

内部资料

注意保存

1620吨/日气提法尿素 生产操作的有关问题

赴荷兰尿素生产实习二组

石油化学工业出版社

1620吨/日气提法尿素 生产操作的有关问题

内部资料·注意保存

赴荷兰尿素生产实习二组

石油化学工业出版社

为配合我部引进30万吨合成氨厂尿素部分的开工，由我部化工进口项目建设指挥部组织赴荷兰尿素生产实习二组编写了《1620吨/日气提法尿素生产操作的有关问题》技术资料。内容主要介绍赴荷兰实习尿素生产工艺和有关技术问题，共分十一个题目，包括气提法尿素的工艺原理、工艺参数的选择及调节和开、停车及事故处理等方面的问题。另外，介绍了DSM尿素厂1000吨/日和200吨/日尿素装置现场开、停车的情况。可供引进30万吨合成氨厂尿素部分开工和操作时参考。有关科研、设计单位和高等院校亦可参考。

1620吨/日气提法尿素生产操作的有关问题
赴荷兰尿素生产实习二组

石油化学工业出版社 出版

（北京和平里七区十六号楼）

石油化学工业出版社印刷厂 印刷

开本 787×1092 $\frac{1}{32}$

印张 3 $\frac{1}{2}$ 插页 1

字数 75 千字

印数 1—5,400

1976年6月第1版

1976年6月第1次印刷

书号15063·化186

定价0.31元

内部发行

前 言

本资料是赴荷兰尿素生产实习二组的技术总结，在总结中我们力求把在荷兰听课的内容和在车间现场实习的情况做全面介绍，主要介绍了荷兰人对有关技术问题的看法和经验以及实际操作。但有的问题他们介绍得含糊不清、互相矛盾，再加上我们的总结水平和翻译水平有限，一定有不足和错误之处，仅供同志们参考。

编者

1975.11.11

目 录

一、1620吨/日气提法尿素工艺流程简介	1
二、有关气提法尿素的工艺原理	3
三、一般工艺介绍	9
(一) 合成塔	9
(二) 气提塔	10
(三) 高压甲铵冷凝器	13
(四) 高压洗涤器	16
四、工艺参数的确定	20
(一) 合成系统工艺指标的选择	20
(二) 循环系统工艺指标的选择	22
(三) 蒸发及造粒工艺指标的选择	24
五、高压系统的开车	26
(一) 高压系统的升温与钝化	26
(二) 高压系统开车程序说明	31
(三) 开车注意事项	37
六、工艺参数的调节	41
七、高压系统停车程序说明	46
八、开车及生产中发生过事故	50
九、问题解答	57
十、模拟装置	71
十一、现场实习	77
(一) 荷兰 DSM 尿素厂概况	77
(二) 1000吨/日尿素装置高压部分流程简介	77

(三) 200吨/日尿素装置高压部分流程简介·····	80
(四) 1000吨/日尿素装置高压合成部分的开车·····	83
甲、开车·····	84
乙、停车·····	90
(五) 200吨/日尿素装置高压合成部分的开车·····	92
甲、开车·····	92
乙、停车·····	95
(六) 正常生产工艺指标的控制·····	95
甲、合成塔·····	95
乙、气提塔·····	98
丙、尾气冷凝器·····	99
丁、高压喷射器·····	102
戊、关于加减负荷的操作·····	102
(七) 正常生产记录摘要·····	102

一、1620吨/日气提法

尿素工艺流程简介

此法分为下面几个工序：

原料的压缩——→尿素合成与气提——→循环——→蒸发造粒。

见附图1。原料二氧化碳气由氨厂送来，在管线上用空气鼓风机加入空气，使 CO_2 气体中氧含量达0.7%。此 CO_2 经过分离器分离水，然后进入 CO_2 压缩机升压到 140kg/cm^2 ，由气提塔底部进入塔内列管内与由塔上从合成塔来的尿液混合物逆流接触，气提塔壳侧通入 21kg/cm^2 的蒸汽加热，这样尿液混合物中的甲铵就分解成 NH_3 和 CO_2 气，分解出的 NH_3 和 CO_2 与原料 CO_2 气一起进入高压甲铵冷凝器。

原料液氨由氨厂送来压力为 23kg/cm^2 ，经过氨预热器预热到 40°C ，进入高压氨泵升压到 160kg/cm^2 ，再进入氨加热器加热到 70°C ，然后进高压喷射器作为动力液把高压洗涤器来的甲铵水溶液送入高压甲铵冷凝器，在高压甲铵冷凝器中 NH_3 和 CO_2 生成甲铵液体，然后由塔底进入合成塔，在塔内甲铵脱水生成尿素。反应条件：压力 140kg/cm^2 ，温度 183°C ， $\text{NH}_3/\text{CO}_2=2.89$ $\text{H}_2\text{O}/\text{CO}_2=0.37$ 。尿液混合物由塔内的溢流管流入气提塔上部，经分配器小孔进入气提管。高压甲铵冷凝器壳侧通水冷却，并副产 4kg/cm^2 蒸汽。在合成塔内没有转化的 NH_3 和 CO_2 气体及惰性气体，从塔顶排出经过高压洗涤器把部分 NH_3 和 CO_2 冷凝下来。用高压甲铵泵打

来的甲铵液也进入高压洗涤器，高压洗涤器设有封闭式循环冷却系统，包括一个泵和一个冷却器，热量在精馏塔循环加热器内回收利用。未冷凝的 NH_3 和 CO_2 及惰性气体减压到 7 kg/cm^2 ，进到吸收塔底部，用泵送来的蒸发冷凝液及闪蒸冷凝液分别从塔的顶部及中部进入塔内，在填料段吸收 CO_2 和 NH_3 生成碳铵液，此碳铵液由塔底排出进入吸收器，惰气由塔顶放空。

气提塔底部流出的尿液，经减压到 3 kg/cm^2 ，进入精馏塔顶部通过填料段，进入循环加热器加热到 135°C ，进一步把残余的甲铵分解成 NH_3 和 CO_2 ，气液混合物在精馏塔分离器内进行分离，气体从精馏塔顶排出，尿液经减压送到闪蒸槽，在真空下闪蒸出一部分水蒸汽及少量的 NH_3 和 CO_2 ，尿液流入尿液槽，尿液浓度 74% 。并经过尿液泵打入一级蒸发加热器加热到 130°C ，在真空下进行蒸发把尿液浓度提到 95% ，再进入二级蒸发加热器加热到 140°C ，在更高的真空度下进行蒸发把尿液浓度提到 99.7% ，用熔融尿液泵打入造粒塔经喷头喷出，在造粒塔内进行造粒。闪蒸槽及一级蒸发器的真空度是由一级蒸汽喷射器产生的，二级蒸发器的真空度是由两级蒸汽喷射器产生的。

在闪蒸槽及一、二级蒸发器蒸出的蒸汽，在各自的冷凝器中进行冷凝，冷凝液流入氨水槽的不同空间。蒸发冷凝液用解吸塔加料泵经换热器送入解吸塔顶部，从塔底通入直接蒸汽把 NH_3 和 CO_2 解吸出来，残液与进料换热后排入地沟。 NH_3 和 CO_2 及水蒸汽从塔顶排出与精馏塔排出的 NH_3 和 CO_2 气混合，并和吸收器来的甲铵液一起从底部进入低压甲铵冷凝器，在此经过部分冷凝吸收，气液混合物一同进入吸收器分离器进行气液分离，甲铵液用甲铵泵打入高压洗涤器，气

体经过吸收器的填料段用吸收塔来的甲铵液进一步吸收 NH_3 和 CO_2 ，残余的气体由塔顶放空。

吸收器及吸收塔都设有自身循环系统，包括一个泵和一个冷却器，这样提高了吸收效果。低压甲铵冷凝器的冷却是通过封闭式循环冷却系统，包括一个泵和一个冷却器，这样可以控制冷却水温度防止甲铵结晶。

二、有关气提法尿素的工艺原理

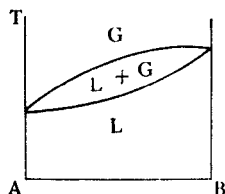


图 1 一般二元物系气液平衡图

G—气相；L—液相

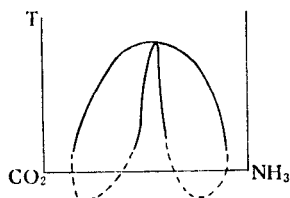


图 2 具有最高共沸点的 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 物系相图

一般二元物系在等压下的气-液平衡图的形状如图 1，具有共沸点的物系称为共沸物系。图 2 为 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 物系，具有最高共沸点。

在恒定压力下，当我们在 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 物系中加水时发现：随水量的增加而共沸点升高，此物系可用三度空间表示如图 3。将不同水含量的平面（如 AA，BB，面）中的共沸点连线称为顶脊线。将顶脊线投影到 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 平面上，同样也可找到 $\text{NH}_3\text{-H}_2\text{O}$ 及 $\text{CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 物系的沸点。把等温面与饱和液相曲面的交线投影到 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 平面上即可得到等温线，即相同沸点的组成的连线。

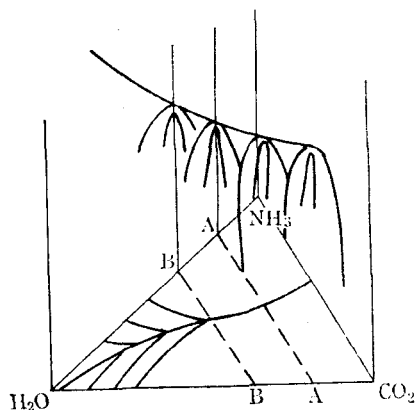


图 3 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 三元物系

同样，当温度恒定时 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 物系具有最低压力点如图 4。当我们在该物系中加水时最低压力点随水量的增加而降低，这也可用三度空间图表示如图 5。各最低压力点的连线称为最低压力顶脊线，也可将此线投影到 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 平面上，在平面上相同压力点连线称为等压线，可知在相同压力下最低压力顶脊线上的 H_2O 含量最低。

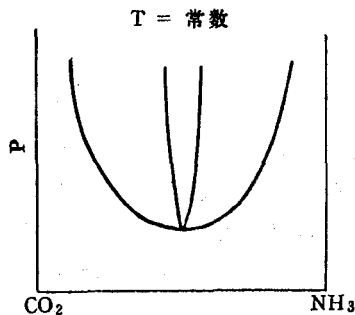


图 4 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 物系最低压力点

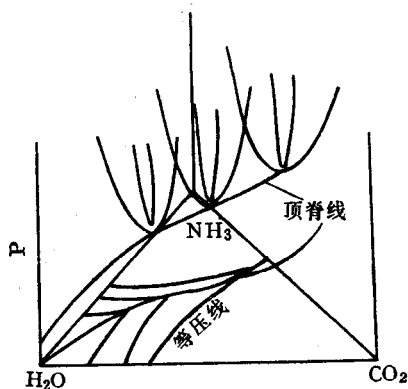


图 5 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 物系最低压力线

$\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-Ur}^*\text{-H}_2\text{O}$ 四元物系如图 6，据以上方法我们可在 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 及 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-Ur}$ 平面上作出顶脊线和等温线。

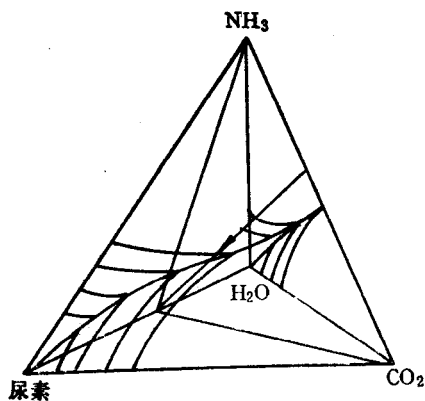


图 6 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-Ur-H}_2\text{O}$ 四元物系相图

* Ur 表示尿素。

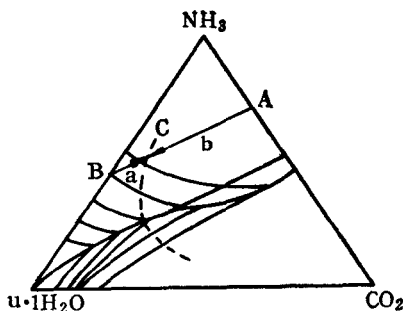


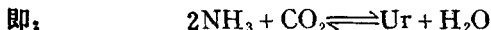
图 7 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-Ur}\cdot\text{H}_2\text{O}$ 三元物系反应线

设 2NH_3 与 1CO_2 百分之百转化为 $1\text{Ur} + 1\text{H}_2\text{O}$ 则可在 $\text{Ur-H}_2\text{O}$ 边上找到 $1\text{Ur}\cdot 1\text{H}_2\text{O}$ 的组成点。连接 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-}1\text{Ur}\cdot 1\text{H}_2\text{O}$ 所得的平面即为我们所要研究的平面, 如图 7。

$2\text{NH}_3 + \text{CO}_2 \rightleftharpoons \text{CO}(\text{NH}_2)_2 + \text{H}_2\text{O}$, 当 $\text{NH}_3/\text{CO}_2 = 2$ 时反应将在 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 边上 $\text{NH}_3/\text{CO}_2 = 2$ 的点与 $\text{Ur}\cdot 1\text{H}_2\text{O}$ 角的连线进行, 此线称理论反应线, NH_3/CO_2 不同的反应线将平行于此线。

不同反应线有不同的平衡转化率, 各平衡转化率点的连线即为化学平衡线, 我们发现最高平衡转化率的点在顶脊线上。因此加料点的 NH_3/CO_2 可以从化学平衡线与顶脊线的交点作理论反应线的平行线与 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 边的交点求出, 即为最佳投料点。事实上在反应器中是要加水的, 同时也有尿素进入系统, 因而投料点不在 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 边上, 而是向 $\text{Ur}\cdot 1\text{H}_2\text{O}$ 点沿反应线移动一定距离。

从图还可看出: 当反应沿 AB 线进行在达化学平衡时其正逆反应都达到 C 点。



当反应能达到B点时则 CO_2 转化率为100%，当反应达C点时 CO_2 转化率：
$$\eta_{\text{CO}_2} = \frac{b}{a+b} \times 100\%$$

当 $\text{NH}_3/\text{CO}_2 = 2$ 时，由图可求出其转化率为 $21/50 = 42\%$ 这样低的转化率是由于温度太低所致。

关于气提过程如图8：

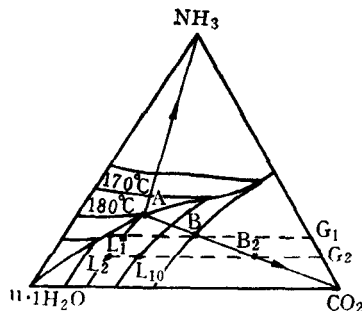


图8 气提过程

设A点为合成塔出液点，当加入一定量的 CO_2 时，过程沿 $A \rightarrow \text{CO}_2$ 线进行（加 NH_3 也同样沿 $A \rightarrow \text{NH}_3$ 线进行）。

设气提过程在恒温（180°C）下进行，若从A点加 CO_2 到B点，则此时可出现气、液两相，即 G_1 、 L_1 ，当 CO_2 不断通入时则可得到 G_2 、 L_2 ……，使气提出液更靠近 $\text{Ur} \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ 点，但实际气提过程的压力和温度都不可能是不变的，如出液温度可能是170°C，则得到的出液点为 L_{10} 点。

CO_2 气提的原理：

为什么用 CO_2 能气提出尿液中的 CO_2 ，如有一尿液已达化学平衡温度为180°C与其成平衡的气相 NH_3/CO_2 比为3，用 CO_2 能把尿液中的 NH_3 气提出来，而 CO_2 在尿液中是以甲铵

的形式存在，所以使 CO_2 仍溶解在尿液中实际上是不可能的，因 CO_2 的溶解度很小，只要把 NH_3 气提出来， CO_2 也必然跟着出来。只要保持气提气的 NH_3/CO_2 比小于 3 即可。

例如 100 克分子的尿素溶液进入气提塔

其中： NH_3 48 公斤分子/日

CO_2 12 公斤分子/日

Ur 20 公斤分子/日

H_2O 20 公斤分子/日

假设从溶液中拿出 20 公斤分子尿素，在原料中必须补充同数量的 CO_2 ，见图 90 设气提效率为 100%，则气提气中：

$$\text{NH}_3/\text{CO}_2 = \frac{48}{32} = 1.5 \quad (\text{合同工厂为 } \text{NH}_3/\text{CO}_2 = 1.9) \text{ 所以比}$$

与进液成平衡的气相 $\text{NH}_3/\text{CO}_2 = 3$ 低得多，因而尿液中的 NH_3 和 CO_2 能气提出来。

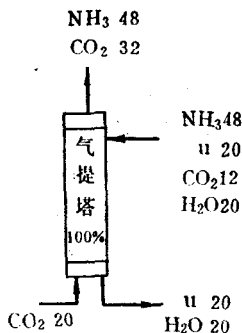


图 9 气提原理示意图

如果用 NH_3 气提可把 CO_2 气提出来，但是 NH_3 在尿液中溶解度大，溶解量也多，气提效果不好。

三、一般工艺介绍

(一) 合成塔

生成尿素的反应在合成塔内进行，其所需的热量由高压甲铵冷凝器未冷凝的 NH_3 和 CO_2 生成甲铵的反应热来供给，供给热量的多少是用汽包的压力来控制的；当进入高压甲铵冷凝器的 NH_3/CO_2 固定时，由汽包压力来控制合成塔的温度，同时也控制了压力。因为温度升高 NH_3 和 CO_2 蒸发而引起压力很快升高，温度升高 $1\sim 2^\circ\text{C}$ 时，压力将增加很多。

从经济方面考虑，希望合成压力最低，而为了得到高的转化率希望反应温度最高，由 $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-Ur}\cdot 1\text{H}_2\text{O}$ 图可知在顶脊线上的所有点温度最高，因此我们希望反应温度到顶脊线上，这时要求合成塔加料的组成为 $\text{NH}_3/\text{CO}_2=2.85$ ，反应最终达到化学平衡时液相 $\text{NH}_3/\text{CO}_2=3.98$ 。

液相 $\text{NH}_3/\text{CO}_2=3.98$ 时，所对应的温度为 $180\sim 183^\circ\text{C}$ ，其惰气分压 $P_{\text{惰}}=14\text{kg}/\text{cm}^2$ （绝），则系统压力 $P_{\text{总}}=P_{\text{系统}}+P_{\text{惰}}=126+14=140\text{kg}/\text{cm}^2$ （绝）。

惰性气的分压是可以改变的，当我们知道 NH_3 、 CO_2 、 H_2O 的分压时则可计算出系统的组成。惰气分压与 $P_{\text{NH}_3}+P_{\text{CO}_2}+P_{\text{H}_2\text{O}}$ 之和相比一般为 $1:9$ （分子比）。

当液相中 $\text{NH}_3/\text{CO}_2=3.98$ 时气相中 $\text{NH}_3/\text{CO}_2=3.15$ ，若改变原料 NH_3/CO_2 时则出口气相 NH_3/CO_2 也要发生变化。

当不考虑 H_2O 时系统便简化为 $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ 物系如图10。由图10可知气相组成变化较大，而液相组成变化极小，因此原料 NH_3/CO_2 的变化对气相 NH_3/CO_2 影响很大，所以我们可以由气相 NH_3/CO_2 分析来很好地判断塔内组成变化的情况。一般

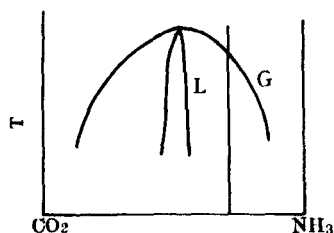


图 10 NH_3 - CO_2 物系气液平衡图

气相 NH_3/CO_2 应是 3~3.5。
当 NH_3/CO_2 失常时合成液的沸点下降，多余的热量供 CO_2 和 NH_3 的蒸发而使系统压力升高。

物料在合成塔内的停留时间一般约为 1 小时，其塔的高度与直径比取 10:1，每天生产一吨尿素所需合成塔容积为 113 升，1620 吨/日尿素需

容积， $113 \times 1620 = 183060$ 升，即 183 米³。

合成塔气相层的高度在工艺设计中是不考虑的，而只考虑液位波动区间的要求。

合成塔出液管放在塔内可节省高压不锈钢管，在下料处还设有旋涡破碎器。

塔内设有 8 块筛板主要是防止返混，因尿素比甲铵重，同时筛板也能使气液接触更好，筛板下面有 20 毫米高的气相层，气体走筛孔，液体走环隙，但也有少量气体经过环隙。

(二) 气提塔

气提塔管长为 6 米，是由试验得到的。气提管的长度由下列因素决定：1. 气提效率；2. 缩二脲的生成；3. 尿素水解等三个条件。

列管取 $\phi 31 \times 3$ 毫米，分布器孔径为 2.3 毫米。

据了解不同生产能力的工厂管径、管长及分布器都是一样的，只是管数不同，见第 11 页表。

由实验得知每天生产 1 吨尿素需 1.6 根管，所以合同工厂气提塔管数为 $1.6 \times 1620 = 2600$ 根。

气提塔的设计要求其气提效率 $\alpha \approx 82 \sim 83\%$ ，可由实验

生产能力, 吨/日	管数, 根	管长, 米	分布器孔径, 毫米	孔数, 个
1620	2600	6	2.3	3
1000	1509	6	2.3	3
600	960	6	2.3	3

公式算出:

$$\alpha = f(P_w \cdot P_{st} \cdot h \cdot L)$$

式中 P_w ——操作压力: 140kg/cm²(绝);

P_{st} ——蒸气压: 21kg/cm²(绝);

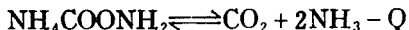
h ——水尿比=1.4~1.6;

L ——每根管液体负荷≈80公斤/时·每根管。

由实验公式可看出: 各工艺条件一定气提塔的负荷也就一定了。负荷过大气提塔将产生液泛。

设计上考虑气提塔负荷可在65~120%范围内操作, 工厂开车一年后负荷可达110%。

气提塔的作用是分解未转化的甲铵, 其分解反应:



为吸热反应。气提塔进液温度为183℃, 出液温度为155~170℃, 其加热蒸汽压力最大21kg/cm²(绝)对应温度为210℃, 当无蒸汽加热时甲铵不分解, 使出液温度升高。

气提蒸汽压力过高将引起:

1. 缩二脲生成。

2. 尿素水解。

3. 液相中氧含量降低, 这将导致设备腐蚀, 因此对蒸汽压力作如下规定:

(1) 70%负荷时蒸汽压力为17~19kg/cm²(绝)。