

中华人民共和国国家标准

GB/T 35802—2018

碳酸钠生产技术规范

Production technical regulation for sodium carbonate

2018-02-06 发布 2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 中国国家标准化管理委员会

目 次

| 前 | 前言 | · II |
|---|--|-------|
| 1 | 范围 | ··· 1 |
| 2 | | |
| 3 | 术语和定义 | ··· 1 |
| 4 | 基本生产要求 | ··· 2 |
| | 4.1 装置规模 | |
| | 4.2 工艺过程 | |
| | 4.2.1 氨碱法 | |
| | 4.2.2 联碱法 | |
| | 4.2.3 天然碱加工法 | |
| 5 | | |
| | 5.1 厂址选择及总图布置 | |
| | 5.1.1 厂址选择 | |
| | 5.1.2 总图布置 | |
| | 5.2 竖向布置 | |
| | 5.3 厂房设计 | |
| | 5.4 工艺设计 | |
| | 5.5 建(构)筑物 | |
| 6 | | |
| | 6.1 氨碱法 | |
| | 6.1.1 流程概述 | |
| | 6.1.2 盐水精制工序 ···································· | |
| | | |
| | 6.1.4 精盐水吸氨工序 ···································· | |
| | 6.1.6 滤过工序 | |
| | 6.1.7 蒸馏工序 | |
| | 6.1.8 压缩工序 | |
| | 6.1.9 重碱煅烧工序 | |
| | 6.1.10 重灰工序 | • 22 |
| | 6.2 联碱法 | |
| | 6.2.1 流程概述 | |
| | 6.2.2 原盐精制工序 | |
| | 6.2.3 氯化铵结晶工序 | |
| | 6.2.4 湿铵干燥工序 | |
| | 6.2.5 冰机制冷工序 | |
| | 6.2.6 氨吸收工序 | • 31 |

| | 6.2.7 | 氨母液Ⅱ碳酸化工序 | 34 |
|----|-------|---------------------|----|
| | 6.2.8 | 重碱过滤工序 | 37 |
| | 6.2.9 | 重碱煅烧工序 | 39 |
| | 6.2.1 | 0 二氧化碳压缩工序 | 40 |
| | | 然碱加工法 | |
| | 6.3.1 | 倍半碱工艺 | 41 |
| | 6.3.2 | 碳酸化工艺 | 45 |
| 7 | 生产设 | b备维护和保养······· | 51 |
| 8 | 产品品 | b质及包装要求······ | 51 |
| 9 | 生产コ | 艺安全 | 51 |
| 10 | 工业. | 卫生设计及工作场所有害因素职业接触限值 | 52 |
| | 10.1 | 工作场所设计 | 52 |
| | 10.2 | 工作场所有害因素职业接触限值 | 52 |

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:唐山三友化工股份有限公司、中海油山东海化股份有限公司、青岛碱业股份有限公司、河南中源化学股份有限公司、江苏华昌化工股份有限公司、江苏井神盐化股份有限公司、杭州龙山化工有限公司、天津渤化永利化工股份有限公司、大化集团有限责任公司、正镶白旗洋丰化工有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:郑存强、陈洪涛、于英明、李山岭、齐玉娥、陈建如、王远、胡浩德、王加德、王明志、丁忠虎、陆思伟、云玉娥、韩国杰、窦在英、刘二明、肖袁忠、丁超然、沈亮、张福进、张伟。

碳酸钠生产技术规范

1 范围

本标准规定了碳酸钠生产技术的术语和定义、基本生产要求、设计要求、生产过程控制、生产设备维护和保养、产品品质及包装要求、生产工艺安全、工业卫生设计及工作场所有害因素职业接触限值。

本标准适用于现有、新建(含改、扩建)的采用氨碱法、联碱法和天然碱加工法生产工业碳酸钠的生产工艺过程。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB 210.1-2004 工业碳酸钠及其试验方法 第1部分:工业碳酸钠
- GB 4053.1 固定式钢梯及平台安全要求 第1部分:钢直梯
- GB 4053.2 固定式钢梯及平台安全要求 第2部分:钢斜梯
- GB 4053.3 固定式钢梯及平台安全要求 第3部分:工业防护栏杆及钢平台
- GB 12348 工业企业厂界环境噪声排放标准
- GB 50016 建筑设计防火规范
- GB 50046 工业建筑防腐蚀设计规范
- GB 50187 工业企业总平面设计规范
- GB 50489 化工企业总图运输设计规范
- GBZ 1 工业企业设计卫生标准
- GBZ 2.1 工作场所有害因素职业接触限值 第1部分:化学有害因素

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

碳酸钠生产企业 sodium carbonate enterprise

以原盐为原料,采用联碱法(侯氏制碱法)、氨碱法(索尔维法)生产碳酸钠的企业和以天然碱加工法 生产碳酸钠的企业。

3.2

联碱法 combined-soda process

侯氏制碱法 hou's soda process

以合成氨装置生产的氨和二氧化碳及原盐为原料生产碳酸钠并联产氯化铵的方法。

3.3

氨碱法 ammonia-soda process

索尔维法 Solvay soda Process

以原盐和石灰石为主要原料,以氨为中间辅助材料生产碳酸钠的方法。

3.4

天然碱加工法 trona process

以天然碱为原料,通过蒸发或碳酸化生产加工碳酸钠的方法。

3.5

生产过程控制 production process control

生产过程控制是为确保生产过程处于受控状态,对直接或间接影响产品质量的生产、安装和服务过程所采取的作业技术和生产过程的分析、诊断和监控。

4 基本生产要求

4.1 装置规模

新建、改建、扩建的碳酸钠生产装置规模应符合碳酸钠行业的准入规定。

4.2 工艺过程

4.2.1 氨碱法

氨碱法工艺过程应包括:盐水精制、石灰石煅烧、精盐水吸氨、氨盐水碳酸化、过滤、蒸馏、压缩、重碱 煅烧、重灰工序工艺系统。

4.2.2 联碱法

联碱法工艺过程应包括:原盐精制、氯化铵结晶、湿铵干燥、冰机制冷、氨吸收、氨母液 Ⅱ碳酸化(其中包括脱碳气工艺和变换气工艺)、重碱过滤、重碱煅烧、二氧化碳压缩系统。

4.2.3 天然碱加工法

天然碱加工法包括倍半碱工艺和碳酸化工艺,倍半碱工艺和碳酸化工艺过程应包括:

- a) 倍半碱工艺应包括蒸发结晶、过滤、离心、轻灰煅烧、轻灰水合工艺系统。
- b) 碳酸化工艺应包括碳酸化、湿分解、压缩、过滤、煅烧工艺系统。

5 设计要求

5.1 厂址选择及总图布置

5.1.1 厂址选择

- 5.1.1.1 企业选址应依据我国现行的卫生、安全生产和环境保护等法律法规、标准和拟建企业建设项目生产过程的卫生特征及其对环境的要求、职业性有害因素的危害状况,结合建设地点现状与当地政府的整体规划,以及水文、地质、气象等因素,进行综合分析而确定。
- 5.1.1.2 企业选址宜避开自然疫源地;对于因建设工程需要等原因不能避开的,应设计具体的疫情综合 预防控制措施。
- 5.1.1.3 企业选址宜避开可能产生或存在危害健康的场所和设施,如垃圾填埋场、污水处理厂、气体输送管道,以及水、土壤可能已被原工业企业污染的地区;建设工程需要但又难以避开的,应首先进行卫生学评估,并根据评估结果采取必要的控制措施。设计单位应明确要求施工单位和建设单位制定施工期间和投产运行后突发公共卫生事件应急救援预案。
- 5.1.1.4 企业应设在当地夏季最小频率风向被保护对象的上风侧,并应符合国家规定的卫生防护距离

要求,以避免与周边地区产生相互影响。对于目前国家尚未规定卫生防护距离要求的,宜进行健康影响评估,并根据实际评估结果作出判定。

- 5.1.1.5 联合企业内在同一区域布置不同卫生特征的企业时,宜避免不同有害因素产生交叉污染和联合作用。
- 5.1.1.6 企业的厂址选择除符合上述要求外,还应符合 GB 50489 和 GB 50187 的有关规定。

5.1.2 总图布置

- 5.1.2.1 厂区总平面布置应明确功能分区,可分为生产区、非生产区、辅助生产区。其工程用地应根据卫生要求,结合工业企业性质、规模、生产流程、交通运输、场地自然条件、技术经济条件等合理布局。
- 5.1.2.2 企业总平面布置,包括建(构)筑物现状、拟建建筑物位置、道路、卫生防护、绿化等应符合GB 50016、GB 50489、GB 50187、GBZ 1 等国家相关标准规范的要求。
- 5.1.2.3 企业厂区总平面功能分区的分区原则应遵循:分期建设项目宜一次整体规划,使各单体建筑均在其功能区内有序合理,避免分期建设时破坏原功能分区;行政办公用房应设置在非生产区;生产车间及与生产有关的辅助用房应布置在生产区内;产生有害物质的建筑(部位)与环境质量较高要求的或有较高洁净要求的建筑(部位)应有适当的间距或分隔。
- 5.1.2.4 可能发生急性职业病危害的有毒、有害的生产车间应设置与相应事故防范和应急救援相配套的设备、设施,并留有应急通道。
- 5.1.2.5 煅烧工序应靠近碳酸化工序,以使重碱的运输路线短而方便。煅烧工序到包装厂房的距离不 宜太远,同时包装厂房的布置应便于装车外运。
- 5.1.2.6 压缩工序的位置应考虑煅烧炉炉气管线(包括氨碱厂的石灰窑窑气管线)不应过长,而且到碳酸化的管线也应较短。
- 5.1.2.7 热电站(锅炉房)的位置应靠近用汽中心,避免蒸汽管线过长。同时,热电站(或全厂总降压站)至各配电室的电缆走向应合理,电缆长度宜短。
- 5.1.2.8 氨碱法生产企业的石灰工序布置除应考虑石灰石及焦炭的运输,同时石灰乳至蒸馏工序、窑气至压缩工序的管线长度宜短。当使用固体盐为原料时,为减少固体运输,化盐工序宜设在附近的盐场或厂内的盐堆场区,便于化盐后将饱和盐水送至盐水精制工序。
- 5.1.2.9 联碱法生产企业的洗盐工序宜靠近盐堆场布置,便于盐的运输。同时应考虑到洗盐(或精盐) 到盐析结晶器的距离,冷冻工序应靠近氯化铵工序的外冷器,以减少冷损失。
- 5.1.2.10 联碱法生产企业的总平面布置除满足合成氨装置、联碱装置的各自要求外,还应充分考虑到两个装置之间的密切关系,以缩短管线,便于生产。

5.2 竖向布置

- 5.2.1 放散大量热量或有害气体的厂房宜采用单层建筑。当厂房是多层建筑物时,放散热和有害气体的生产过程宜布置在建筑物的高层。如必须布置在下层时,应采取有效措施防止污染上层工作环境。
- 5.2.2 噪声与振动较大的生产设备宜安装在单层厂房内。当设计需要将这些生产设备安置在多层厂房内时,宜将其安装在底层,并采取有效的隔声和减振措施。
- 5.2.3 含有挥发性气体、蒸气的各类管道不宜从仪表控制室和劳动者经常停留或通过的辅助用室的空中和地下通过;若需通过时,应严格密闭,并应具备抗压、耐腐蚀等性能,以防止有害气体或蒸气逸散至室内。

5.3 厂房设计

5.3.1 厂房建筑方位应能使室内有良好的自然通风和自然采光,相邻两建筑物的间距一般不宜小于二者中较高建筑物的高度。

- 5.3.2 以自然通风为主的厂房,车间天窗设计应满足卫生要求:阻力系数小,通风量大,便于开启,适应不同季节要求,天窗排气口的面积应略大于进风窗口及进风门的面积之和。热加工厂房应设置天窗挡风板,厂房侧窗下缘距地面不宜高于 1.2 m。
- 5.3.3 高温、热加工、有特殊要求和人员较多的建筑物应避免西晒。厂房侧窗上方宜设置遮阳、遮雨的固定板(棚),避免阳光直射,方便雨天通风。
- 5.3.4 产生噪声、振动的厂房设计和设备布局应采取降噪和减振措施。
- 5.3.5 车间办公室宜靠近厂房布置,但不宜与处理危险、有毒物质的场所相邻。应满足采光、照明、通风、隔声等要求。
- 5.3.6 具有腐蚀性环境的厂房建筑物结构应符合 GB 50046 的要求。

5.4 工艺设计

- 5.4.1 劳动安全卫生防护设施、环境保护设施和消防设施应做到与主体工程同时设计、同时施工、同时投产使用。
- **5.4.2** 工艺设计应优化工艺流程,合理优化设备配置,充分考虑安全设施、环保设施和消防设施与工艺装置的结合。
- 5.4.3 工艺设计应采用先进的工艺、设备,做到生产过程自动化,宜采用 DCS 集中控制系统。氨碱、联碱生产企业,应根据本企业工艺特点,装备功能完善的自动化控制系统,严格工艺、设备管理。对使用重点监管的危险化学品数量构成重大危险源的生产、储存装置,应装备自动化控制系统,实现对温度、压力、液位等重要参数的实时监测。
- 5.4.4 同一性质的生产工艺设备,官集中布置,并充分考虑操作、检修、安全通道等的间距要求。

5.5 建(构)筑物

- 5.5.1 厂房建(构)筑物应符合安全健康、消防、当地地震等级等相关要求,并具有足够使用的高度和面积,利于通风。
- 5.5.2 生产厂房等建(构)筑物的地面、墙体、梁、柱等应采取有效的防腐蚀措施。
- 5.5.3 生产车间地面应平整,易于清扫,清污分流。
- 5.5.4 固定式钢梯及平台的安全要求应符合 GB 4053.1、GB 4053.2、GB 4053.3 的规定。

6 生产过程控制

6.1 氨碱法

6.1.1 流程概述

以原盐、石灰石为原料,以氨为中间媒介,通过盐水精制、石灰石煅烧、精盐水吸氨、氨盐水碳酸化、重碱过滤、母液蒸馏、重碱煅烧及气体压缩等生产过程制得轻质碳酸钠;轻质碳酸钠一部分经过冷却送至成品包装,另一部分进一步加工制得重质碳酸钠经冷却后送至成品包装。

6.1.2 盐水精制工序

6.1.2.1 工序任务

将原盐溶解于水,制成饱和粗盐水。通过对粗盐水进行精制,制备符合吸氨工序和碳化工序要求的精盐水,盐水精制过程主要是除去盐水中的钙、镁离子及水不溶物等,包括以下内容:

a) 减轻吸氨过程中管道与塔器的结疤堵塞现象,延长使用周期,提高设备生产能力。粗盐水中的 钙、镁在吸氨过程中可与氨、二氧化碳反应生成钙、镁的单盐或复盐的沉淀使管道与塔器结疤

堵塞,使设备管道的使用周期缩短,目明显降低设备生产能力;

- b) 提高碳酸钠质量。由于粗盐水吸氨和碳化时都会析出钙、镁沉淀物残留在产品中,致使碳酸钠中的水不溶物含量增加,影响产品质量;
- c) 减少生产过程中的氨、盐损失。若盐水未经过精制,吸氨时结疤速度加快,使塔器、管道清理次数增加,频繁的开停倒换,造成氨、盐水的流失,增加盐、氨消耗。

6.1.2.2 工艺方法

6.1.2.2.1 石灰-碳酸铵法

石灰-碳酸铵法分两步除去盐水所含的镁、钙杂质:

a) 在反应器内加入石灰乳使二价镁离子转化成为氢氧化镁沉淀析出,在一次盐水澄清桶内将沉淀物沉降而分离。反应方程式为:

$$Mg^{2+} + Ca(OH)_2 \longrightarrow Mg(OH)_2 \downarrow + Ca^{2+}$$

b) 在除钙塔内通入碳化尾气(含氨及二氧化碳),使一次盐水中的二价钙离子转化成为碳酸钙沉淀析出而除去之(在二次盐水澄清桶内沉降而分离)。反应方程式为:

$$Ca^{2+} + 2NH_3 + CO_2 + H_2O \longrightarrow CaCO_3 \downarrow + 2NH_4^+$$

6.1.2.2.2 石灰-碳酸钠法

首先将石灰乳与碳酸钠按一定比例(依粗盐水钙、镁含量)混合反应后消除碱液中的碳酸氢钠,将最终有效成分为氢氧化钠和碳酸钠的混合液(也称苛化液)送至盐水反应器,使粗盐水中钙、镁离子同时沉淀下来。反应方程式为:

$$NaHCO_3 + Ca(OH)_2 = NaOH + CaCO_3 + H_2O$$

除钙、镁离子反应式为:

$$Mg^{2+} + 2OH^{-} \longrightarrow Mg(OH)_{2} \downarrow$$

 $Ca^{2+} + CO_{3}^{2-} \longrightarrow CaCO_{3} \downarrow$

6.1.2.3 工艺流程

6.1.2.3.1 石灰-碳酸铵法

原盐经计量后送入化盐桶上部,与其底部进入的淡盐水(精杂水)逆流接触,制成近饱和的粗盐水,粗盐水自流或经泵送到调和槽内,加入适量二次泥浆(助沉剂)和石灰乳,混合均匀反应彻底后,加入适量的絮凝剂(聚丙烯酰胺),混合均匀后自流进入一次盐水澄清桶进行澄清。

由一次盐水澄清桶上部出来的清液(一次盐水)用泵送到除钙塔除钙段顶圈(除钙塔分两段,上部为净氨段、下部为除钙段),以吸收从除钙塔底部进来的碳酸化尾气中的氨和二氧化碳,进行除钙反应。

从除钙塔底部出来的液体(塔出卤),自流进入二次盐水澄清桶进行澄清。由二次盐水澄清桶上部 出来的清液(二次盐水或精盐水),用泵送至吸氨系统进行吸氨。

除钙塔除钙段出气进入其上部的净氨段,用不含氨的低温水洗涤尾气中残留的氨。净氨段出来的水自流于混泥地槽与海水、一次泥混合经泵送入洗泥桶。

二次盐水澄清桶底部排出的二次泥经泵送至调和槽,作为一次盐水澄清的助沉剂,用于回收二次盐水泥中的氨。一次盐水澄清桶底部排出的一次盐水泥进入混合料槽,与除钙净氨段出水、海水混合(混合料)经泵送至洗泥桶中心桶。洗水自洗泥桶下层进入洗泥桶中与混合料逆流接触洗涤,洗涤后的淡盐水(精杂水)自上层溢流至杂水桶,经杂水泵送至化盐桶化盐,洗泥桶底部排出的废泥经泵送至净化工序处理后外排,或将废泥进行压滤处理,清液回收用于化盐,滤饼用于垫地。

6.1.2.3.2 石灰-碳酸钠法

原盐经计量后送入化盐桶或化盐池上部,与其底部进入的淡盐水逆流接触,形成的饱和粗盐水用粗盐水泵送至反应器中,在反应器中加入配制好的苛化液,混合后粗盐水自反应器出口溢流至曲径槽(在曲径槽加入助沉剂)、澄清桶,在澄清桶内澄清后,合格的精盐水从其上部溢流至精盐水槽,经精盐水泵送至吸氨工序。

澄清桶底部盐泥排至洗泥桶上层套桶内。洗水自洗泥桶底层进入,盐泥与洗水在洗泥桶中经逆流洗涤,洗涤后的淡盐水自上层溢流至淡盐水槽经淡盐水泵送至化盐桶或化盐池化盐,洗泥桶尖底排泥送至碱渣废液前池与碱渣一起排至渣场或将废盐泥送至压滤工序进行脱水,淡盐水回收,滤饼堆存。

6.1.2.4 工艺过程控制

6.1.2.4.1 工艺指标

6.1.2.4.1.1 石灰-碳酸铵法

石灰-碳酸铵法盐水精制工序工艺指标应符合表1要求。

| 项目 | | 指 标 |
|--|--------|---------|
| 精盐水(以 Cl- 计)浓度/(mol/L) | ≥ | 5.25 |
| 精盐水浊度/(mg/L) | \leq | 80 |
| 精盐水游离氨(以 NH ₃ 计)浓度/(mol/L) | | 0.4~0.7 |
| 精盐水二氧化碳(CO ₂)浓度/(mL/20 mL) | | 18~50 |

表 1 石灰-碳酸铵法盐水精制工序工艺指标

6.1.2.4.1.2 石灰-碳酸钠法

石灰-碳酸钠法盐水精制工序工艺指标应符合表2要求。

项 目 指 标 精盐水(以 Cl⁻ 计)浓度/(mol/L) ≥ 5.25 精盐水中钙(以 Ca²⁺ 计)含量/(mg/L) ≤ 5 精盐水中镁(以 Mg²⁺ 计)含量/(mg/L) ≤ 5 精盐水浊度/(mg/L) ≤ 50

表 2 石灰-碳酸钠法盐水精制工序工艺指标

6.1.2.4.2 操作要点

6.1.2.4.2.1 石灰-碳酸铵法盐水精制工序

石灰-碳酸铵法盐水精制工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 保证化盐桶内盐层距液面 0.5 m~1.0 m,确保粗盐水盐分在合格范围;
- b) 尽可能地保证杂水温度控制在 40 ℃~45 ℃之间;
- c) 根据原盐中镁含量及时调节石灰乳加入量,调和液过剩灰控制在合格范围内,确保粗盐水除镁效果;

- d) 根据一次盐水澄清桶清液层情况及时调节絮凝剂加入量、各桶物料进出量及一次泥排量,确保 一次盐水质量合格;
- e) 保证除钙塔各塔温度,各塔出卤温差不应大于5℃;
- f) 根据除钙情况、二次盐水澄清桶清液层情况及时调节各塔进气、进卤及各桶进出量、二次泥排量,确保二次盐水质量合格;
- g) 进洗泥桶盐泥浆与洗水之比尽量保持在1:3.5~1:4.0之间,使废泥氯差在合格范围,并保持洗泥桶出水澄清。

6.1.2.4.2.2 石灰-碳酸钠法盐水精制工序

石灰-碳酸钠法盐水精制工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 保证化盐桶内有效盐层不小于 2.5 m,确保粗盐水盐分在合格范围;
- b) 淡盐水温差最大波动不应大于 4 ℃;
- c) 根据粗盐水中的钙、镁离子含量配制合格苛化液,并及时调节苛化液的加入量,确保除钙、镁粗盐水过剩氢氧根和过剩碳酸根离子合格;
- d) 根据澄清桶清液层情况及时调节助剂加入量及盐泥排量,确保精盐水质量合格;
- e) 进洗泥桶盐泥浆与洗水之比尽量保持在1:3.5~1:4.0之间,使废泥氯差在合格范围,并保持洗泥桶出水澄清。

6.1.2.5 设备选用

6.1.2.5.1 石灰-碳酸铵法盐水精制工序主要设备

石灰-碳酸铵法盐水精制工序主要设备有化盐桶、调和槽、澄清桶、除钙塔、洗泥桶。其中澄清桶一般选用结构简单、操作容易、运行稳定及澄清效率高的澄清桶,如:一次盐水澄清桶一般采用道尔型澄清桶、外溢流式澄清桶;二次盐水澄清桶一般采用辐射外溢流澄清桶和道尔型二次澄清桶,均为蜂窝填料型聚乙烯塑料斜管;除钙塔为吸收反应塔,由除钙段和净氨器两个部分组成,分菌帽塔和穿流式筛板塔两种;洗泥桶一般选用效率较高的三层逆流洗泥桶。

6.1.2.5.2 石灰-碳酸钠法盐水精制工序主要设备

石灰-碳酸钠法盐水精制工序主要设备有化盐桶(或化盐池)、精制反应器、澄清桶及洗泥桶。其中 澄清桶一般选用结构简单、操作容易、运行稳定及澄清效率高的澄清桶,如斯堡丁式澄清桶、斜板式澄清 桶等。而洗泥桶一般选用效率较高的三层逆流洗泥桶。

6.1.3 石灰石煅烧工序

6.1.3.1 工序任务

在石灰窑内利用焦炭(或白煤)的燃烧热,使石灰石高温分解为窑气及生石灰,对产生的窑气进行净化处理,使之符合氨盐水碳酸化的要求;同时将生石灰与温水在化灰机内进行消化反应制得合格的石灰乳供蒸馏工序回收氨及盐水精制除镁。

6.1.3.2 工艺方法

将符合工艺要求的石灰石和焦炭(或白煤)均匀分布于石灰窑体内,石灰石利用焦炭(或白煤)的燃烧热煅烧分解,其分解反应为吸热反应,提高煅烧温度,可加速碳酸钙分解,但温度过高会使石灰石过烧,降低氧化钙活性,严重时将产生大瘤块。温度过低将影响碳酸钙的分解速度。燃烧过程所需空气的加入量应与加入的燃料量相对应。空气不足燃烧不充分,产生大量的一氧化碳;空气过量会冲淡窑气,

使氧气含量增加,二氧化碳浓度降低,同时热损失增加。石灰石分解主要反应为可逆反应,因此产生的二氧化碳气体应及时导出,否则二氧化碳分压过高将抑制碳酸钙的持续分解,主要反应为:

$$CaCO_3(s) \longrightarrow CaO(s) + CO_2(g) - 179.6 \text{ kJ/moL}$$

 $C(s) + O_2(g) \longrightarrow CO_2(g) + 395.4 \text{ kJ/moL}$

生石灰中加入适量的水,使氧化钙形成氢氧化钙悬浮液(石灰乳),主要反应为:

$$CaO + H_2O \longrightarrow Ca(OH)_2 + 66.7 \text{ kJ/moL}$$

石灰乳中悬浮粒子的分散程度很重要,粒子小易形成均匀不易沉降的乳状物,便于输送和使用。分散度高,有利于蒸氨过程中和氯化铵充分反应,提高氢氧化钙的利用率。影响悬浮粒子大小的因素有石灰的纯度、水量、水温、搅拌强度等。消化用水温度偏低,灰乳中悬浮粒子的分散度差,易沉积;消化用水温度高,可加速消化,并呈现悬浮松软极细的粉末状,分散度好。

6.1.3.3 工艺流程

将符合工艺要求的石灰石和焦炭(或白煤),分别称量后从石灰窑顶部经分石器均匀撒入窑内。石灰窑内的混合料经预热、煅烧、冷却三个阶段,石灰石被煅烧分解成生石灰,同时产生窑气。生石灰送入石灰仓,由加灰机送入化灰机前端,同时温水也进入化灰机,石灰、水在机内进行消化,由块状消化成一定浓度的灰乳。灰乳及未消化的块状物(大部分为返石、返砂、瘤块、焦核)被推至化灰机尾部,经三层不同孔径筛网筛分。筛分后的粗灰乳经溜槽进入灰乳转筛,进一步分离出 2.5 mm 以上的颗粒。从灰乳转筛下部流出的灰乳经溜槽进入灰乳罐后经灰乳泵送往蒸氨工序及盐水车间,剩余灰乳经回灰管道返回灰乳罐。化灰机尾部返石经水洗后,排至返石带式输送机,经返石筛筛分,大块颗粒排入返石仓成为返石,被输送到石灰石仓回收利用。

助燃空气经鼓风机由窑底送入,冷却生石灰,助燃空气得到了预热。窑气由窑顶引出,经过旋风分离器及窑气洗涤塔粗略除尘后,进入电除尘器再次净化后送至压缩机,以保证压缩机的运转周期和正常工作。

6.1.3.4 工艺过程控制

6.1.3.4.1 工艺指标

石灰石煅烧工序工艺指标应符合表3要求。

项 指 二氧化碳(CO₂)φ/% 38.5 \geq \leq 1.5 氧 $(O_2)\varphi/\%$ 以白煤为燃料 的窑气成分 -氧化碳(CO)φ/% \leq 白煤与石灰石比值 $7.5 \sim 11.5$ 二氧化碳(CO₂)φ/% \geq 氧(O₂)φ/% \leq 1.0 以焦炭为燃料 的窑气成分 \leq 一氧化碳(CO)φ/% 1.5 $6.5 \sim 8.0$ 焦炭与石灰石比值 灰乳浓度/(mol/L) $4 \sim 4.625$ \leq 窑气含尘/(mg/m³)

表 3 石灰石煅烧工序工艺指标

6.1.3.4.2 操作要点

石灰石煅烧工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 在石灰石煅烧操作中,配焦炭(或白煤)率直接影响石灰窑的各项指标。配焦炭(或白煤)率高,则窑气二氧化碳浓度降低,并引起石灰石过烧或结瘤;如配焦炭(或白煤)率低,则使石灰石生烧,产生带石心石块增多,使返石量增加。
- b) 控制石灰石粒度。石灰石粒度应控制在一定的范围内而且均匀。石灰石的最小粒度不得小于 0.01 D(D 为窑体直径),最小块石灰石与最大石灰石的粒径比例极限为 1:3。较小粒度的石灰石,配焦率可能降低,且煅烧时间短,石灰窑的生产强度大。但粒度过小,窑内通风不良,煅烧不均匀,生产能力反而下降。粒度过大,在相同的煅烧温度下,煅烧时间延长,降低石灰窑的生产能力。
- c) 控制燃料粒度。燃料粒度应与石灰石的粒度相匹配,且应大小均匀,最理想的块数比为 1:1。 一般燃料燃烧持续的时间应接近于最大块石灰石分解持续的时间,焦炭粒度应是石灰石最大 粒度的 1/3~1/2。过大,焦炭烧不透,石灰中夹带焦核较多,燃料消耗增加;过小,不但使石灰 窑内通风不良,而且会在很短时间内将燃料消耗完,大块的石灰石烧不透,造成生烧。
- d) 控制混合料在窑内截面分布。石灰石和焦炭(或白煤)在整个窑身截面均匀分布是保证石灰窑工艺控制正常进行的基本条件之一。使石灰石和焦炭(或白煤)充分混合并分布均匀,主要取决于一次混合和窑内分布。窑内分布又取决于布料器的结构和旋转角度,理论上旋转角度重合的几率越少越好。
- e) 控制出气、出灰温度。在高效率的操作下,窑顶出气及窑底出灰温度均应低控,出气及出灰温度过高,则带走热量多,热效率下降,增加配焦炭(或白煤)率,使窑气中的二氧化碳浓度相应降低。
- f) 风量和风压控制。风压大小(扣除窑顶出气压力)即表示混合料层阻力大小。它取决于物料层高度、石灰石和焦炭(或白煤)的粒度大小及形状、燃料用量多少和生产强度等。在风量和风压二者之间,在操作上一般以风量为主,风量的加入量应与石灰窑的生产能力相适应,实践证明空气过剩系数应小于1.05,否则氧气含量增加,窑气浓度降低。长时间的风量不适当会引起煅烧区位置的变化。
- g) 控制窑顶出气压力。窑顶出气压力应维持正压,以避免空气进入窑内,使窑气二氧化碳浓度降低。但压力过大,则使碳酸钙分解速度下降,使石灰窑生产能力下降,同时鼓风机电能消耗增加。一般窑顶出气压力应在 100 Pa~500 Pa。
- h) 控制灰水比。灰水比的合适与否,直接决定着灰乳浓度的高低。灰水比受灰质、灰仓储量、水质等因素影响,应经常调节进水量和进灰量,保证灰乳浓度合格稳定,以减少灰乳的浪费。
- i) 控制化灰水温。化灰用水温度高,可使反应速度加快,石灰消化完全。同时制得的石灰乳粒子细腻、分散均匀,有利于蒸氨。尤其在化灰机生产能力受限时,化灰水温低则浪费大量的石灰。 化灰水温是化灰操作中重要控制要素。一般化灰用水的温度控制在 50 ℃~60 ℃范围内。

6.1.3.5 设备选用

石灰石煅烧工序主要设备有石灰窑、化灰机及静电除尘器等。石灰窑种类较多,应用最广泛的有竖窑和回转窑两种,较理想的石灰窑为混料式机械化竖窑,其优点是可以产出高品质的石灰,且可以制得高浓度的二氧化碳气体。常用的化灰机为圆筒回转卧式化灰机,圆筒直径视生产规模而异。根据石灰和灰乳是否在化灰机同一端进出,将化灰机分为两种类型:同一端进出石灰和灰乳的称为逆流式,其特点是化灰机内设有内套筒,流程简单,便于操作管理,但灰乳浓度低,灰乳内砂子较多,化灰机能力低;不同端进出的称为顺流式,其特点是出灰乳处设有筛子,物料填充容积大,灰乳浓度高,在同样消化条件下,其生产能力大,灰乳含砂量少。

6.1.4 精盐水吸氨工序

6.1.4.1 工序任务

将符合要求的精盐水吸收由蒸馏工序送来的氨、二氧化碳气以及液氨库来的液氨,制备成合格的氨盐水,送碳化工序使用。

6.1.4.2 工艺方法

精盐水的主要成分为氯化钠,蒸馏工序送来的气体主要成分为氨和二氧化碳,精盐水在吸收塔内吸收,主要反应式为:

$$NH_3(g) + H_2O(1) \longrightarrow NH_4OH(aq) + 34.785 \text{ kJ/moL}$$

 $CO_2(g) + H_2O(1) \longrightarrow H_2CO_3(aq) + 20.152 \text{ kJ/moL}$

 $2NH_4OH(1) + H_2CO_3(1) \longrightarrow (NH_4)_2CO_3(aq) + 2H_2O(1) + 73.836 \text{ kJ/moL}$

氨的吸收反应为放热反应,是非等温吸收过程,反应后气体体积大幅度减小,为了控制反应温度,在 吸收过程中设置冷却装置。

根据反应方程式,从化学平衡的角度来看,降低温度、提高压力,有利于吸氨反应的进行,但蒸馏和吸收是一个封闭系统,真空条件下吸氨可以降低蒸馏塔压,从而达到节约蒸馏汽耗的目的,另根据氨的易挥发特性,综合考虑,吸收塔应控制一定的真空度。

6.1.4.3 工艺流程

由上道工序送来的合格精盐水,进入吸收尾气净氨塔顶部,吸收尾气中的氨和二氧化碳制成淡氨盐水自流入淡氨盐水贮桶,经淡氨盐水泵送入吸收塔顶部。进入吸收塔的淡氨盐水和来自蒸馏工序的气氨及补充的液氨逆流或并流接触,吸收其中的氨和二氧化碳形成热氨盐水,热氨盐水经澄清、冷却送至碳化工序。吸收尾气从吸收塔引出,入吸收尾气净氨塔经洗涤净氨后,净氨尾气(主要成分为二氧化碳)经真空泵排出,送入炉气总管与炉气混合后送压缩工序作下段气用(或达标排放)。

6.1.4.4 工艺过程控制

6.1.4.4.1 工艺指标

精盐水吸氨工序工艺指标应符合表 4 要求。

表 4 精盐水吸氨工序工艺指标

6.1.4.4.2 操作要点

6.1.4.4.2.1 氨盐水质量要求

氨盐水质量对碳酸钠产量、质量,以及盐、氨、石灰石等主要原料消耗都有直接或间接的重大影响, 应逐项予以严密控制:

- a) 氨盐水游离氨浓度维持 $5 \text{ mol/L} \sim 5.2 \text{ mol/L}$ 为宜,即氨盐水经制碱后液相的总氨较总氯高约 $0.1 \text{ mol/L} \sim 0.15 \text{ mol/L}$ 。游离氨过低,钠离子利用率低;过高,氨损失大,而且易在制碱塔底部生成碳酸氢铵结晶。
- b) 氨盐水总氯以 4.45 mol/L~4.55 mol/L 为佳。过高,则易盐析,堵塞冷却器通道;过低,氨盐水当量大,钠离子利用率也低。总氨因故偏离正常范围,以按游离氨与钠离子之比在 1.12~ 1.17 之间控制为准则。
- c) 控制氨盐水二价硫离子、三氧化二铁的量。调节硫化钠溶液加入量,以维持氨盐水二价硫离子 在规定范围。如果吸氨、碳化工序倒换或系统有大的波动(系统大修后开车、停车),根据需要, 将二价硫离子酌情提高。严格控制氨盐水三氧化二铁不超过 12 mg/L,以确保获得较高的优 级品率。控制吸收温度不至于过高,减少二价硫离子损耗,保护硫化铁膜。同时,严格执行新 开(包括大修后再开)设备清锈、吹扫、硫洗、冲洗、清塔等规定。
- d) 氨盐水浊度维持 100 mg/L 以下,浊度过高对产品质量及后工序操作有很大影响。

6.1.4.4.2.2 正常操作

精盐水吸氨工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 维持适宜的吸收温度,以保证氨盐水质量合格及氨的完全吸收,除保证来气温度合格以外,还应采用调节水量及合理分配负荷的方法,防止反应区上移,发生热顶现象。
- b) 精盐水温度维持 38 ℃~42 ℃,过高,吸收不完全;过低,有盐析现象。吸收塔出气温度不超过 40 ℃,过高,氨损失大;过低,尾气及吸收塔顶部易造成结晶。
- c) 氨盐水的出塔温度控制在 60 ℃~70 ℃,其维持温度指标主要是通过及时调节各层冷却水量来完成。
- d) 控制各段真空度及各点之间真空差在正常范围。目的是协调蒸、吸氨对压力大小的不同要求, 及时发现气、液流动有无不畅的因素存在(如液面满,气路结晶),并判明原因,加以解决。维持 各贮桶适当的真空度,防止桶罐不严密,恶化环境,造成氨浪费。
- e) 维持冷氨盐水温度在合格范围 35 ℃~45 ℃。该温度对碳化塔制碱能力及氨、氯化钠、二氧化碳利用率影响很大,应加以控制,其手段有:
 - 1) 调节吸收塔冷却水量,使出塔氨盐水温度不至于过高;
 - 2) 及时调节各冷却器水量或倒换、清洗钛板冷却器,保证钛板冷却器效率。

6.1.4.5 设备选用

该工序主要设备有吸收塔、氨盐水冷却器、吸收尾气净氨塔及氨盐水澄清桶等。较先进的吸收塔为内冷式吸收塔(一般分为菌帽塔及筛板塔两种),塔主要结构特征是将吸收与冷却作业合于一体,在需要降温的部位,布入冷却水箱,水箱传热管的管内空间进冷却水,将反应热导出,管外空间进行气液传质吸收,冷却箱既是传热设备又是吸收的接触部件,吸收与散热交叉进行,吸收效果好且生产能力高;较常用的氨盐水冷却设备为钛板换热器,具有高效、紧凑、耐蚀等特点。吸收塔及冷却器在使用一段时间后,应定期进行酸洗,以除掉吸收塔壁、分布器、冷却水管及钛板换热器上的结疤,否则影响其生产能力。

6.1.5 氨盐水碳酸化工序

6.1.5.1 工序任务

利用氨盐水在碳化塔内吸收二氧化碳并经适当而充分的冷却降温,制得碳酸氢钠结晶悬浮液,送往滤过工序进行固液分离。本工序是碳酸钠生产中涉及的工艺条件最多、环境因素最广、物理和化学变化最频繁的一个工序,整个过程要求维持较高的碳化转化率和良好的结晶质量。

6.1.5.2 工艺方法

氨盐水与二氧化碳在碳化塔内接触进行反应,生成碳酸氢钠。由于碳酸氢钠的溶解度小,在溶液中达到一定的过饱和度时,从溶液中析出结晶。碳酸氢钠结晶析出后,在塔内从上至下,不断长大,最后从塔底排出。为了提高碳酸氢钠结晶质量,应降低析出瞬间碳酸氢钠的过饱和度,即应在塔的中部有效控制反应速度,使其反应结晶析出速度小于反应结晶生长速度。为了降低碳酸氢钠的溶解度,增加碳酸氢钠的析出量,提高氯化钠的利用率,碳化塔下部应通入一定量的冷却水来降低碳化取出液温度。化学反应式为:

 $NaCl(ag) + NH_3(ag) + CO_2(g) + H_2O(1) \longrightarrow NaHCO_3(s) + NH_4Cl(aq) + 95.05 \text{ kJ/moL}$

6.1.5.3 工艺流程

吸氨工序送来的成品氨盐水由上部进入各组碳化塔的清洗塔,清洗塔底部通入压缩工序送来的清洗气及少量中段气(或仅通入清洗气),气液在塔内逆流接触进行预碳化,并清洗塔内结疤。从清洗塔底部流出的中和水,正常温度在 40 ℃左右,经泵加压后,大部分送至各组碳化塔的制碱塔,一小部分用于清洗出碱管,然后返回清洗塔内。在制碱塔内,中和水与压缩工序送来的中段气和下段气逆流接触,进行化学吸收反应,生成碳酸氢钠结晶悬浮液。从制碱塔底流出的出碱液经塔底出碱管自压至出碱槽,然后送到滤过工序进行分离。

碳化过程的制碱及清洗过程均为放热过程,需要换热降温,在塔的水箱部分通入温度较低的冷却水,控制出液温度在 28 $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ 之间。冷却水从塔底部进入,从塔上部分三段或二段取出,用以改变碳化塔水箱冷却面积。

碳化尾气的处理因盐水精制方法不同,其流程也所不同,主要有下列两种流程:

a) 石灰-碳酸钠法精制盐水尾气流程

各塔的尾气从塔顶排出,进入尾气总管。从尾气中分离出的液体用管道引入各中和水泵入口以回收利用。尾气经压力调节后进入各碳化尾气净氨塔底圈与精盐水逆流接触,精盐水吸收其中的氨和二氧化碳后从净氨塔底部流出,经 U 型液封自压到吸收工序的淡氨盐水贮桶内,净氨后的尾气放空。

b) 石灰-碳酸铵法精制盐水流程

各塔尾气经管线送入除钙塔底部,与从塔顶圈进入的一次精盐水进行逆流接触,进行除钙反应制备 二次精盐水,除钙塔尾气进入净氨器,用不含氨温水洗涤尾气中残留的氨后放空。

6.1.5.4 工艺过程控制

6.1.5.4.1 工艺指标

氨盐水碳酸化工序工艺指标应符合表5要求。

| 项 目 | | 指 标 | |
|----------------|----|-------------|------|
| 转化率/% | 夏天 | \forall | 73.5 |
| 为化学/ /0 | 冬天 | \geqslant | 75 |
| 沉降时间/s | | \leq | 180 |

表 5 氨盐水碳酸化工序工艺指标

6.1.5.4.2 操作要点

6.1.5.4.2.1 重要指标控制

氨盐水碳酸化工序中的重要指标控制主要包括碳化转化率、碳酸氢钠结晶和色碱的产生及控制:

- a) 碳化转化率控制。在生产中应尽可能维持较高的碳化转化率,要求做到:
 - 1) 保持温度、压力、流量以及物料成分等操作条件的优化,尽可能按比例提高氨盐水中氯化 钠和氨的浓度,以及提高进塔气体中的二氧化碳浓度,使反应平衡向生成碳酸氢钠的方向 移动:
 - 2) 适当降低出碱温度,可以在允许析出少量碳酸氢铵固体的同时较多的析出碳酸氢钠结晶, 从而达到较高的氯化钠转化率;
 - 3) 提高氨盐水的氨盐比,可以减弱温度对碳化转化率的影响,尤其在夏季尤为重要。
- b) 碳酸氢钠结晶的控制。颗粒大的结晶,过滤性能良好,减少洗水用量,降低溶解和穿透损失,颗粒细小的结晶,难以过滤,影响生产过程的顺利进行,导致物料损耗大。生产上要制取颗粒粗大的结晶需做到以下几点:
 - 1) 维持适宜的碳化塔中部温度,使碳酸氢钠晶核在较高温度 60 ℃~68 ℃段生成,适当长大后,在冷却过程中析出的碳酸氢钠就可以在已有晶核的基础上继续长大,不会过多地产生二次晶核形成新的结晶;
 - 2) 精心调节碳化冷却水量,当生产条件波动,碳化塔进液量、进气量和二氧化碳气体浓度被 迫减少或降低时,及时减慢出碱速度和减少冷却水量,避免"中温"过低,以致碳酸氢钠结 晶变坏。特别应注意新制碱塔(包括倒换的和新开用的塔)冷却水的调节,中部温度达到 一定指标以前,不应开水或少开水,加水时应缓慢,不应早开猛加。严格控制碳化液与冷 却水之间的温差在 15 ℃~20 ℃,防止过饱和度过大的积累和过速的消除,结晶变坏及造 成局部碱疤堵塔;
 - 3) 严格控制影响碳化塔进气二氧化碳浓度的各个环节,尽可能提高二氧化碳的浓度。二氧化碳浓度高,进气体积小,气流主体分压大,可以增加吸收的推动力,加快吸收速度。这一点对下段气来说更为重要;
 - 4) 合理掌握碳化塔的生产负荷,实现综合优化控制,以保证必要的碳化液在塔内的停留时间和结晶成长时间。从碳酸氢钠析出点开始,碳化液应在塔内停留 60 min~80 min。
- c) 色碱产生原因。产生色碱的主要原因是由于铁制的生产设备遭受腐蚀所形成的腐蚀产物(铁的氧化物和硫化物等),由所接触的液体或固体介质带入所致。腐蚀产物进入碳化取出液中,是导致产品着色的主要原因。上述腐蚀产物的主要来源有两方面:
 - 1) 吸氨设备的腐蚀产物,由氨盐水带入碳化塔;
 - 2) 碳化塔本身的腐蚀产物。这些物质随碱带出碳化塔,通过滤碱机,部分遗留于重碱之中。
- d) 色碱的预防。防止设备内表层腐蚀是预防产生色碱的关键,主要包括:
 - 1) 对新开用的吸氨及碳化系统相关设备用硫化钠溶液循环清洗,使设备内表面形成一层硫化铁保护膜,达到防腐目的,在正常生产时,均匀连续地向吸收塔内加入适量的含硫分的溶液,用以补充设备表面由于原有保护膜的破坏和脱落需要重新"挂膜"所需的硫分;
 - 2) 采用耐腐蚀的金属材料,作为吸氨和碳化过程中容易腐蚀的设备部件;
 - 3) 采用防腐蚀化学材料作为设备构件的表面涂料或容器衬里;采用新的防腐蚀工艺及新型 防腐材料等。

6.1.5.4.2.2 正常操作

氨盐水碳酸化工序的正常操作应遵循以下要点:

a) 制定最佳制碱及清洗作业周期,在保证清洗干净、全周期可以维持正常工作的前提下,应尽量提高设备利用率;

- b) 经常注意氨盐水质量、温度是否合格,发现问题应及时与相关岗位联系;
- c) 调节各清洗塔氨盐水进量,保证各塔的塔压合格;
- d) 经常关注三段气总管压力、温度、浓度是否合格,发现问题应及时与有关岗位联系;
- e) 控制清洗塔进气量,保证中和水中二氧化碳浓度合格;
- f) 调节各制碱塔中和水进量,保证各塔塔压合格;
- g) 调节出碱量、进气量(中下段气量比值),保证制碱塔中上部温度合格;
- h) 及时调节冷却进水量,保证中和水及出碱温度合格;
- i) 经常检查碳化尾气压力、温度、含二氧化碳的量是否合格,发现问题应及时调整。

6.1.5.5 设备选用

碳化过程中的主要设备为碳化塔,也是碳酸钠生产中的关键性设备。它利用气液对流原理,维持气液连续稳定流动,进行质量与热量的传递,以氨盐水吸收二氧化碳,析出形状规则,颗粒粗大的碳酸氢钠结晶,并尽可能地要求碳化转化率高、制碱周期长。碳化过程是一系列的放热反应过程,大量反应热需要从塔内移出。因此,碳化塔的构造应尽可能满足流体力学、吸收、结晶、冷却等过程以及运转周期正常的要求。对碳化塔结构的基本要求:

- a) 应有适当的高度和容积;
- b) 应有充分而适当的气液接触面积;
- c) 应有充分且分布适当的冷却面积。

通常采用的碳化塔是一种由圆筒形塔圈和水箱形塔圈与菌帽塔板或筛板塔板叠装而成的塔型,称为菌帽式碳化塔或筛板碳化塔。一般选用 \$3 000 mm/\$3 400 mm 异径塔,异径塔的设计意图是增加中、上段碳化液的停留时间,从而为碳酸氢钠晶体的析出和成长提供较好的条件。填料塔、溢流式泡罩塔等容易导致碳酸氢钠结晶堵塞。

6.1.6 滤过工序

6.1.6.1 工序任务

从碳化塔取出的悬浮液中分离出以碳酸氢钠为主要成分的重碱结晶,以及以氯化铵为主要成分的 母液。通过洗涤和干燥,降低滤饼中的氯化钠成分和水分,以满足碳酸钠产品质量要求和降低煅烧工序 的能耗要求,并将滤饼(重碱)送往煅烧工序进一步加工。本工序要求尽可能地提高洗涤效果,减少洗水 用量,降低滤过损失,使滤饼含水量达到较低的水平。

6.1.6.2 工艺方法

借助于真空作用将出碱液进行固液分离,经洗涤、干燥制得符合要求的重碱。

6.1.6.3 工艺流程

来自碳化工序出碱槽的碱液自流入本工序滤碱机碱浆槽内或带式过滤机布料器,通过真空作用将出碱液中的重碱吸附在过滤介质上,实现液固分离,再经过洗涤、干燥,使重碱盐分和水分达到指标要求,送到皮带输送机。分离的气体进入滤过尾气净氨塔,经洗涤、净氨后放空。

6.1.6.4 工艺过程控制

6.1.6.4.1 工艺指标

滤过工序工艺指标应符合表6要求。

| 项 目 | | 指 标 |
|----------------------|--------|------|
| 重碱中氯化钠(NaCl)含量 w/% ≤ | | 0.35 |
| 碳酸钠中氯化钠(NaCl)含量 w/% | \leq | 0.7 |
| 重碱水分 ω/% | \leq | 18 |
| 过滤损失率/% | \leq | 2 |

表 6 滤过工序工艺指标

6.1.6.4.2 操作要点

6.1.6.4.2.1 重要指标控制

过滤工序中的重要指标控制主要包括氯化钠含量、重碱水分含量(或烧成率)和重碱过滤损失率的控制,主要措施有:

- a) 重碱中氯化钠含量的控制。从碱液中滤出的重碱滤饼,含有盐分很高的母液,在其从过滤介质 上卸下以前,需用水洗涤,以保证碳酸钠产品盐分合格。洗涤盐分的过程,应在保证产品盐分 指标合格的前提下,尽可能减少加水量,并做到:
 - 1) 根据碳酸钠中氯化钠含量的要求,确定优化的重碱中氯化钠含量控制指标,防止滤过洗水 当量过高;
 - 2) 及时了解结晶质量及滤饼含水量变化情况,并相应地调整滤饼盐分含量和所用水量;
 - 3) 按指标要求维持吹风的压力或吹气量,保证较高的真空度和足够的真空当量。
- b) 重碱水分(或烧成率)的控制。重碱水分(或烧成率)的高低,既是衡量重碱中碳酸氢钠含量高低的一项技术指标,又是影响煅烧炉能力和煅烧能耗高低的主要因素。操作中降低重碱水分或提高重碱煅烧率的关键,在于消除或减少一切可能导致过滤阻力增加的因素,特别要做好以下几点:
 - 1) 随时掌握重碱结晶质量变化,当结晶粒度变细、过滤阻力明显增大时,应及时进行调整并 采取相应的补救措施;
 - 2) 适当调整滤碱机的转速,减薄滤饼厚度,同时尽量不用低温水,以改善过滤速率;
 - 3) 及时倒车,用高温水洗车,清洗过滤网积碱,提高过滤速率。
- c) 重碱过滤损失率的控制。重碱过滤损失率反映过滤过程碳酸氢钠损失的多少,是一个应当严格控制的指标。在操作过程中应注意以下几点:
 - 1) 洗水量过大可引起碳酸氢钠溶解过多,合理控制重碱中氯离子含量,可以避免因氯离子控制过低而用水过多,引起碳酸氢钠溶解过多;
 - 2) 由于碳酸氢钠的细晶可随滤液直接透过滤网,所以应根据出碱液流量,适当减少过滤机开 用台数,增加滤鼓在碱液中的浸没深度,增加滤饼厚度,提高洗涤效率,减少碳酸氢钠细晶 随母液带走量;
 - 3) 应经常检查滤布,保持滤布完好,防止碱液通过滤网的破损处被吸走;当重碱结晶显著变细时,及时联系上工序进行改善,并注意维持较好的抽气、吹风等过滤条件。

6.1.6.4.2.2 正常操作

过滤工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 根据碳化放量,调节主电机变频数维持适宜的碱浆槽液位,以不溢流为准;
- b) 维持滤饼厚度均匀、适宜,一般滤饼厚度 25 mm~30 mm(刮刀位置)为宜;

- c) 加强同真空机岗位联系,保证有足够的、稳定的真空度和吹风压力;
- d) 加强同碳化岗位联系,及时掌握结晶情况及放量情况;
- e) 经常分析重碱中的盐分,根据重碱盐分高低,调节洗水用量。

6.1.6.5 设备选用

滤过工序主要设备包括过滤机、气液分离器、滤过净氨塔、真空机等。其中过滤机是进行重碱过滤的主体设备,过滤机可以提高液固的分离程度(重碱中含水量低、母液中含固量低)。过滤机过滤形式分为真空式及离心式两类。其中真空式过滤机又分为真空水平带式过滤机和真空转鼓过滤机两种,真空水平带式过滤机在节能、降耗方面更具优势。离心分离机能维持更低的重碱水分,但母液带走细晶多,中间产品得而复失。真空过滤机过滤介质采用高密度不锈钢滤网,且实现自动化控制,使生产能力、重碱水分、过滤损失率、洗水当量等工艺指标均能满足要求。

6.1.7 蒸馏工序

6.1.7.1 工序任务

本工序的主要任务是利用蒸馏过程及设备将制碱母液及其他含氨液体中的游离氨、结合氨及二氧化碳通过加热或化学反应的方法分离出来,以保证制碱生产中氨的循环使用。蒸氨工序处于制碱的主要物料流溶液处理的末端,它是氨与二氧化碳返回下一个制碱循环的重要连接点,它的工况与生产效果是建立全系统良性工业循环的关键。

6.1.7.2 工艺方法

滤过母液中的氨以两种形式存在,一种是游离氨,另一种是结合氨。游离氨加热即可分解出来,而结合氨,则需通过化学反应分解,主要反应方程式如下:

$$NH_{4}HCO_{3}(aq) \longrightarrow NH_{3}(g) + CO_{2}(g) + H_{2}O(1) - 46.024 \text{ kJ/mol}$$

$$(NH_{4})_{2}CO_{3}(aq) \longrightarrow 2NH_{3}(g) + CO_{2}(g) + H_{2}O(1) - 70.5 \text{ kJ/mol}$$

$$2NH_{4}Cl(aq) + Ca(OH)_{2}(aq) \longrightarrow 2NH_{4}OH(aq) + CaCl_{2}(1) + 25.1 \text{ kJ/mol}$$

$$(NH_{4})_{2}CO_{3}(aq) + Ca(OH)_{2}(aq) \longrightarrow CaCO_{3}(s) + 2NH_{3}OH(aq) + 18.6 \text{ kJ/mol}$$

$$NH_{4}OH(aq) \longrightarrow NH_{3}(g) + H_{2}O(1) - 34.6 \text{ kJ/mol}$$

从化学反应式可以看出,本工序为了分解固定氨,需加入石灰乳,上述反应大多为吸热反应,故需大量的低压蒸汽作热源,反应过程中塔器内有硫酸钙、碳酸钙生成,二者结疤的生成会影响蒸馏塔作业周期,所以要积极采取防疤措施,并根据情况进行清理。

6.1.7.3 工艺流程

热母液送人母液蒸馏塔预热段顶部,并自上而下流动,与上升的气体进行物热交换,蒸出绝大部分二氧化碳和游离氨,气体由塔顶引出,预热母液从预热段底部流出进入预灰桶。来自石灰工序的石灰乳进入灰乳分配器,分配器出来的灰乳一部分经计量流入预灰桶,多余的灰乳返回石灰工序,灰乳与预热母液在预灰桶内经搅拌混合,迅速反应,固定铵被分解为游离氨,预灰桶出气进入预热段底圈,调和液进入加灰蒸馏段与底部加入的蒸汽逆流接触,进行传质传热,蒸出溶解的氨气,100 ℃以上废液从塔底引出进入废液一级闪发器闪发出二次蒸汽后,闪发蒸汽并入本塔蒸汽管线,95 ℃以上废液从下部流出进入第二闪发器,借助真空泵提供的真空,闪发出二次蒸汽供淡液塔使用,从而进一步回收废液带出热量,87 ℃左右废液从第二闪发器流至废液输送系统。

母液蒸馏塔出气进入氨气冷却器,冷却后气体送至吸收塔吸氨,冷凝液与轻灰炉气系统冷凝液混合,经泵输送到淡液蒸馏塔顶部,在塔内被下部上来的蒸汽加热,使冷凝液中的氨和二氧化碳蒸出进入

氨气冷凝器,经冷却后送到吸收塔,其底部的废淡液自流入热废淡液桶,一部分未经冷却送轻灰工序作为热碱液槽的补充水,另一部分经冷却后送往滤过工序,用作净氨洗水。

6.1.7.4 工艺过程控制

6.1.7.4.1 工艺指标

蒸馏工序工艺指标应符合表7要求。

顶

Ħ

指 标 50

0.04

11

表 7 蒸馏工序工艺指标

 \leq

6.1.7.4.2 操作要点

碱渣清液 pH 值

6.1.7.4.2.1 重要指标控制

蒸馏废液氨(NH3)含量/(mg/L)

蒸馏废液过剩灰含量/(mol/L)

蒸馏工序中的重要指标控制主要包括蒸馏温度及压力、废液含氨与过剩灰和延长运行周期的控制,主要措施有:

- a) 蒸馏温度及压力控制。根据蒸氨反应的机理,蒸氨塔的操作效果与温度、压力密切相关,较高的温度、较低的压力有利于氨及二氧化碳的蒸出。由于形成高温、低压需耗费较高的能量,存在经济效益问题,所以应根据不同的塔,合理控制温度、压力。新开起的塔,阻力小,压力低,可低限控制温度;末期塔,塔压较高,应高限控制温度;
- b) 控制废液含氨与过剩灰。废液含氨与过剩灰控制效果直接关系到生产过程物料的消耗水平, 应重点控制。维持符合先进指标的废液含氨、过剩灰,应正确掌握好各项工艺技术操作,掌握 本工序母液、石灰乳当量计算方法,根据岗位分析数据及时调整加灰量,加灰量过大,过剩灰 高;加灰量小,造成跑氨现象;
- c) 延长运行周期。影响蒸馏塔运行周期的主要因素是蒸馏塔结疤速度,结疤主要成分是硫酸钙、硫酸镁、碳酸钙等物质。结疤速度快慢与原盐中二价钙离子、二价镁离子及硫酸根等杂质含量有关;也与操作有关。保持生产负荷平稳、温度控制合理有助于减缓结疤挂壁的速度。

6.1.7.4.2.2 正常操作

蒸馏工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 注意母液蒸馏塔中的温度变化,及时调节入塔蒸汽量,并注意蒸汽总管的压力变化;
- b) 按时分析废液过剩灰,使其控制在指标范围之内;
- c) 严格控制预热母液温度,使其二氧化碳浓度控制在指标之内;
- d) 保证蒸馏塔的各项工艺参数正常,使废液含氨在控制指标以下;
- e) 注意氨气冷却器出气温度的变化,及时调节冷却水;
- f) 注意二闪罐出气总管压力变化,及时调节,保证各压力点真空度;
- g) 调节补充蒸汽量,控制淡液塔中温,确保废淡液含氨在规定范围。

6.1.7.5 设备选用

蒸馏工序主要设备为蒸氨塔、预灰桶、氨气换热器及淡液蒸馏塔,其中冷却器主要用来降低出气温

度及水蒸气含量,选用冷母液作为冷却介质,以提高人塔母液温度。冷却器可以与蒸馏塔综合成一个整塔也可以分开单独安装,氨气换热器分为水箱式列管换热器、螺旋板换热器、板式换热器等。换热器应具备耐腐蚀性强、不易结垢、阻力降小、换热效率高的特性。蒸馏塔分为预热段及蒸馏段两部分,预热段主要用来驱除液相中几乎全部的二氧化碳及游离氨。蒸馏塔可选用泡罩塔、筛板塔或填料塔;蒸馏段用于蒸馏调和液中的全部氨,一般选用泡罩塔或筛板塔。泡罩塔操作弹性较大,传热及传质效果好,但是压力降较大;筛板塔生产能力较大,传热效果好,运行周期长,且易于清理,是蒸馏塔发展方向;预灰桶是蒸馏塔一个必备辅助设备,其作用是使预热母液和灰乳在这里得到充分混合,将固定铵转为游离氨;淡液蒸馏塔是将蒸氨冷凝液及炉气冷凝液中的氨及二氧化碳回收的装置,多采用填料塔,所用热源为压力较低的蒸汽。

蒸氨塔要求高效率、足够操作弹性、维持良好工艺指标和便于对塔器结疤清理。预灰桶应有良好的密封和保温,它可以用石棉橡胶填料函或再使用水银槽密封装置。预灰桶设计应与蒸氨塔的能力相适应,并有足够的反应停留时间,以保证过烧石灰能充分反应达到有效利用的程度。

6.1.8 压缩工序

6.1.8.1 工序任务

将轻灰车间来的炉气、石灰车间来的窑气经过压缩机加压后输送到碳化工序,分别做碳化下段气、中段气和清洗气;为轻灰工序正常作业提供所需的真空度;采用蒸汽做为驱动力的压缩机,一般以 3.5 MPa 的蒸汽为动力,工作后排出 0.1 MPa~0.4 MPa 的乏汽供蒸馏塔蒸氨用,可实现蒸汽的梯级利用。

6.1.8.2 工艺流程

来自石灰石煅烧工序窑气首先进入气水分离器分离气体中的水分,然后分别进入中段气压缩机组和清洗气压缩机组。压缩后窑气经中段气或清洗气冷却器换热冷却后,气体分别送入中段气总管、清洗气总管。

从重碱煅烧工序来的炉气首先进入气水分离器分离气体中的水分,压缩后炉气经下段气冷却器换 热冷却后,送入下段气总管。

6.1.8.3 工艺过程控制

根据工艺的要求,压缩机将经过冷却及净化的窑气及炉气加压送入碳化塔,根据压缩后二氧化碳气体的在碳化塔中的作用、浓度、温度、压力分为清洗气、中段气和下段气。各段应按适当比例合理分配进气量。压缩机根据气体比例确定开用、备用台数,满足碳化对原料气的浓度、流量、温度、压力的需求,并能倒换自如。生产过程对二氧化碳的要求包括以下各项:

- a) 二氧化碳气浓度控制。高浓度二氧化碳气体有利于碳化塔内碳化反应速度的提高和二氧化碳的吸收效率,有利于提高产品质量。因此压缩工序应防止空气漏入系统或配气不合理降低二氧化碳浓度。
- b) 二氧化碳气量控制。下段气、中段气、清洗气量应满足煅烧轻灰工序、石灰窑工序要求,尤其是石灰窑的窑气是氨碱法制碱的二氧化碳气来源。碳化工序的产能将根据石灰窑的窑气量予以平衡。炉气压缩机的负荷控制取决于与碳化产能配套的煅烧炉的作业状况,是保证炉气在制碱中无损耗循环过程。因此压缩工序开用的压缩机数量、压缩机入口负压的控制须根据石灰窑、煅烧炉及碳化工序的均衡生产负荷进行。
- c) 压力控制。压缩机的压力控制应满足碳化工序的进气压力要求及石灰窑、煅烧炉负压要求。 不稳定的二氧化碳气压力控制和不稳定的负压控制,会导致压缩机效率降低。而且会造成碳化工序、石灰工序、煅烧工序的操作紊乱。

- d) 气体温度控制。由于碳化反应是放热反应,碳化塔的中下段气进气处均应保持一定的适宜温度,中段气温度和下段气温度应与人口处塔温相适应,在进入碳化塔前中段气应冷却到 40 $^{\circ}$ $^{\circ$
- e) 带水量控制。下段气、中段气及清洗气入碳化塔前均应考虑分离水雾问题,以免气体夹带水雾及水滴进入塔内,稀释塔内液体。在进入压缩机前先进入气水分离器以用于分离气体中夹带的水分。压缩后气体也应进行充分的气水分离,尤其是通过直冷式换热器冷却压缩后气体的工艺流程,更应重视压缩后气水分离操作。
- f) 窑气含尘量控制。从石灰窑出来的窑气含尘量较高,应经过湿法及静电除尘,使含尘量满足压缩机的要求,以减轻设备磨损及管道堵塞,提高送气效率。螺杆压缩机和离心式压缩机要求含尘量均应控制在10 mg/m³以下,以保证压缩机能够长周期平稳运行。

6.1.8.4 设备选用

二氧化碳气体压送进碳化塔内,一般采用三种类型的二氧化碳压缩机。中小型碱厂常采用活塞式压缩机,大型碱厂则采用蒸汽透平驱动或电力驱动的离心式压缩机或螺杆式压缩机,各类型压缩机均应采用耐腐蚀、耐磨材质。

6.1.9 重碱煅烧工序

6.1.9.1 工序任务

本工序是将滤过工序送来的湿重碱输送至煅烧炉内加热分解(设有离心机工序需先将湿重碱二次脱水后再送煅烧炉),以制得轻质碳酸钠,并对重碱分解产生的混合气体,进行回收碱尘、冷却降温及洗涤回收氨等处理后通过压缩机送碳化工序制碱。

重碱煅烧操作对碳酸钠的产量、质量及能耗有很大的影响。煅烧工序制得的产品碳酸钠(轻灰)应符合产品质量要求,不含有未分解的重碱,在煅烧过程中不应混入灰尘等杂质;所得炉气中二氧化碳浓度应达到90%以上,满足碳化工序生产要求,炉气逸出损失应少。

6.1.9.2 工艺方法

重碱主要成分为碳酸氢钠,其次还有碳酸钠、碳酸氢铵、氯化铵、氯化钠和水分等,碳酸氢钠是不稳定的化合物,常温下可分解成碳酸钠,但分解速度很慢。为使碳酸氢钠分解速度加快,需外部供给热量,使重碱受热分解,制得碳酸钠。重碱在煅烧炉内的主要反应式如下:

$$2NaHCO_3(s) \longrightarrow Na_2CO_3(s) + H_2O(g) \uparrow + CO_2(g) \uparrow -129 \text{ kJ/mol}$$

 $NH_4HCO_3(s) \longrightarrow NH_3(s) \uparrow + H_2O(g) \uparrow + CO_2(g) \uparrow -168 \text{ kJ/mol}$

 $NH_4Cl(aq)+NaHCO_3(s)$ → $NaCl(s)+NH_3(g)$ \uparrow + $H_2O(g)$ \uparrow + $CO_2(g)$ \uparrow -154.5 kJ/mol 上述反应均为吸热反应,每生产 1 t 碳酸钠需要供热约 2 400 kJ~2 500 kJ。

重碱水分含量较高,有粘结倾向。重碱水分≥9.5%时就会生成重碱球和结疤。为此,在重碱进入煅烧炉同时,加入一定量的煅烧炉出口来得高温碳酸钠(称返碱)与之混合,以降低入炉重碱的含水量,消除碱球和结疤条件,保证固体物料的松散状态,防止粘炉或生成大量碱球。伴随的化学反应式如下:

$$NaHCO_3 + Na_2CO_3 + 2H_2O \longrightarrow Na_2CO_3 \cdot NaHCO_3 \cdot 2H_2O$$

混合碱进入蒸汽煅烧炉加热到 120 ℃~140 ℃时倍半碳酸钠再进行分解:

$$2Na_2CO_3 \cdot NaHCO_3 \cdot 2H_2O \longrightarrow 3Na_2CO_3 + 5H_2O \uparrow + CO_2 \uparrow$$

重碱在煅烧炉内分解速度与分解温度有直接关系,煅烧温度提高,分解速度加快。重碱煅烧分解时会产生大量的气体,其中含有二氧化碳、氨、水蒸气和碱粉,且有相当的热量,经分离、洗涤、换热等方法回收利用。

6.1.9.3 工艺流程

来自上道工序的重碱经输送带输送至各重碱煅烧炉预混器与返碱混合均匀后,送入煅烧炉内,重碱在煅烧炉内被中压蒸汽(加热管)间接加热,进行重碱煅烧的水分蒸发及重碳酸盐的分解反应。分解得到的碳酸钠产品(轻灰),从煅烧炉出来一部分作为返碱进入预混器,其余部分分别送至重灰和凉碱工序。

煅烧炉内产生的炉气从炉头排气方管引出,经过旋风分离器分离碱尘后进入热碱液塔。在热碱液塔内炉气被循环热碱液溶解剩余碱尘后送入母液洗涤塔下部,与冷母液直接逆流接触后再送入冷却器被循环冷却水间接冷却,炉气中大部分水蒸气冷凝成水并溶解大部分氨而形成冷凝液自流入冷凝液槽,送入蒸馏工序,冷却后炉气进入炉气洗涤塔,被来自滤过岗位的净氨洗水直接喷淋洗涤净化,制得含高浓度二氧化碳的炉气,由塔上部引出送压缩工序。洗涤液送往滤过工序作滤过洗水。

由中压蒸汽管网送来的中压蒸汽从煅烧炉的旋转接头中心套筒进入汽室,由汽室平行分配进入蒸汽加热管作为重碱煅烧分解的热源。蒸汽冷凝水则从旋转接头外套筒自流入冷凝水箱,经贮水槽积存后进入轻灰闪发器,闪发的 1.3 MPa 蒸汽作为重灰煅烧炉的热源之一,闪发后的冷凝水流入重灰闪发器进行二级闪发。

6.1.9.4 工艺过程控制

6.1.9.4.1 工艺指标

重碱煅烧工序工艺指标应符合表8要求。

| 项 目 | 指 标 | |
|--|--------------|--|
| 出碱温度/℃ | 160~185 | |
| 煅烧炉出气温度/℃ | 105~115 | |
| 煅烧炉炉头压力/Pa | $-100\sim$ 0 | |
| 炉气二氧化碳(CO_2)浓度 $\varphi/\%$ | 90 | |
| 经凉碱后轻灰温度/℃ ≪ | 85 | |

表 8 重碱煅烧工序工艺指标

6.1.9.4.2 操作要点

6.1.9.4.2.1 重要指标控制

重碱煅烧工序中的重要指标控制主要包括出碱温度、蒸汽压力及温度、炉气温度、返碱、炉头出气压力、二氧化碳浓度以及保持存灰量的控制,主要措施有:

- a) 出碱温度控制。煅烧过程中维持正常出碱温度是产品质量、生产能力及蒸汽消耗的关键。出碱温度过低,重碱完全分解所需时间较长,导致产品分解不完全,使产品不符合质量标准,同时增加了产品带走的氨和二氧化碳的损失;出碱温度过高,则煅烧炉的生产能力未能充分发挥,同时热损失增大,蒸汽消耗上升。因此,要达到高产、稳产、低消耗就应维持适当的出碱温度。一般控制在 160 ℃~185 ℃之间。
- b) 蒸汽压力及温度控制。蒸汽的压力和温度是维持蒸汽煅烧炉正常运行的基础,是影响煅烧炉 生产能力的关键因素,其中,以蒸汽压力最为重要。蒸汽压力越高,蒸汽冷凝饱和温度越高,传 热温差越大,煅烧过程传递的热量越多,煅烧炉生产能力越大;蒸汽压力低,将造成出碱温度及

出气温度低,被迫降低煅烧炉生产能力。生产过程中,应维持较高的蒸汽压力(在设计范围之内),满足生产高负荷要求。蒸汽温度应以保持高于该蒸汽压力下的饱和温度 40° 0 为宜,蒸汽温度过高,密封材料等不能耐受,而且,过热蒸汽的存在将使给热系数减小。

- c) 炉气温度控制。煅烧炉出气温度控制得当是维持正常操作的基本条件,炉气温度低于 100 ℃则可能使水蒸气凝结导致碱疤在管道及分离器内壁生成,造成堵塞,连续生产周期缩短,清理频繁。同时,分离器效率大幅下降,造成循环热碱液浓度高,碱液过剩,出现排放损失。正常生产过程中炉气温度应控制在 105 ℃~115 ℃。炉气换热器出气温度,应控制在 40 ℃左右(37 ℃~42 ℃)。温度过低,换热器侧表面形成碳酸铵盐的结晶速度较快,堵塞炉气通道。炉气洗涤塔出气温度应控制在 35 ℃~40 ℃,温度过低,耗水量增大,并可能引起滤过工序洗水不平衡;温度过高,炉气带氨量增大,压缩机入口通道容易形成碳酸铵盐的结晶,影响压缩机工作效率。
- d) 返碱控制。加入返碱是为了防止湿重碱与高温煅烧炉壁接触时发生粘结和结疤现象而影响传 热。返碱量要控制得当,返碱多,能源消耗增加;返碱少,不能消除重碱结球或结疤的隐患。实 际操作中,一般控制返碱量使重碱和返碱的混合碱水分不大于8%为宜。
- e) 炉头出气压力及二氧化碳浓度控制。重碱分解过程中真空状态有利于煅烧分解,但由于设备结构问题,真空操作易使空气进入系统,降低炉气二氧化碳浓度,尤其是两端密封不严和加料器空碱时;如若采用压力状态操作,炉气会从两端密封及排料口逸出,增加了二氧化碳和氨气的损失,恶化操作环境;同时炉气串入给料通道,使部分蒸汽也会冷凝下来,引起结块。为获得浓度高的二氧化碳气体,煅烧时保持炉头压力-100 Pa~0 Pa,保证空气不进入系统即可。
- f) 保持存灰量控制。煅烧炉中存灰量的多少,影响重碱在煅烧炉内反应时间的长短。为了保证 重碱分解完全,就应保持一定的存灰量,在一段时间内若大量突击出碱将使装载量和停留时间 下降,破坏煅烧炉的正常运行。存灰量与煅烧炉大小有关, \$ 3.6×30 m 煅烧炉存灰量应保持 33 t。

6.1.9.4.2.2 正常操作

重碱煅烧工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 密切注意中压蒸汽压力、温度、流量和重碱来量、质量的变化,根据出碱温度、炉气温度和炉内 压力及时调节重碱投入量;
- b) 及时调节炉内压力,使炉内压力和炉气中二氧化碳浓度在规定范围内;
- c) 根据重碱质量、投入量、预混器出碱温度、炉气温度,及时调节返碱加料器转速,以保持适宜的 返碱量。根据煅烧炉主电机电流及返碱埋刮板电流,调节返碱量和炉体转速,保证煅烧炉足够 的存灰量;
- d) 定期清理出气箱、旋风分离器出气弯头,保证炉气畅通。突然停电或电气故障,煅烧炉停转 15 min 应进行盘炉操作,防止煅烧炉因炉体过重导致炉体变形;
- e) 及时调节净氨液进塔量和软水加入量,保证出炉气洗涤塔的炉气温度合格及洗涤液含氨在要求范围内;
- f) 密切注意炉气系统压力降,及时清除结晶、堵塞,保持炉气系统畅通。

6.1.9.5 设备选用

该工序主要设备有重碱煅烧炉、旋风分离器、换热器、热碱液塔、母液洗涤塔及炉气洗涤塔等。其中重碱煅烧炉为重碱处理设备,其余则是炉气处理所需设备。

煅烧炉是重碱煅烧的主要设备,常用的有回转蒸汽煅烧炉及流化床沸腾煅烧炉。这两种煅烧炉均 以蒸汽作为热源,回转蒸汽煅烧炉可分为外加返碱蒸汽煅烧炉及自身返碱蒸汽煅烧炉,外加返碱蒸汽煅

烧炉因为重碱与返碱强制混合、混合充分、一水化程度高、炉内传热效果好、生产能力高、操作稳定,成为目前重碱煅烧的常用设备,但其返碱运输系统复杂、检修工作量大,能耗高。常用规格 \$3.6×30 m 及 \$3.0×30 m 两种。自身返碱煅烧炉将煅烧、返碱运输结合为一体,简化了复杂的返碱运输系统,对检修及降低能耗有利。流化床沸腾煅烧炉利用物料流态化进行传热,设备结构简单、便于制造,但操作周期较短、能耗较高。

旋风分离器是炉气处理设备,利用离心力的作用将炉气中所带碱尘分离并回收至预混器,旋风分离器有单筒及双筒之分,生产过程中应根据工艺条件选择合适规格的分离器,以保证除尘效果。另外,炉气处理设备还包括塔类设备,一般为填料塔,在塔内料液与气体进行逆流接触而达到传热传质效果。

6.1.10 重灰工序

6.1.10.1 工序任务

本工序的主要任务是以轻质碳酸钠为原料,生产符合质量标准要求的重质碳酸钠。重质碳酸钠生产方法有固相水合法、液相水合法及挤压法,通常以固相水合法、液相水合法为主要方法。

6.1.10.2 工艺方法

碳酸钠与水进行水合反应后生成一水碳酸钠结晶,一水碳酸钠的结晶比原料无水碳酸钠结晶密实光滑,结晶颗粒大而均匀,它具有特殊的淡灰色,结晶撒落时由于晶棱发射光线而发光,当一水碳酸钠结晶受热结合水被赶出时,它仍可保持密集的晶格结构,此时获得具有颗粒均匀、堆积密度大的产品。重质碳酸钠是根据这一性质来生产的。

固相水合法是以轻质碳酸钠为原料,在一定的温度条件下,在水合机内,与水发生水合反应,生成一水碳酸钠结晶,然后一水碳酸钠结晶送入蒸汽煅烧炉进行加热分解反应,脱除结晶水,生成重质碳酸钠。

液相水合法以轻质碳酸钠为原料,在一定的温度条件下,在结晶反应器中,碳酸钠饱和溶液重新结晶,生成一水碳酸钠晶体颗粒。一水碳酸钠晶浆经离心机进行固液分离脱水制得一水碳酸钠结晶,然后再送煅烧炉进行加热分解反应。两种方法的反应方程式均为:

$$Na_2CO_3(s) + H_2O(1) \longrightarrow Na_2CO_3 \cdot H_2O(s) + 14.1 \text{ kJ/mol}$$

$$Na_2CO_3 \cdot H_2O \xrightarrow{\Delta} Na_2CO_3(\underline{\mathfrak{g}}) + H_2O(\underline{\mathfrak{g}}) - 55.4 \text{ kJ/mol}$$

液相水合法中离心机制得的一水碳酸钠结晶表面吸附的游离水相对于固相水合法较高,因而煅烧过程中能耗较固相水合法有所增加。而且由于需要制成碳酸钠饱和溶液,再进行重新结晶,其生产流程复杂,控制过程操作指标要求高,因此液相水合法的制造成本相对于固相水合法高。

6.1.10.3 工艺流程

6.1.10.3.1 固相水合法

轻灰由运输设备进入料仓,经计量后送入水合机内。在水合机的进料端喷入化合水,物料在水合机内进行水合反应生成一水碳酸钠,由水合机尾部取出,进入重灰炉头混合段,与返碱混合进入重灰炉干燥区。一水碳酸钠在炉内由蒸汽加热管间接加热干燥,脱去游离水和结晶水,制得重质碳酸钠(重灰)。重灰由炉尾取出,送至凉碱工序。

重灰炉炉气经初步喷淋洗涤后与水合机出气混合,经炉气洗涤塔洗涤后,由引风机送至重灰扩容器排空。

洗水从洗水槽引出并经洗水泵加压后,分别进入炉气管线及炉气洗涤塔喷淋、洗涤碱尘,洗涤液返回洗水槽,一部分送入水合机做化合水,一部分循环使用,软水进入洗水槽作为洗水补充水。

由蒸汽管网来的 1.3 MPa 蒸汽及轻灰闪发蒸汽,从重灰炉旋转接头中心套筒经汽室进入加热管,

与炉内碱进行热交换形成冷凝水后,经旋转接头外套流入贮水槽,然后与来自轻灰闪发器的冷凝水共同进入重灰闪发器,闪发成 0.5 MPa 低压蒸汽进入管网。闪发后的蒸汽冷凝水回热电。

6.1.10.3.2 液相水合法

轻灰经计量后送入结晶器,与母液在结晶器中进行水合反应,通过控制一定的水碱比值,在一定温度下形成一水碳酸钠料浆;浆料经料浆泵送至旋流器进行增稠后直接流入离心机进行固液分离,分离出的一水碳酸钠经抛料机与返碱混合进入重灰炉。一水碳酸钠在炉内进行加热干燥,脱去游离水和结晶水,制得重灰。重灰由炉尾取出经凉碱设备冷却后送往成品包装工序。

循环母液槽内的母液,经换热器降温后送往液相水合器,与高温轻灰反应,当母液中含盐浓度超过一定值后,一小部分母液作为高盐碱液外送。离心机分离出的母液与浓缩旋流器上部流出的清液流回母液循环槽,向液相水合器内补充洗水可达到为母液槽补液的目的。

6.1.10.4 工艺过程控制

6.1.10.4.1 工艺指标

重灰工序工艺指标应符合表 9 要求。

| 项目 | | 指 标 |
|---------------------|-------------|--------------|
| 固相水合中一水碳酸钠水分 $w/\%$ | | $14 \sim 18$ |
| 液相水合中离心后一水碳酸钠水分 w/% | | 15~20 |
| 重灰炉出碱温度/℃ | | 150~180 |
| 重灰堆积密度/(t/m³) | \geqslant | 0.9 |
| 重灰粒度 w/% | \geqslant | 70 |
| 经凉碱后重灰温度/℃ | \leq | 85 |

表 9 重灰工序工艺指标

6.1.10.4.2 操作要点

6.1.10.4.2.1 固相水合工序指标控制

固相水合工序主要包括一水碱水分、化合水浓度、水合反应温度、轻灰温度和精盐水浊度指标的控制:

- a) 一水碳酸钠水分。一水碳酸钠水分正常值控制在 14%~18%范围内,小于 14%时,生成一水碳酸钠不完全,夹带轻灰,影响产品质量;大于 18%时,一水碳酸钠粘度增大,增加运输设备负荷,煅烧时蒸汽消耗增大,产品成本增加。同时,一水碳酸钠水分过大也会导致重灰中碱球量增大。
- b) 化合水浓度。化合水浓度低时浓度的变化对结晶影响不大,结晶大而均匀,浓度为 1.3 mol/L 时重灰优级品率最高,随着化合水浓度的提高(超过 2 mol/L 时),浓度的变化对结晶影响作用 变得明显。重灰粒度有走细的趋势,但浓度过高则易出现重灰粒度分布不均,严重时出现不结晶的现象。
- c) 水合反应温度。水合反应温度是影响一水碳酸钠结晶的关键指标,80 ℃~100 ℃之间生成一水碳酸钠的反应比较完全。当水合机内部反应温度高时,一水碳酸钠结晶大,反之则结晶细。一般水合机反应温度靠水合机出气压力来调整。

- d) 轻灰温度。当进入水合机的轻灰温度低时,说明轻灰煅烧炉内反应温度低,出煅烧炉的轻灰反应不完全,轻灰中的碳酸氢根含量高,影响一水碳酸钠结晶,造成一水碳酸钠结晶细,轻灰温度过低时,会出现一水碳酸钠结晶粒度两极分化甚至无法形成结晶的现象,严重影响重灰产品质量。
- e) 精盐水浊度。精盐水中钙镁含量的增大会对一水碱结晶产生很大影响,精盐水中镁含量超过 一定值时对结晶的影响变得明显,精盐水中含钙也会影响结晶,致使结晶粗细不均,严重时无 法形成结晶。

6.1.10.4.2.2 液相水合工序指标控制

液相水合工序主要包括母液温度、母液浓度和水合反应温度指标的控制:

- a) 母液温度。进液相水合器母液温度的变化直接影响水合反应温度的变化,对重质碳酸钠的粒度影响很大,一般母液温度控制在 85 $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$;
- b) 母液浓度。母液浓度低时,结晶大而均匀,但母液达不到饱和,会造成生产能力的降低。浓度过高时,重灰粒度偏细。因此,母液应控制适当的过饱和度;
- c) 水合反应温度。水合反应温度是影响一水碳酸钠结晶的关键指标,90 ℃~100 ℃之间生成一水碳酸钠的反应比较完全。反应温度高则一水碳酸钠结晶大,反之则结晶细。一般水合反应温度靠进母液温度及水合器冷却水量来调整。

6.1.10.4.2.3 重灰煅烧炉指标控制

重灰煅烧炉工序主要包括蒸汽压力及温度、出碱温度、返碱、炉内存灰量和炉气温度指标的控制:

- a) 蒸汽压力及温度。重灰炉与轻灰炉结构原理相似,应维持较高的蒸汽压力(在设计范围之内), 满足生产高负荷要求。蒸汽温度应以保持高于该蒸汽压力下的饱和温度 40 ℃为宜,蒸汽温度 过高,不但密封材料等不能耐受,而且,过热蒸汽的存在将使传热系数减小;
- b) 出碱温度。出碱温度低,一水碳酸钠分解反应所需时间较长,易导致产品分解不完全,温度过低,易导致返碱总管堵塞,炉内返碱量减少,造成粘炉,并有大量结疤进入重灰产品;出碱温度过高,加热蒸汽等消耗上升。因此要达到高产、稳产、低消耗应维持适当的出碱温度;
- c) 返碱控制。为防止一水碳酸钠直接与炉体侧壁或加热管壁接触形成碱疤层,影响加热管的传热效果,重灰炉需加入返碱,为保证炉内存灰量,一般情况下返碱量与成品碱的比值控制在3.0~4.0。当返碱量不足时,重灰中碱球量增大。但返碱量越大,产量越少,耗能越高;
- d) 炉内存灰量。重灰煅烧炉中存灰量的多少,影响一水碳酸钠在煅烧炉内反应时间的长短。为了保证一水碳酸钠分解完全,应保持一定的存灰量。如果炉内存灰量过低,势必会导致返碱量减小,易形成粘炉,破坏煅烧炉的正常运行,影响加热管使用寿命。但炉内存灰量过多,蒸汽消耗量增大,同时增大重灰煅烧炉电机电流,从而降低重灰生产能力;
- e) 炉气温度。重灰煅烧炉炉气温度高低是维持重灰系统正常操作的基本条件,炉气温度低于 100 ℃时,水蒸气易凝结成水,在炉头出气箱上与碱尘混合形成结疤(炉气温度越低,结疤越严重),不易脱落,堵塞炉气通道,影响生产的连续性,需周期性清理。出气温度过高,造成蒸汽消耗增加。正常生产过程中炉气温度控制在 100 ℃~120 ℃为宜。

6.1.10.5 设备选用

重灰工序的主要设备包括水合机、结晶器及重灰煅烧炉或重灰流化床等。其中水合机及结晶器均为生产一水碱设备,最常用的为腰鼓式水合机,腰鼓式水合机化合水与碳酸钠混合均匀且生产能力大。结晶器为液相水合法生产一水碳酸钠设备,该设备简体外部一般带有夹套,夹套内可通循环水用于移走设备内物料反应放出的热量,内部一般用隔板将其分成上下两层,每层设有导流筒,隔板上有下料口使

上下两层连通,碳酸钠在结晶器内与母液混合溶解并生成结晶。重灰煅烧炉是一水碱煅烧的主要设备,一般采用的是回转蒸汽煅烧炉,与轻灰煅烧炉结构相似,较常用的是自身返碱式煅烧炉,其返碱由炉尾返碱口进入返碱螺旋管,随炉体的转动运至炉头返碱口进入混合段与一水碱混合,以降低混合碱水分。重质碳酸钠的冷却设备有凉碱炉、流化床及粉体流冷却器等,均为间壁式换热器,其中流化床及凉碱炉以空气作为流化介质,使物料呈沸腾状态,物料在沸腾状态下与冷却水管内的冷却水进行间壁换热实现冷却。该设备处理量大、可连续生产、气化强度大,耗电较高。粉体流凉碱器采用现阶段高效节能的固相颗粒物料降温技术,该装置换热效率高,无需与鼓风、引风等大功率能耗设备配套运行,装置操作、维护简捷易行。

6.2 联碱法

6.2.1 流程概述

将符合要求的洗盐或精盐加入盐析结晶器,由盐析结晶器溢流的母液Ⅱ,经换热器升温后,去吸氨器吸收氨制得氨母液Ⅲ,经澄清后送入碳化塔吸收二氧化碳,制得碳酸氢钠悬浮液。由滤碱机分离出碳酸氢钠(重碱),送入蒸汽煅烧炉加热分解成碳酸钠产品;同时分解出的二氧化碳(炉气)经冷却塔、洗涤塔降温和洗涤,由压缩机抽吸并压缩送入碳化塔制碱。

轻质碳酸钠一部分经过冷却送至成品包装,另一部分进一步加工制得重质碳酸钠经冷却后送至成品包装。

滤碱机分离出来的母液(母液 I) 经吸氨器吸收氨,制成氨母液 I去清洗外冷器,然后经换热器降温,送入冷析结晶器,通过外冷器循环并与冰机系统送来的液氨进行热交换,冷却析出部分氯化铵;冷析结晶器溢流液(半母液 II)流入盐析结晶器,通过加入洗盐或精盐再析出部分氯化铵;由盐析结晶器取出的氯化铵晶浆经稠厚器稠厚,用晶浆泵送到冷析结晶器,以溶解过量的盐;由冷析结晶器取出的氯化铵晶浆,经稠厚器稠厚,进入滤铵机分离出湿氯化铵,再经干铵干燥制成氯化铵产品;滤液送回盐析结晶器。

母液 [[经换热器升温后,去吸氨器吸氨,制成氨母液 [[再送去碳化塔制碱,如此连续循环生产。

6.2.2 原盐精制工序

6.2.2.1 工序任务

原盐精制是对原盐的提纯,将原料盐中的氯化镁、硫酸镁、氯化钙、硫酸钙等杂质用一种对杂质具有 溶解性而对氯化钠不溶的溶剂加以洗涤,达到提高盐质的目的。

6.2.2.2 工艺方法

6.2.2.2.1 再制盐法

再制盐法是把原盐化成卤水,经澄清除去泥沙和杂物,再进一步除去钙、镁等杂质,然后加热蒸发,利用高温下氯化钠、氯化镁和硫酸镁溶解度变化的特点,重新得到较纯的氯化钠结晶,即精盐。

6.2.2.2.2 洗涤盐法

洗涤盐法是对原盐的提纯,将原料盐中的氯化镁、硫酸镁、氯化钙、硫酸钙等杂质用一种对杂质具有溶解性而对氯化钠不溶的溶剂(饱和盐水)加以洗涤,达到提高盐质的目的,洗涤溶剂进行精制后循环使用。根据洗涤溶剂精制方法的不同分为石灰-碳酸钠法和石灰-碳酸铵法:

a) 石灰-碳酸钠法

先在洗涤溶剂中加入熟石灰乳,氢氧化钙与镁盐作用生成溶解度小的氢氧化镁沉淀出来,反应方程

式如下:

$$MgCl_2 + Ca(OH)_2 = Mg(OH)_2 \downarrow + CaCl_2$$

 $MgSO_4 + Ca(OH)_2 = Mg(OH)_2 \downarrow + CaSO_4$

除镁后的洗涤溶剂再加入碳酸钠液,使洗涤溶剂中的钙离子及加入石灰乳所带入的钙离子与碳酸钠作用,生成碳酸钙沉淀出来,反应方程式如下:

$$CaCl_2 + Na_2CO_3 = CaCO_3 \downarrow + 2NaCl$$

 $CaSO_4 + Na_2CO_3 = CaCO_3 \downarrow + Na_2SO_4$

b) 石灰-碳酸铵法

在除钙过程中加入碳化尾气,但尾气中所含二氧化碳和氨会造成设备、管道壁上形成碳酸钙沉淀, 影响设备、管线有效容积,且加入二氧化碳和氨影响操作环境,所以一般多采用石灰-碳酸钠法进行原盐 精制。

6.2.2.3 工艺流程

原盐由输送机运来,用筛子除去杂草、石块、铁器等,然后经中间仓流入洗盐机,用澄清盐卤(立洗桶溢流液)洗涤,初洗后的盐粒在球磨内进行湿磨粉碎,并用盐卤(精制盐水)稀释入盐浆罐,用泵送至分级器分级。分级液来自澄清桶或滤盐机滤液,从分级器的下侧以一定的浮选速度上升;大粒盐从分级器的底部放出,返回球磨机或放入大粒盐槽;细盐随分级液悬浮上升流入立洗桶进行洗涤稠厚。立洗桶溢流入洗盐机做初洗水用;稠厚盐浆经下料管进入分离机,滤液经储桶用泵送出作分级液用;分离脱水后的洗涤盐,用输送机送去干燥或直接供氯化铵结晶工序使用。洗盐机流出的脏卤经储桶和泵送至精制工序除钙、镁和泥沙等杂质。除钙、除镁后的沉淀物经泵和储桶送板框或卧螺机沥干后,统一处理。板框或卧螺机滤液返回系统循环,精制后饱和盐水去洗盐工序循环使用。

6.2.2.4 工艺过程控制

6.2.2.4.1 工艺指标

原盐精制工序工艺指标应符合表 10 要求。

表 10 原盐精制工序工艺指标

| | 项 目 | 指 标 | |
|------------|---|-------------|---------|
| | 全氯(Cl-)浓度/(mol/L) | \geqslant | 5.35 |
| | 钙(Ca ²⁺)浓度/(mol/L) | € | 0.001 5 |
| 洗涤液成分 | 镁(Mg ²⁺)浓度/(mol/L) | € | 0.001 |
| | 硫酸根(SO ₄ ²⁻)浓度/(mol/L) | € | 0.125 |
| | 浊度/(mol/L) | € | 200 |
| | 氯化钠(NaCl)含量 w/% | \geqslant | 98 |
| | 钙(Ca ²⁺)含量 w/% | € | 0.06 |
| 沙·林·南八(王甘) | 镁(Mg ²⁺)含量 w/% | € | 0.02 |
| 洗盐成分(干基) | 硫酸根(SO ₄ ²⁻)含量 w/% | € | 0.3 |
| | 水不溶物含量 ω/% | € | 0.5 |
| | 洗盐含水分 ω/% | \leq | 6 |

表 10 (续)

| | 项 目 | 指 标 | |
|------|----------------------|--------|----|
| | (1 700 μm~830 μm)w/% | \leq | 3 |
| 洗盐粒度 | (830 μm~380 μm) w/% | \leq | 27 |
| | (小于 380 µm)w/% | ≥ | 70 |

6.2.2.4.2 操作要点

原盐精制工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 根据生产所需洗盐量的大小及原盐精制各设备的实际情况,调节加入洗盐机的原盐量,同时保持原盐与洗涤液的量的配比适当,在可能的情况下尽量多加洗涤液,以提高洗涤效率。为保证洗盐质量,还应及时补充新洗涤液、放出脏卤水,控制洗涤液的成分在规定范围内。
- b) 定期清扫洗盐机,除去螺旋片间的草芥及机槽底部的石块、铁器等杂物,以免损坏设备。为减轻设备堵塞,应及时捞除原盐带入的杂草。
- c) 经常检查进、出球磨机的盐浆流量和固液比等情况,保证粉碎效果良好,并防止堵塞现象。
- d) 平稳地调节进入分级器的盐量和分级液量,控制分级液上升速度适当,连续平稳地放出大粒盐,保持洗盐粒度在规定范围内。
- e) 经常检查立洗桶内盐层情况,保持取出盐浆固液比在规定范围内,并防止溢流带盐。
- f) 连续、均匀、适量的将盐浆加入滤盐机,防止加料过多盐浆从布料斗冲出(跑料),或冲破滤饼使滤盐机振动,保持洗盐含水分在规定范围内。
- g) 定时清洗滤盐机的筛网及筛篮后腔,使滤液排出畅通,保证滤盐机正常作业。
- h) 经常检查熟石灰乳、碱液的浓度和来量情况,控制合适的灰碱加入量,保证精制效果。
- i) 经常检查并保持各桶存液量稳定,防止冒桶或拉空;连续放出澄清桶沉淀,送至压滤工序处理。
- j) 经常检查各转动设备的运转、电机电流等情况,润滑点及时加油,保证安全运转。

6.2.2.5 设备选用

原盐精制工序主要设备有洗盐机、球磨机、分级器、立洗桶、滤盐机、除镁反应器、除钙反应器、澄清桶、卧式螺旋离心机等,其中卧式螺旋离心机,也可以使用板框式压滤机代替。

6.2.3 氯化铵结晶工序

6.2.3.1 工序任务

氯化铵结晶工序的主要任务是以盐为原料,通过对冷氨母液 I 冷却降温及加盐,析出结晶,经过取出、稠厚、分离,生产出符合质量标准的氯化铵产品,同时控制母液 Ⅱ 成分在工艺范围内。

6.2.3.2 工艺方法

冷氨母液 I 在结晶器中通过冷却和加盐作用达到过饱和状态,产生过饱和度,使氯化铵结晶析出,同时制得符合制碱要求的母液 II。

6.2.3.3 工艺流程

由制碱过程送来的氨母液 I 经计量后进入冷析结晶器中心循环管,与外冷器的循环母液一起到结晶器底部,分布上升。结晶器上部母液经轴流泵送入外冷器下部,与冰机送来的液氨间接换热降温而产

生过饱和度,呈过饱和状态的循环母液由外冷器上部,经集合槽、中心循环管返回结晶器底部,通过晶浆层,母液过饱和度在结晶器内消失,从而促使结晶生成和长大。如此连续循环降温,析出氯化铵结晶,冷析结晶器溢流清液流入盐析结晶器。

符合要求的洗盐或精盐进入盐析结晶器中心循环管,与冷析结晶器溢流液及滤液一起随轴流泵循环母液到结晶器底部,均布上升逐渐溶解,晶浆利用轴流泵循环呈悬浮状态。盐析结晶器取出晶浆经盐析稠厚器稠厚后,用晶浆泵送入冷析结晶器,盐析结晶器和盐析稠厚器溢流液进入母液Ⅱ桶。

冷析结晶器取出晶浆经冷析稠厚器稠厚后,用滤铵机分离,湿铵送干铵工序。

冷析稠厚器溢流液、滤铵机滤液及外冷器放空半母液 Ⅱ均流入滤液桶,用泵送入盐析结晶器中心循环管。

吸收来的热氨母液 I 人热氨母液 I 桶,一部分用泵送入外冷器底部,自下而上通过外冷器溢流回到热氨母液 I 桶,如此不断的循环清洗外冷器列管内的结疤。另一部分用泵送至母液换热器与母液 II 进行热交换,降低温度后送入冷氨母液 I 桶,供结晶工序使用。

制冷用的液氨利用液氨贮槽的压力直接压入外冷器,与氨液分离器回流液氨一起进入作业外冷器壳程,液氨由于吸收管程循环母液热量而蒸发,夹带液滴的气氨进入氨液分离器,进行气液分离。气氨由氨液分离器上部进入气氨总管,去冰机循环制取液氨,如此不断进行循环。

6.2.3.4 工艺过程控制

6.2.3.4.1 工艺指标

氯化铵结晶工序工艺指标应符合表 11 要求。

| 项 目 | | 指标 | | |
|--|--------|-------------|--|--|
| 冷析结晶器温度/℃ | \leq | 15 | | |
| 盐析结晶器温度/℃ | \leq | 17 | | |
| 冷析结晶器母液密度/(kg/m³) | | 1 155~1 170 | | |
| 盐析结晶器母液密度/(kg/m³) | | 1 190~1 198 | | |
| 母液 [[固定氨(C _{NH3})浓度/(mol/L) | € | 2.3 | | |
| 母液Ⅱγ值 | > | 1.50 | | |
| 母液Ⅱ钠(以 Na+计)浓度/(mol/L) | > | 3.25 | | |
| 结晶器固液比/% | | 25~50 | | |
| 湿氯化铵含水分 w/% | \leq | 6 | | |
| 注 : 母液 [[γ值是指母液 [[中的钠离子与固定氨的比值。 | | | | |

表 11 氯化铵结晶工序工艺指标

6.2.3.4.2 操作要点

氯化铵结晶工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 根据冷氨母液 I 投入量、结晶器温度、母液成分、成品含钠、结晶器晶浆固液比等确定加盐量;
- b) 注意冷氨母液 I 流量和温度变化,加强与母液换热岗位联系;
- c) 注意结晶器温度变化,经常检查外冷器堵管、液氨液面、蒸发压力、蒸发温度、循环母液温度和 进出口母液温差等,使结晶器温度维持在工艺范围内;
- d) 经常检查结晶器液面及溢流情况,防止冒母液和座结晶器;
- e) 注意母液成分变化,发现波动应及时联系、处理;

- f) 随时掌握结晶器母液密度、钠离子浓度变化,及时调节盐量和逆料量,保证产品质量和母液成分;
- g) 随时掌握结晶器固液比的变化,密切注意逆料晶浆固液比和流量,加强与取出岗位联系,使之维持在工艺范围内;
- h) 准确轮换外冷器,清洗时注意排气情况,防止虹吸;
- i) 注意结晶器内声音和结晶器母液游离氨变化,以判断外冷器是否有列管泄漏现象;
- i) 随时掌握盐量和盐粒度变化情况,及时联系调整,减少工艺和质量波动;
- k) 注意冷析、盐析结晶器溢流和滤液分配情况,及时调节盐量,防止加偏;
- 1) 注意轴流泵运转情况,发现不正常现象应及时联系和处理,防止轴流泵自停,结晶器"座死"。
- m)根据清洗外冷器的台数调整清洗热氨母液 I 的流量,防止清洗热氨母液 I 窜入结晶器或流量不足影响结晶器温度和外冷器清洗质量;
- n) 密切注意稠厚器溢流情况,控制溢流固液比小于10%,使之不带或少带结晶。

6.2.3.5 设备选用

氯化铵结晶工序主要设备有结晶器、外冷器、稠厚器、滤铵机、晶浆泵、滤液泵。

6.2.4 湿铵干燥工序

6.2.4.1 工序任务

湿铵干燥工序主要任务是将氯化铵结晶工序送来的湿氯化铵,在沸腾干铵炉内与热空气直接接触进行干燥除去水分,控制成品水分符合质量标准要求,然后将物料送入包装。

6.2.4.2 工艺方法

干燥方式主要有传导干燥、对流干燥、辐射干燥、介电加热干燥四种方式。其中对流干燥应用最广泛,通常使用的干燥介质是热空气,沸腾干燥亦即对流干燥,主要是采用流态化的沸腾,热空气与物料进行热交换,通过热空气把蒸发的水分或有机溶媒带走,其采用热风流动对物料进行气-固二相悬浮接触的质热传递方式,从而达到物料干燥目的。

6.2.4.3 工艺流程

结晶工序滤铵机分离出的湿铵,经皮带运输机由加料装置送入沸腾干铵炉内,与鼓风机送来的热空气进行传质传热,湿铵所含的水分被蒸发,碱性物被分解,尾气经除尘器除尘后,由排风机排空;干燥后的氯化铵经出料口送至料仓、包装。

6.2.4.4 工艺过程控制

6.2.4.4.1 工艺指标

湿铵干燥工序工艺指标应符合表 12 要求。

| | 15 | | 指标 | | |
|---------|----|-----|-----|--------------|---------------|
| 项 | 目 | 立式炉 | 卧式炉 | | |
| 热风温度/℃ | | | > | 140 | 160 |
| 床层温度/℃ | | | | 55~90 | 60~90 |
| 床层压力/Pa | | | | $-50 \sim 0$ | 10 000~12 000 |

表 12 湿铵干燥工序工艺指标

6.2.4.4.2 操作要点

湿铵干燥工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 经常检查并及时调节风温、风压、床温、床压等,控制在规定范围内;
- b) 经常检查除尘器作业情况,观察尾气含尘量,防止冒料;布袋、滤袋破损或分离器回料管堵塞应及时处理;
- c) 经常检查湿铵水分,稀料或大块料不应进炉,防止座炉;
- d) 经常检查蒸汽压力,储水罐、闪发器压力、液位和加热器作业情况,发现异常应及时处理。

经常检查风机、皮带运输机等设备运转情况,发现问题应及时处理。

6.2.4.5 设备选用

湿铵干燥工序主要设备有沸腾干铵炉、除尘器、空气加热器、送风机、排风机。

6.2.5 冰机制冷工序

6.2.5.1 工序任务

冰机制冷工序主要任务是负责向氯化铵结晶工序输送液氨供换热制冷之用,氯化铵结晶工序蒸发 出来的气氨经过压缩、冷凝,液氨进入储槽循环使用。

6.2.5.2 工艺方法

冷冻过程分为压缩、冷凝、节流膨胀和蒸发四个阶段,制冷装置是由压缩机、冷凝器、节流阀、蒸发器(外冷器)及其他附属设备等组成,用管线连接成的封闭系统,冷媒(压缩介质为氨)在系统内不断循环。

6.2.5.3 工艺流程

氯化铵结晶工序氨液分离器分离出来的气氨经氨主管,进压缩机压缩,压缩后的高温、高压气氨经高效油分离器,除去氨气中所带的润滑油后进入氨冷凝器,用冷却水间接冷却降温使气氨液化成液氨,流入液氨贮槽。液氨经节流减压后进入外冷器,供氯化铵结晶工序母液降温使用,蒸发出的气氨及夹带的液氨经氨液分离器分离,液氨回流至外冷器,气氨进氨主管,再去压缩机压缩,如此不断的循环。

冷凝器之间、液氨贮槽之间和冷凝器与液氨贮槽之间设有平衡管,以保持压力平衡。

压缩机气缸润滑油少量随气氨带人系统,由于油的密度较液氨大,所以油积集在容器底部,油分离器、氨冷凝器、液氨贮槽底部放出的油和液氨混合物进入集油器,用蒸汽间接加热使油中夹带的液氨蒸发返回氨气主管,油则排出并回收。

6.2.5.4 工艺过程控制

6.2.5.4.1 工艺指标

冰机制冷工序工艺指标应符合表 13 要求。

表 13 冰机制冷工序工艺指标

| 项目 | 指 标 |
|-------------|------------------|
| 压缩机入口温度/℃ | -1 \sim 20° |
| 压缩机出口温度/℃ ≪ | 105 ^b |
| 冷凝器液氨温度/℃ ≪ | 40 |

表 13 (续)

| 项目 | 指 标 |
|--|-----------|
| 压缩机入口压力/MPa | 0.25~0.48 |
| 压缩机出口压力/MPa | 1.46 |
| ^a 比相应压力下的饱和温度高 5 ℃~10 ℃。 ^b 比气缸润滑油闪点低 25 ℃~30 ℃。 | |

6.2.5.4.2 操作要点

冰机制冷工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 经常检查压缩机出入口、冷凝器、液氨贮槽、氨气主管等压力变化情况,控制各处压力在规定范围内:
- b) 经常检查冷凝器冷却水量的大小,及时清扫杂物,控制冷凝器压力在规定范围内;
- c) 经常检查压缩机吸气温度、排气温度、喷油温度、电机轴承温度等数据的变化情况,如有异常应及时联系、处理;
- d) 经常检查液氨贮槽液位,严格控制在规定范围内;
- e) 经常检查油分离器液位,使之保持在规定高度,严防断油停机;
- f) 经常检查设备、管线、阀门等有无震动和滴漏现象,发现问题应及时处理;
- g) 经常观察各仪表、自控、遥控装置是否准确、完好,发现问题应及时联系、处理;
- h) 按规定排油,以提高冷凝器的换热效率。

6.2.5.5 设备选用

冰机制冷工序主要设备有氨压缩机、氨冷凝器、液氨储槽。

6.2.6 氨吸收工序

6.2.6.1 工序任务

氨吸收工序是联碱生产中的重要工序之一,直接影响碳化、氯化铵结晶等工序的正常操作,对系统母液平衡和热量平衡也起着重要作用。

氨吸收工序主要任务是将定量的氨溶解于母液中,并除去母液中钙、镁等杂质,制备合格的氨母液 Ⅰ和氨母液Ⅱ,为碳化制碱和氯化铵结晶提供优惠条件。同时平衡好各桶母液,保证生产正常操作。

6.2.6.2 工艺方法

6.2.6.2.1 母液吸氨

母液吸氨是将定量的氨溶解于母液中,并除去母液中钙、镁等杂质,并适量添加硫离子,去除系统中的铁,制备合格的氨母液 I 和氨母液 II,为碳化制碱和氯化铵结晶提供良好条件。

母液吸氨、二氧化碳的化学反应:

$$NH_3 + H_2O \longrightarrow NH_4OH$$

$$CO_2 + H_2O \longrightarrow H_2CO_3$$

$$H_2CO_3 + 2NH_4OH \longrightarrow (NH_4)_2CO_3 + 2H_2O$$

$$2NaHCO_3 + 2NH_4OH \longrightarrow Na_2CO_3 + (NH_4)_2CO_3 + 2H_2O$$

$$NH_4 HCO_3 + NH_4 OH \longrightarrow (NH_4)_2 CO_3 + H_2 O$$

除去钙镁杂质的反应:

$$Ca^{2+} + (NH_4)_2CO_3 \longrightarrow CaCO_3 \downarrow + 2NH_4^+$$

$$Mg^{2+} + (NH_4)_2CO_3 \longrightarrow MgCO_3 \downarrow + 2NH_4^+$$

$$MgCO_3 + (NH_4)_2CO_3 + 4H_2O \longrightarrow MgCO_3 \cdot (NH_4)_2CO_3 \cdot 4H_2O$$

$$Fe^{2+} + S^{2-} \longrightarrow FeS \downarrow$$

$$2Fe^{3+} + 3S^{2-} \longrightarrow Fe_2S_3 \downarrow$$

6.2.6.2.2 吸氨速率

母液在设备中单位时间内吸收的氨量,称为母液吸氨速率。吸氨速率方程式:

$$N_{\mathrm{A}} = K_{\mathrm{y}} A \Delta y_{\mathrm{m}}$$

式中:

 N_A ——吸收的速率,单位为摩尔每秒(mol/s);

 K_v ——相对应的吸收系数(K_v 一般由试验确定);

A ——气液相接触面积,单位为平方米 (m^2) ;

уш — 吸收推动力(气相浓度差)。

在吸收操作中,气相的浓度越高,分压越大,以及液相的浓度和平衡分压越低,则吸收速率越大。这 表明吸收的推动力相当于气液两相的浓度差。

增大吸收推动力、气液接触面积和吸收系数,都能增大吸收速率。

在一定的温度下,吸氨的操作压力大、氨浓度高,则氨的分压大,吸收推动力 Δy_m 就大,吸氨的速率也大。

6.2.6.2.3 吸氨效应

母液在吸氨过程中发生如下效应:

a) 吸氨后母液温度升高。

在发生化学反应的同时,一般都伴随有热效应(放出热量和吸收热量)现象,母液吸氨要放出大量的热,氨气溶解热 35 kJ/mol,母液每吸收 0.05 mol/L 氨,母液温度升高 0.5 ℃左右。

b) 吸氨后母液体积增加。

吸氨后母液体积增加,其增加量的大小与吸氨量多少有关。一般母液 I 吸氨后体积增加 2%左右,母液 II 吸氨后体积增加 4%左右。

- c) 吸氨后母液中氯化铵、氯化钠的溶解度降低。
- 一般规律,当一物质溶于某一溶液中,若此物质不与溶液的溶质发生化学反应,则通常就会降低该溶质的溶解度。溶液中氨的浓度愈高,氯化铵、氯化钠的溶解度愈小。主要是由于氯化铵、氯化钠、碳酸氢铵和氢氧化铵等多种溶质共溶引起的。

6.2.6.2.4 吸氨量的确定

母液吸氨量确定主要应考虑母液 Ⅰ 和母液 Ⅱ 吸氨的量:

a) 母液 I 吸氨量。

吸氨量与其中的二氧化碳量有一定关系。在一次碳化法生产中,母液 I 含二氧化碳量因碳酸化过程的工艺条件,可视为定值。吸氨量是以游离氨与二氧化碳的比值 α 来控制的, α 值一般控制在 $2.15\sim 2.35$ 之间。生产过程中也可根据结晶温度进行控制。

b) 母液Ⅱ吸氨量。

在制碱过程中,为得到较纯的碳酸氢钠结晶和较高的产率,要求母液Ⅱ吸氨,并且控制氨母液Ⅱ中

游离氨和氯化钠的比值 β 在适宜范围。但游离氨浓度若过高,在碳酸化过程中析出大量的碳酸氢铵结晶,出现碳化塔堵塞、氨损失增加等问题,考虑制碱过程中的氨损失,要求氨母液 Π β 值控制在 $1.02 \sim 1.12$ 之间。

6.2.6.3 工艺流程

由母液 I 桶抽出的母液经母液 I 泵加压后分两路。一路送到综合回收塔,吸收碳化尾气,成为淡氨母液 I 出塔返回至母液 I 桶;另一路进入母液 I 喷射吸氨器,吸氨后制成热氨母液 I,自压流入热氨母液 I 桶。

由Ⅱ过程母液Ⅱ泵送出的母液Ⅱ进入母液Ⅱ喷射吸氨器,制成氨母液Ⅲ,经添加硫化物(硫化氢或硫化钠)和助沉剂后流入澄清桶,沉降其中的钙镁、硫化亚铁等杂质,澄清的氨母液Ⅲ流入氨母液Ⅲ桶;沉淀物俗称氨Ⅲ泥,氨Ⅲ泥定时排入泥灌,经分离后滤液回收,氨母液Ⅲ泥排出系统。喷射吸氨的尾气进入综合回收塔,用母液Ⅱ吸收残留氨气后,尾气随同碳化尾气经综合回收塔塔上排空。

6.2.6.4 工艺过程控制

6.2.6.4.1 工艺指标

氨吸收工序工艺指标应符合表 14 要求。

| 项目 | | 指标 |
|----------------------------|--------|------------------|
| 母液Ⅱ温度/℃ | | 26~30 |
| 氨母液Ⅱ温度/℃ | | 38~42 |
| 氨母液Ια值 | | 2.15~2.35 |
| 氨母液Ⅱβ值 | | 1.02~1.12 |
| 氨母液 Ⅱ 硫(以 S²- 计)浓度/(mol/L) | | 0.001 25~0.002 5 |
| 氨母液 Ⅱ 铁(以 Fe³+ 计)浓度/(mg/L) | \leq | 20 |
| 氨母液Ⅱ浊度/(mg/L) | \leq | 200 |

表 14 氨吸收工序工艺指标

6.2.6.4.2 操作要点

氨吸收工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 控制氨母液 I α 值和氨母液 II β 值在规定范围;
- b) 及时调节硫化物添加量,稳定氨母液Ⅱ含硫、铁浓度在规定范围内;
- c) 注意系统各母液成分和各母液贮桶存量的变化,适当地调节进入喷射吸氨器的母液流量,维持系统母液平衡;
- d) 综合回收塔尾气净氨段出水含氨控制在规定范围;
- e) 控制氨母液 II 温度在 38 ℃~42 ℃范围;
- f) 严格控制氨母液 Ⅱ 澄清后的浊度;
- g) 经常检查和调节各处温度、压力、流量和液面等在规定范围内。

6.2.6.5 设备选用

氨吸收工序主要设备有喷射吸氨器、澄清桶、泥桶等组成。吸氨器用铸铁或不锈钢制作,由收缩管、

喷嘴、吸气室及扩散管等部件组成;澄清桶一般选用结构简单、操作容易、运行稳定及澄清效率高的澄清桶,如斯堡丁式澄清桶、斜板式澄清桶等。

6.2.7 氨母液 Ⅱ碳酸化工序

6.2.7.1 脱碳气工艺

6.2.7.1.1 工序任务

氨母液 Ⅱ碳酸化是利用氨母液 Ⅱ在碳化塔内吸收二氧化碳,制成合格的母液及颗粒粗大的碳酸氢钠结晶。

氨母液Ⅱ碳酸化工序是联碱生产中极为重要的工序,其工序操作直接影响上下游工序的操作,同时直接影响产品质量、产量及各项经济技术指标的完成。因此,各项技术操作条件应严格控制在规定范围内。

6.2.7.1.2 工艺方法

氨母液 Ⅱ 碳酸化过程是一个比较复杂的过程。碳化液中有很多的组分,如:二氧化碳、碳酸、氨、氢氧化铵、氯化钠、水等,化学反应机理很复杂,氨母液 Ⅱ 碳酸化过程主要有两种:

- a) 以碳酸铵为中间产物的碳化反应。
- b) 以氨基甲酸铵为中间产物的碳化反应。

示例:以氨基甲酸铵为中间产物的碳化反应。

氨基甲酸铵的生成:

 $2NH_4OH(液)+CO_2(气)=NH_4COONH_2(液)+2H_2O(液)\Delta H=97.8 \text{ kJ/mol}$

氨基甲酸铵水解生成碳酸氢铵:

 $NH_4COONH_2(液) + 2H_2O(液) = NH_4HCO_3(液) + NH_4OH(液)\Delta H = -33.3 \text{ kJ/mol}$ $NH_4HCO_3(液) + NaCl = NaHCO_3(固) + NH_4Cl$

6.2.7.1.3 工艺流程

碳化塔按过程可分为制碱塔与清洗塔,清洗与制碱轮换作业。

合成氨工序或其他装置来的二氧化碳气体,用压缩机加压,经冷却后送入制碱塔的底部,称为下段气;炉气二氧化碳,用压缩机加压后送入清洗塔的底部和制碱塔中部,称为清洗气和中段气。

氨母液Ⅱ用泵送至清洗塔上部,自上而下溶解塔内的结疤,同时吸收由塔底部上来的二氧化碳气(预碳化),然后从清洗塔底部流出,称为清洗氨母液Ⅱ(简称清洗氨Ⅱ)。清洗氨Ⅱ用泵送入各制碱塔上部,自上而下与塔底通入的下段气及塔中部通入的中段气(此为两段进气,也可以一段进气)逆流接触吸收(碳酸化),于塔高度的 1/3 处开始逐渐饱和,析出碳酸氢钠,使塔中部温度升至最高。然后经过冷却移除反应热,碳酸氢钠悬浮液由塔底经取出管压到出碱液槽,流至过滤工序进行固液分离。

碳化尾气从塔顶排出,经气液分离器,分离出的液体自压或用泵送回制碱塔上部;分离出的尾气则进入综合回收塔用母液 I 回收其中的氨,然后再经综合回收塔用清水净氨,尾气由综合回收塔顶部排空。综合回收塔出来的母液和洗水,分别去吸氨和淡液蒸馏工序,净氨洗水亦可作为过滤工序洗水用。

6.2.7.1.4 工艺过程控制

6.2.7.1.4.1 工艺指标

脱碳气工艺氨母液Ⅱ碳酸化工序工艺指标应符合表 15 要求。

| 项目 | 指 标 |
|---|-----------|
| 氨母液Ⅱ温度/°C | 36~42 |
| 制碱塔上部温度/℃ | 50~56 |
| 制碱塔中部温度/℃ | 58~65 |
| 出碱液温度/℃ | 36~42 |
| 下段气二氧化碳(CO_2)含量 $\varphi/\%$ | 80 |
| 氨母液 II 钠(以 Na ⁺ 计)浓度/(mol/L) ≥ | 3.15 |
| 氨母液Ⅱβ值 | 1.02~1.12 |
| 氨母液 [铁(以 Fe³+ 计)浓度/(mg/L) | 20 |
| 氨母液Ⅱ浊度/(mg/L) ≪ | 200 |
| 出碱液固定氨(C _{NH3})浓度/(mol/L) | 4.1 |
| 出碱液沉降时间/s | 200 |

表 15 脱碳气工艺氨母液 Ⅱ碳酸化工序工艺指标

6.2.7.1.4.2 操作要点

脱碳气工艺氨母液 Ⅱ碳酸化工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 按时检查氨母液Ⅱ的温度、组分是否符合要求,发现问题及时联系处理;
- b) 经常调节进入清洗塔的氨母液 Ⅱ 量和清洗气量,控制清洗塔压力、液面及清洗氨 Ⅱ 含二氧化碳量在规定范围内;
- c) 经常调节进入制碱塔的清洗氨Ⅱ量,必要时调节出碱液量,控制制碱塔压力、液面在规定范围内;
- d) 稳定调节制碱塔的出碱液量和进气(中、下段气)量,控制塔中部温度、上部温度及尾气含二氧化碳浓度在规定范围内;
- e) 稳定调节碳化塔的冷却水量,控制清洗氨Ⅱ、出碱液温度在规定范围内;
- f) 按时检查出碱液的组成、沉降时间和沉降量,发现波动应分析原因,及时处理;
- g) 按时分析进气和尾气含二氧化碳浓度,发现波动应找出原因,及时处理;
- h) 维持塔内温度、液面、进气量、二氧化碳浓度、出碱液量及其温度等稳定,是提高氯化钠转化率, 发挥碳化塔能力,使碳酸氢钠结晶颗粒较大的重要因素。因此,应尽可能做到平衡操作。

6.2.7.1.5 设备选用

脱碳气工艺氨母液 Ⅱ 碳酸化工序主要设备有碳化塔、氨 Ⅱ 冷却器、出碱槽及综合回收塔。其中碳化塔应满足二氧化碳吸收率高、塔顶尾气含二氧化碳低、氯化钠转化率高、冷却效率高以及制得良好碳酸氢钠结晶等化工工艺要求。碳化塔的结构采用钢制内防腐整体结构。

6.2.7.2 变换气工艺

6.2.7.2.1 工序任务

将氨母液Ⅱ在碳化塔内吸收变换气中二氧化碳,使其中的氯化钠和氨转化生成碳酸氢钠和氯化铵, 并冷却使碳酸氢钠结晶析出,形成碳酸氢钠悬浮液。同时制得合格的碳化尾气,确保变换气脱碳满足合成氨生产的需要。

6.2.7.2.2 工艺方法

由氨母液 Ⅱ 泵送来的氨母液 Ⅱ,直接进氨 Ⅱ冷却器;经冷却后的氨母液 Ⅱ从碳化塔上部进塔并自上而下流动,与塔底送入的变换气接触反应,生成碳酸氢钠结晶(即重碱)。重碱晶浆由塔底自压排出,经取出到取出槽。取出槽内重碱晶浆自流至滤碱机进行固液分离。主要化学反应方程式:

$$NH_3 + NaCl + CO_2 + H_2O \longrightarrow NaHCO_3 + NH_4Cl$$

6.2.7.2.3 工艺流程

变换气由界区外的压缩工序送来,进入碳化塔底部供制碱用。反应后的碳化尾气由塔顶引出,进碳化尾气回收塔底部。碳化尾气回收塔由两段组成,下段为填料塔,上段为泡罩塔且各塔板均设有数层冷却盘管,循环水流经管内,移出反应放出的热量。在塔内,碳化尾气经塔顶送入的浅除盐水洗涤吸收其中的氨和二氧化碳后,脱碳气从塔顶引出,经碳化尾气回收塔后,脱碳气送往界区外的合成氨系统,从碳化尾气回收塔底排出的淡氨水由淡氨水泵经淡氨水冷却器被循环水冷却后,部分返回下段(填料段)循环使用,其余部分淡氨水则进入淡液桶,与来自煅烧工序的炉气冷凝液等混合,再由淡液泵送往废淡液冷却器,经高温废淡液预热后,进入淡液蒸馏塔。

为了移出碳化反应放出的热量,各碳化塔均配置外冷器。碳化塔内反应液由塔中部引出并自外冷器顶部进入,流经冷却管内,与管间冷却水间接换热降温后,由外冷器底部引回碳化塔底进塔上升,即在塔中段及下段与外冷器之间形成自然循环,不断移出反应热量。外冷器所用冷却介质为循环水。

6.2.7.2.4 工艺过程控制

6.2.7.2.4.1 工艺指标

变换气工艺氨母液Ⅱ碳酸化工序工艺指标应符合表 16 要求。

表 16 变换气工艺氨母液 Ⅱ碳酸化工序工艺指标

| | 项目 | 指标 |
|----|---------------|-------------------|
| | 进碳化塔氨母液Ⅱ温度/℃ | 28~35 |
| | 碳化塔筛板段上部温度/℃ | 氨母液Ⅱ人塔温度+(0~3) |
| | 碳化塔筛板段下部温度/℃ | 氨母液 Ⅱ 人塔温度+(2~10) |
| | 碳化塔反应段上部温度/℃ | 40~55 |
| | 碳化塔反应段中上部温度/℃ | 40~55 |
| 温度 | 碳化塔反应段中部温度/℃ | 40~60 |
| | 碳化塔反应段下部温度/℃ | 40~55 |
| | 碳化塔底部温度/℃ | 35~50 |
| | 外冷器进液温度/℃ | 35~45 |
| | 外冷器出液温度/℃ | 36~45 |
| | 取出液温度/℃ | 36~44 |
| | 变换气压力/MPa | 1.0~1.5 |
| 压力 | 碳化塔压差/MPa | 0.22~0.35 |
| | 碳化塔尾气出口压力/MPa | 0.8~1.4 |

表 16 (续)

| | 项目 | | 指 标 |
|-------|---|--------|------------------|
| | 碳化尾气二氧化碳(CO_2)浓度 $\varphi/\%$ | \leq | 0.5 |
| | 尾气回收塔出气二氧化碳(CO_2)浓度 $\varphi/\%$ | € | 0.3 |
| 7).4n | 5 塔液含结晶量 w/% | | 0~1 |
| 成分 | 出碱液固定氨浓度/(mol/L) | ≥ | 4 |
| | 旋流器底部晶浆固液 w/% | | 5~70 |
| | 尾气回收塔出口尾气 NH ₃ /(g/m³) | \leq | 0.2 |
| 液位 | 碳化塔液位 | | $LC_1 \sim LC_5$ |
| 们又门丛 | 清洗塔液位 | | $LC_1 \sim LC_7$ |

6.2.7.2.4.2 操作要点

变换气工艺氨母液 Ⅱ碳酸化工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 按时检查氨母液Ⅱ的温度、组成是否符合要求,发现问题应及时与吸氨岗位联系;
- b) 经常调节进入碳化塔的氨母液 II 量,使液面维持在规定范围内;
- c) 平稳调节碳化塔的出碱液量和进气量,控制塔中部温度,上部温度及尾气含二氧化碳浓度在规定范围内;
- d) 平稳调节碳化塔外冷器冷却水用量,控制各外冷器循环液出口温度,以保证出碱液温度在规定 范围;
- e) 按时检查出碱液组成、沉淀时间和沉淀量,发现波动应找出原因,及时调控;
- f) 按时分析碳化塔进气和尾气的二氧化碳浓度,发现波动应找出原因,及时调控;
- g) 经常检查各处温度、压力、流量、液面等情况,发现波动和仪表失灵,应及时联系和处理;
- h) 经常分析氨母液Ⅱ成分,使其保持在规定范围内;
- i) 按时倒换碳化塔,并在 60 min 内恢复正常;
- j) 按规定时间(正常情况 2 次/班)检验外冷器冷却水的含氨量,发现冷却水含氨量超过规定值, 及时找出漏处并联系堵漏:
- k) 经常注意出碱管出碱情况,若出碱管不畅通或堵塞,应减少进氨母液Ⅱ量、进气量和冷却水量, 检查蒸汽管线,排掉管内积水。先关闭靠塔出碱阀门,再逐步开大蒸汽阀门,向出碱管内吹蒸 汽。待出碱管吹通后,关蒸汽阀门,开该塔靠塔出碱阀门,恢复出碱;
- 1) 由于利用重力差进行自然循环冷却,因此塔的操作负荷不能太低,一般情况下塔的最低负荷不低于设计能力的 75%,否则影响塔的作业周期;
- m) 注意外冷器冷却水和管内母液温差不超过 10 °C,发现波动,找出原因,及时处理。

6.2.7.2.5 设备选用

变换气工艺氨母液Ⅱ碳酸化工序主要设备有碳化塔、外冷器、氨Ⅱ冷却器、出碱槽及碳化尾气回收塔。其中碳化塔应满足二氧化碳吸收率高、塔顶尾气含二氧化碳低、氯化钠转化率高、冷却效率高以及制得良好碳酸氢钠结晶等化工工艺要求。碳化塔和结构采用钢制内防腐整体结构。

6.2.8 重碱过滤工序

6.2.8.1 工序任务

重碱过滤操作直接影响碳酸钠产量、质量及煅烧炉能否正常操作,同时对降低原材料、动力的消耗

定额影响极大。减少过滤的洗水量,对保证母液组成、降低母液当量、解决联碱法生产系统的水平衡起着重要作用。

重碱过滤工序主要任务是利用真空过滤机,将碳化取出液中的碳酸氢钠结晶(重碱)与母液分离,在过滤的同时进行洗涤,除去重碱中残留的母液,以便重碱中的氯化物含量不超过规定指标,并进行脱水和挤压、干燥,使重碱含水量降低至工艺要求。

6.2.8.2 工艺方法

重碱过滤工序为借助带式过滤机或转鼓过滤机的真空或离心力,在滤布两侧形成压差,推动母液通过滤布而被抽走,实现固液分离的目的。

6.2.8.3 工艺流程

6.2.8.3.1 转鼓过滤机流程

碳化出碱液经出碱槽注入过滤机的碱槽内,真空过滤机的滤鼓与真空管相连接,滤鼓有一部分浸在碱槽内,借真空机的吸力使重碱附着于滤布上形成滤饼,滤饼经洗涤和真空吸干后,被刮刀刮下,由皮带运输机送至煅烧工序。滤液通过滤布被吸入滤鼓内,与同时被吸入的空气一并进入分离器。气体与液体分离,滤液由分离器底部流入母液 I 桶;气体由分离器上部进入过滤尾气净氨塔下部,与净氨塔上部加入的清水逆流接触,回收气体中的氨。尾气由净氨塔上部出,经真空机排出至大气;洗水从净氨塔下部流出,供煅烧工序洗涤炉气使用。

6.2.8.3.2 带式过滤机流程

出碱液经出碱槽送至带式过滤机的料浆分布器,用带式过滤机进行固液分离,经洗涤、吸干后,分离出的重碱在机尾被刮下落到重碱输送机上,被送往煅烧工序。滤液和气体经气液分离器分离后,气体经真空管进入过滤尾气净氨塔净氨后,经真空机排放,母液 [自流进入母液 [桶。

6.2.8.4 工艺过程控制

6.2.8.4.1 工艺指标

重碱过滤工序工艺指标应符合表 17 要求。

| 项目 | 指 标 |
|---------------------|------|
| 重碱氯化钠(NaCl)含量 w/% ≪ | 0.4 |
| 重碱水分 w/% | 18 |
| 洗水当量/(t/t) < | 0.65 |
| 过滤母液氯差/(mol/L) | 0.16 |

表 17 重碱过滤工序工艺指标

6.2.8.4.2 操作要点

重碱过滤工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 经常检查过滤机的运行情况,注意滤饼洗水的分布情况;
- b) 维持适宜的真空度,提高过滤推动力;
- c) 严格控制洗水量,在保证碳酸钠盐分指标的情况下,尽量减少洗水用量;

d) 及时取样分析重碱盐分,根据盐分的高低,调节洗水用量。

6.2.8.5 设备选用

重碱过滤工序主要设备有真空过滤机、母液分离罐和过滤尾气净氨塔。一般采用带式真空过滤机或转鼓真空过滤机;母液分离罐和过滤尾气净氨塔一般为碳钢材质,应有足够的容积缓冲量。

6.2.9 重碱煅烧工序

6.2.9.1 工序任务

重碱煅烧工序的主要任务是把重碱过滤工序滤碱机分离出的碳酸氢钠(重碱),送入蒸汽煅烧炉加热分解成碳酸钠;同时分解出的二氧化碳(炉气)经冷却塔、洗涤塔降温和洗涤,送入二氧化碳压缩工序。

6.2.9.2 工艺方法

重碱加热到一定温度下,分解为碳酸钠、水蒸气、二氧化碳气和氨气。气体经冷却、洗涤后循环利用,碳酸钠和微量的氯化钠固体粉状晶体从炉尾输出成为产品。

重碱主要成分为碳酸氢钠,此外还含有碳酸钠、碳酸氢铵、氯化钠和水等成分,碳酸氢钠是一种不稳定化合物,在常温下就能分解成碳酸钠。

重碱有粘结倾向,重碱水分大于 9.5%时就会在煅烧炉内成球或结疤,为此在入炉前应加入一定量的返碱(即产品碳酸钠),混合均匀,从而消除了结球和结疤条件,但返碱量应严格控制,若返碱过多,则能耗增加。

分解速度受传热速度控制,所以蒸汽煅烧炉用中压蒸汽作热源,以间接换热方式对重碱分解提供热量。中压蒸汽饱合温度高,冷凝给热时能对重碱产生较大温度差,使传热速度加快,有利于分解。

煅烧炉内进行的主要化学反应如下:

$$2NaHCO_3(s) = Na_2CO_3(s) + H_2O(g) + CO_2(g)\Delta H = 129 \text{ kJ/mol}$$

 $NH_4HCO_3(s) = NH_3(g) + CO_2(g) + H_2O(g)$ $\Delta H = 168 \text{ kJ/mol}$

6.2.9.3 工艺流程

重碱煅烧炉有外返碱、内返碱两种形式,热源一般选用中压蒸汽。外返碱蒸汽煅烧炉主要流程:

- a) 由过滤工序来的重碱经皮带运输机送入预混器,与返碱混合后进入煅烧炉。重碱在煅烧炉内被中压蒸汽间接加热分解,制得的碳酸钠进入炉尾出碱螺旋机,部分碳酸钠作为返碱,经返碱螺旋运输机返回炉内,另一部分作为成品进入碱仓。
- b) 重碱在炉内分解产生的炉气,经分离器将其中大部分碱粉回收,未分离下来的碱粉随炉气入炉气总管,经冷却、洗涤,炉气回压缩工序循环利用,冷凝液和洗涤液回碳化工序。

6.2.9.4 工艺过程控制

6.2.9.4.1 工艺指标

重碱煅烧工序工艺指标应符合表 18 要求。

表 18 重碱煅烧工序工艺指标

| 项 目 | 指 标 |
|-------------------|---------|
| 煅烧炉出碱温度/℃ | 155~185 |
| 煅烧炉出气温度/℃ | 105~115 |
| 炉气浓度 $\varphi/\%$ | 85 |

6.2.9.4.2 操作要点

重碱煅烧工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 密切注意中压蒸汽压力、温度、流量及重碱质量变化情况;根据出碱温度,炉气压力等情况,及时调节重碱投入量和蒸汽量;
- b) 经常检查返碱及炉气分离器的情况,保持通畅、不堵塞,杜绝返碱操作;
- c) 经常检查冷凝水疏通情况,保持畅通,不应有泄漏;
- d) 维持扩容器一定的液位和压力;
- e) 经常检查炉气净化系统堵塞或泄漏现象,保持炉气二氧化碳浓度和温度在规定范围;
- f) 经常检查各运转设备,保持良好状态。

6.2.9.5 设备选用

重碱煅烧工序主要设备有蒸汽煅烧炉、炉气冷凝塔、炉气洗涤塔、旋风分离器、水封罐、热碱液桶、闪发器、预混器。

6.2.10 二氧化碳压缩工序

6.2.10.1 工序任务

- 二氧化碳压缩工序主要任务为:
- a) 利用压缩机将合成氨工序来的脱碳气和煅烧工序来的炉气(二氧化碳气体)吸入机内,使二氧化碳气压缩至规定的压力后送往碳化工序,供碳化塔制碱使用。其二氧化碳气体的压力、流量和浓度的好坏将直接影响到碳化作业,对产品的产量、质量都具有非常重要的作用。
- b) 利用真空机形成一定的真空度,供滤碱机分离重碱使用。真空度的高低将直接影响碳化、滤过、吸收岗位的作业,对产品的产量、质量具有非常重要作用。

6.2.10.2 工艺方法

将煅烧工序来的炉气、合成氨工序及其他装置来的二氧化碳气体经过压缩机加压后输送到碳化工序,分别做碳化中段气、下段气;保证过滤工序正常作业所需的真空度。

6.2.10.3 工艺流程

6.2.10.3.1 二氧化碳系统

从煅烧工序来的炉气、合成氨工序及其他装置来的二氧化碳气体,进入压缩机入口,升压至所需压力后排出,经冷却器和气水分离器后,进入碳化工序。

6.2.10.3.2 真空系统

来自过滤工序的尾气,经过真空机排出,同时入口形成一定真空度,满足过滤工序所需的真空度。

6.2.10.4 工艺过程控制

6.2.10.4.1 工艺指标

二氧化碳压缩工序工艺指标应符合表 19 要求。

| 项目 | 指 标 |
|---------------|-----------|
| 压缩机入口压力/kPa > | -10 |
| 压缩机人口温度/℃ < | 45 |
| 压缩机出口压力/MPa | 0.32~0.38 |
| 压缩机出口温度/℃ | 85~100 |
| 冷却后的下段气温度/℃ | 35~45 |
| 冷却后的中段气温度/℃ | 40~50 |

表 19 二氧化碳压缩工序工艺指标

6.2.10.4.2 操作要点

- 二氧化碳压缩工序的正常操作应遵循以下要点:
- a) 经常检查各润滑点供油、回油情况以及轴承温度变化情况;
- b) 经常检查油温、油质、油位情况;
- c) 经常检查轴位移,轴振动情况;
- d) 经常检查各工艺指标执行情况;
- e) 经常检查主机、电机、油泵工作是否正常;
- f) 定期检查入气管,出气管冷凝水排放水情况。

6.2.10.5 设备选用

二氧化碳压缩工序主要设备有二氧化碳压缩机、真空机、二氧化碳冷却器、气液分离器。二氧化碳压缩机一般使用透平压缩机或螺杆压缩机或往复式压缩机;真空机有干式和湿式之分,一般干式应用较普遍,效率高,流程简单;油站系统由油箱和油冷却器组成;二氧化碳冷却器为碳钢或铸铁材质,分为间壁式或直冷式两种;气液分离器一般为碳钢罐体,内部可设旋流板。

6.3 天然碱加工法

6.3.1 倍半碱工艺

6.3.1.1 工艺流程

采出碱卤至地面,进入蒸发器脱水,Ⅲ效蒸发出料,半成品以倍半碱为主,还含有 20%~30%的一水碳酸钠。经过真空滤过机过滤,再经离心机脱水,进入煅烧炉制成轻质碳酸钠(堆积密度约为 0.7 t/m³),母液大部分与原卤兑合返回生产系统,抽出的部分母液去生产副品碱。

6.3.1.2 蒸发结晶工序

6.3.1.2.1 工序任务

蒸发结晶岗的主要任务是将清卤与母液混合,调整清卤中碳酸氢钠和碳酸钠成分,通过Ⅰ效蒸发浓缩,分解卤水中部分碳酸氢钠后,继续在Ⅱ、Ⅲ效蒸发器中蒸发浓缩,于Ⅲ效蒸发结晶器中使倍半碱结晶。

6.3.1.2.2 工艺流程

精制工序送来的碱卤和倍半碱过滤分离的母液经碱液预热器、母液预热器预热后在碱液储桶混合,

由上液泵加压进入Ⅰ效蒸发器,在Ⅰ效蒸发器中部分碳酸氢钠分解。碱卤水通过Ⅱ、Ⅲ效蒸发器继续蒸发浓缩,在Ⅲ效蒸发结晶器中倍半碱结晶出来,由出料泵抽出送往过滤、分离岗。

6.3.1.2.3 过程控制

6.3.1.2.3.1 工艺指标

蒸发结晶工序工艺指标应符合表 20 要求。

表 20 蒸发结晶工序工艺指标

| 项 目 | | 指 标 | |
|---------------|---|---|----------------|
| 清卤 | | 碳酸钠(Na ₂ CO ₃)含量 w/% | 13~14 |
| | 浓度 | 碳酸氢钠(NaHCO $_3$)含量 $w/\%$ | 9~10 |
| | | 氯化钠(NaCl)含量 w/% | 0.4 |
| 生蒸汽压力(绝压)/MPa | | (绝压)/MPa | 0.49 |
| T 沙 李 42 50 | 蒸发室压力 | /kPa | 0.6~0.9 |
| Ⅰ效蒸发器 | | 碳酸钠(Na ₂ CO ₃)含量 w/% | 14~16 |
| 物料浓度 | 物料派度 | 碳酸氢钠(NaHCO $_3$)含量 $w/\%$ | 7.5~9 |
| | 蒸发室压力 | /kPa | $-35 \sim -40$ |
| Ⅲ效蒸发器 浓度 | 碳酸钠(Na ₂ CO ₃)含量 w/% | 18~20 | |
| | 碳酸氢钠(NaHCO $_3$)含量 $w/\%$ | 9~12 | |
| | 压力/kPa | | $-84 \sim -88$ |
| 固液比/% | | | 75~80 |
| │ Ⅲ 效蒸发器 | 流和新麻 | 碳酸钠(Na ₂ CO ₃)含量 w/% | 16~18 |
| 液相浓度 | 碳酸氢钠(NaHCO ₃)含量 w/% | 4~6 | |

6.3.1.2.3.2 操作要点

蒸发结晶工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 及时检查卤水进蒸发器的温度,组成是否符合要求。发现问题应及时联系、处理;
- b) 经常调节进入 I 效蒸发器的卤水量,必要时调节倒出量,控制各效蒸发室液面在规定范围;
- c) 稳定地调节进 I 效加热蒸汽的压力、流量,控制各效的沸点和各效的浓度在规定范围;
- d) 及时检查取出液的固液比,发现波动分析原因,及时调整;
- e) 经常调节末效真空度,保证平稳的沸腾温度;
- f) 经常检查真空系统循环水上水温度和下水温度,控制在规定范围内;
- g) 按规定时间检查各效冷凝液含碱量,发现含碱量超过规定值,应及时找出原因并解决;
- h) 经常检查各效二次蒸汽的压力、温度,并控制在正常范围,发生波动应及时分析原因,并联系、 处理;
- i) 维持蒸发器进液量、液面、沸点、压力,固液比、真空度等工艺参数,操作人员应尽可能地平稳操作。

6.3.1.2.4 设备选用

蒸发结晶工序主要设备采用三效四体外循环蒸发器。

6.3.1.3 过滤、离心工序

6.3.1.3.1 工序任务

将倍半碱晶浆过滤并进一步离心脱水,然后送至轻灰工序。

6.3.1.3.2 工艺流程

Ⅲ效出料泵将倍半碱晶浆送至真空转鼓过滤机碱液槽,碱液槽溢流去母液循环桶,桶中物料由母液中转泵送至过滤机。晶浆经真空转鼓过滤机过滤后,滤液去真空(汽/液)分离器。吹风机送风至缓冲罐,去滤碱机。滤碱机洗水来自循环水回水,真空(汽/液)分离器分离出的滤液进入小母液储桶,气体去水环真空泵,然后排空。水环真空泵工作液来自循环水上水泵,排液回循环水热水池。倍半碱由转鼓式过滤机出来进入离心机,进一步脱水后,送往轻灰工序,滤液去小母液储桶,储桶中母液由小母液泵送往清碱液储桶或大母液贮桶。

6.3.1.3.3 过程控制

6.3.1.3.3.1 工艺指标

过滤、离心工序工艺指标应符合表 21 要求。

| 项目 | 指 标 |
|-----------------|--------------------|
| 水环真空泵真空度/MPa | $-0.2 \sim -0.05$ |
| 离心后倍半碱水分 $w/\%$ | 12 |
| 转鼓过滤机真空度/MPa | $-0.12 \sim -0.05$ |

表 21 过滤、离心工序工艺指标

6.3.1.3.3.2 操作要点

过滤、离心工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 各离心泵启动时应严格按照起、停车操作要求。
- b) 管线堵塞时应及时用热水冲洗,防止堵死。冲洗时应两人操作,互相监护防止烫伤。
- c) 水环真空泵在启用时,要先开密封冷却水、工作液阀门,待泵体充满工作液后,再启动水环真空泵,不应在缺冷却水的情况下运行。不应使用不合格或者变质的润滑油。设备运行中,不应在转动部位擦设备或者进行检修。备用泵应定时人工盘车。在检修中对拆开的设备和管孔,要及时盖好;使用吊车或其他起吊设备机具时,应有专人指挥。
- d) 离心机在开车前,先行进行检查,转鼓内应无异物,手动盘车,转鼓转动自如。启动离心机时应 先启动油泵电机,再启动主电机。清理转鼓内积碱时,用木铲或软金属铲,不应使用钢铲。
- e) 停车时,应先停主电机,待转鼓静止后再停油泵电机,不应在转鼓未静止前打开机门。
- f) 液压油温度应保持在 50 ℃以下,但不应超过 60 ℃。
- g) 随时观察设备运转情况,出现故障及时处理。
- h) 停车时间较长或阴雨天气,开机前应测试电机绝缘情况。
- i) 检查各安全防护装置时,应特别注意不触碰上转动部位。

6.3.1.3.4 设备选用

过滤、离心工序主要设备采用真空过滤机、离心机、母液桶。

6.3.1.4 轻灰煅烧工序

6.3.1.4.1 工序任务

将过滤分离岗送来的倍半碱,在轻灰煅烧炉中加热分解,制成合格的轻质碳酸钠,部分供给水合工序生产一水碳酸钠,部分轻质碳酸钠凉碱后输送到包装工序。

6.3.1.4.2 工艺流程

来自分离岗的倍半碱(Na₂CO₃•NaHCO₃•2H₂O),与旋风分离器回收的碱尘一起进入煅烧炉,与返碱管返碱充分混合,混合物水分含约为8%,经中压蒸汽间接加热分解干燥后,轻灰由出碱管返回炉头卸出后,一部分通过轻灰埋刮板机、斗提机,送往轻灰小料仓(或进入重灰刮板通过重灰输送线至包装工序),然后进入水合罐水合生产一水碳酸钠。另一部分通过地坑绞刀、斗提机、轻灰过桥刮板、凉碱炉、凉碱出料绞刀、凉碱平绞刀、凉碱刮板、斗提机、轻灰过桥刮板至包装工段。

6.3.1.4.3 过程控制

6.3.1.4.3.1 工艺指标

轻灰煅烧工序工艺指标应符合表 22 要求。

| 项 目 | 指 标 |
|------------|----------|
| 煅烧炉返碱温度/℃ | 180~200 |
| 煅烧炉出碱温度/℃ | 130~160 |
| 煅烧炉炉气温度/℃ | 115~130 |
| 中压蒸汽压力/MPa | 2.8~3.14 |
| 中压蒸汽温度/℃ | 280~320 |

表 22 轻灰煅烧工序工艺指标

6.3.1.4.3.2 操作要点

轻灰煅烧工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 生产中检查各输送机械、炉气管线、洗水管线是否畅通。炉气系统堵塞时,应选用合适的工具进行疏通,不应用水冲洗。疏通时应与人孔保持一定距离,防止炉气返出烫伤。
- b) 经常击打煅烧炉下碱和出碱溜子,保证进出碱畅通。在清理堵塞时,必要时停止出料后进行处理。在击打溜子时要稳击稳收,不要用力过猛造成人身伤害。
- c) 斗提机等输送设备启动时,应进行检查,确认无人或无障碍物时再启动。在紧急情况下,应按 急停按钮停止输送设备的运行。经过检查联系后,方可再次启动。
- d) 设备无论在运行或停止运行时,禁止在设备上站立、越过或传递各种工具。
- e) 运行中检查煅烧炉密封面、托轮油箱、齿轮油箱、轴承、轴瓦充分润滑,油量充足。检查煅烧炉 轴向窜动、径向跳动及齿轮啮合、托轮、挡轮的运转等情况。

6.3.1.4.4 设备选用

轻灰煅烧工序主要设备采用轻灰煅烧炉、旋风分离器、洗涤塔、冷碱机、轻灰料仓。

6.3.1.5 轻灰水合工序

6.3.1.5.1 工序任务

将轻灰在水合罐进行液相水合生成一水碳酸钠,然后进入离心机中分离出一水碳酸钠,送往重灰煅烧工序。

6.3.1.5.2 工艺流程

轻灰送来后进入轻灰小料仓,经出料铰刀、冲板流量计、水合罐进料绞刀进入大水合罐中与母液发生水合反应生成一水碳酸钠,由料浆泵抽出送往稠厚器进入离心机中分离,分离出的一水碳酸钠由一水碳酸钠铰刀送往重灰工序,母液进入母液桶,由母液泵抽出进入水合罐中,循环利用。母液桶补水由新鲜水、洗水补充。

6.3.1.5.3 工艺过程控制

6.3.1.5.3.1 工艺指标

轻灰水合工序工艺指标应符合表 23 要求。

表 23 轻灰水合工序工艺指标

| 项目 | 指 标 |
|---------|--------|
| 水合温度/℃ | 98~103 |
| 晶浆固液比/% | 40~60 |

6.3.1.5.3.2 操作要点

轻灰水合工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 定期对搅拌装置进行检查,保证润滑,运转正常;
- b) 及时调整料浆泵流量、母液加入量,保证母液量、进碱量、出料量,互相适应、协调,维持水合罐 进出物料平衡;
- c) 随时检查水合罐中固液比、水合温度,保证一水碳酸钠结晶质量;
- d) 对各台泵进行检查,发现异常应及时处理;
- e) 对各物料管线、阀门进行检查,确保管线、阀门不堵、不漏。发现堵塞或不畅应及时处理。

6.3.1.5.4 设备选用

轻灰水合工序主要设备采用轻灰水合、水碱离心机等。

6.3.2 碳酸化工艺

6.3.2.1 工艺流程

来自采卤站的原卤液(Na₂CO₃ • NaHCO₃ • 2H₂O)储存在原卤液储罐中,由上料泵进入原卤冷却器、碳化塔,由压缩工序来的二氧化碳气体进入碳化塔与原卤液反应,生成碳酸氢钠饱和溶液由循环泵

强制循环,经冷却器冷却,碳化完成液由料浆泵送入真空转鼓过滤机。

过滤母液去煅烧洗气塔后转去母液储罐,经一级、二级、三级预热器先后进入一级、二级湿分解塔,同时二级分解塔直接通入低压蒸汽,使母液受热分解,完成液经过一级预热器换热后进入注井罐(洗塔时部分完成液由二级湿分解出料泵进塔,洗后再注井),产生的二氧化碳作为二级预热器热源,换热后去压缩工序加压、冷却,再回到到碳化塔;三级预热器热源为一次低压蒸汽,换热后产生的冷凝水回锅炉。碳化塔冷却器冷却水来自循环水管网,换热后回冷却塔进行降温循环使用。

从真空转鼓过滤机来的半成品结晶经皮带输送进入蒸汽煅烧炉,经自身返碱混合,加热分解,制得碳酸钠由炉头卸出,进入重灰埋刮板机,再经斗提机提升至凉碱炉中进行冷却。降温后的成品碱由凉碱炉炉尾出料至埋刮板,送往包装工序。在煅烧炉被加热产生的二氧化碳炉气(含水汽和少量碱尘)进入旋风除尘器,再进入洗涤塔,除尘碱返回炉中,炉气自洗涤塔顶引出进入压缩工序。

煅烧炉用中压蒸汽,由锅炉直接送入煅烧炉尾进气系统,产生的冷凝水进入重灰储水罐,再经闪发罐,闪发蒸汽入低压蒸汽管,冷凝水回热电。

6.3.2.2 碳酸化工序

6.3.2.2.1 工序任务

碳酸化工序负责将采卤站送来的原卤液与由压缩工序送来的二氧化碳气体进行碳酸化反应,制得合格的碳化取出液送往过滤、离心工序。

6.3.2.2.2 工艺流程

来自采卤站的原卤液储存在原卤液储罐中,然后由上料泵输送进入碳化塔;由压缩工序来的二氧化碳气体从碳化塔循环管下部进入碳化塔与原卤液进行碳酸化反应,反应生成碳酸氢钠饱和溶液由碱液循环泵强制循环,经冷却器冷却,通过控制冷却器中冷却水量和冷却水温度以控制碳化液适宜的过饱和度,使碳酸氢钠结晶析出并长大。碳化完成液由料浆泵送过滤工序。过滤母液一部分去煅烧洗气塔,一部分去母液储桶。未反应完的少量二氧化碳及惰行气体由碳化塔顶排出。冷却器冷却水来自循环水管网,冷却器冷却软水经换热后回凉水塔进行降温循环使用,碳化塔设置两台,一台用于碳化、另一台用于清洗,也可两台同时用于碳化。

来自湿分解工序的湿分解完成液进入湿分解完成液储罐,经洗水泵(即碳化上料泵)进入碳化塔,达到一定液位时,开启碳化塔碱液循环泵强制循环,同时通入适量低压蒸汽进行清洗作业。洗罐结束后,湿分解液送中转罐去注井。

6.3.2.2.3 过程控制

6.3.2.2.3.1 工艺指标

碳酸化工序工艺指标应符合表 24 要求。

| 项目 | 指 标 |
|--------------------|-------|
| 取出液温度/℃ | 45~50 |
| 取出液固液比/% | 15 |
| 进碳化塔二氧化碳气浓度 $w/\%$ | 80 |

表 24 碳酸化工序工艺指标

6.3.2.2.3.2 操作要点

碳酸化工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 检查碳化塔顶部放空管是否堵塞,保证尾气排气畅通;
- b) 启动上液泵,控制适宜流量向碳化塔进液;
- c) 检查冷却水温度是否达到规定温度,循环水工序是否正常;
- d) 碳化塔液位达到中视镜时,停止进液,开启循环泵;
- e) 开启碳化塔外冷器进水阀;
- f) 开启二氧化碳进气阀,控制到适宜气量;
- g) 控制冷却器进水温度和出水温度在规定指标范围内;
- h) 检查碳化塔内固液比,当固液比达到规定指标时,开启碳化塔出料泵、出液阀,同时恢复碳化塔 进液,并根据碳化塔液位控制适宜进液量;
- i) 分析碳化取出液组成及结晶质量,根据取出液质量,控制适宜的取出量;
- j) 根据碳化塔内温度,适当控制进液量和二氧化碳进气量;检查碳化塔顶部压力,控制在指标范围内。

6.3.2.2.4 设备选用

碳酸化工序主要设备有原卤冷却器、碳化塔等。

6.3.2.3 湿分解工序

6.3.2.3.1 工序任务

湿分解工序利用湿分解装置加热碳化母液,使其中的碳酸氢钠进行湿分解,分解率大于80%,从而制得合格足量的二氧化碳气,满足碳化反应需要,同时达到注井要求。

6.3.2.3.2 工艺流程

物料母液来自过滤工序,经进料泵送入一级换热器预热(热源为二氧化碳气体),然后经二级换热器 预热(热源为分解塔取出母液),再经三级换热器加热(热源来自低压蒸汽管网),送入湿分解塔上部,经 分解塔内液体分布器和填料时与生蒸汽直接进行热质交换,母液受热分解后经分解塔底部取料管导 出,再由取料泵送往二级换热器与物料(母液)换热后送往碱矿车间(注井);自分解塔顶部排出的二氧化 碳气体直接进入一级换热器与物料(母液)换热,随后在洗汽塔中洗涤、降温后进入汽液分离器,除去水 分送往压缩机;一级换热器冷凝水经平衡水桶排地沟;三级换热器凝水回锅炉。

6.3.2.3.3 工艺过程控制

6.3.2.3.3.1 工艺指标

湿分解工序工艺指标应符合表 25 要求。

表 25 湿分解工序工艺指标

| 项目 | | 指 标 |
|---------|---|-----|
| 分解率 w/% | > | 80 |

6.3.2.3.3.2 操作要点

湿分解工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 暖管,关闭湿分解塔和三级预热器蒸汽进汽阀门,打开蒸汽管道、疏水器,通知主控送少量蒸汽暖管。蒸汽压力为 0.05 MPa~0.2 MPa,暖管时间 0.5 h以上。
- b) 联系循环水工序,开启湿分解洗汽塔冷却水上水阀门,同时开启冷却水回水泵调整液位至液位 计 1/3 处。
- c) 湿分解塔进料,关闭各导淋管,开启湿分解给料泵、湿分解倒料泵、湿分解出料泵,调整一级、二级湿分解塔液位稳定在液位计 1/2 处。检查一级、二级、三级预热器有无泄漏,预热器工作是否正常。
- d) 打开二氧化碳排空阀,通知压缩工段开启一台压缩机抽气,打开蒸汽管道疏水阀,热电车间送蒸汽(0.4 MPa 以下),缓慢开启二级湿分解蒸汽进汽阀,三级预热器蒸汽进汽阀。
- e) 根据生产需要开启压缩机,关闭二氧化碳排空阀,调整蒸汽压力、温度,湿分解塔进料量、倒料量、出料量,使各项指标在正常范围内。
- f) 确保设备安全运行,杜绝事故发生。启车时应先进料,一切正常后再通汽。
- g) 运行中,及时调整各项指标,不应趋高或过低。
- h) 每1h分析一次碳酸氢钠、碳酸钠的含量,确定湿分解率。

6.3.2.3.4 设备选用

湿分解工序主要设备有多预热器、多级湿分解塔。

6.3.2.4 压缩工序

6.3.2.4.1 工序任务

由煅烧工序和湿分解工序所来的二氧化碳和空气的混合气体,经压缩机压缩,冷却降温后,送往碳化工序。

6.3.2.4.2 工艺流程

经煅烧工序和湿分解工序冷却分离后的二氧化碳和空气混合气体,进压缩机进行压缩,压缩到碳化工序所需的压力后,经压缩机出口储气罐分离油水后进二氧化碳后冷却器,将二氧化碳气体温度冷却到碳化所需要的温度后,供碳化工序使用。

6.3.2.4.3 工艺过程控制

6.3.2.4.3.1 工艺指标

压缩工序工艺指标应符合表 26 要求。

表 26 压缩工序工艺指标

| 项 目 | 指 标 |
|------------|-----|
| 排汽压力/MPa 《 | 0.4 |
| 排汽温度/℃ ≪ | 200 |

6.3.2.4.3.2 操作要点

压缩工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 回路调节时,密切观察回路出口压力,出口压力不应低于 0.12 MPa;
- b) 当班应手动安全阀一次;
- c) 当班应每隔 2 h 排一次管道、缓冲罐及后冷却器内的积水。

6.3.2.4.4 设备选用

压缩工序主要设备有洗涤塔、压缩机、二氧化碳后冷却器。

6.3.2.5 过滤工序

6.3.2.5.1 工序任务

将碳化塔底部晶浆过滤,然后送至煅烧炉及小苏打加料干燥管工序。

6.3.2.5.2 工艺流程

碳化塔出料泵将塔底部晶浆送至真空转鼓过滤机碱液槽,碱液槽溢流去母液循环桶,桶中物料由母液中转泵送至过滤机。晶浆经真空转鼓过滤机过滤后,滤液去真空分离器。吹风机送风至缓冲罐,去滤碱机。真空转鼓过滤机洗水来自循环水回水,真空分离器分离出的滤液进入小母液储桶,气体去水环真空泵,然后排空。水环真空泵工作液来自清水或杂水,排液进入循环水池循环使用。碳酸氢钠由真空转鼓过滤机出来经皮带机送往煅烧炉及碳酸氢钠加料干燥管工序,滤液去母液储桶,储桶中母液由母液泵送往湿分解塔。

6.3.2.5.3 工艺过程控制

6.3.2.5.3.1 工艺指标

过滤工序工艺指标应符合表 27 要求。

表 27 过滤工序工艺指标

| | 项 目 | 指 标 |
|------------|----------------|-------------------|
| 水环真空泵真空度/M | Pa | $-0.2 \sim -0.05$ |
| 真空转鼓过滤机 | 真空度/MPa | $-0.12\sim-0.05$ |
| | 碳酸氢钠滤饼含游离水 ω/% | 48~50 |

6.3.2.5.3.2 操作要点

过滤工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 启动时应严格遵守起、停车操作要求。
- b) 管线堵塞时及时用热水冲洗,防止完全堵塞。冲洗时应两人操作,互相监护防止烫伤。
- c) 水环真空泵在启用时,应先开密封冷却水、工作液阀门,待泵体充满工作液后,再启动水循环真空泵,不应缺冷却水运行。不应使用不合格或变质的润滑油。
- d) 设备运行中,不应在转动部位擦拭设备或者进行检修。备用泵应定时人工盘车。
- e) 设备检修过程中对拆开的设备和管孔,应及时盖好。

f) 使用吊车或其他起吊设备机具时,应有专人指挥。

6.3.2.5.4 设备选用

过滤工序主要设备有真空转鼓过滤机、母液罐。

6.3.2.6 煅烧工序

6.3.2.6.1 工序任务

煅烧工序是将滤碱机送来的湿半成品碱,在蒸汽煅烧炉中被加热、脱水、干燥后的高温碱再经过凉碱炉的冷却后,送入包装工序;同时,负责回收煅烧时产生的炉气中的碱粉及二氧化碳,指标控制在规定的范围内。并负责对加热煅烧炉的蒸汽冷凝水进行闪发,将闪发蒸汽后的冷凝水送入冷凝水回收系统;低压蒸汽送往低压蒸汽管网。

6.3.2.6.2 工艺流程

从滤碱机来的半成品结晶经皮带输送进入蒸汽煅烧炉,经过自身返碱充分混合,混合后水分含量不大于8%,在煅烧炉内经中压蒸汽间接加热分解,制得重质碳酸钠由炉头卸出,高温重灰进入重灰埋刮板机,再经斗提机提升至凉碱炉中进行冷却。降温后的温碱由凉碱炉炉尾出料至埋刮板,送往包装工序。

半成品碳酸氢钠在煅烧炉被加热产生的二氧化碳(含水和少量的碱尘)由洗涤塔从炉头出气箱中引出,进入旋风除尘器,除尘后的气体进入炉气洗涤塔,除尘器的碱尘由煅烧炉碱尘绞刀返回炉中。炉气自洗涤塔顶引出进入压缩工序。洗水使用碱过滤母液,由洗水泵洗涤后进入湿分解工序。

煅烧炉用中压蒸汽由锅炉直接送入煅烧炉尾进气轴平均分配给各组织加热管,产生的蒸汽冷凝水由炉尾冷凝水出口进入重灰贮水罐,再经重灰闪发罐,闪发低压蒸汽入低压蒸汽管网,也可以直接去二级湿分解,冷凝水去热电。

6.3.2.6.3 工艺过程控制

6.3.2.6.3.1 工艺指标

煅烧工序工艺指标应符合表 28 要求。

 项目
 指标

 煅烧炉返碱温度/℃
 160~200

 煅烧炉出碱温度/℃
 130~180

 煅烧炉炉气温度/℃
 125~135

 中压蒸汽温度/℃
 280~320

表 28 煅烧工序工艺指标

6.3.2.6.3.2 操作要点

煅烧工序的正常操作应遵循以下要点:

- a) 煅烧炉头、炉尾平台上、煅烧炉附近的人员、障碍物全部移开后,再启动煅烧炉。开车时应保证设备完好、干净,电气设备、安全装置齐全、有效。
- b) 生产中检查各输送机械、炉气管线、洗水管线是否畅通。炉气系统堵塞时,选用合适工具进行

疏通,不应用水冲洗。疏通时与人孔保持一定距离,防止炉气反出烫伤。

- c) 经常击打煅烧炉下碱和出碱溜子,保证进出碱畅通。在清理堵塞时,必要时停出料处理,在击 打溜子时要稳击稳收,不应用力过猛造成人身伤害。
- d) 所有回转设备上不应放置任何障碍物。
- e) 斗提机等输送设备启动时,应进行检查,确认无人或障碍后再启动。在紧急情况下,任何人都可按急停按钒停止输送设备的运行。经过检查联系后,方可再次启动。
- f) 设备无论在运行中或停止运行中,不应在设备上站立、跨越及传递各种工具。
- g) 运行中检查煅烧炉密封面、托轮油箱、齿轮油箱、轴承、轴瓦充分润滑,油量充足。检查煅烧炉轴向窜动、径向跳动及齿轮啮合、托轮,挡轮的运转等情况良好。
- h) 检修更换阀门、进气轴、填料时应进行卸压处理。清扫地面平台和操作平台时应特别注意转动的炉体及转动的其他外露设备部分,不应清扫和擦拭运转的设备表面。检查进气轴时人体不应正对进气轴。

6.3.2.6.4 设备选用

煅烧工序主要设备有煅烧炉、凉碱炉、碱仓、碳酸氢钠干燥器、组合旋风分离器、碳酸氢钠仓。

7 生产设备维护和保养

- 7.1 加强设备巡回检查,确保设备正常运行,设备润滑应做到定点、定质、定量、定人和定时。
- 7.2 严格按照操作规程进行操作,不应违章操作,以免损坏设备、造成事故。
- 7.3 对生产设备要定期维护和检修。
- 7.4 设备及管道应防止跑、冒、滴、漏及堵塞现象,如有发现应及时处理。
- 7.5 经常检查转动设备地脚螺栓和联接螺栓,有松动和振动现象时,应及时处理。
- 7.6 正确使用各种电器设备和各种仪表。

8 产品品质及包装要求

工业碳酸钠产品质量及产品包装应符合 GB 210.1—2004 的要求。

9 生产工艺安全

- 9.1 工艺操作应严格执行生产工艺规程、安全技术规程、岗位操作规程。
- 9.2 改变或修正工艺技术指标,应由工艺管理部门以书面方式下达,操作者应遵守工艺操作规程,不应 擅自改变工艺指标。
- 9.3 操作者应认真填写运行记录,保证设备安全正常运行。
- 9.4 安全附件和联锁装置不应随意拆弃和解除,声、光报警等信号不应随意切断。
- 9.5 在现场检查时,不应踩踏管道、阀门、电线、电缆架及各种仪表管线等设施,检查危险部位时,应有人监护。
- 9.6 严格遵守安全纪律,无关人员不应进入操作岗位和动用生产设备、设施和工具。
- 9.7 正确判断和处理异常情况,紧急情况下,可以先处理后报告(包括停止一切检修作业,通知无关人员撤离现场等)。
- 9.8 当工艺过程或机电设备处在异常状态时,不应进行交接班,应待接班者清楚了解异常状态后方可交接班。

- 9.9 较大系统开车应编制开车方案。开车前,检查并确认水、电、汽(气)符合开车要求,各种原料、材料、辅助材料的供应齐备、合格后,按规定办理开车操作票。投料前应进行分析验证。编制设备、管线吹扫及清洗方案,同时编制相应的安全技术规程。
- 9.10 检查阀门开闭状态及盲板抽堵情况,保证装置流程畅通,各种机电设备及电气仪表等均应处在完好状态。
- 9.11 保温、保压及清洗的设备应符合开车要求,必要时应重新置换、清洗和分析,使之合格。
- 9.12 确保消防、安全设施完好,通信联络畅通,并通知消防、气防及医疗卫生部门,做好应急准备。危险性较大的生产装置开车,相关部门人员应到场。消防车、救护车处于备防状态。
- 9.13 必要时停止一切检修作业,无关人员不应进入开车现场。
- 9.14 开车过程中应加强有关岗位之间的联络,严格按开车方案中的步骤进行,严格遵守升降温、升降压和加减负荷的幅度(速率)要求。
- 9.15 开车过程中应严密注意工艺变化和设备运行的情况,加强与有关岗位和部门的联系,发现异常现象应及时处理,情况紧急时应中止开车,不应强行开车。
- 9.16 应编制停车方案。正常停车应按停车方案的步骤进行,用于紧急处理的自动停车联锁装置,不应用于正常停车。紧急停车时应当加强与有关岗位和部门的联系。
- 9.17 系统降压、降温应按要求的幅度(速率)并按先高压后低压的顺序进行。凡需保压、保温的设备(容器)等,停车后应按时记录压力、温度的变化。
- 9.18 大型传动设备的停车,应先停主机,后停辅机。
- 9.19 设备(容器)卸压时,应注意易燃、易爆、易中毒等危险化学品的排放和散发,防止造成事故。
- 9.20 冬季停车后,应采取防冻保温措施,注意低位、死角及水、蒸汽、管线、阀门、疏水器和保温伴管的情况,防止冻坏设备。
- 9.21 发现或发生紧急情况,应在保证人员自身安全的情况下作出妥善处理,同时立即向有关方面报告。必要时,先处理后报告。
- 9.22 工艺及机电设备等发生异常情况时,应迅速采取措施,并通知有关岗位协调处理,必要时,按步骤紧急停车。
- 9.23 发生停电、停水、停气(汽)时应采取措施,防止系统超温、超压、跑料及机电设备的损坏。
- 9.24 发生火灾、爆炸、大量泄漏等事故时,应首先切断气(物料)源,同时尽速通知相关岗位采取措施并立即向上级报告。

10 工业卫生设计及工作场所有害因素职业接触限值

10.1 工作场所设计

应积极采取行之有效的综合防护措施,防止有害因素对工作场所的污染。对于生产过程中不能完全消除的有害因素,应采取综合预防、治理措施,并使设计的设施正常运行。确保工作场所空气中有毒物质低于最高容许浓度。噪声限定值应符合 GB 12348 的规定。

10.2 工作场所有害因素职业接触限值

工作场所有害因素职业接触限值应符合 GBZ 2.1 规定。