德士古气化炉质谱仪预处理改造

Texaco Gasifier Mass Spectrometer Pretreatment Transformation

张显冲 黄 荔 郭 镇 岳 阳
（兖矿国宏化工有限公司，山东 邹城 273512）

摘 要： 介绍色谱和质谱的对比和德士古气化炉粗合成气主要成分，以及质谱仪对样气的要求条件，分析原设计预处理装置存在的问题，通过对一级预处理器样品气管线进行带水分离的技术改造，取得了成果，满足了生产需求。

关键词： 预处理装置 气液分离器 水冷器

Abstract: This paper focus on the introduction of the chromatography and mass spectrometry contrast and Texaco gasifier syngas main ingredients, introduced rough to the requirements of the sample gas mass spectrometer, analyse the original design of the problems existing in the pretreatment devices, through to the level of the sample gas pipeline processor with the technological transformation of the water separation, and obtained the results, meet the production requirements.

Key words: Pretreatment devices
Gas-liquid separator
Water-cooling device

1 概述

兖矿国宏化工有限公司为50万吨/年甲醇装置，设计安装德士古水煤浆气化技术3台气化炉，两开一备运行。选用美国Thermo Prima & B型32流路磁扇式质谱仪，用于在线分析碳洗塔出口管线气化合成气组分含量。预处理系统采用两级处理，一级预处理主要是起到除水、降温和除杂质的作用，二级预处理再一步净化气体。在实际运用过程中，由于合成气的气体组分比原设计的复杂，合成气在线质谱分析仪取样管线积水、带水的原因是为煤气化碳洗塔工艺状况发生改变致使预处理起不到应有的效果，难以排出杂质。

2 工艺原理及样气组成成分

煤浆气化采用的GE公司煤气化属于气流床气化工艺。浓度约为59%~62%的煤浆通过煤浆给料泵加压后，与来自空分系统的高压氧气（纯度为99.6%以上），通过比例调节控制加料氧气与煤浆流量，经工艺烧嘴雾化后喷入气化炉。在 0.1~0.3s内煤浆中的水在气化炉里被气化，使煤粒被气体隔开，各自独立的煤粒在煤灰熔点以上的温度下（如1350℃）发生氧化反应，煤粒在气化炉内停留 3~5s，反应生成粗合成气。粗合成气经初步分离后，沿气化炉上升管在激冷室上部进行气水分离后经激冷室出气化炉。由于反应温度高，碳转化率高达98%，不生成炸油、酚及高级烃等可凝聚的副产物。出气

© 1994-2011 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

化炉的合成气通过文丘里洗涤器，在文丘里洗涤器中与来自激冷水泵出口管线的黑水直接接触，使气体中的灰分进一步增湿，以利于灰分溶汇于液相中。水煤气（即气化合成气）在洗涤塔内经下降管进入洗涤塔液相，然后沿上升管上升经转向帽进入洗涤塔中部进行分离，分离后的气体经洗涤塔塔盘洗涤后，在经塔顶除沫器分离掉水分后出洗涤塔。出洗涤塔的合成气温度约210~220℃、压力约5.3~5.5MPa、汽气比约1.2~1.4。在洗涤塔合成气工艺管线上取样，采用质谱分析仪对合成气组分含量进行在线分析，合成气送至变换工序调节至正常氢碳比进入净化工序。

3 色谱、质谱解决方案的对比

在生产过程中，众多过程变量的关系是复杂的，通过对合成气中甲烷、CO、CO_2含量的分析可以判断气化炉操作温度、渣口、烧嘴等情况是否正常，分析数据处在同一循环气周期内，通过计算机和相应软件，及时计算出反应转化率、催化剂选择性，实现了氧煤反应的实时监视，从而使气化炉的使用得以优化，提高设备安全。相关参数如表1所示。

表1

	色谱	质谱
配置	每台气化炉各需一台，共三台色谱	三台气化炉共用一台质谱，完全满足要求
分析周期	快，一般分析只需几min	极快，最短30s
取样周期	长，6min	短，1min
维护	需要定期更换载气及燃烧气，提高了维护成本，且载气的压力、流速对分析数据影响较大。取样阀动作频繁易磨损，增加了维护量。	无需载气，机箱内无可移动部件，维护量及维护成本是色谱的20%。
取样流路	单机一般为1~2个流路，无法在线扩展。	最多64个流路，可应用户要求现场添加样品流路。
重复性	2%~100%: ±0.5%F.S 0.05%~2%: ±1%F.S 50~500ppm: ±2%F.S 5~50ppm: ±3%F.S 0.5~5ppm: ±4%F.S	相对精度<1%（典型值）
标定	一般每月标定一次	半年标定一次
测量范围	TCD:10ppm~100% FID: 1ppm~100% FPD: 1ppm~0.1%	10ppb~100%

4 存在的问题

由于合成气气体组分较多，含有一氧化碳、氢气、二氧化碳、硫化氢、氨气等，而质谱仪本身要求较高：压力在0.1MPa左右、温度在常温20℃或更低、杂质含量较少，且固体颗粒直径小于0.5μm、常温下不含冷凝水。目前预处理出现的问题主要包括：

（1）一级预处理取样管经常阻塞，经拆检后发现样品气含有氨组分，涡流制冷器对样品气再次冷却后，因其后也是没有凝液排放造成涡流制冷器内管道及其他预处理单元部件被氨液的结晶体堵塞，导致质谱仪不能正常运行（改造前流程如图1所示）。

（2）现场系统循环冷却水给水—回水压差小、流速低，冷却换热效果差，在碳洗塔塔出口样品气压力为5MPa、温度为250℃的工况条件下，目前预处理对于样品气无法进行有效地冷却和气液分离。

5 改造方案

针对以上存在的问题，确保分析仪安全可靠运行，改造方案主要对一级预处理和循环水管道进行改造，具体方案如下：

（1）原预处理器对样品气无法进行有效的冷却和气液分离，给质谱仪每套预处理器前加装1台 FN=0.5m^2型取样冷却器，并联安装2台扬程为20m、流量为4m^3/h、功率为0.75kW的防爆型管道泵，以实现样品气的正常冷却与分离，在每套预处理循环水排放管上加装止逆阀，防止循环水倒流。

（2）在每套一级预处理

© 1994-2011 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

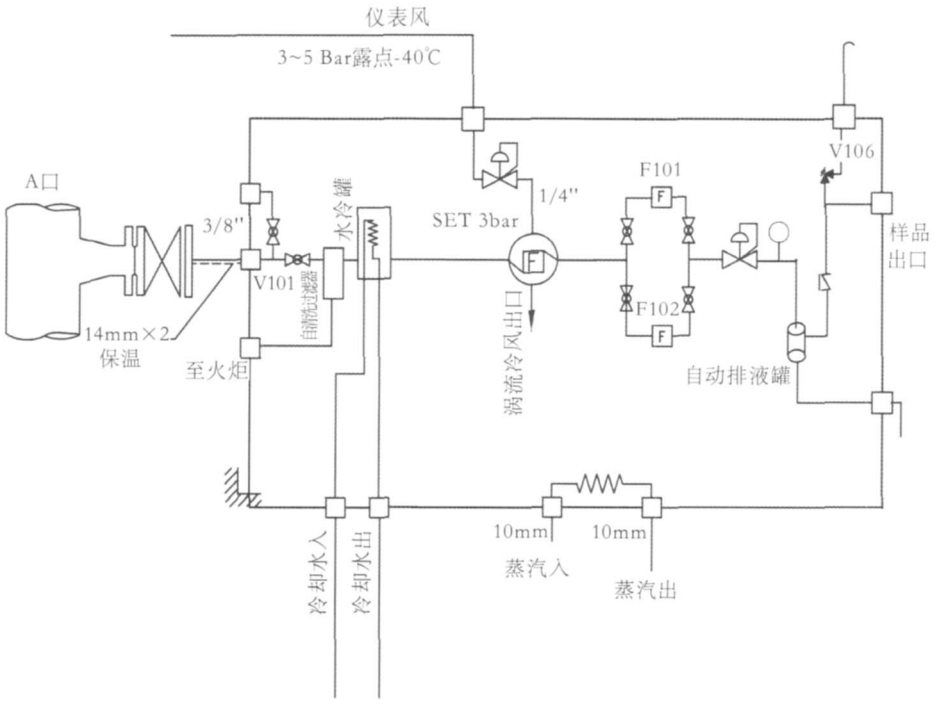

图1 质谱仪预处理改造前流程图

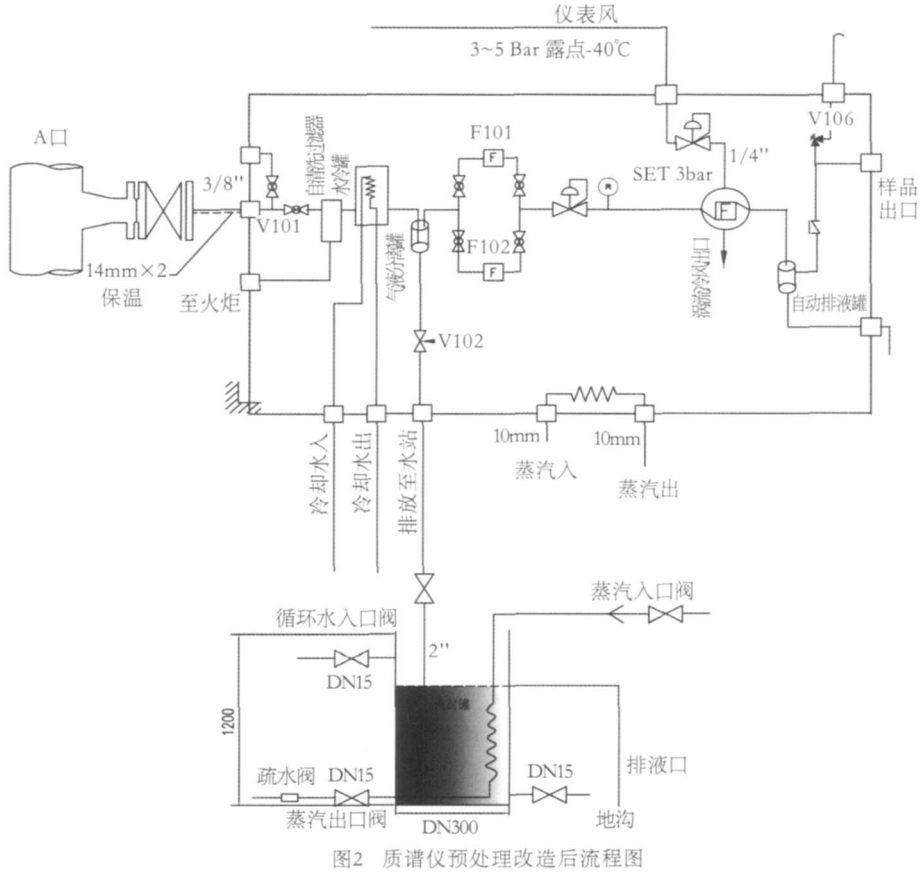

图2 质谱仪预处理改造后流程图

水冷罐后加装气液分离罐，分离的液体经一寸管线排放至地面水封内，通过水封罐进行封气排水。涡流制冷器温度计控制到4℃，并将涡流制冷器移至减压阀和自动排液罐之间。精确控温后可减少氨液结晶对样品管线及过滤器堵塞的概率，同时将再次冷凝的水通过自动排液罐进行自动排放，确保Thermo Prima & B型在线质谱仪运行稳定、可靠（改造后图纸如图2所示）。

6 结束语

运行半年时间，经过改造后的预处理，合成气的温度、含水量及含杂质量有了明显的减少，完全满足了质谱仪的正常使用要求，仪器故障率大大降低，减少了维护量，降低了使用成本，提高了分析仪的准确率，保证了设备长周期运行，为安全生产提供了有利的保障。

作者简介：张显冲，助理工程师。主要从事现场仪表选型、仪表维护、DCS维护。

© 1994-2011 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net