碟片式离心机 CHPX517 中进行溶剂和水分离。碟片式离心机 CHPX517 分离出的水进入废水沉降罐,分离出的溶剂进入溶剂缓冲罐,送往洗涤溶剂干燥系统脱除水分后再送回吸收塔重复利用,如图 2 所示:

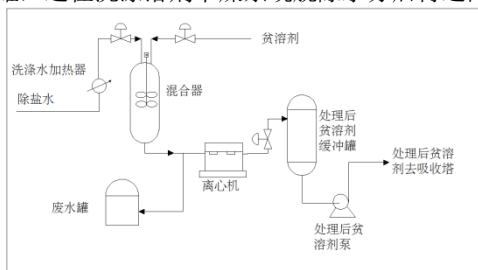


图 2 溶剂洗涤工艺流程

在溶剂洗涤系统中,碟片式离心机 CHPX517 能够将生产过程中产生的单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、焦油、胶质等杂质分离去除,以确保溶剂纯度。碟片式离心机的分离效果将直接影响顺酐装置的运行周期,是整个溶剂循环系统连续运行的关键设备。

## 3 离心机的工作原理

本公司 5 万 t/a 顺酐装置采用专门用于分离比重差较小的不同相液体混合物料的碟片式离心机 CHPX517。碟片式离心机 CHPX517 的工作原理是利用碟片在转鼓中高速旋转产生的强大离心力场,使进入转鼓的比重不同的液体混合物料随着碟片高速旋转,在同一离心力场中受到的离心力不完全相等,由此产生并导致轻重物料分别走向碟片的内外缘,直至最终完全分离。根据溶剂 DBP 不溶于水,密度(相对密度 1.045)比水大的特点,利用离心力差的方式,分离脱除溶剂 DBP 中影响吸收性能的单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、焦油、胶质等杂质。洗涤的溶剂 DBP 量约占整个循环溶剂 DBP 量的 15%,根据溶剂 DBP 中杂质的含量以及装置生产负荷需求,控制碟片式离心机进料量在 8t/h~13t/h 之间。

## 4 影响碟片式离心机 CHPX517 正常运行的因素

影响碟片式离心机正常运行的主要因素有溶剂中顺酐及杂质含量、溶剂与水的混合比例、溶剂与水的混合温度、搅拌器转速、进料停留时间、碟片式离心机比重环的选择等。本文主要从溶剂 DBP 中顺酐及杂质含量、溶剂与水的混合比例、溶剂与水的混合温度、搅拌器转速及进料停留时间等因素对离心机分离效果的影响进行简要分析。

### 4.1 溶剂中顺酐及杂质含量对分离效果的影响

水洗溶剂中顺酐及杂质的含量会影响到碟片式离心机的正产运行和分离效果。由于水洗溶剂中含有少量顺酐及单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、焦油、胶质等杂质。在碟片式离心机转鼓碟片通道中,当溶剂中的单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、焦油、胶质达到一定含量时,离心机的转鼓中的碟片通道会被快速堵塞,造成离心机转鼓、机体振动值超标,严重影响碟片式离心机 CHPX517 的正常分离效果和运行。在装置实际运行中,溶剂 DBP 中的顺酐及杂质含量会随着装置的生产运行负荷、水洗分离效果等因素的变化而不断变化,洗涤水和溶剂 DBP 进入水洗混合罐混合后洗涤水的比重会发生很大变化。从实际运行情况看有时洗涤水的比重会跟溶剂十分相近甚至还会比溶剂的比重大,甚至会出现“倒相”现象,导致离心机无法分离水和溶剂,严重影响到离心机的正常分离效果,导致溶剂洗涤品质差,影响装置的平稳连续运行。

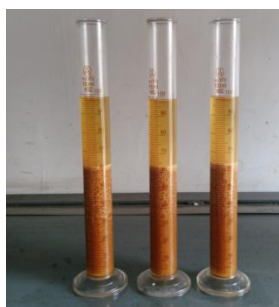


图 4 溶剂混合正常状态

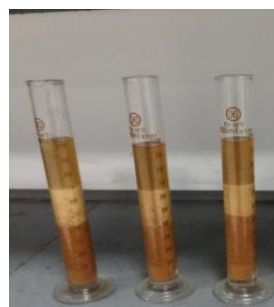


图 5 溶剂混合不正常状态

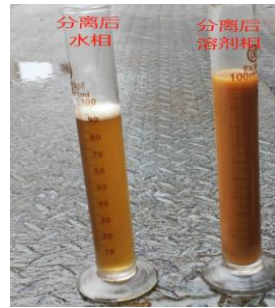


图6 离心机分离后正常状态

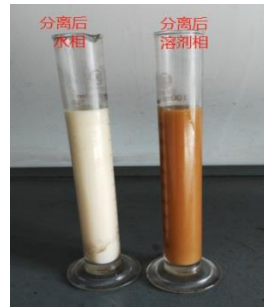


图7 离心机分离后不正常状态

针对以上问题,本公司对装置的工艺流程进行了部分改造,在溶剂 DBP 和水进入水洗混合罐之前增加一个预水洗系统,即增加一个预水洗混合器和沉降器,使溶剂 DBP 和洗涤水在预水洗混合器中充分混合,使溶剂 DBP 中部分单异丁基马来酸盐、六氢邻苯二甲酸酐、马来酸、富马酸等杂质萃取到水中,溶剂 DBP 经过沉降后再进入水洗混合罐,这样进入水洗混合罐混合后的洗涤水比重会大减小,从而进碟片式离心机 CHPX517 的洗涤水与溶剂的比重差会增大,碟片式离心机 CHPX517 的分离效果会更好。

#### 4.2 溶剂与水的混合比例对分离效果的影响

溶剂 DBP 与水的混合比例(简称:剂水比)为 1~3:1 之间,随着剂水比的增加,分离后溶剂含水量逐渐降低,水中含溶剂量逐渐升高。在剂水比 1:1 时,部分水会进入溶剂中,经过一段时间运行试验,发现水洗后溶剂 DBP 在溶剂缓冲罐经过沉降一段时间后上部会有明显的水层,加大了洗涤后溶剂 DBP 干燥的难度。混合比例为 3:1 时,部分溶剂 DBP 会进入水相,造成溶剂 DBP 跑损,污水 COD 大大增加,会影响到后续污水处理程序,这样会增加运行成本。因此,通过装置实际运行试验摸索,溶剂 DBP 与水的混合比例控制在 1.5:1 较为理想。

#### 4.3 溶剂与水的混合温度对分离效果的影响

装置在剂水比 1.5:1,搅拌器转速 35r/min 的条件下,通过实际运行试验了溶剂 DBP 与水混合温度对分离效果的影响。在从 50~60℃ 不同温度的条件下,随温度上升,分离后溶剂中的含水量和水中的含溶剂量均呈不同程度的降低,碟片式离心机分离效果渐佳;从 60~70℃,随着温度升高,溶剂中含水量和水中的含溶剂量均逐渐升高,片式离心机分离效果变差。溶剂与水的混合温度在 50~60℃ 之间时,溶剂 DBP 中的顺酐及杂质随着温度的升高在水中的溶解度增大,有利于分离。而溶剂 DBP 与水的混合温度大于 60℃ 之后,顺酐及杂质在水中的溶解度会升高,同时溶剂 DBP 在水中的溶解度也会增加,分离效果逐渐变差。通过装置实际运行试验,溶剂 DBP 与水的混合温度控制在 55~65℃ 之间较为合适。

#### 4.4 搅拌器搅拌速度对分离效果的影响

装置在剂水比 1.5:1 的条件下,通过实际运行试验了混合罐搅拌器转速对分离效果的影响。搅拌器转速在 20r/min~35r/min 之间,随着搅拌器转速增加,分离后溶剂 DBP 中含水量和水中的含溶剂量均有所降低,分离效果渐佳;搅拌器转速在 35r/min~45r/min 之间,分离后溶剂 DBP 中含水量和水中的含溶剂量逐渐升高,分离效果变差。搅拌器转速较低时,溶剂 DBP 与水混合不均匀,溶剂 DBP 中顺酐及杂质不能充分溶解于水中,致使分离效果差,随着装置运行周期增长,溶剂 DBP 中顺酐及杂质会不断积累,其纯度逐渐降低,最终影响溶剂吸收效果。搅拌器转速过快,溶剂 DBP 与水会过度混合,发生乳化现象,溶剂 DBP 与水乳化后的混合物没有比重差,碟片式离心机不能分离乳化液。通过装置实际运行试验,搅拌器转速为 35r/min 时分离效果最佳。

#### 4.5 停留时间对分离效果的影响

装置在剂水比 1.5:1、搅拌器转速 35r/min、溶剂与水混合温度控制在 60~65℃ 的条件下,通过实际运行试验了停留时间对碟片式离心机分离效果的影响。在以上稳定的进料条件下,通过调节水洗混合罐液位控制停留时间,停留时间在 20min~100min 之间,分离后溶剂 DBP 中含水量和水中的含溶剂量随着停留时间的增加,溶剂 DBP 中含水量和水中的含溶剂量均逐渐降低,分离效果渐佳。停留时间在 100min~150min 之间,溶剂 DBP 中含水量和水中的含溶剂量均逐渐升高,分离效果变差。停留时间短,溶剂 DBP 与水混合不均匀,分离效果差。停留时间过长,溶剂 DBP 与水混合物长时间搅拌接触会发生乳化现象,分离效果差。通过装置实际运行试验,停留时间在 90min~110min 之间时分离效果最佳。

### 5 结论

综上所述,碟片式离心机 CHPX517 完全能够满足在正丁烷氧化法生产顺酐工艺中应用,但是影响 CHPX517 分离效

果的因素是多方面的。为充分发挥碟片式离心机 CHPX517 的分离作用, 要保证水洗混合罐物料中溶剂 DBP 与水的比重差非常关键, 并且要根据装置生产和工艺情况以及溶剂 DBP 中顺酐及杂质含量, 及时调整离心机进料物料温度、搅拌器转速、CHPX517 的背压, 必要时甚至更换比重盘, 以保证离心机的分离效果。同时, 还要根据离心机的实际运转情况, 定期进行预知性检维修, 以保证离心机长周期运行。

#### [参考文献]

- [1] 罗志海. 顺酐溶剂吸收装置中影响离心机分离效果的因素分析[J]. 化学工程与装备, 2009(11): 67-69.
  - [2] 董海军, 田赞. 顺酐装置中离心机油水比的选择[J]. 化工机械, 2012, 39(2): 154-156.
  - [3] 杨立光. 顺酐溶剂吸收法装置中影响溶剂洗涤效果的因素分析[J]. 甘肃科技, 2012, 28(4): 27-28.
  - [4] 杨效军, 李剑. 正丁烷法顺酐装置中富马酸分离机影响因素分析[J]. 合成技术及应用, 2015, 30(3): 5-7.
  - [5] 邹长军. 顺丁烯二酸酐非水回收有机溶剂研究[J]. 吉林化学学报, 1995, 12(1): 10-15.
  - [6] 郑美凤. 正丁烷氧化制顺酐技术评述[J]. 石油化工, 1991, 20(7): 494-499.
  - [7] 黄再新. 顺酐工艺路线的综合评价和择优[J]. 化工文摘, 2001, 17(11): 18-20.
  - [8] 马首骥, 孙凯. 兰州石化公司 2 万 t/a 正丁烷氧化法制顺丁烯二酸酐装置工艺流程及特点[J]. 石化技术与应用, 2008, 26(4): 381-385.
  - [9] 赵攀, 王宇. 顺丁烯二酸酐正丁烷法生产技术讨论[J]. 甘肃科技, 2009, 25(6): 28-29.
  - [10] 刘军. 正丁烷制顺酐 ALMA 工艺评述[J]. 辽宁化工, 1994, 28(1): 5-11.
- 作者简介: 蒲叶学 (1984. 9-) 男, 山东轻工业学院, 化学工程与工艺, 淄博海益精细化工有限公司, 安全总监, 中级职称, 安全注册工程师/化工工程技术工程师。