



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103112871 A

(43) 申请公布日 2013. 05. 22

(21) 申请号 201310053495. X

(22) 申请日 2013. 02. 19

(71) 申请人 厦门国麟科技有限公司

地址 361001 福建省厦门市思明区小学路
31 号 K-24 单元

(72) 发明人 陈瑞坚

(74) 专利代理机构 厦门南强之路专利事务所
35200

代理人 马应森

(51) Int. Cl.

C01C 1/10(2006. 01)

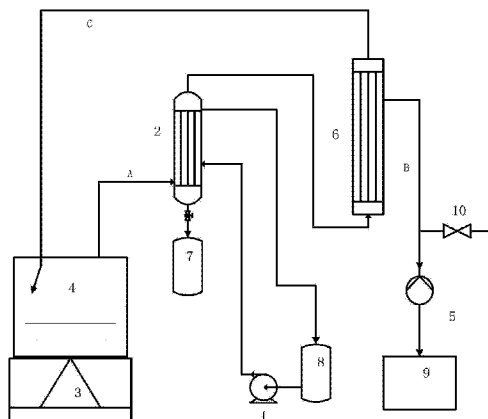
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法

(57) 摘要

低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法, 涉及一种氨水的分离与提纯。打开循环泵, 用冰水机中的冰水对预分离器进行循环冷却; 将稀氨水注入温控加热器中; 稀氨水加热; 打开真空泵调至预设真空度, 对膜蒸馏器抽真空; 温控加热器按设定的升温速率升高稀氨水温度至预设终止温度; 温控加热器内的稀氨水经加热后形成氨/水蒸汽进入预分离器, 冷却析出水滴, 由下方冷凝排出至冷凝水接收器, 氨蒸汽由上方出口排出进入膜蒸馏器内侧; 进入膜蒸馏器内侧的氨蒸汽在负压下氨气进入膜外侧, 由真空泵带出进入氨气接收器得到高纯度氨气; 待温控加热器温度升至预设终止温度后保温, 停止加热及抽真空; 将剩余氨水从温控加热器内排出, 经换热后回用于废氨气中氨吸收。



1. 低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于包括以下步骤:

1) 打开循环泵,用冰水机中的冰水对预分离器进行循环冷却;

2) 将稀氨水注入密闭温控加热器中;

3) 开启温控加热器,使稀氨水加热至预定初始温度;

4) 打开真空泵,调至预设真空度,对膜蒸馏器进行抽真空;

5) 温控加热器设定升温速率,按升温速率升高稀氨水温度至预设终止温度;

6) 温控加热器内的稀氨水经加热后,形成氨/水蒸汽从下侧进入预分离器,冷却析出水滴,由下方冷凝排出至冷凝水接收器,氨蒸汽由上方出口排出,进入膜蒸馏器内侧;进入膜蒸馏器内侧的氨蒸汽,在负压下氨气进入膜外侧,由真空泵带出,进入氨气接收器,得到高纯度氨气;

7) 待温控加热器温度升至预设终止温度后保温,停止加热及抽真空;

8) 将剩余氨水从温控加热器内排出,经换热后可回用于废氨气中氨吸收;

9) 重复步骤2)~8)。

2. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤2)中,所述稀氨水的浓度为1%~50%。

3. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤3)中,所述加热的温度范围为常温~100℃。

4. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤4)中,所述真空度为0.001~0.09MPa。

5. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤4)中,所述膜蒸馏器采用的膜蒸馏组件的膜为气体分离膜。

6. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤4)中,所述膜材质为有机物或无机物,膜表面有涂层或无涂层。

7. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤4)中,所述膜为单层膜或多层复合膜;膜的类型为中空纤维膜、板式膜、帘式膜或其它类型膜。

8. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤4)中,所述膜蒸馏器中的膜参数为:膜壁孔径为0.1nm~1mm,膜可承受温度为-50~200℃。

9. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤5)中,所述升温速率为0.01~50℃/min。

10. 如权利要求1所述低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法,其特征在于在步骤7)中,所述保温时间为0.1~100min。

低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种氨水的分离与提纯,尤其是涉及一种低浓度氨水分离提纯(含氨量 >97%)的制备高浓氨的方法。

背景技术

[0002] 液氨在化工行业的生产使用过程中,由于氨的易挥发性,大量的氨气通过设备放空管道排放到空中,为了避免废氨气的污染及资源浪费,可通过合理方式进行回收。

[0003] 本申请人在中国专利 CN102068880A 中公开一种工业废气中氨气回收利用方法,得到的稀氨水具有一定商业价值,一般再经精蒸馏等方式进行提纯可制备液氨。若要获得高纯液氨,这种精蒸馏方式存在如下缺陷:稀氨水浓度低时,塔板数多塔高;精馏塔易存在塔板易堵塞、塔内易液泛,设备稳定性较差,生产周期随运行时间增长而缩短,工序耗能较高等。

发明内容

[0004] 本发明目的在于针对现有的废氨气回收中产生大量稀氨水等问题,提供一种效率较高的低浓度氨水分离提纯制备高浓氨的方法。

[0005] 本发明包括以下步骤:

[0006] 1) 打开循环泵,用冰水机中的冰水对预分离器进行循环冷却;

[0007] 2) 将稀氨水注入密闭温控加热器中;

[0008] 3) 开启温控加热器,使稀氨水加热至预定初始温度;

[0009] 4) 打开真空泵,调至预设真空度,对膜蒸馏器进行抽真空;

[0010] 5) 温控加热器设定升温速率,按升温速率升高稀氨水温度至预设终止温度;

[0011] 6) 温控加热器内的稀氨水经加热后,形成氨/水蒸汽从下侧进入预分离器,冷却析出水滴,由下方冷凝排出至冷凝水接收器,氨蒸汽由上方出口排出,进入膜蒸馏器内侧;进入膜蒸馏器内侧的氨蒸汽,在负压下氨气进入膜外侧,由真空泵带出,进入氨气接收器,得到高纯度氨气;

[0012] 7) 待温控加热器温度升至预设终止温度后保温,停止加热及抽真空;

[0013] 8) 将剩余氨水从温控加热器内排出,经换热后可回用于废氨气中氨吸收;

[0014] 9) 本工艺为间歇操作,重复步骤 2)~8)。

[0015] 在步骤 2) 中,所述稀氨水的浓度为 1%~50%。

[0016] 在步骤 3) 中,所述加热的温度范围可为常温~100℃;

[0017] 在步骤 4) 中,所述真空度可为 0.001~0.09MPa;所述膜蒸馏器采用的膜蒸馏组件的膜可为气体分离膜,膜材质为有机物或无机物,膜表面有涂层或无涂层,膜可为单层膜或多层复合膜;膜的类型可为中空纤维膜、板式膜、帘式膜或其它类型膜;所述膜蒸馏器中的膜参数可为:膜壁孔径为 0.1nm~1mm,膜可承受温度为 -50~200℃。

[0018] 在步骤 5) 中,所述升温速率可为 0.01~50℃/min;

- [0019] 在步骤 7) 中,所述保温时间可为 0.1 ~ 100min;
- [0020] 膜蒸馏器排出的循环水汽回流至温控加热器中。
- [0021] 本发明的单次稀氨水处理量可为 100mL ~ 1000m³,运行时间可为 1 ~ 300min。
- [0022] 若采用恒温模式,则步骤与上述升温模式相似,只需设定终止温度与初始温度相同,升温速率为 0,系统运行时间为 60min。
- [0023] 在上述工艺过程中,稀氨水经加热后,形成氨 / 水蒸汽气相,气相氨 / 水蒸汽进入预分离器,大部分水蒸汽冷凝液从下方排出,主体氨 / 水蒸汽进入膜蒸馏器内侧,在负压下膜组件可选择性透过氨气,对水汽有较好截留效果。氨气透过膜组件进入膜外侧,透过的氨气含水率可降低至 3% 以下,从而可达到氨水分离提纯制备高纯度氨的目的,分离后低含水率氨气经分子筛深度处理可获得液氨产品。
- [0024] 与现有稀氨水分离提纯方法相比,本发明具有以下优势:
- [0025] 稀氨水经加热,冷却预分离及减压膜蒸馏后,可形成高浓度氨气,通过合理控制程序升温速率,加热温度及真空度,可使得氨气含水率降至 2% 以下,具有较高市场价值。该产品经分子筛处理可获得具有更高市场价值的液氨、高纯氨产品(含氨量 >97%) / 且该技术可实现废氨气回收制得稀氨水的再利用,使得工业废气中的氨气资源化利用,变废为宝。分离提纯后剩余氨水因氨含量可降至较低值,经换热冷却后,可回用于废氨气吸收制备稀氨水(参见本申请人的在先专利申请:中国专利 CN102068880A),不产生污染排放,从而达到循环制备氨气的效果,有效降低环境污染,具有较高环境经济效益。
- [0026] 整体装置分离提纯效率高,不引起管路堵塞,设备投入成本低,能耗少,可得到具有较高商品价值的氨产品。
- [0027] 稀氨水经加热进行冷却预分离后进入减压膜蒸馏反应器,氨蒸汽在膜内侧,经负压作用,氨气选择性透过膜孔,而水蒸汽被截留与过剩氨气混合,通过膜内侧出口回流至加热器内。分离后剩余氨水可回用于废氨气吸收,透过膜孔进入膜外侧的氨气经泵抽出后进行收集,可获得高浓氨产品。本发明实现工业废气中回收稀氨水的资源化,产生具有工业商品价值的高浓氨。

附图说明

- [0028] 图 1 为本发明实施例的工艺流程示意图。

具体实施方式

- [0029] 下面结合实施例对本发明作进一步的说明,实施例的工艺流程示意图参见图 1。
- [0030] 本发明包括以下步骤:
- [0031] 1) 打开循环泵 1,用冰水机 8 中的冰水对预分离器 2 进行循环冷却。
- [0032] 2) 将稀氨水 4 注入密闭温控加热器 3 中;所述稀氨水的浓度为 1% ~ 50%。
- [0033] 3) 开启温控加热器 3,使稀氨水 4 加热至预定初始温度;所述加热的温度范围可为常温 ~ 100℃。
- [0034] 4) 打开真空泵 5,调至预设真空度,对膜蒸馏器 6 进行抽真空;所述真空度可为 0.001 ~ 0.09MPa;所述膜蒸馏器采用的膜蒸馏组件的膜可为气体分离膜,膜材质为有机物或无机物,膜表面有涂层或无涂层,膜可为单层膜或多层复合膜;膜的类型可为中空纤

维膜、板式膜、帘式膜或其它类型膜；所述膜蒸馏器中的膜参数可为：膜壁孔径为 0.1nm ~ 1mm，膜可承受温度为 -50 ~ 200℃。

[0035] 5) 温控加热器 3 设定升温速率，按升温速率升高稀氨水温度至预设终止温度；所述升温速率可为 0.01 ~ 50℃ /min。

[0036] 6) 温控加热器 3 内的稀氨水 4 经加热后，形成氨 / 水蒸汽 A 从下侧进入预分离器 2，冷却析出水滴，由下方冷凝排出至冷凝水接收器 7，氨蒸汽由上方出口排出，进入膜蒸馏器 6 内侧；进入膜蒸馏器 6 内侧的氨蒸汽，在负压下氨气 B 进入膜外侧，由真空泵 5 带出，进入氨气接收器 9，得到高纯度氨气。

[0037] 7) 待温控加热器 3 温度升至预设终止温度后保温，停止加热及抽真空；所述保温时间可为 0.1 ~ 100min。

[0038] 8) 将剩余氨水从温控加热器 3 内排出，经换热后可回用于废氨气中氨吸收。

[0039] 9) 本工艺为间歇操作，重复步骤 2) ~ 8)。

[0040] 膜蒸馏器 6 排出的循环水汽 C 回流至温控加热器 3 中。

[0041] 本发明的单次稀氨水处理量可为 100mL ~ 1000m³，运行时间可为 1 ~ 300min。

[0042] 若采用恒温模式，则步骤与上述升温模式相似，只需设定终止温度与初始温度相同，升温速率为 0，系统运行时间为 60min。

[0043] 在图 1 中，标记 10 为分流阀。

[0044] 程序升温模式下的实施例如实施例 1 ~ 5。

[0045] 实施例 1

[0046] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作，控制参数如下：步骤 2) 加热槽预设初始温度为 46℃，步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa，步骤 5) 升温速率设置为 2℃ /10min，步骤 8) 加热器预设终止温度为 88℃，当初始浓度为 20.07% 时，分离后氨气含水率为 1.30%，参见表 1。

[0047] 表 1 程序升温模式下氨气含水率变化

[0048]

实施例	低浓度氨水初始浓度 /%	剩余浓度 /%	氨气含水率 /%
1	20.07	2.33	1.30
2	20.03	3.14	1.43
3	19.87	3.84	1.15
4	19.87	1.10	1.41
5	19.72	3.48	1.19

[0049] 实施例 2

[0050] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作，控制参数如下：步骤 2) 加热器预设初始温度为 46℃，步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa，步骤 5) 升温速率设置为 6℃ /10min，步骤 8) 加热器预设终止温度为 88℃，当初始浓度为 20.03% 时，分离后氨气含水率为 1.43%，

参见表 1。

[0051] 实施例 3

[0052] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作, 控制参数如下: 步骤 2) 加热器预设初始温度为 46℃, 步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa, 步骤 5) 升温速率设置为 6℃ / 10min, 步骤 8) 加热器预设终止温度为 88℃, 当初始浓度为 19.87% 时, 分离后氨气含水率为 1.15%, 参见表 1。

[0053] 实施例 4

[0054] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作, 控制参数如下: 步骤 2) 加热器预设初始温度为 46℃, 步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa, 步骤 5) 升温速率设置为 6℃ / 10min, 步骤 8) 加热器预设终止温度为 94℃, 当初始浓度为 19.87% 时, 分离后氨气含水率为 1.41%, 参见表 1。

[0055] 实施例 5

[0056] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作, 控制参数如下: 步骤 2) 加热器预设初始温度为 46℃, 步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa, 步骤 5) 升温速率设置为 6℃ / 10min, 步骤 8) 加热器预设终止温度为 88℃, 当初始浓度为 19.72% 时, 分离后氨气含水率为 1.19%, 参见表 1。

[0057] 恒温模式下实施例如实施例 6 ~ 10。

[0058] 实施例 6

[0059] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作, 控制参数如下: 步骤 2)、8) 加热器预设初始、终止温度均为 36℃, 步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa, 当初始浓度为 24.52% 时, 分离后氨气含水率为 1.37%, 参见表 2。

[0060] 表 2 恒温模式下氨气含水率变化

[0061]

实施例	低浓度氨水初始浓度 %	剩余浓度 %	氨气含水率 %
6	24.52	19.77	1.37
7	14.13	9.37	1.98
8	10.19	6.43	2.33
9	5.31	2.35	1.78
10	3.71	1.47	2.29

[0062] 实施例 7

[0063] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作, 控制参数如下: 步骤 2)、8) 加热器预设初始、终止温度均为 62℃, 步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa, 当初始浓度为 14.13% 时, 分离后氨气含水率为 1.98%, 参见表 2。

[0064] 实施例 8

[0065] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作, 控制参数如下: 步骤 2)、8) 加热器预设初始、终止温度

均为 78℃,步骤 4)膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa,当初始浓度为 10.19%时,分离后氨气含水率为 2.33%,参见表 2。

[0066] 实施例 9

[0067] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作,控制参数如下:步骤 2)、8) 加热器预设初始、终止温度均为 88℃,步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa,当初始浓度为 5.31%时,分离后氨气含水率为 1.78%,参见表 2。

[0068] 实施例 10

[0069] 按工艺步骤 1) ~ 8) 操作,控制参数如下:步骤 2)、8) 加热器预设初始、终止温度均为 90℃,步骤 4) 膜蒸馏器外侧真空度保持 0.03 ~ 0.06MPa,当初始浓度为 3.71%时,分离后氨气含水率为 2.29%,参见表 2。

[0070] 氨蒸汽经冷却预分离后,进入减压膜蒸馏组件中,氨蒸汽在膜内侧,经负压作用,氨气选择性透过膜孔,而膜的疏水作用使水蒸汽被截留,与过剩氨气混合,从膜内侧出口回流至加热器内,透过膜孔进入膜外侧的氨气经泵抽出后进行收集,得到高浓氨产品(含氨量 >97%)。

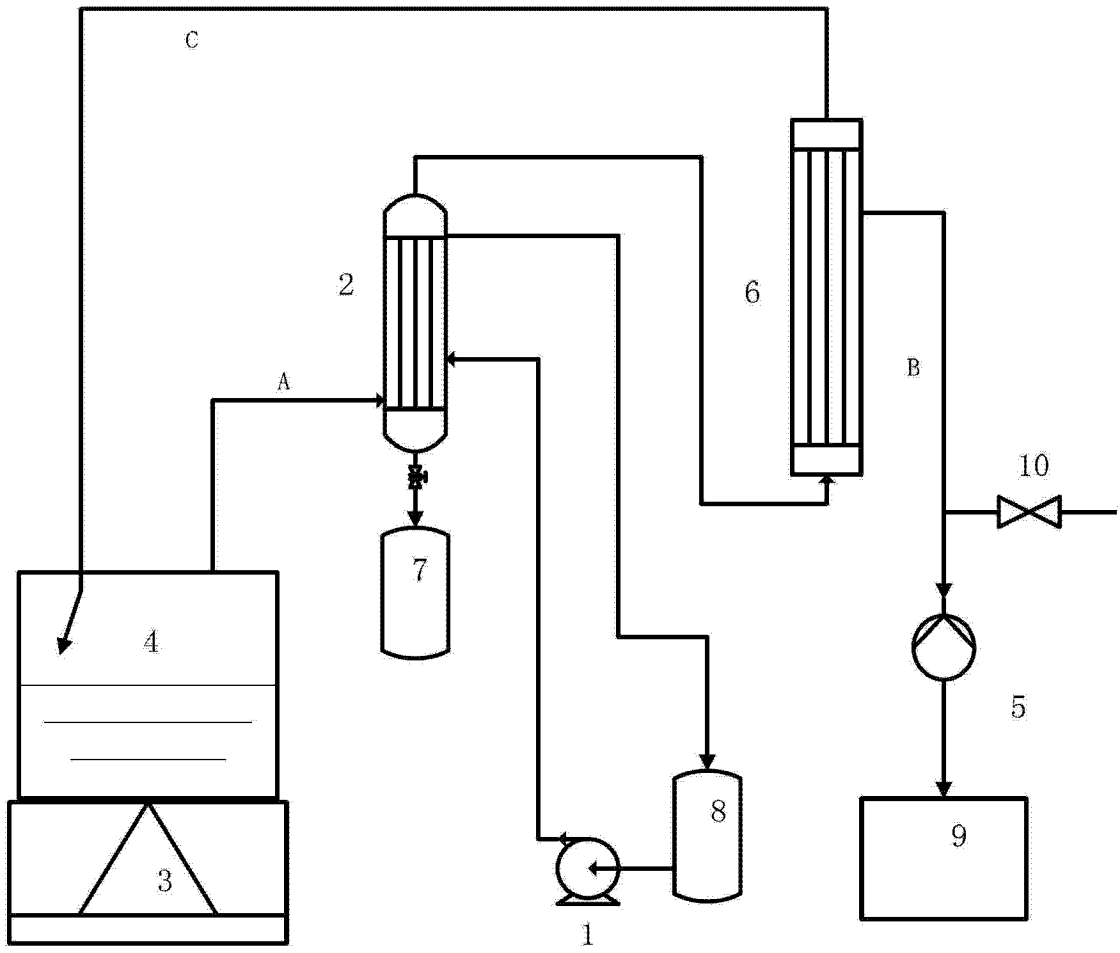


图 1