

石油化工设计参考资料

(七)

流化床反应器的調查資料

(內部資料)

燃料化学工业部石油化工规划设计院

毛主席语录

一切实际工作者必须向下作调查。对于只懂得理论不懂得实际情况的人，这种调查工作尤有必要，否则他们就不能将理论和实际相联系。

《“农村调查”的序言和跋》（一九四一年三月、四月），

《毛泽东选集》第三卷第七九一页

你对于那个问题不能解决么？那末，你就去调查那个问题的现状和它的历史吧！你完完全全调查明白了，你对那个问题就有解决的办法了。

《反对本本主义》（一九三〇年五月），人民出版社版第

三页

人的正确思想是从那里来的？是从天上掉下来的吗？不是。是自己头脑里固有的吗？不是。人的正确思想，只能从社会实践中来，只能从社会的生产斗争、阶级斗争和科学实验这三项实践中来。

《人的正确思想是从那里来的？》（一九六三年五月），人

民出版社版第一页

目 录

第一章 催化反应流化床	(1)
第一节 苯氧化制苯酐沸腾床.....	(1)
第二节 丙烯腈流化床.....	(14)
第三节 对苯二甲酸甲酯化流化床.....	(20)
第四节 氯乙烯流化床.....	(25)
第五节 糠醛氧化制顺丁烯二酸酐流化床.....	(31)
第六节 苯胺流化床.....	(34)
第七节 异烟酸流化床.....	(40)
第八节 三氯氢硅流化床.....	(44)
第九节 甲基氯硅烷流化床.....	(49)
第十节 松节油氨氧化制对苯二甲腈流化床.....	(52)
第十一节 丁二烯流化床.....	(57)
第十二节 异戊二烯流化床.....	(63)
第十三节 醋酸乙烯流化床.....	(69)
第二章 裂解流化床	(83)
第一节 石油裂解砂子炉.....	(83)
第二节 石油催化裂化流化床.....	(98)
第三章 焙烧、煅烧沸腾炉	(112)
第一节 硫铁矿焙烧炉.....	(112)
第二节 有色金属精矿焙烧炉.....	(130)
第三节 重碱沸腾煅烧炉.....	(138)
附录	(145)

第一章 催化反应流化床

第一节 萘氧化制苯酐沸腾床

苯二甲酸酐（简称苯酐）是有机合成工业的重要原料，用于制取塑料增塑剂、油漆、染料中间体和合成纤维等。

采用沸腾床法生产苯酐，具有工艺流程简单、投资省、生产强度高等优点。我国自1958年开始使用沸腾床以来，广大革命职工遵照毛主席“独立自主、自力更生、艰苦奋斗、勤俭建国”的方针，在改造苯酐沸腾床反应器过程中积累了丰富的经验，为赶超世界先进水平做出了贡献。

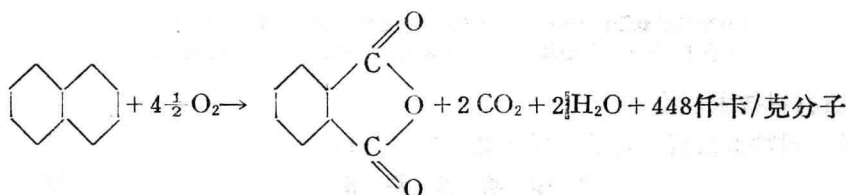
I. 某染料厂苯酐沸腾床反应器

一、生产工艺简述

（一）反应机理

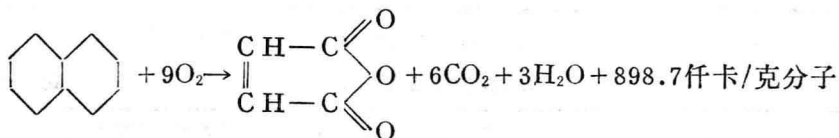
萘氧化制苯酐是一个放热反应。

主反应：生成苯酐

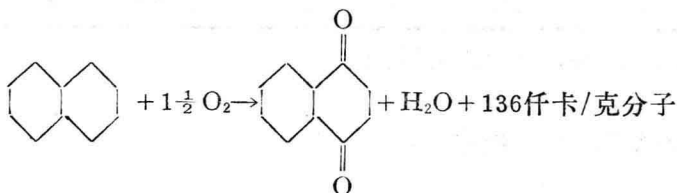


副反应：

（1）生成顺丁烯二酸酐



（2）生成萘醌



（二）生产工艺流程（见图1—1—1）

空气自透平鼓风机(2)经孔板流量计后，送往反应器(8)催化剂层，与由萘计量泵

(7)经喷嘴送来的熔融萘进行氧化反应。反应气经过滤管由炉顶引出，入冷凝器(9)，析出粗苯酐。尾气排空。

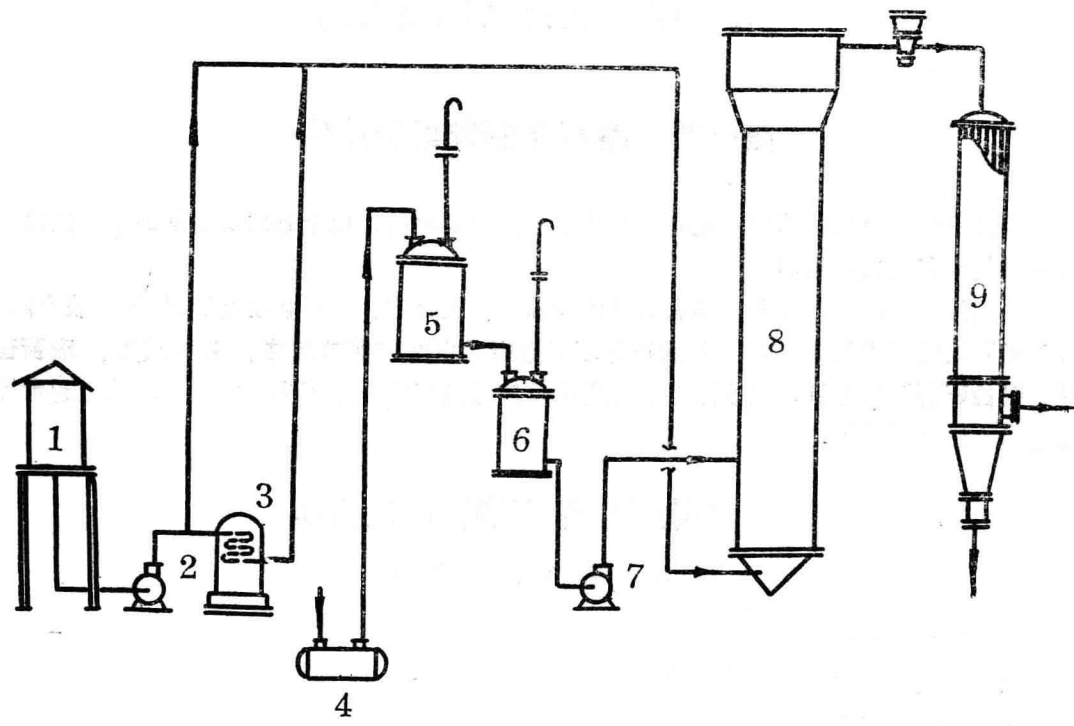


图 1—1—1 工艺流程简图

1—空气过滤器；2—透平鼓风机；3—空气加热炉；4—熔萘槽；
5—萘贮槽；6—萘稳压槽；7—定量泵；8—反应器；9—冷凝器。

(三) 原材料技术规格

1. 原料 用鞍钢精萘。其质量规格见表1—1—1。

鞍 钢 精 萘 规 格 表 1—1—1

熔点, ℃	含量, %	不挥发物, %	灰分, %
79.5	99.2	0.009	合格

2. 触媒 用0402型萘氧化触媒。其初始粒度组成见表1—1—2。

0402型触媒粒度组份 表 1—1—2

筛孔, 毫米	>0.399	<0.399 ~0.250	<0.250 ~0.162	<0.162 ~0.130	<0.130 ~0.100	<0.100 ~0.077	<0.077 ~0.065	<0.065 ~0.044	<0.044	平均粒径, 毫 米
组成, %	1.07	25.0	20.6	2.14	20.0	7.72	9.55	7.72	5.85	0.123

经焙烧后,其自由堆积密度为0.69~0.7克/毫升。

(四) 主要工艺参数 (见表1—1—3)

(五) 产品规格、消耗定额和生产成本 (见表1—1—4)

(六) 运转情况

于1964年,本厂与沈阳化工研究院协作,对该反应器进行技术改造,使苯酐产量超过原苏修设计能力的四倍。

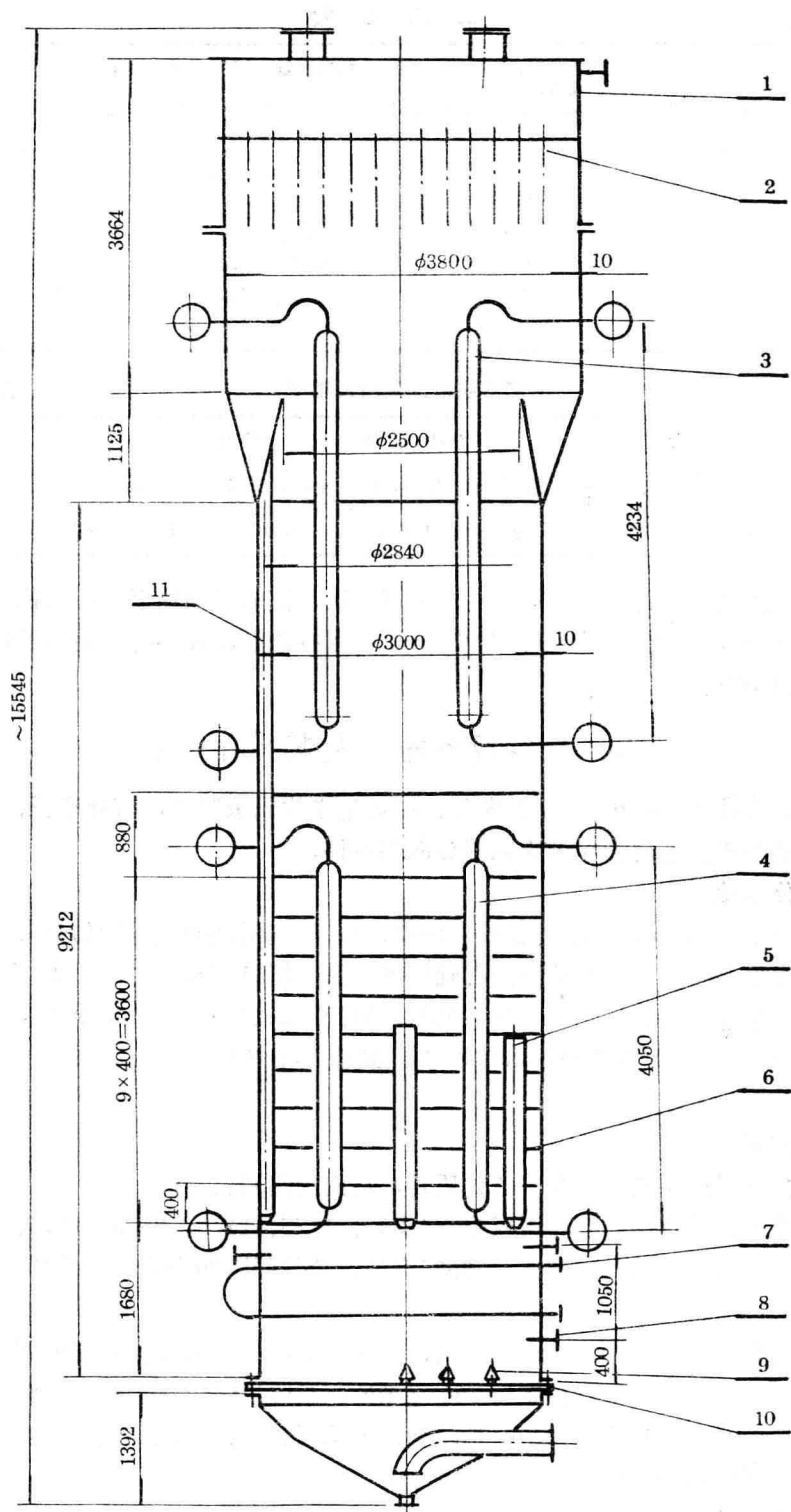


图 1-1-2 沸腾床反应器

1—壳体；2—过滤管；3—中部冷却器；4—废热锅炉；5—内循环管；6—挡板；7—热循环管；8—苯喷嘴；9—锥帽；10—分布板；11—外循环管。

工 艺 参 数

表 1—1—3

风 量, 标米 ³ /时 6000~6800	萘量,公斤/时 850~900	空塔速度, 米/秒 0.35~0.4	萘空比 1:9~1:10	触媒装量, 吨 20~22	静止床高, 米 4~4.2	触媒负荷, 克萘/ 公斤触媒·时 41~43
温 度, ℃			压 力, 公斤/厘米 ²			
反应区		365±5	床底		0.83	
稀相区		270~280	床顶		0.42	
床顶人孔		220~230	分布板及床层压降		260 (毫米汞柱)	
空气进口		70~80	过滤段压降		60~70 (毫米汞柱)	
熔融萘		120				

产品规格、定额及成本

表 1—1—4

产 品 规 格			消 耗 定 额, 以 每 吨 萘 计					工厂成本, 元/吨
含量, %	熔点, °C	白度 [#]	触媒, 公斤	精萘, 吨	电, 仟瓦时	水, 吨	煤, 吨	1000
99.78	130.5	50	2	1.220	1000	10	0.1	

反应器每运转一个月左右, 停车复活触媒一次。把触媒预热至290℃, 往炉内喷萘 (流量50~60公斤/时), 使温度继续升至375℃, 并保持此温度8小时, 随后投料生产。一活化周期约需24小时。

二、主要设备结构及其操作性能

反应器结构见图1—1—2。壳体由A₃、厚10毫米的钢板制成, 有分布板、锥帽、挡板、外循环管、换热器、过滤管和倒吹装置等内部构件。

(一) 分布板

分布板由本体和锥帽组成 (见图1—1—3, 4), 其作用是使气体均匀分布, 获得一个好的起始流化状态。外三层锥帽按同心圆排列, 第一层118个, 第二层112个, 第三层106个; 里层按六角形排列。1189个 $\phi 51$ 毫米的锥帽间距为25毫米。锥帽中心孔 $\phi 6$ 毫米, 距板缝隙 0.6 ± 0.05 毫米, 中心管开孔率0.48%, 缝隙开孔率1.62%。分布板钻孔直径 $\phi 16.5 + 0.2$ 毫米。

(二) 挡板

挡板可抑制气泡的长大, 改善流化质量, 从而提高转化率。

炉内原设置挡板17块, 距分布板分别为300、1775、2175、2575、2975、3375、3775、4175、4575、4975、5375、6255、 4×6955 毫米。叶片间距20毫米, 倾角45°, 挡板高40毫米 (见图1—1—5)。

运转中发现轴向温差大, 床层阻力大, 反应质量不好。后来把六支喷萘嘴从距分布板1450毫米处间位三支下移至距分布板400毫米处; 拆除第一、二层挡板; 将三至十一层挡板的叶片间距由20毫米改为40毫米; 拆除稀相起伏区挡板组。改装后, 生产情况好转, 可稳定在5000吨/年台的水平。

(三) 换热装置

浓相换热器由28根 $\phi 159 \times 4.5$ 毫米、高3500毫米的列管组成 (见图1—1—6), 换热面积46米²。管内有 $\phi 57 \times 3.5$ 毫米, 并开有长条形孔的落水管, 两端有 $\phi 8$ 毫米的节流孔板,

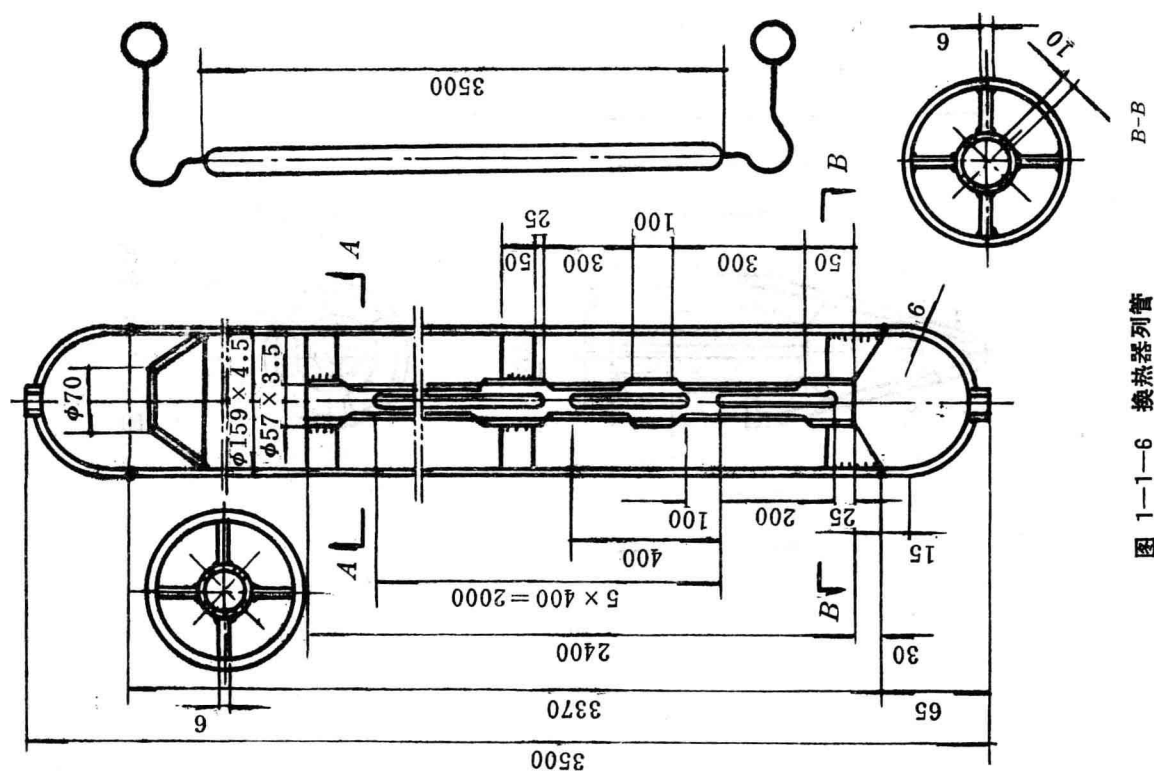


图 1-1-6 换热器列管

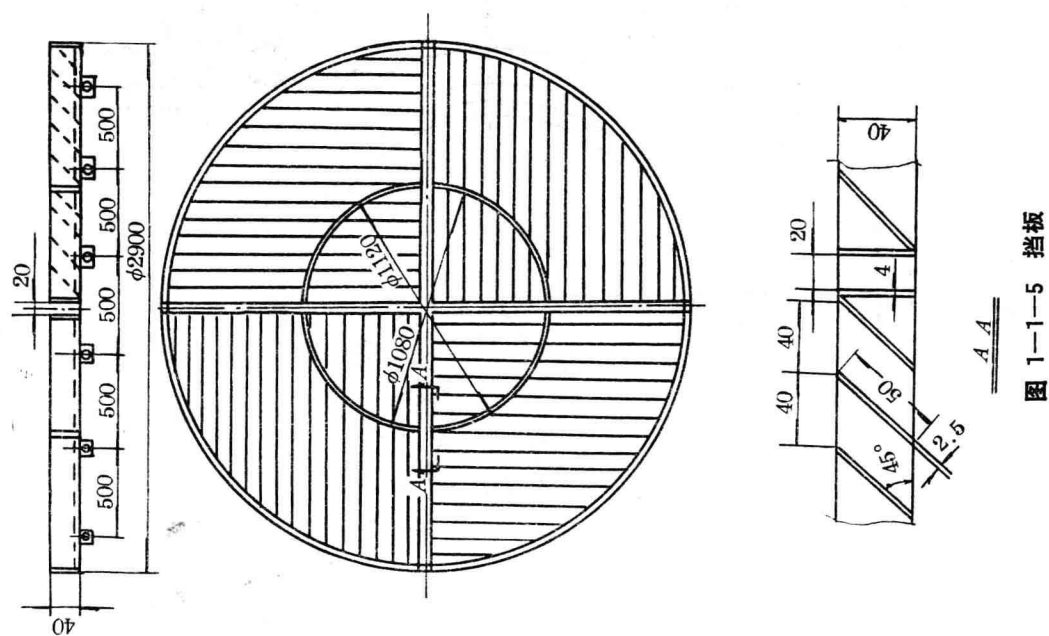


图 1-1-5 挡板

使水均匀进入管内。

稀相换热器结构，基本与浓相换热器相同。其换热面积为75米²，节流孔板 ϕ 5毫米。

(四) 萘喷嘴

计量泵将熔融萘经六支顶针式喷嘴送入反应器床层。三支喷嘴距分布板400毫米，插入炉内500毫米；另三支距分布板1450毫米，插入炉内800毫米。后又改装上定压自动开关，使喷嘴畅通不堵。

(五) 过滤管

苯酐气体经过滤管出反应器，使触媒不被带出床外。共有808根 $\phi 40 \times 1.5$ 毫米的过滤管，各长1000毫米，管外包铁丝网和玻璃布。在炉顶扩大段的八孔内，每孔安装101根过滤管。为不使过滤管阻力增大，在炉顶安有八通阀，循环倒吹空气。

(六) 外循环管

为了使被气流带出床层的细触媒和沾在过滤管上被倒吹下来的触媒细粒重新回到床层参加反应，在炉内沿壁设置8根 $\phi 159 \times 4.5$ 毫米、长8760毫米、缩口比为0.4的外循环管。并在缩口处加一空气喷嘴反吹，以加快触媒回流和防止堵塞。

三、主要辅助设备 (见表1—1—5)

辅助设备规格

表 1—1—5

序号	名称	规格及技术特性	数量	备注
1	透平鼓风机	型式：二级离心式； 型号：D300—21； 风量：300米 ³ /分； 风压：1.9绝对大气压； 转数： $n=6500$ 转/分； 出口温度：106℃。 配电机：J—85/74—2； 功率：800仟瓦； 转数： $n=2384$ 转/分； 配油循环冷却 $P=1.5$ 公斤/厘米 ² ； 保持油温35℃。	1	
2	萘计量泵	本厂自制单缸球珠活塞泵； 操作压力： $P=2$ 公斤/厘米 ² ； 萘量： $Q=0\sim 200$ 公斤/时。	6	萘加压计量用
3	部分冷凝器	单程列管式， $\phi 800$ 毫米； 高 $H=900$ 毫米； 面积：一台80米 ² ，另一台60米 ² 。	2	为粗苯酐冷凝前的主要设备

四、今后技术改进方向

1. 为使反应器内触媒得到充分利用，提高生产强度，本厂将在炉内加设内旋风分离器，让触媒返回床层参加反应。

2. 将过滤段移出床外，以解决过滤段温度难以控制和产生二次反应而烧坏过滤管等

问题。

3. 多加触媒，提高床层，强化生产能力。
4. 采用加压操作，提高触媒负荷和苯酐转化率。
5. 回收副产品萘醌和顺丁烯二酸酐。

Ⅱ. 某化工厂苯酐沸腾床反应器

一、生产工艺简述

(一) 工艺流程简述 (见图1—1—7)

自空压机(1)来的空气，经脱油器(2)脱油后，进入反应器稀相换热器，然后由反应器(3)锥底经分布板进入催化剂层，与从高位槽(4)经转子流量计(5)喷入床层的萘进行氧化反应。反应气经过滤管由床顶引出，经冷凝器(6)析出粗苯酐。尾气放空。

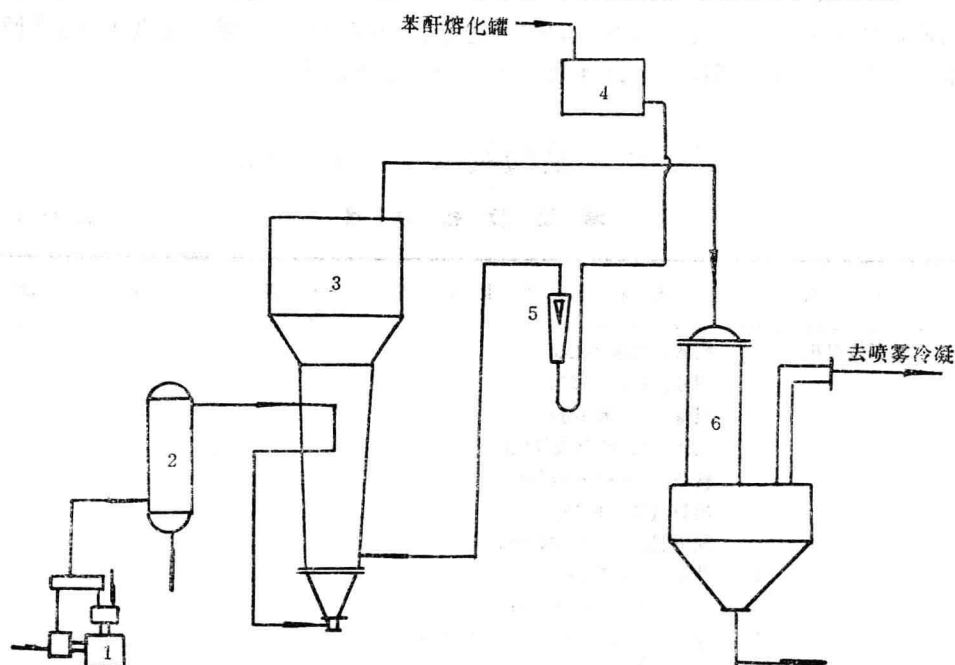


图 1—1—7 工艺流程图

1—压缩机；2—脱油器；3—反应器；4—高位槽；5—流量计；6—冷凝器。

(二) 原材料技术规格

1. 原料

首钢焦化厂工业萘与鞍钢精萘混合使用，工业萘占70%。工业萘规格见表1—1—6。

工业萘规格

表 1—1—6

凝固点, °C	含量, %	不挥发物, %	灰分, %
78.04	96.05	0.069	0.0175

2. 催化剂

用0401、0402型触媒，其粒度大小和组成参见染料厂所用的触媒。

(三) 主要工艺参数 (见表1-1-7)

工 艺 参 数

表 1-1-7

风量, 标米 ³ /时	萘量, 公斤/时	空塔速度, 米/秒	萘空比	触媒装量, 吨	静止床高, 米	触媒负荷, 克萘/公斤触媒·时
3900~4600	470~600	0.30~0.38	1:8~1:9	15~17	—	31~35
温 度, °C			系统压降, 毫米汞柱		275~350	
反应区 扩大段 床顶人孔	360~375 (距分布板1300毫米)		分布板及过滤管阻力与风量的关系			
	200~215 (距分布板13600毫米)		风量, 标米 ³ /时			
	190~200		分布板阻力, 毫米汞柱		4600~4800	4000~4200
			过滤管阻力, 毫米汞柱		60~70	20~40
					80~90	60~70

(四) 产品规格、消耗定额、生产成本

苯酐成品规格同染料厂。

每吨苯酐的萘耗为1.205吨。每吨苯酐的工厂成本为946.16元。

(五) 运转情况

1. 生产情况

本厂苯酐沸腾床反应器投产一年来, 生产情况很好, 生产周期长, 触媒可经2~3个月不必进行活化。操作上趋于三稳状态, 即投萘量稳定, 操作温度稳定, 系统压力稳定。在连续运转中, 系统压力逐渐下降。产品质量稳定。反应温度控制在360℃时, 可以稳定一个较长的时期; 当升温至370℃时, 也可以稳定一个较长的时期。全年生产11个月中, 趁设备检修时进行两次热风活化; 又在精制设备发生故障时, 迫使降萘进行两次淡萘活化。产品质量合格, 萘酐相对含量在2%以下, 总酸值在99%以上。

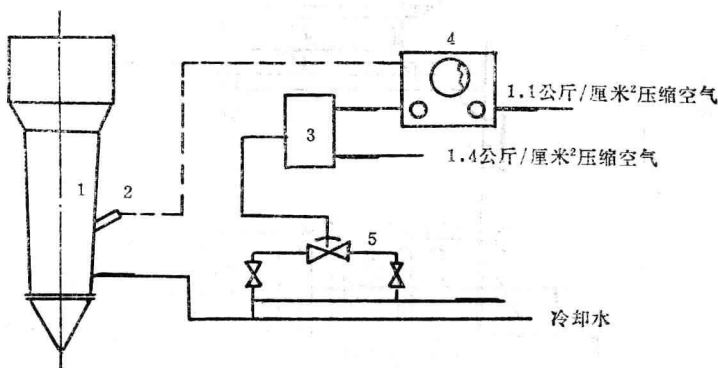


图 1-1-8 温度自控线

1—反应器; 2—热电偶; 3—E.W.Y-301电计电位差;
4—QTW型气动微分器; 5—气动薄膜调节阀。

2. 沸腾床反应器 反应温度的自动控制

温度是反应器控制的重要参数。为保证反应正常连续进行, 在反应器浓相段具有代表性温度点 (第4点) 安装一套温度自动调节系统 (见图1-1-8)。

此系单环、定值调节系统。考虑到设计参数的滞后性及操作人员的实际经验, 采用由EWY-301和QTW微分器组成的DID三作用调节系统。当床内温度升高时, 调节系统使调节阀关小, 以增加进入换热器的水量而降温。床内温度降低则相反。

开车时先行手动操作, 稳定后投入自动。因该系统采用调节回水的分量, 有较大温度波动时可能会出现调不过来的现象, 此时用手动稍加帮助即可。

二、主要设备结构及其操作性能

(一) 反应器结构

(见图1—1-9)

壳体材料A₃, 厚10毫米。

本厂2号反应器为单锥型床, 锥度4°, 扩大段 $\phi 4800$ 毫米, 气体分布板 $\phi 2800$ 毫米。经过一年以来的生产实践, 有以下几点体会:

(1) 锥形床底部气速高, 可吹起大颗粒触媒, 并使触媒与流体间产生剧烈的湍流。因此, 触媒粒度分布均匀, 提高了反应热传递速度, 加强了气固接触, 改善了流化质量。(2) 锥型床上部气速低, 可减少细触媒的扬析量, 减轻过滤段的负担; 并使被吹沸的触媒沿器壁强制循环。

从工艺参数来看, 2号反应器的操作温度和压力都比1号反应器(圆柱型)稳定。

(二) 锥形预分布器

由10°、30°、50°、70°锥体组成。材料A₃, 厚4.5毫米。

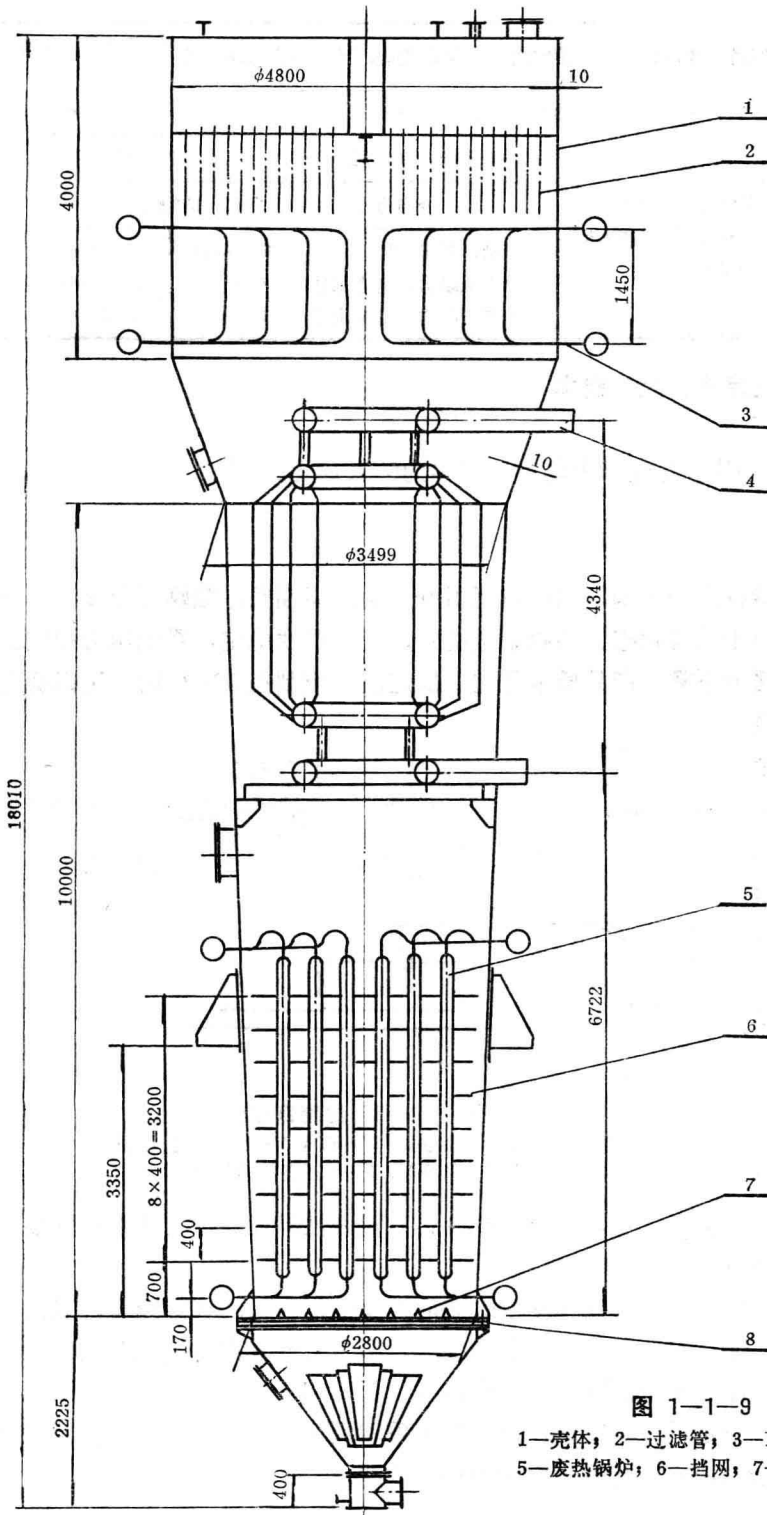


图 1—1-9 2号沸腾床反应器

1—壳体; 2—过滤管; 3—顶部换热器; 4—空气换热器;
5—废热锅炉; 6—挡网; 7—锥帽; 8—分布板

(三) 分布板

分布板直径 $\phi 2800 \times 35$ 毫米, 材料为 A_3 , 其结构见图1—1—10。锥帽1156个 (见图1—1—11), $\phi 51$ 毫米, 中心管 $\phi 6$ 毫米, 缝隙 0.6 ± 0.05 毫米, 材料为 HT15-32。中心管开孔率0.53%, 缝隙开孔率1.8%。锥帽最外两层按同心圆排列, 第一层112个, 第二层106个; 里层938个, 按正六角形排列。分布板孔径 $\phi 16.5 + 0.2$ 毫米, 孔中心间距75.5毫米。

通过锥帽孔隙的气速为10米/秒。

(四) 蒸喷嘴

喷嘴孔径 $\phi 3$ 毫米, 共8支, 分布在距分布板500毫米的一平面上, 六支插入炉内600毫米, 两支插入炉内1150毫米。其材料为 A_3 。

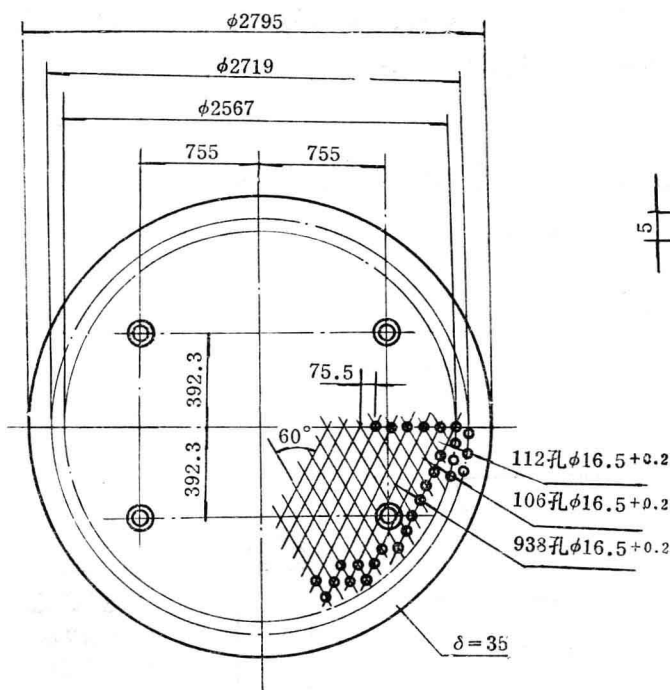


图 1—1—10 分布板

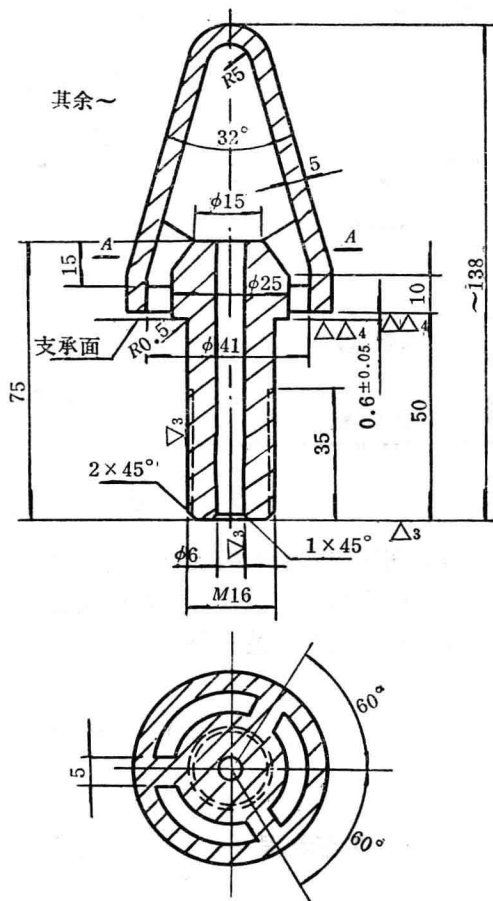


图 1—1—11 锥帽

(五) 挡网

鼓风机风量小, 空塔速度低, 故采用挡网, 共9层。其结构为10号铅丝编成 22×22 方孔。

(六) 换热装置

浓相换热器由28根 $\phi 159 \times 4.5$ 、长4000毫米的列管组成, 连接管径 $\phi 57$ 毫米, 总高5160毫米, 换热面积 62.12 米^2 。其材料为无缝钢管。传热系数 $K = 270 \text{ 仟卡/米}^2 \cdot \text{时} \cdot ^\circ\text{C}$ 。

稀相换热器换热介质为空气。其结构为鼠笼式, 由222根 $\phi 44.5$ 毫米、长2757~3960毫米的管子组成, 材料为10号钢, 换热面积 110 米^2 。传热系数 $K = 6.5 \text{ 仟卡/米}^2 \cdot \text{时} \cdot ^\circ\text{C}$ 。

(七) 过滤管

过滤管由920根 $\phi 38 \times 2.5$ 毫米、长950毫米的管子组成。每根管钻420个 $\phi 10$ 孔，孔总面积为 30.35 米^2 。包扎方法同染料厂。

三、主要辅助设备 (见表 1—1—8)

主要辅助设备		表 1—1—8
名 称	型 号 及 规 格	
空气压缩机	4L—65型；排气量：65 标准米 ³ /分； 压力：1 公斤/厘米 ² ；功率：130 仟瓦； 转数：400 转/分	
部分冷凝器	列管439根， $\phi 38 \times 2.5$ 毫米，长4000毫米； 换热面积：209.5 米 ²	
熔融萘高位槽	卧式，容积 5 米 ³ (外有角铁蒸汽保温夹套)	

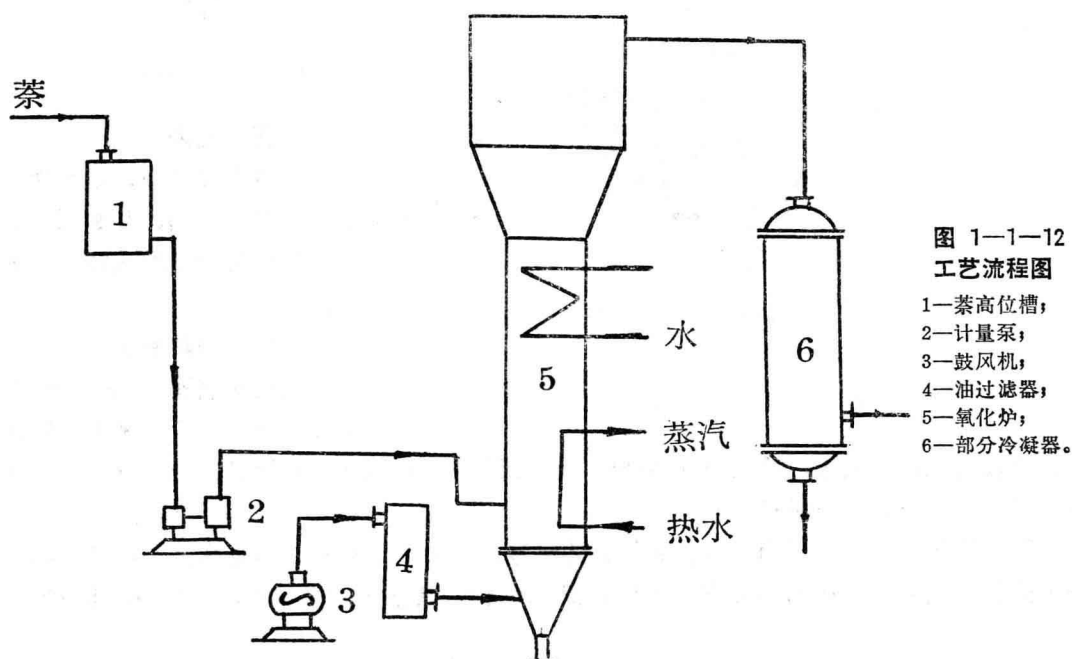
四、今后技术改进方向

1. 在床内安装两级旋风分离器代替过滤管，以解决过滤段温度过高而烧坏的问题。
2. 提高风量、触媒装量和触媒负荷，从而提高产量。
3. 回收副产品萘醌和顺酐。

Ⅲ、某合成材料厂苯酐沸腾床反应器

一、生产工艺简述

(一) 工艺流程 (见图1—1—12)。



由罗茨鼓风机（3）来的空气，经孔板流量计去反应器（5）。熔融萘由高位槽（1）经计量泵（2），自喷嘴进入床层与空气混合，在催化剂作用下进行反应。苯酐气经过滤段由床顶引出，进入部分冷凝器（6）析出苯酐。尾气放空。

（二）原材料技术规格

原料为工业萘，规格与上述化工厂相同。催化剂为0401型钒媒。

（三）主要工艺参数（见表1—1—9）

工 艺 参 数				表 1—1—9
项 目	指 标	项 目	指 标	
风量，标米 ³ /时	1700~1900	静止床高，米	4.3	
萘量，公斤/时	200~280	膨胀比	1.3	
空塔速度，米/秒	0.4~0.45	接触时间，秒	9~10	
萘空气比	$1/8 \sim 1/10$	反应区温度，℃	380±5*	
催化剂装量，吨	6	过滤段温度，℃	200~230	
催化剂负荷，克萘/公斤触媒·时	33~47	苯酐气出口温度，℃	170~180	
		系统压力，公斤/厘米 ²	0.5	

* 控制点距分布板1900毫米处测得。

（四）产品规格、消耗定额、生产成本

产品规格同上述化工厂。

每吨苯酐的萘耗为1.250吨。

（五）运转情况

本厂苯酐沸腾床原设计为300吨/年，1968年达到420吨/年。广大革命职工在无产阶级文化大革命中，高举毛泽东思想伟大红旗，在毛主席“抓革命，促生产，促工作，促战备”的伟大方针指引下，大挖生产潜力，1969年苯酐产量达1049.44吨/年，最高月产量12月份达145.55吨/月，一级品率为78.8%，实现了大幅度增产。

二、主要设备结构及其操作性能

（一）反应器结构（见图1—1—13）

壳体材料为A₃，厚10毫米。

（二）分布板

锥帽型分布板有锥帽375个，其材料为HT 18—36。锥帽中心孔直径 $\phi 7$ ，中心孔开孔率0.73%，缝隙0.5毫米，孔间距75毫米。外两圈按同心圆排列，圈内为正六角形排列。分布板材质为A₃。

（三）挡板

百叶窗式导向挡板共13块，叶片间距32毫米，倾角45°。第一块距分布板800毫米，中部间距为400毫米，上部四块相距500毫米，内外旋间隔排列。

（四）换热装置

浓相换热器由16根 $\phi 89 \times 4$ 毫米的列管组成，高6500毫米，换热面积25米²。换热系数 $K = 250$ 仟卡/米²·时·℃。材料为钢10。

稀相换热器结构为鼠笼式，共两组，由 $\phi 51 \times 4$ 毫米的钢管组成，总高4000毫米，

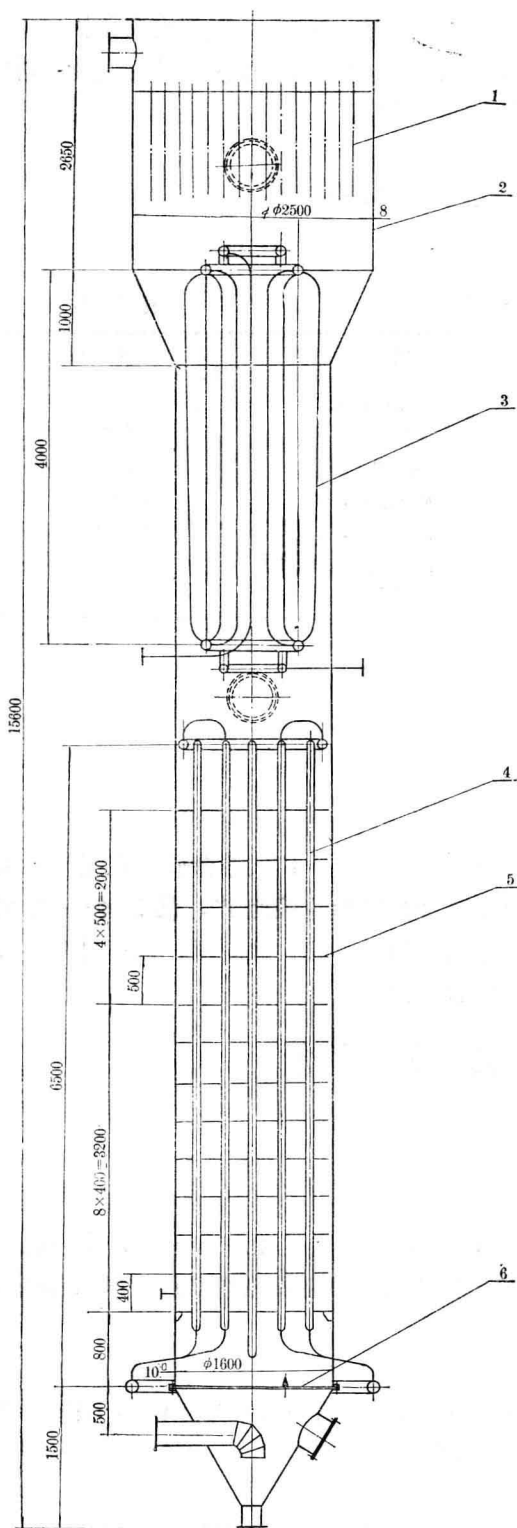


图 1—1—13 沸腾床反应器

1—过滤管；2—壳体；3—水换热器；
4—废热锅炉；5—挡板；6—分布板。

换热面积25米²。换热系数 $K = 50$ 仟卡/米²·时·℃。

(五) 萘喷嘴

喷嘴结构为顶针式，共3支，成120°夹角分布在距分布板1000毫米的同一水平面上，插入炉内300毫米。萘系统压力为1~2公斤/厘米²。

三、主要辅助设备

1. 罗茨鼓风机，型号LGA42—3500，功率40仟瓦。

2. 萘计量泵，为往复式轴型计量泵，最大流量150公斤/时，功率1.7仟瓦。

3. 部分冷凝器，列管式，换热面积40米²。

IV、综合利用

毛主席教导我们说：“综合利用很重要，要注意。”

萘氧化是个强烈的放热反应，充分利用这部分热能，具有极大的经济价值。就染料厂一个厂而言，每小时可发生5~6公斤/厘米²饱和蒸汽6吨，全年累计43200吨，可节省用煤2700吨。

萘氧化除得主产品苯酐外，还生成副产物顺酐4%，萘醌2~3%。这些副产物都是经济价值极高的有机原料，予以回收还可以改善环境卫生。有关单位应抓紧搞回收的试验工作。

第二节 丙烯腈流化床

丙烯腈是合成纤维、合成橡胶、合成塑料等合成材料的重要单体。最早生产丙烯腈的方法，是在氯化亚铜催化剂存在下，由乙炔和氢氰酸进行反应。丙烯腈一步氧化法出现以后，由于原料来源丰富，流程简单，投资省，立刻引起了人们的注