

UDC

中华人民共和国国家标准



P

GB/T 50815 – 2013

稀硫酸真空浓缩处理技术规范

Technical code of vacuum concentration
treatment for weak sulfuric acid

2012 – 12 – 25 发布

2013 – 05 – 01 实施

中华人民共和国住房和城乡建设部
中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局

联合发布

中华人民共和国国家标准

稀硫酸真空浓缩处理技术规范

Technical code of vacuum concentration
treatment for weak sulfuric acid

GB/T 50815 - 2013

主编部门:中国兵器工业集团公司

批准部门:中华人民共和国住房和城乡建设部

施行日期:2013年5月1日

中国计划出版社

2013 北 京

中华人民共和国国家标准
稀硫酸真空浓缩处理技术规范

GB/T 50815-2013



中国计划出版社出版

网址: www.jhpress.com

地址: 北京市西城区木樨地北里甲 11 号国宏大厦 C 座 4 层

邮政编码: 100038 电话: (010) 63906433 (发行部)

新华书店北京发行所发行

北京世知印务有限公司印刷

850mm×1168mm 1/32 1 印张 20 千字

2013 年 4 月第 1 版 2013 年 4 月第 1 次印刷



统一书号: 1580242 · 016

定价: 12.00 元

版权所有 侵权必究

侵权举报电话: (010) 63906404

如有印装质量问题, 请寄本社出版部调换

中华人民共和国住房和城乡建设部公告

第 1604 号

住房和城乡建设部关于发布国家标准 《稀硫酸真空浓缩处理技术规范》的公告

现批准《稀硫酸真空浓缩处理技术规范》为国家标准，编号为 GB/T 50815—2013，自 2013 年 5 月 1 日起实施。

本规范由我部标准定额研究所组织中国计划出版社出版发行。

中华人民共和国住房和城乡建设部

2012 年 12 月 25 日

前 言

本规范是根据原建设部《关于印发〈2007 年工程建设标准规范制订、修订计划(第二批)〉的通知》(建标[2007]126 号)的要求,由北京北方节能环保有限公司会同有关单位共同编制而成的。

本规范在编制过程中,编制组进行了广泛的调查研究,认真总结了我国兵器工业火炸药稀硫酸浓缩处理实践经验,同时参考并借鉴了近年来国内外稀硫酸真空浓缩处理的成功经验,并广泛征求有关单位和专家的意见。规范条文经反复讨论修改,最后经审查定稿。

本规范共分 5 章,主要内容有:总则、术语、工艺设计、设备与材料、运行和维护等。

本规范由住房和城乡建设部负责管理,由中国兵器工业集团公司负责日常管理工作,由北京北方节能环保公司负责具体技术内容的解释。在执行过程中,请各单位结合工作实践和科学研究,认真总结经验,注意积累资料。如发现需要修改和补充之处,请将意见和有关资料寄交北京北方节能环保公司(地址:北京市丰台区海鹰路总部国际 6 号院 21 栋,邮政编码:100070,传真:010-83112159,电子邮箱:beijingzb2001@163.com),以便今后修订时参考。

本规范主编单位:北京北方节能环保公司

本规范参编单位:中国兵器工业集团公司战略发展部
中国北方化学工业(集团)有限公司
五洲工程设计研究院
西安北方惠安化学工业有限公司
辽宁庆阳特种化工有限公司

辽阳庆阳化工设备有限公司
山西北方兴安化学工业有限公司
甘肃银光化学工业集团有限公司

本规范主要起草人员：姜 鑫 于艺红 靳建永 蒋啸林
张志山 张立超 王 杰 靳玉强
张俐惠 李 清 程茂亚 李文良
李建军 田景彩 林 毅 张炳东
黄 雷 赵 晨 苏元元 张玉桂
徐东勇 刘小斌

本规范主要审查人员：周瑞明 尹 洧 谭心舜 李 波
陈 敏 伍 骏 徐明亮

目 次

1	总 则	(1)
2	术 语	(2)
3	工艺设计	(3)
3.1	设计条件	(3)
3.2	工艺流程	(3)
3.3	仪表与控制	(3)
3.4	安全与风险防控	(4)
4	设备与材料	(5)
5	运行和维护	(6)
5.1	一般规定	(6)
5.2	系统开车及运行	(6)
5.3	系统停车	(6)
5.4	系统维护	(7)
5.5	安全	(7)
5.6	环境保护	(7)
	本规范用词说明	(8)
	附:条文说明	(9)

Contents

1	General provisions	(1)
2	Terms	(2)
3	Process design	(3)
3.1	Design conditions	(3)
3.2	Process	(3)
3.3	Instruments and control	(3)
3.4	Safety and risk control	(4)
4	Equipments and materials	(5)
5	Operation and maintenance	(6)
5.1	General provisions	(6)
5.2	System start-up and operation	(6)
5.3	System shutdown	(6)
5.4	System maintenance	(7)
5.5	Safety	(7)
5.6	Environmental protection	(7)
	Explanation of wording in this code	(8)
	Addition;Explanation of provisions	(9)

1 总 则

1.0.1 为规范稀硫酸真空浓缩处理的工艺设计、设备与材料选择和运行维护管理,提高工业稀硫酸真空浓缩处理的技术水平,确保工艺安全、稳定运行,制定本规范。

1.0.2 本规范适用于工业稀硫酸真空浓缩处理的设计、运行和维护。

1.0.3 稀硫酸真空浓缩处理的设计、运行和维护,除应符合本规范外,尚应符合国家现行有关标准的规定。

2 术 语

2.0.1 稀硫酸 weak sulfuric acid

工业生产过程中产生的浓度不能满足生产使用要求需要进行浓缩处理的硫酸。

2.0.2 真空浓缩处理 vacuum concentration treatment

稀硫酸在一定的真空条件下进行浓缩处理,得到成品硫酸的生产工艺过程。

2.0.3 预处理 pretreatment

在稀硫酸真空浓缩前,去除杂质和提纯以保证稀硫酸真空浓缩完成的过程。

2.0.4 成品硫酸 sulfuric acid product

稀硫酸经过真空浓缩处理后得到满足生产要求的硫酸产品。

2.0.5 级数 step

根据稀硫酸的初始浓度、处理能力和成品酸的浓度要求,将整个真空浓缩过程进行分解,得到不同浓度酸的过程的分解段。

3 工 艺 设 计

3.1 设 计 条 件

- 3.1.1 不能满足直接进入真空浓缩系统要求的稀硫酸,应进行预处理。
- 3.1.2 当产品硫酸的浓度不大于 93%时,硫酸的回收率不应小于 99.5%。

3.2 工 艺 流 程

- 3.2.1 稀硫酸真空浓缩系统宜由预热、闪蒸、浓缩、酸性气体洗涤及冷凝、真空系统等单元组成。
- 3.2.2 真空浓缩装置的套数和级数,应根据稀硫酸的处理量、原始浓度、成品硫酸浓度和设备的最大处理能力确定。
- 3.2.3 处理常温下的稀硫酸时,真空浓缩系统应设置预热单元。
- 3.2.4 稀硫酸真空浓缩的操作压力应根据成品酸浓度和设备材质确定,当成品酸浓度大于 85%时,操作压力的绝对压力不宜大于 20kPa。
- 3.2.5 当成品硫酸浓度大于 88%时,应设酸性气体洗涤塔。
- 3.2.6 当硫酸中盐类析出较严重时,宜选用强制循环蒸发浓缩工艺。

3.3 仪 表 与 控 制

- 3.3.1 仪表选型应采用与工况条件相适应的耐腐蚀仪表。
- 3.3.2 稀硫酸真空浓缩装置的所有运转设备应在现场启动。
- 3.3.3 控制系统应采用集散控制系统(DCS)或可编程控制系统(PLC)。
- 3.3.4 自控系统应包括正常操作条件下的控制参数、非正常操作

条件下的报警参数及需要的联锁保护要求。

3.4 安全与风险防控

- 3.4.1** 稀硫酸真空浓缩装置应布置在室内。
- 3.4.2** 真空浓缩系统宜设置清洗系统。
- 3.4.3** 真空浓缩系统应进行危险与可操作性研究(HAZOP), 并提出预防措施。
- 3.4.4** 真空浓缩系统应设置环境污染事故的应急设施。
- 3.4.5** 脆性材料设备和管道设计应进行应力计算, 并应采用柔性连接。
- 3.4.6** 设计应满足设备和管道压力的要求。
- 3.4.7** 酸性腐蚀环境下建筑物应进行防腐设计、安全设计和地面防渗漏设计。

4 设备与材料

4.1.1 稀硫酸真空浓缩系统的主要工艺设备应包括换热器、蒸发器、闪蒸罐、酸性二次蒸气冷凝器、产品硫酸冷却器、酸性气体洗涤塔、泵、真空获得设备、存贮设备等。

4.1.2 真空浓缩工艺设备应满足连续生产的要求。

4.1.3 采用蒸汽为热源的加热器,宜采用插入式、U形管式和固定管板式,材料宜选择钽或钽钨合金等类型。

4.1.4 采用导热油为热源的加热器,宜采用特殊高硅铸铁套管式加热器。

4.1.5 蒸发器宜采用卧式平底蒸发器。

4.1.6 高温酸泵宜采用特殊动力密封高硅铸铁泵或可熔性聚四氟乙烯(PFA)磁力驱动泵。

4.1.7 真空获得设备宜选择液环真空泵或射流喷射泵。

4.1.8 酸性气体洗涤塔宜选用填料塔。

4.1.9 酸性气体冷凝器宜选择列管式、螺旋板式、焊接板框式的换热器。

4.1.10 用于腐蚀性介质的设备和管道,宜采用钢搪玻璃、硼硅玻璃、碳化硅、钢衬聚四氟乙烯、钽或钽钨合金、特殊高硅铸铁和不锈钢等材质。

5 运行和维护

5.1 一般规定

- 5.1.1 真空浓缩处理装置不宜频繁启停。
- 5.1.2 玻璃、搪玻璃和高硅铸铁材质的设备和管道不得与超限过低或过高温度的介质相接触或受到机械撞击。
- 5.1.3 运行和维护应制定严格的操作规程。
- 5.1.4 装置不得在解除联锁的调试状态下运行。联锁报警值的设置不得随意更改。
- 5.1.5 操作人员应经过特殊培训后持证上岗。

5.2 系统开车及运行

- 5.2.1 开车前应检查系统的完整性和完好性。
- 5.2.2 系统应启动配套公用工程和辅助系统。
- 5.2.3 系统应采用相应浓度的硫酸,充至工艺要求的液位。
- 5.2.4 系统预热应按操作规程规定的温升速率加热系统装置。
- 5.2.5 控制初始进料量,应按规定的速率逐步增加进料量,并应达到额定处理能力。
- 5.2.6 在达到额定处理能力平稳运行后,宜将控制系统由手动状态切换到自动状态。
- 5.2.7 系统正常运行过程中应定期巡检,并应做好记录,发现问题应及时上报,并应及时处理。

5.3 系统停车

- 5.3.1 整个系统的停车宜由控制系统按操作规程制定的停车程序完成。

5.3.2 系统停车时,应逐渐减少投料量和热源输入至停止,系统冷却至规定温度值。

5.3.3 运转设备及冷却系统应按顺序停止。

5.3.4 长期停车时应排净系统内的物料,装置应设有物料回收系统,避免物料浪费和环境污染。

5.4 系 统 维 护

5.4.1 系统应根据运行情况,按要求定期清洗。

5.4.2 系统装置应按要求定期维护。

5.4.3 维护工作内容应包括下列主要内容:

1 检查设备和管道的腐蚀状况。

2 清除设备和管道的污垢及沉积物,清洁所有过滤器。

3 对设备、管线螺栓进行检查和热预紧;对转动设备进行加油润滑检查;检查调整补偿器。

5.5 安 全

5.5.1 处理工序的操作部位应按危险岗位类别设置警示标识牌。

5.5.2 建筑物内应按规定设置安全淋浴器和洗眼器等安全防护设施。

5.5.3 玻璃类设备及管道应采取防碎裂伤人的措施。

5.5.4 操作工位周围环境应明确标注疏散路线。

5.6 环 境 保 护

5.6.1 稀硫酸浓缩过程中产生的废水,经处理后应符合国家和地方废水排放标准要求。

5.6.2 稀硫酸浓缩过程中产生的废气,经处理后应符合国家和地方废气排放标准要求。

本规范用词说明

1 为便于在执行本规范条文时区别对待,对要求严格程度不同的用词说明如下:

1)表示很严格,非这样做不可的:

正面词采用“必须”,反面词采用“严禁”;

2)表示严格,在正常情况下均应这样做的:

正面词采用“应”,反面词采用“不应”或“不得”;

3)表示允许稍有选择,在条件许可时首先应这样做的:

正面词采用“宜”,反面词采用“不宜”;

4)表示有选择,在一定条件下可以这样做的,采用“可”。

2 条文中指明应按其他有关标准执行的写法为:“应符合……的规定”或“应按……执行”。

中华人民共和国国家标准

稀硫酸真空浓缩处理技术规范

GB/T 50815 - 2013

条文说明

制 订 说 明

《稀硫酸真空浓缩处理技术规范》GB/T 50815—2013,经住房和城乡建设部 2012 年 12 月 25 日以第 1604 号公告批准发布。

本规范编制过程中,编制组对国内外稀硫酸真空浓缩处理技术进行了广泛和深入的调研,并参考了国内外相关标准、技术法规及其他行业设计规范,综合考虑、合理确定标准的技术内容和各项规定,使本规范更加科学、可行,有利于节能减排和有效控制环境污染不断恶化的趋势。

为便于设计、施工、科研、学校等单位有关人员在使用本规范时能正确理解和执行条文规定,《稀硫酸真空浓缩处理技术规范》编制组按章、节、条顺序编制了本规范的条文说明,供使用者参考。但是,本条文说明不具备与规范正文同等的法律效力,仅供使用者作为理解和把握规范规定的参考。

目 次

1 总 则	(15)
3 工艺设计	(16)
3.1 设计条件	(16)
3.2 工艺流程	(16)
3.3 仪表与控制	(17)
3.4 安全与风险防控	(17)
4 设备与材料	(18)
5 运行和维护	(19)
5.1 一般规定	(19)
5.2 系统开车及运行	(19)
5.3 系统停车	(20)
5.4 系统维护	(20)
5.5 安全	(21)
5.6 环境保护	(21)

1 总 则

1.0.1 化工行业大量使用硫酸,以往因图成本低廉,简单处理后即排入环境,造成的污染十分严重。制定本规范的目的之一是为了增强相关企业环境保护的意识,回收可利用资源,并减少排放。

1.0.2 本规范对有机化工生产过程中产生的废硫酸,尤其是硝化反应中产生的废硫酸,提出了合理成熟的处理工艺,规定了不同工况下推荐使用的装置材质及生产调试过程的关键操作要求。无机化工生产过程中产生的废硫酸,因含有大量的盐,可参考本规范设计,但要考虑处理过程中盐结晶的问题。

3 工 艺 设 计

3.1 设 计 条 件

3.1.1 工业上产生的废硫酸中往往含有一些有机或是无机杂质,这些酸在进入稀硫酸真空浓缩装置前应采取必要的预处理措施,如沉降、过滤、结晶、冷冻、萃取、吸附、热分解、汽提、加入其他物质进行化学反应等,去除或基本去除水和硫酸外的杂质。这对于保证稀硫酸真空浓缩装置的安全、长期稳定运行至关重要。

3.1.2 在稀硫酸真空浓缩工艺中,硫酸的损失包括进入酸性冷凝水中的硫酸和排气中的硫酸两项,排气中的硫酸量很少,可略去不计,99.5%的回收率主要是为了控制进入废水中的硫酸量。回收率计算公式为:

$$\text{回收率} = \frac{\text{稀硫酸量} \times \text{稀硫酸浓度(质量)} - \text{酸性冷凝水量} \times \text{酸性冷凝水中硫酸浓度(质量)}}{\text{稀硫酸量} \times \text{稀硫酸浓度(质量)}} \times 100\% \quad (1)$$

根据现有生产线生产情况,浓缩后的硫酸浓度多在 93% 以下。

3.2 工 艺 流 程

3.2.2 由于稀硫酸真空浓缩设备的特性,如搪玻璃设备、钽或钽钨合金加热器、特殊高硅铸铁设备制作和加工的最大规格尺寸,装置的最大处理能力受限。其解决办法,一是通过设置两套或是多套并行的装置,二是通过将整个浓缩过程分解成多级来避免单元设备的极限规格瓶颈。

3.2.4 钽或钽钨合金在硫酸环境下的耐腐蚀极限温度为 210℃,使用中一般不超过 200℃。在绝对压力 20kPa 条件下操作时,浓

度 85% 的硫酸沸点已达 190℃, 接近材料使用温度的上限。此外, 在高于此压力的操作条件下, 酸性蒸汽冷凝器等设备也将因温度升高而腐蚀。因此操作压力的绝对压力不宜大于 20kPa。

3.2.5 硫酸浓缩到 88% 以上浓度时, 浓缩过程产生的酸性蒸汽中的硫酸量将增大, 为保证装置的硫酸回收率不小于 99.5%, 需要通过洗涤减少酸性蒸汽中的硫酸含量。

3.3 仪表与控制

3.3.2 泵只能现场启动, 是出于对人员安全和保护泵的考虑。如果在控制室内启动泵, 正好现场有人员检修, 则容易发生伤人事件; 如果泵处于故障状态, 不在现场很难发现, 将会对泵造成损坏。

3.4 安全与风险防控

3.4.1 稀硫酸真空浓缩装置的设备及管线材质多为钢搪玻璃、玻璃等易碎、不耐冷热冲击的材质, 为保护设备及管线, 确保装置的安全, 稀硫酸真空浓缩装置应布置在室内。

3.4.2 当硫酸浓缩至 93% 以上浓度时, 铁盐析出的可能性增大, 需要定期清洗以保证设备的正常运行。

3.4.3 HAZOP 具有分析全面、系统、细致等突出优势, 是目前危险性分析领域最常用的分析方法之一, 既适用于设计阶段, 又适用于现有的生产装置。HAZOP 通过对工艺图纸和操作规程进行分析, 查明偏离设计工艺条件的偏差所导致的危险和可操作性问题, 以达到发现问题避免危险的目的。稀硫酸真空浓缩装置的物料为高温热硫酸, 腐蚀性极强, 危险性高, 因此要求对装置进行 HAZOP 分析。

4 设备与材料

4.0.2 真空浓缩系统宜连续操作,不宜频繁开停车,要求所选择的设备满足连续操作的要求。

4.0.3 此处的钽 U 形管式指 U 形多套管式。

4.0.4 此处的高硅铸铁套管式指内管为高硅铸铁管。

4.0.5 平底蒸发器是指蒸发器加热管束的接口下沿与蒸发器筒体下沿相齐,此种结构可减少加热死区,充分利用蒸发器的有效容积。

4.0.6 可熔性聚四氟乙烯(PFA)磁力驱动泵不适宜输送含有固体颗粒的流体,故当高温酸中可能含有固体颗粒时宜选用特殊动力密封高硅铸铁泵,并且要根据操作温度来确定最终选用的材质。

4.0.7 此处的射流喷射泵主要指蒸汽喷射泵和水喷射泵。

4.0.8 填料塔的阻力小,可满足工艺需要,且易于用合适的耐蚀材料制作。其他型式的塔很难选用合适的耐蚀材料制作。

4.0.9 板框式冷凝器的阻力大,对真空设计和操作带来很大影响,特别是真空度要求较高时,表现更加明显;另外,此工况下,板框式的密封垫使用寿命短,一般一年左右便要更换,增加了维护费用。

4.0.10 硫酸中所含的特殊杂质将会影响设备和管道的最终选材。

5 运行和维护

5.1 一般规定

5.1.1 频繁开停车会造成热负荷变化过多,缩短成套设备的寿命。这主要是由于系统冷却后,各个连接处会松动,造成漏酸,腐蚀设备。

5.1.2 玻璃、搪玻璃和高硅铸铁材质允许的冷热冲击温度均有限制,热冲击温差超限,可导致设备损坏,威胁人身安全,污染环境和腐蚀设备。当这些材质的设备受到机械冲击时也可导致设备的损坏。

5.1.3 没有操作手册指导不利于人、环境和设备造成的保护。

5.1.4 在解除联锁和可随意更改报警值的调试状态下操作装置时,可能对装置和操作人员造成意外损害。

5.1.5 在接触和操作设备前,应对操作人员进行专项培训,使其熟悉各设备的性能、特点、工艺原理等,正确理解和熟练掌握操作要领,并经考试合格取得上岗证书。

5.2 系统开车及运行

5.2.1 系统完整性、完好性确认主要包括以下方面:

(1)设备、管线、仪表及电气状况是否符合要求,有无泄漏。

(2)各种计量器具是否有效,超出有效期或不合格的仪表不能真实反映工艺参数,影响工艺控制。

(3)安全防护设施是否有效。

5.2.2 配套公用工程和辅助系统包括电源动力系统、工艺水和消防水系统、压缩空气系统、冷却水或冷冻水系统、尾气吸收系统、蒸汽系统、导热油系统等。

5.2.3 首次向系统加酸,必须用商品硫酸(98%或93%)配制成

与系统运转时相适应浓度的硫酸。配制量不宜太多,够充满系统满足设备运行即可。

5.2.4 按照一定的温升速率加热系统装置,一般控制温升速率在 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 范围内;如果升温太快,可能对设备造成损坏。当温度达到 120°C 后,真空系统逐级启动;系统达到 150°C ,即达到准生产状态。

5.2.5 按照一定的速率逐步增加加入量,配合手动调节蒸汽或导热油的加入量,直至达到需要的稳定处理能力要求。

5.2.6 在工艺平稳运行 30min 后,可以将系统控制从手动状态切换到自动状态。

5.2.7 系统正常运行过程中,控制室操作人员和岗位巡检人员应定期对装置的主要控制点和设备状况进行现场记录和巡检。

5.3 系 统 停 车

5.3.1 装置除正常停车外,有时是在紧急状态下停车,采用程序控制而非手动操作会更迅速、更准确、更安全。

5.3.2 逐步关闭原料酸进料泵和阀门,停止蒸汽等热源输入;保持压空、真空系统、冷却水系统、尾气吸收系统等正常运行;保持系统装置不变,直至系统自然降温到 80°C 。如果只是临时停车,先关闭原料泵和阀门,直至没有成品硫酸流出,再关闭蒸汽系统,其他保持不变。

5.3.3 按顺序停止真空系统、冷冻水系统、冷却水系统、尾气吸收系统、中间过流泵及压空等,方视为完全停车。

5.3.4 在系统完全停车 48h 内,如果没有重新启动的要求,应按照操作手册的步骤,小心开启排空阀门将设备内的残酸导入指定的收集槽;将蒸汽冷凝液和循环冷却(冻)水等排空。

5.4 系 统 维 护

5.4.1 清洗周期视被处理的酸的盐含量而定,一般系统控制温度

达到上限值,而处理能力低于设计能力 80%时,就应进行系统清洗。清洗前,按照前面描述的停车和系统倒空程序,将系统内硫酸完全排空。清洗可以采用热水法或化学法。

5.4.3 检修前,确认系统内的酸或其他物料不会有危险,如不能确保则按照前面描述的停车和系统倒空程序,将系统内物料完全排空。

5.5 安 全

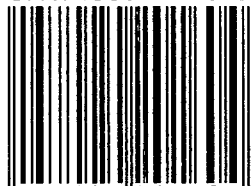
5.5.1 处理工序的操作部位必须按照危险岗位类别设置警示标识牌,如高温、有毒、危险等标识牌。

5.5.4 操作工位周围环境应明确标注疏散路线,包括设夜间及事故疏散路线指示灯。

5.6 环 境 保 护

5.6.1 稀硫酸浓缩过程中产生的酸性冷凝废水,通常含有少量的有机物,不能直接排入地下或河流。必须先经过工厂的废水处理站处理,达到国家和地方废水排放标准要求后才能排放。

S/N: 1580242 · 016



9 781580 242016 04 >



统一书号: 1580242 · 016

定 价: 12.00 元