

钠浮选药剂精馏系统优化与节能降耗研究

王金晶 张在轩 徐志良 贺小丰 赵兵兵

青海盐湖精诚化工有限公司, 青海省格尔木市, 816000;

摘要: 针对青海盐湖精诚化工有限公司钠浮选药剂生产中存在的转化率低、精馏系统负荷重、能耗高及废水 COD 超标的问题, 开展了钠浮选药剂精馏系统优化研究。通过优化反应釜结构与工艺参数、升级精馏系统关键设备、建立精准控制体系等技术手段, 实现了十二醇单程转化率提升至 82%以上, 十二烷基吗啉产出率达 80%, 单批次精馏处理量提高至 1600 公斤, 废水中 COD 含量降至 800ppm。项目不仅解决了生产瓶颈, 还显著降低了公用工程消耗, 为同类化工装置的优化升级提供了可复制的技术方案。

关键词: 钠浮选药剂; 精馏系统; 工艺优化; 节能降耗; COD 控制

DOI: 10.64216/3080-1508.26.01.060

1 引言

1.1 研究背景

青海盐湖精诚化工有限公司年产 3000 吨 QHS-3 钠钙复合型浮选剂, 长期面临生产效率低和环保压力大的问题: 十二醇单程转化率仅为 67.4%, 十二烷基吗啉产出率为 65.5%, 均显著低于设计指标; 反应不充分导致精馏系统负荷大, 氮气、电、蒸汽等能耗居高不下; 精馏废水 COD 高达 5890~6989mg/L, 远超排放标准, 处理成本高且存在环保风险。尽管企业持续进行工艺和设备调整, 但未能根本改善。为此, 公司与北京盛芳创恒科技合作, 实施《钾肥钠浮选药剂生产工艺装置技改优化》项目, 重点对反应与精馏系统进行协同优化, 以提升转化效率、降低能耗并控制污染物排放。

1.2 国内外技术现状

全球浮选剂市场稳步增长, 预计 2024 至 2030 年复合年增长率为 5.19%, 到 2030 年市场规模将达 33.48 亿美元。中国是全球主要生产国, 2023 年产量占全球总产量的 29.88%。在技术上, 国外钾肥生产企业已形成成熟的钠浮选剂生产工艺体系, 其特点是采用先进的太阳能蒸发、反浮选等技术, 注重全流程智能化和绿色生产, 因此转化率普遍在 80%以上, 并能实现废水近零排放。相比之下, 国内生产工艺虽已规模化, 但整体水平仍有差距, 主要问题在于转化率偏低、能耗高、废水处理难。过去的优化多局限于单一环节, 缺乏系统性。为此, 青海盐湖精诚化工有限公司在其一步法合成工艺中, 引入 Ni-Cu 负载型催化剂, 并借鉴国内外先进经验, 结合自身生产条件, 构建了一套系统性优化方案以解决上述问题。

1.3 研究目标与内容

1.3.1 研究目标

(1) 技术指标: 十二醇单程转化率 $\geq 75\%$, 十二烷基吗啉产出率 $\geq 75\%$, 单批次精馏系统处理量 ≥ 1000 公斤, 废水中 COD 含量 $\leq 1000\text{ppm}$;

(2) 能耗指标: 降低氮气、电能、蒸汽等公用工程消耗;

(3) 自动化指标: 提升生产自动化水平, 减少人工干预, 提高工艺控制精度。

1.3.2 研究内容

(1) 钾肥钠浮选药剂生产工艺装置优化, 包括吗啉滴加系统、氮气系统、反应釜结构、氢气流量控制、温度控制等方面改进;

(2) 钠浮选药剂精馏回收系统工艺优化, 包括脱水塔出水管线改造、废水处理工艺优化、工艺连锁控制等内容^[1];

(3) 关键工艺参数优化与验证, 通过实验确定最优操作条件。

2 实验部分

2.1 实验装置与材料

2.1.1 实验装置

以 3 号反应釜作为实验釜, 并行加装两级冷凝及附件, 改造气相管线并加装视镜; 更换高精度防爆氢气流量计 (0~4Nm³/h)、插入式就地温度计等仪表; 升级精馏系统流量计, 更换脱水塔和分离塔填料, 并配备备用部件^[2]。

2.1.2 实验材料

原料为十二醇、吗啉, 催化剂为 Ni-Cu 负载型催化剂, 其他辅助材料包括氮气、氢气等。

2.2 实验方法与步骤

2.2.1 实验设计思路

在保持原有反应釜、冷凝器等核心设备不变的前提下, 通过新增设备、优化管线连接和调整工艺参数实现

技改目标，方案具备可逆性，确保实验完成后系统可恢复原始状态。采用控制变量法，分别调整吗啉滴加速度、反应温度、搅拌速度、氢气流量等参数，研究各因素对反应转化率和产品质量的影响。

2.2.2 实验步骤

(1) 设备改造与调试：完成反应釜气相管线、冷凝系统、仪表的改造与安装，进行安全测试和空载调试，确保设备运行稳定；

(2) 基准数据采集：保持原有生产工艺参数，运行1~3号反应釜，采集十二醇转化率、十二烷基吗啉产出率、精馏处理量、COD含量等基准数据；

(3) 单因素优化实验：依次调整吗啉滴加速度前期80~120kg/h，后期160~185kg/h、反应温度210~220℃、搅拌速度30~40Hz、氢气流量1.0~2.0Nm³/h等参数，每个条件重复3个批次实验，记录相关数据；

(4) 正交优化实验：基于单因素实验结果，选取

关键影响因素进行正交实验，确定最优工艺参数组合；

(5) 稳定性验证：在最优工艺条件下连续运行多个批次，验证系统稳定性和优化效果。

2.3 检测方法

采用气相色谱质谱联用仪(GC-MS)测定十二醇和十二烷基吗啉含量，计算转化率和产出率；按照GB/T15456-2019标准，采用重铬酸钾法测定废水中COD含量；通过傅里叶红外光谱仪(FTIR)、核磁共振仪(NMR)等设备进行成分分析^[3]。

3 结果与讨论

3.1 工艺优化结果

3.1.1 关键技术指标完成情况

经过系统优化，各项技术指标均超额完成合同约定要求，具体结果见表1。

表1 技术指标完成情况对比表

指标归属	指标名称	合同约定指标	实际完成情况	提升幅度
技术指标	十二醇单程转化率	≥75%	≥82%	≥9.3%
技术指标	十二烷基吗啉产出率	≥75%	≥80%	≥6.7%
技术指标	单批次精馏系统处理量	≥1000公斤	≥1600公斤	≥60%
技术指标	废水中 COD 含量	≤1000ppm	800ppm	≤20%

3.1.2 单因素实验影响分析

(1) 反应温度的影响：当反应温度从220℃降至215℃时，分离液量减少8%~15%，产品质量保持稳定；继续降至210℃，分离液量虽进一步下降，但产品质量明显降低，表明215℃为适宜反应温度。

(2) 吗啉滴加速度的影响：降低前期吗啉滴加速度、提高后期滴加速度，可减少反应前期剧烈程度，降低气相管头部温度，分离液量显著减少，产品质量从89.6%逐步提升至93.2%。

(3) 搅拌速度的影响：将搅拌速度从30Hz提高至40Hz后，3号反应釜产品质量从90.03%~90.39%提升至92.9%，表明提高搅拌速度可增强物料混合效果，促进反应充分进行。

(4) 氢气流量的影响：氢气流量控制在1.5~2.0Nm³/h时，生产数据稳定；降低至1.0Nm³/h时，需注意防止反应釜分布器堵塞，需结合实际生产情况调整。

3.1.3 最优工艺参数组合

通过正交实验确定最优工艺参数：十二醇1250kg，吗啉610kg，催化剂15kg，反应温度215℃，氢气流量2Nm³/h，吗啉滴加速度0~30分钟80kg/h、31~60分钟120kg/h、61~180分钟160kg/h、181~240分钟185kg/h，搅拌速度40Hz。在此条件下，十二醇单程转化率可达

85%，十二烷基吗啉产出率82%，废水COD含量稳定在800ppm。

3.2 优化效果分析

3.2.1 产品纯度与产能提升

分离塔填料更换后，对十二醇、吗啉的分离效果显著增强，减少了两者互混及副产物残留，产品纯度从改造前的89%~92%提升至92%~95%；精馏系统处理能力从单批次1000公斤提升至1600公斤，装置整体产能得到有效释放。

3.2.2 能耗降低效果

反应转化率提升后，未反应原料量减少，精馏系统负荷降低，导热油加热和冷却水消耗减少，综合能耗降低25%；氮气、电、蒸汽等公用工程消耗显著下降，生产成本有效控制^[4]。

3.2.3 运行稳定性改善

新增视镜实现了反应过程的可视化监控，便于及时调整工艺参数；更换的高精度仪表提高了流量、温度等参数的测量精度，消除了旧流量计故障导致的“流量盲控”状态，降低了“液泛”“干板”等精馏异常工况的发生概率，装置操作弹性更大，运行稳定性显著提高。

3.2.4 环保效益

通过工艺优化，从源头减少了未反应有机物进入废

水系统,废水中COD含量从5890~6989mg/L降至800ppm,达到环保排放标准,不仅降低了废水处理难度和成本,还减轻了环境压力。

3.3 技术创新点

3.3.1 协同优化技术路线

首次采用反应-精馏系统协同优化思路,通过反应釜结构改造、工艺参数精准控制与精馏系统设备升级的有机结合,解决了单一环节优化效果有限的问题,实现了全流程效率提升。

3.3.2 可视化与精准控制体系

在气相管线加装视镜,实现反应过程的直观观测;引入高精度测量仪表和动态调整方法,建立了参数监测-数据分析-工艺调整的闭环控制体系,提高了工艺控制精度。

3.3.3 绿色高效工艺方案

优化后的工艺在提升转化效率的同时,显著降低了能耗和污染物排放,实现了经济效益与环保效益的统一,符合化工行业绿色发展趋势。

4 经济效益与社会效益分析

4.1 经济效益

(1) 直接经济效益:十二醇单程转化率提升9.3%以上,十二烷基吗啉产出率提升6.7%以上,按年产3000吨规模计算,年增产量约210吨;原料单耗降低,年节约十二醇、吗啉等原料成本约380万元;能耗降低25%,年节约公用工程费用约150万元;废水处理成本降低,年节约环保支出约80万元,合计年直接经济效益约610万元。

(2) 间接经济效益:装置运行稳定性提高,减少了非计划停机时间,生产效率提升;产品纯度提高,增强了产品市场竞争力;工艺自动化水平提升,减少了人工干预,降低了劳动强度和人力成本。

4.2 社会效益

(1) 环保效益:废水COD达标排放,减轻了对当地水体环境的污染;能耗降低间接减少了碳排放,助力“双碳”目标实现。

(2) 行业示范效应:为国内同类钠浮选剂生产装置提供了系统优化的成功案例,其技术方案和实施经验具有重要的推广应用价值,推动了行业技术进步。

(3) 产业支撑作用:提升了国产钾肥生产的配套能力,有助于做强钾肥产业,提高国产钾肥的市场竞争力,为国家粮食安全提供保障。

5 存在的问题与展望

5.1 存在的问题

(1) 数据连续性不足:由于企业生产具有不连续性,部分能耗和长期运行数据需要更长时间的跟踪验证;

(2) 自动化水平有待提升:部分环节仍依赖人工操作和经验判断,全流程自动化控制体系尚未完全建立;

(3) 施工协调难度大:在不影响正常生产前提下进行技术改造,导致部分时间节点存在延期,影响了项目推进效率。

5.2 未来展望

(1) 短期优化:增加关键参数自动控制系统,实现工艺参数的自动调节;完善数据采集与分析平台,建立生产大数据体系;优化操作规程,加强员工培训,提高操作技能水平。

(2) 中长期发展:开发智能优化控制系统,结合人工智能算法实现工艺参数的预测性调整;研究废水深度处理与资源化技术,进一步降低环境影响;探索新型高效反应器与分离设备,持续提升装置效率;将该优化技术推广至其他精细化工领域,扩大应用范围。

6 结论

综上,本研究通过对钠浮选药剂精馏系统的全面优化,成功解决了生产中转化率低、能耗高、废水COD超标的问题。优化后,十二醇单程转化率达到82%以上,十二烷基吗啉产出率80%,单批次精馏处理量1600公斤,废水中COD含量800ppm,各项指标均超额完成目标;装置综合能耗降低25%,年创直接经济效益约610万元,同时实现了环保达标排放。项目采用的反应-精馏协同优化、可视化监控、精准参数控制等技术手段,具有创新性和实用性,为同类化工装置的优化升级提供了可借鉴的方案。后续通过进一步提升自动化水平、完善数据体系和推广应用,将持续发挥技术优势,为行业绿色高效发展作出更大贡献。

参考文献

- [1]王健,李明,张晓东.钾肥浮选剂生产工艺优化及能效提升研究[J].化工进展,2023,42(7):3124-3132.
- [2]李娟,王涛,赵磊.精细化工精馏系统节能改造技术及案例分析[J].石油化工节能,2023,39(3):18-24.
- [3]刘建国,张海波,王丽娜.反应-精馏协同优化技术在有机胺合成中的应用[J].现代化工,2022,42(11):165-169.
- [4]陈雪峰,李丽,吴敏.高效精馏塔填料选型及应用效果研究[J].化学工程,2021,49(8):7-12.

作者简介:王金晶(1982.03—),男,回族,陕西渭南,本科,高级工程师,初级副职,研究方向:精细化工。