

1059

技术革新资料

化学工业

28

上海科学技术出版社出版



氨氧化法制造硝酸

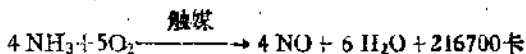
上海有机化学工业公司技术科编

硝酸为化学工业中重要产品，仅次于硫酸，用于制造肥料、炸藥、染料、医药、塑料、塔式法制硫酸及其他工业等。

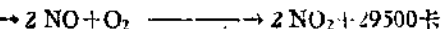
一、制造过程概要

氨-空气混合气体，经过一层铂铑网和鉄鈷触媒剂后氧化成为一氧化氮和水，一氧化氮再經氧化塔氧化成二氧化氮，二氧化氮入吸收塔由水吸收生成硝酸。尾气用液碱吸收成副产品亞硝酸鈉。

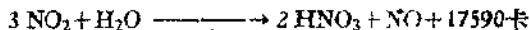
化学反应式：



氨 空气中的氧 一氧化氮 水



一氧化氮 空气中的氧 二氧化氮



二氧化氮 水 硝酸 一氧化氮

二、工艺过程

液氨瓶中氨气化后入稳压桶②，再经过氨过滤桶③进入氧化爐④，空气由鼓风机⑦经空气过滤箱⑤送入氧化爐上部，与氨气相混合后，氨含量应在10%左右。经过一层铂鍍網及鉄鉍触媒，氨氧化成为一氧化氮，同时产生大量热，温度在700°C左右。通过預热器⑥預热空气至150~180°C，再通往廢热爐⑧(产生蒸汽供液氨气化用)，氧化氮(体送入冷却器⑨，冷却至30~40°C，进入氧化吸收塔⑩，一面使一氧化氮氧化成为二氧化氮，一面在塔中吸收。在最后一个吸收塔加水依次往前塔溢流，同时吸收成的硝酸在吸收塔⑩放出，最后尾气用液碱(29.5%)在吸收槽⑪中用离心泵⑫送入尾气吸收塔⑬，循环吸收，制取成副产品亞硝酸鈉溶液。

捕酸器8a中的硝酸約10%回收利用，由耐酸泵⑭抽入吸收塔再作水吸收。

三、硝酸生产設備

编号	名 称	数量	主要材料	規 格
1	热水桶	1	柴油桶	容积200升
2	氨稳压桶	1	鋼板15毫米	1000升可供二套用
3	氨过滤桶	1	鋁板 2毫米	过滤面积0.05米 ²
4	氧化爐	1	鋁板，不銹鋼板 3毫米	直徑520毫米
5	預热器	1	鋼板6毫米1½"无 縫鋼管14根	直徑0.3米，長1.4米，热交換 面积2.3米 ²
5a	加热器	1	鋁板3毫米	直徑250毫米，長1100毫米， 內有鍍板挡火

(续表)

编号	名称	数量	主要材料	规格
6	空气过滤器	1	铝板3毫米	长0.3米方柱形, 内需玻璃布过滤面积0.12米 ²
7	鼓风机	1	钢, 铸铁	两级离心式, 风压2米, 风量400米 ³ /小时
8	废热炉	1	钢板15毫米无缝钢管38根	直径0.55米, 长2.4米热交换面积7.3米 ²
8a	捕酸器	3	不锈钢板2毫米	直径200毫米, 高400毫米
9	冷却器	1	硬质玻璃	直径45毫米, 长2米, 散热面积11米 ²
10	氧化吸收塔	1	杉木聚氯乙稀薄膜及板	每座高6米, 分成五节, 容积4.5米 ³ , 底层一节为不锈钢
11	第一吸收塔	1	杉木聚氯乙稀薄膜及板	每座高6米, 分成五节, 底层一节为不锈钢
12	第二吸收塔	1	杉木聚氯乙稀薄膜及板	每座高6米, 分成五节
13	第三吸收塔	1	杉木聚氯乙稀薄膜及板	每座高6米, 分成五节
14	第四吸收塔	1	杉木聚氯乙稀薄膜及板	每座高6米, 分成五节
15	第五吸收塔	1	杉木聚氯乙稀薄膜及板	每座高6米, 分成五节
16	冷却器	5	硬质玻璃	直径45毫米长2米玻璃管10根散热面积4米 ²
17	耐酸泵(附马达1.7千瓦)	6	外壳层压板, 不锈钢叶子	扬程高10米, 出水口径1" 进水口径1 1/2"
18	尾气吸收塔	1	钢板6毫米及不锈钢板	直径360毫米, 高4米底顶二节为不锈钢
19	吸收箱	1	钢板6毫米	直径0.1米, 高0.13米
20	离心泵	1	铸铁	2K6型

1. 设备特点:

(1) 开工时用煤炉火加热空气(5a)代电热加热。

(2) 用部分铁钼触媒代替二层铂铑网, 节约贵重金属, 氧化率仍相同。

(3) 用玻璃管代替不锈钢管进行冷却可看出内部气体流

动情况。

(4) 用木塔襯聚氯乙稀布代不銹鋼吸收塔；

(5) 多孔板吸收塔代填充吸收塔，可節省陶環，效率高。

本設備可日產 48% 硝酸 4,000 公斤，副產 100% 亞硝酸鈉 250 公斤。

2. 設備說明：

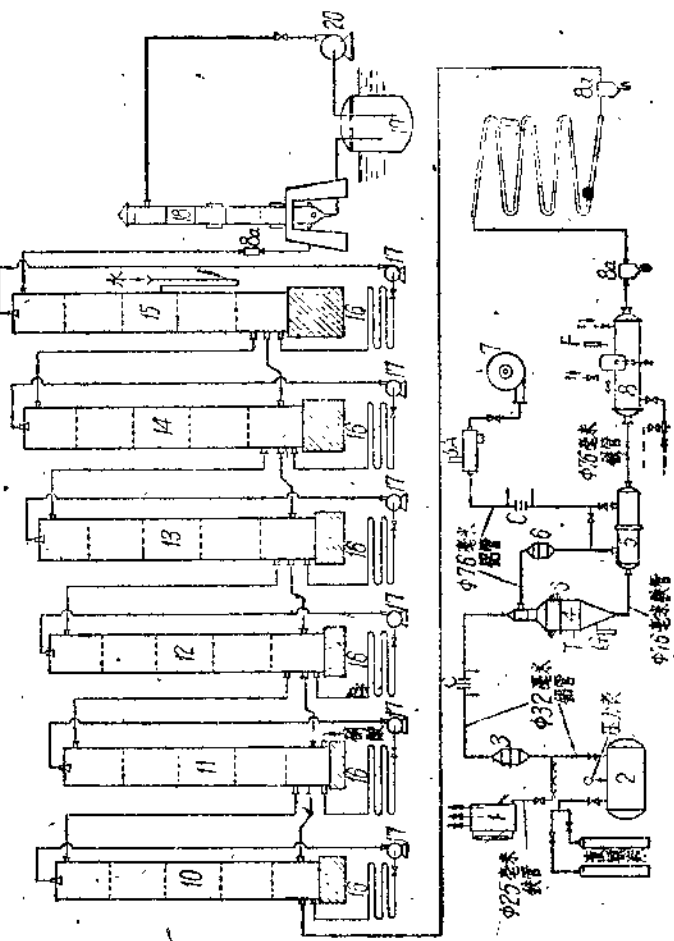
氮過濾桶：直徑 250 毫米，長 600 毫米，分成兩節，中間嵌一套法蘭絨布，測氮銳孔板（孔眼 18 毫米）置于 32 毫米鋁管路中。

氧化爐：爐身總高度 2.27 米，上半部為氣體混合器，用 3 毫米鋁板製成，直徑 0.2 米，高 0.35 米，共二節，頂端進口 32 毫米，第一節中有 25 根 8 毫米鋁管，第二節內為固定十字形葉子二道相互成交叉，氣體混合器下為鋁質錐形與氧化爐身相連接，爐身上部為不銹鋼，直徑 0.52 米，高 0.3 米，有視孔及點火孔，內放 4" 陶環，下部亦為不銹鋼錐形，直徑上口 0.52 米，下口 0.076 米，高 0.91 米，內放鉑銻網及鐵銻觸媒，附件有高溫熱電偶（1200°C）一支，取樣管一支。

吸收塔：每座高 6 米，分成 5 節，每節高 1.2 米，直徑 1 米，內塗生漆及硫化汞混合物，再襯聚氯乙稀薄膜袋。

尾氣吸收塔：6 節，每節高 0.9 米，其中相隔 0.45 米裝多孔板一塊，頂及底一節為不銹鋼。

硝酸制造流程图 (图註是生产设备编号)



四、操作方法

1. 开工操作:

(一)开车准备及步骤:

(1)氨气稳压桶接好液氨瓶头子并使貯氨量在4公斤/平方公分表压力,如一只稳压桶供二套设备用时应该使貯氨量在4~6公斤/平方公分表压力。

(2)廢热爐进水到刻度后,开外来蒸汽加热,务使蒸汽压力表保持在2公斤/平方公分。

(3)检查流量计皮管等接合处是否牢固。

(4)校正热电偶温度计,使至室温及检查預热器出口,温度计是否完整。

(5)把預热器上冷风凡而开足,进預热器凡而关闭,如果点火不用煤爐預热空气时,则相反將进預热器凡而开足,將上面冷风凡而关闭。

(6)检查冷却器用水是否有水。

(7)將氧化塔輔助空气考克开启(根据目前开车情况輔助空气暂时可以不用)。將各冷却器管路上考克开启。

(8)开氧化塔及各吸收塔循环泵馬达,并检查冷却器玻璃管中应有滿管液体,并在迅速流动着。

(9)生好加热空气用的煤爐。

(10)將鼓风机凡而全部关闭,然后开动鼓风机馬达,使正常运转后开凡而,控制风量在規定点火时的流量格数,开馬达时注意周圍无杂物。

(11)將廢热爐后面冷却器前后之放酸皮管扎好。

(12) 检查各处管路特别是冷却管及吸收塔部分有无漏气情况，及时加以修理。

(13) 开鼓风机后及时注意氧化爐中的风压(水銀压力表)情况。

(14) 开循环泵后应即检查管路接縫有否滲漏，冷却器中液体循环情况，不能忽开忽关，以免产生压力將管路接头彈开。

(15) 以上情况均良好时，將加热器下面的盖头放下，并检查加热器烟囪应开启，將生好的爐子推入，从鼓风机側考克上接上皮管，爐子口对准风泵放风考克鼓风，將空气加热至 120°C 左右准备点火。

(16) 將氫气瓶接上磅表及点火设备，并加检查后备用，压力应在30公斤/平方公分以上，移动氫气瓶时应当心，頂端防止撞击，并应固定在离火3公尺以外。

(17) 点火前先测定氮含量一次，应在10%左右。

(18) 开冷却器的冷却水。

(19) 吸收塔后尾气吸收塔之吸收槽应先在碱液桶內吸好碱液，开启碱液循环泵校正噴淋量，开启循环泵时，考克应逐漸开大，以防碱液自塔頂溢出。

(20) 排好职守人員，各就崗位准备点火。

注意事項:

(1) 爐子放入加热器下加热空气时，必須在有空气流量时进行。

(2) 热电偶上紅的电线接在电表“+”上，黃的接在“-”上，必須旋紧螺絲，电表上端螺絲校至室温。

(二) 氧化爐点火步驟:

(1) 將氧化爐点火孔法蘭打開。

(2) 同時將抽風機的馬達開關推上，並逐漸開啟抽風考克，使氧化爐呈無壓力。

(3) 自点火開始，必須控制好空氣和氮的流量在規定格數。

(4) 開啟氮氣瓶凡而，先將管路中存有空氣驅出，再用火將点火管點着，点火人手執有火焰的鎊管，伸入氧化爐中，在鎊網上部均勻加熱，点火時，應特別注意防止鎊管彎頭拉破鎊網。

(5) 一人在点火孔對面的視孔中觀察点火情況，並通知開啟氮凡而，使氮流量慢慢地至規定格數（含氮在10%左右），到鎊網呈鮮紅後，通知停止点火，閉上点火孔。同時關閉氮氣瓶凡而使火焰熄滅，一面將抽風考克漸漸關閉（這時應注意空氣流量），再關抽風機馬達開關。

(6) 拉出加熱器下面的爐子，旋上蓋子。

(7) 開啟預熱器進風凡而，關小冷風凡而（如果不預先加熱空氣時則相反），保持預熱溫度在150°C左右。

(8) 繼續進行全面察看鎊網紅度，預熱溫度，反應溫度上升情況，冷卻器，吸收塔及尾氣吸收塔鼓泡等等，直到情況正常為止。

(9) 正常後可將氮和空氣逐漸開大至規定格數，在開大流量時必須先開大空氣，然後再開大氮氣（不能相反操作以防引起爆炸）。

(10) 若鎊網發亮而近白，應速關小氮氣凡而。

注意事項：

(1) 点火人必須戴防毒面具或湿毛巾和皮手套或紗手套，以資安全。

(2) 点火时氧化爐必須无压开关，抽风考克时应越慢越好，同时必須注意空气流量不使波动。

(3) 用火点着点火管时，必須先將管内空气用氧气驅出。

(4) 点火时应防止火管口下沉而拉破鉛網，在点火时应使火焰在爐中四周移动均匀，不使火焰集中在一点，如覺手背酸时应抽出再点。

(5) 点火完毕后，鉛網应呈紅色，反应温度应在逐步上升。

(6) 氧气点火完毕后，应及时关闭氧气瓶凡而，再將表上存有氧气放掉，勿使点火管口有火焰，及防止氩气火焰倒回入瓶，引起危險。

2. 正常性操作：

(一) 供氩部分：

(1) 氩气稳压桶应經常保持 3 ~ 5 个大气表压力，最高不超出 6 个大气表压力，最低不得小于 2.5 大气表压力，氩稳压桶中不可使有大量液氩存在。

(2) 液氩液平队时，其出口应与地面成 30 ~ 45° 角度为佳。

(3) 在液氩供应充足时，在調压桶上应接好三只液氩瓶，并就近放置預备調換未用过之液氩瓶一只以上，接好的液氩瓶子一般只启用一只，用完即調換新瓶。

(4) 灌裝液氩时应防止接管漏气，在使用时当氩瓶与稳

压桶接通后，略为將氨瓶上的凡而先开启少許，如无漏气現象时才能开大。

(5) 开启氨瓶凡而时，必須檢查通穩压桶上的凡而是否对，以免开錯凡而而造成事故，开启液氨瓶上凡而若漏气时，必須立即关闭重新接裝。

(6) 凡开用液氨瓶时在轉动瓶上凡而前，必須与控制氨气流量人联系，并应得到該控制流量人的回答，或表示已知道时然后开启凡而。

(7) 在启用新瓶前，应先檢查穩压桶上接瓶的凡而和总凡而是否开启，大瓶启用时液氨瓶上凡而先开一半，調換新瓶时先將穩压桶上接头的凡而关闭。

(8) 液氨瓶氨存量不多时，或天气寒冷时，用热水冲淋使加速气化，冲至用手摸瓶子底部没有冰凉的感觉而发热时，該瓶中液氨已无存在，可以調換新瓶。

(9) 氨气穩压桶存有多量液氨时，先用穩压桶中液氨不使貯存过量，并可用热水冲淋，冲热水时应先將总凡而或將通液氨瓶的凡而关闭。

(10) 凡調上新瓶后应先开启瓶上凡而少許，用手摸通穩压桶的皮管，如有冰凉的感觉，表示有液氨气化，然后即关闭凡而，备需要时启用。

(11) 裝拆液氨瓶时操作应十分仔細，勿碰动瓶上面軋輪，或折断凡而，旋紧或旋松接头的随时，勿扭轉皮管，并随时防止瓶上头子损坏时氨气冲出。

(12) 应經常保持热水桶内貯有热水，以便随时应用。

(13) 流量是根据机械性能和生产量的要求而定出应开多

少格数，空气和氨气是按照一定的比例进入氧化爐，一般氨的含 量在9.5~11%，操作人不得任意变动含量（流量表示在流量计玻璃管内液体所指示的格数），太高会引起爆炸，太低会轉化不完全。

(14)流量控制如不正常，小則致氧化爐中鉑網和触媒损坏，大則可能导致氧化爐爆炸，为了安全控制，应十分仔細，操作人員須随时注意氨气的流量，减少波动的幅度，并不得任意离开崗位，如要离开时应有人代替。

(15)加大流量时应先使空气流量开大后，才能开大氨流量，关小时要先关小氨的流量。

注意事項：

(1)在氨稳压桶压力下降时，势必开大氨气凡而，这时应该注意，以防稳压桶压力增加时，氨流量突然增加，引起爆炸。

(2)氨稳压桶和氨瓶不得同时用热水冲淋。

(3)接液氨瓶时应防止接管漏气，开启瓶上凡而时面部应稍为偏轉。

(4)鼓风机馬达电力突然停止时应迅速关闭氨气凡而。

(二)鼓风机：

(1)开启鼓风机时必须先将凡而全部关闭，推上铁壳开关，然后开起步开关，至起勁一档上，使馬达运转，待安培表上指針落到正常的安培量时，再拉至运转一档上，使正常运转。

(2)正常运转后，开启需用的凡而，同时注意空气的流量情况，控制在規定格数。

(3) 鼓风机四周应保持清洁(可以在地面上洒些水, 不使灰尘飞扬)。

(4) 应经常注意安培表, 察听鼓风机有否异常声音, 并及时检查。

(5) 注意鼓风机轴承处应否加油(每天检查一次)。

(6) 空气的流量控制以氨空气混合气中氨含量为 9.5~11%, 由鼓风机上的考克来调节空气流量, 须经常注意流量的波动幅度, 并加调节, 如空气流量计突然升高或下降时, 应及时检查各塔喷淋等是否正常。

(7) 起步开关(补偿起动器)上的按钮不能碰动, 否则电路就跳断引起风流量立即缩小, 造成事故。

(三) 氧化爐:

(1) 控制流量同时要注意氧化爐热电偶温度计所指示的温度, 一般在 680~720°C, 尽量维持 700°C (温度过高时易使触媒损坏)。

(2) 经常察看氧化爐中的火光, 铂网的颜色应该鲜红, 但不发亮, 如为暗红色是氨流量过少, 发亮时是氨流量过多, 应调节氨凡而使至正常。有时由于滤布灰尘太多, 使风的流量逐渐回缩, 此时应注意, 并须根据铂网颜色将氨流量相应关小。

(3) 氧化氮取样时放气时间勿太长, 以免损坏皮管, 取样后将皮管接上时要紧密, 防止漏气烧坏皮管。

(4) 氧化爐取样后, 注意接风压表的橡皮管不使漏气, 否则爐中的高温气体流出使皮管烧坏, 如遇到皮管烧坏时, 取下皮管, 用厚橡皮箍牢取样管口, 同时在取样管上用布浸

冷水接空，使温度降低，然后将烧坏皮管剪去已坏的一段后迅速插上。

(5) 控制流量人经常注意风压表所指示的压力，一般应为50~80毫米水银柱压力，如突然升高或降低时，应即检查尾气吸收塔鼓泡情况及吸收塔中的水位是否太高，或循环泵的喷淋是否太大，如突然降低时，应该查看冷却管或管路是否漏气，必须查出原因使风压正常为止。

(四) 预热器和废热爐:

(1) 预热器预热空气维持在120~150°C，是根据氧化爐的温度用冷热两只进空气凡而来自调节，如空气温度太低，将使氧化爐温度下降，太高使温度上升，应该在氧化爐温度维持在700°C，而氨流量正常的情况下，来控制预热温度。

(2) 使用预热器空气凡而须将进冷热空气两只凡而同时在相反的方面转动，或者先开一只凡而，然后再关另一只，调节预热空气温度时，不能先关一只凡而，以免空气流量下降，造成氨含量较高的危险。

(3) 废热爐出口温度保持在140~170°C，出口风压40~70毫米水银柱，水位应该保持在刻度线内，蒸汽压力表保持在25~40磅/平方吋(1.7~2.7公斤/平方厘米)太高太低均能发生危险。

(4) 废热爐温度最低不低于120°C，低时使鍋爐容易受到气体冷凝时的腐蚀，主要是在蒸汽消耗应有节制，在爐温低和爐中蒸汽不起压力时都不宜使用爐中蒸汽。

(5) 爐中水位较低而蒸汽压力表上小于30磅/平方吋时，尽可能不用爐中蒸汽压力来进水，否则徒然耗費蒸汽而

得不到进水的效果。

★ (6) 廢热爐蒸汽压力表上最高不使超过 50 磅/平方吋。

(五) 冷却器与吸收塔冷却管:

(1) 經常查看冷却管情况是否有漏气, 弯头地方有无漏气漏酸或脱节, 并及时加以修理, 机头损坏时, 立即調換, 并經常在接头处涂上水柏油, 防止锈蝕后脱落。

(2) 碰到冷却玻璃管破裂时, 先将自吸收塔流入冷却管路上面的考克关闭, 等冷却管内液体吸完之后, 將通酸泵的考克关闭, 再关掉酸泵馬达, 然后进行修理, 修复之后开考克, 再开酸泵。

(3) 吸收塔冷却管应保持不太热 ($30\sim 40^{\circ}\text{C}$)。

(4) 廢热爐后冷却器中冷凝下来的稀硝酸浸沒最下面一根玻璃管时, 应即从放酸皮管放入缸中, 冷却器后进入一号吸收塔 (即氧化塔) 前的放酸器如有液封自动放酸装置应檢查放酸情况是否很正常。

(5) 在天气寒冷的时候应防止由于冷却水結成的冰速融化跌碎玻璃管, 因此在适当的时候將冰速除去, 冰冻严重时, 可停开冷却水。

(六) 吸收塔部分:

(1) 正常開車时, 循环泵前后考克应开启。

(2) 根据氨流量来調节噴淋流量, 氨流量大, 噴淋考克开大。

(3) 进一号塔 (氧化塔) 的輔助空气考克, 应根据情况开大, 或开小, 或不开。

(4) 氧化及吸收塔的循环液体, 应加以冷却以利吸收。

(5) 循环泵运转不使空转，以免损坏机件，并应经常加油。

(6) 每 15 分钟由 2 号塔取酸测定比重。

(7) 硝酸到达比重 1.27~1.30 浓度为 43~49% (温度 20°C 为标准) 即可放酸，放酸数量根据氨流量来决定，放酸时必须戴防护用品。

(8) 补给水由最后一只吸收塔加入 (根据情况也可由一号塔加入)，并根据放酸数量来调节加水数量，设有废酸回收吸入管路时，应先加废酸，不足时再加水。

注意事项:

(1) 经常查看设备使用情况有无破裂漏气的情况，并及时修理。

(2) 循环冷却液体温度勿使过高。

(七) 尾气吸收塔部分:

(1) 经常察看吸收塔上面视孔的鼓泡高度，用打碱液管路上的考克来控制，使鼓泡适度，太高易泛滥，太低吸收差。

(2) 适当安置出料液水封管的浸没度，避免锅中冒黄烟或塔底有积水现象。

(3) 每隔 15 分钟放去酸罐中存酸一次，如有液封自动放酸装置，应检查放酸情况是否正常。

(4) 在开车时捕酸器内有碱液，须先放在一盛器中。不得与废酸混合。

(5) 每锅新碱液在吸收 8 小时后取样，测定余碱量，当余碱量在 3~4% 时调换新碱液。

(6) 如用固体烧碱，应在前一天先用水溶解好，测定成

分，不高于35%；吸入鍋中时，应將脚子留下，不得加入鍋中。

(7)随时注意碱液循环泵运转情况，經常加油。

(8)出料时鍋中必須留存一部分料，加新碱时勿太滿。

3. 正常性停車:

(1)先关闭液氮瓶凡而，再关闭稳压桶总凡而，如停車時間較長，应將氮瓶上的皮管接头拆去。

(2)用热水冲淋氨稳压桶將氨盡量气化，保持3~4公斤/平方厘米表压，待表压降低至0.5公斤/平方厘米时，关闭进氧化爐的氨气凡而。

(3)將空气流量降低至点火时用的格数，繼續鼓风約15分鐘。

(4)在鼓风5分鐘后，准备放硝酸。

(5)关冷却噴淋水。

(6)先关去最后一只吸收塔的循环泵，然后逐步关至最前一只，同时由2号塔放酸（如設備中从酸泵管路放酸者2号循环泵至酸放好，然后关掉）。

(7)关去尾气吸收的碱液循环泵。

(8)如1号塔的輔助空气開車时开启，这时应关好考克。

(9)將廢热爐后面的快速冷却器前后皮管放开，流去积水。

(10)关闭控制空气流量的考克，关鼓风机馬达。

注意事項:

(1)使氨稳压桶內氨气化用尽，以防日后产生高压。

(2) 关闭氨气凡而后，必须继续鼓风，以驱尽氧化氨气体。

(3) 停鼓风机前先將廢热爐后放酸皮管开放。

4. 突然停动力电或意外事故：

(1) 立即关闭进氧化爐氨气凡而并停止灌气，注意必须先关氨气凡而，再做其他工作，否则易生危险。

(2) 放开廢热爐后放酸皮管，关冷却噴淋水。

(3) 关鼓风机及循环泵馬达。

(4) 將鼓风机的凡而关闭。

五、安全与防护技术

(1) 操作人员应穿戴防护眼镜、橡皮手套、围身、口罩等用具。

(2) 氨含量控制勿使超过规定，当氨含量在18.5~32%之間，即具有爆炸的危险。

(3) 鉛網在反应中，应保持鮮紅，不可使发亮或呈暗紅色。

(4) 用氨气点火时，必须使鉛管中的空气驅尽。

(5) 氨气能使眼睛发燒流泪等，必须注意操作，尽量防止，在严重的情况应到新鮮空气处休息片刻。

(6) 液态氨灼伤皮肤时应先用水冲患处，然后可用稀醋酸及酒石酸液洗滌。

(7) 液氨和氨气瓶不能曝晒在日光下，以免温度过高压力增大发生危险。

(8) 搬运液氨或氨气瓶时，必须仔細，不可撞击，尤其