

日产 1000 吨 氮 厂
1740 吨 尿素

操作手册

第一分册

1976

出版说明

本手册系根据法国赫尔蒂公司 (HEURTEY INDUSTRIES) 为我国有关的工厂提供的《操作手册》翻译出版的。

从赫尔蒂公司所引进的、以石脑油或天然气为原料的日产 1000 吨氨、1740 吨尿素厂, 分别采用丹麦托普索技术 (脱碳采用意大利 G. V. 技术) 和荷兰斯塔米卡朋技术。本手册按石脑油为原料编制, 对我国类似工厂亦有一定的参考价值。

原手册分为五册, 即: 合成氨、尿素, 公用工程、辅助工程和安全, 开工准备及图纸。为方便使用, 现分四册出版, 而将有关图纸印成三册分别作为第一、二、三分册的图集。

本手册在石化部和有关省市的领导下, 由大连工学院、安庆石油化工厂建设指挥部、江苏省南京栖霞山化肥厂建设指挥部和广州石油化工厂建设指挥部负责组织翻译出版工作, 并承安徽大学、广东化工学院、安徽省石油化工设计院、南京化学工业公司设计院和湖北省化工设计院等许多单位及有关同志协助, 在此表示感谢。

应当指出, 由于资本主义制度唯利是图和技术垄断的本性, 原手册的内容很不完整, 编制也不严谨。为此, 我们作了一些修订。并加了必要的注释, 但限于水平, 在译印中还会存在一些缺点和错误, 欢迎批评指正。

希各单位将本手册作为内部资料管理使用。

一九七六年八月

前 言

1. 这几本操作手册（氨装置，界外工程，尿素装置）的内容包括全厂开车和正常操作的说明，是有关人员在其完成本职工作时所必需的工艺知识。

为此，这些操作说明是根据类似工厂所取得的经验写成。不过，在开车或其以后的操作过程中，也许需要稍加修改，以适应当时具体条件。

在开车过程中，如果对某些特殊设备或操作的某些特殊步骤需要更详细的说明，则由赫尔蒂公司和中技公司技术人员会议一致同意后提出。

手册中给出的指标并非合同值，须在工厂投产后才可肯定或修改。

2. 显然，这些工厂的实际开车阶段是从转化工序投料开始，但是我们决定在这本手册里包括一些有关的操作，它们虽在转化投料之前进行，但却是随后投料操作的一部分。特别是这些操作：

- a, 转化用氮气升温
- b, 转化炉内进行氨裂解
- c, 脱碳系统的准备
- d, 脱硫工序用氢气升温。

毛主席语录

领导我们事业的核心力量是中国共产党。

指导我们思想的理论基础是马克思列宁主义。

备战、备荒、为人民。

中国人民有志气、有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

自力更生为主，争取外援为辅，破除迷信，独立自主地干工业、干农业、干技术革命和文化革命，打倒奴隶思想，埋葬教条主义，认真学习外国的好经验，也一定研究外国的坏经验——引以为戒，这就是我们的路线。

目 录

前 言

第 一 章 予脱硫	(1)
1. 物料的主要特性	(1)
1.1 原料石脑油 的 规格	(1)
1.2 重油 规格	(2)
1.3 加氢 气体	(2)
1.4 予脱硫后 的 石脑油	(3)
1.5 消耗量 及 产品量	(3)
1.6 工艺参 数	(3)
2. 重要说明	(4)
3. 工艺流程及催化剂	(4)
4. 设备清单	(7)
5. 开车程序	(8)
5.1 一般 说明	(8)
5.2 高压 部分	(8)
5.3 低压 部分	(10)
6. 停车程序	(11)
6.1 正常停车以及正常停车后 的 开车	(11)
6.2 事故停车以及 事 故后 的 开车	(13)
7. 操作说明	(14)
7.1 加氢反应 器 的 操作	(14)
7.2 汽提塔 的 操 作	(16)
7.3 主要参 数 的 予期值	(16)

7.4	报警值	(18)
7.5	控制分析项目	(18)
7.6	钴钼催化剂的再生	(18)
7.7	催化剂的卸出	(19)
8.	图纸清单	(19)
第二章	终脱硫、转化、变换	(20)
1.	主要特性	(20)
1.1	产品	(20)
1.2	消耗量	(21)
2.	原理	(23)
2.1	一段转化	(23)
2.2	二段转化	(23)
2.3	一、二段转化总合	(23)
2.4	脱硫	(24)
2.5	变换	(24)
3.	流程说明	(24)
3.1	终脱硫	(24)
3.2	转化(总述)	(26)
3.3	一段转化	(29)
3.4	二段转化	(29)
3.5	变换	(30)
3.6	各种催化剂简单说明	(31)
4.	设备清单	(31)
4.1	终脱硫	(31)
4.2	转化	(32)
4.3	变换	(34)
5.	开车程序	(34)
5.1	准备工作	(34)
5.2	开车一般说明、转化	(35)
5.3	还原用气体	(36)
5.4	总结	(38)

5.5	一段转化炉 F1201 对流段盘管的保护	(47)
5.6	废热锅炉 H1201 和 D1201	(48)
5.7	一段转化炉	(50)
6.	停车程序	(53)
6.1	提 要	(53)
6.2	计划停车	(53)
6.3	事故停车	(55)
7.	正常操作	(56)
7.1	概 述	(56)
7.2	终脱硫	(57)
7.3	转化工序	(58)
7.4	操作指标	(60)
7.5	附图清单	(62)
8.	图纸清单	(62)
第 三 章	脱碳和甲烷化	(76)
1.	主要特性	(76)
1.1	低变炉来的工艺气体	(76)
1.2	进吸收塔的工艺气体	(76)
1.3	出吸收塔的工艺气体	(77)
1.4	进甲烷化的工艺气体	(77)
1.5	出甲烷化的气体	(77)
1.6	本工号出口工艺气体	(78)
2.	方法原理	(78)
2.1	脱 碳	(78)
2.2	甲 烷 化	(78)
3.	流程说明	(78)
3.1	脱 碳	(78)
3.2	甲 烷 化	(81)

4. 设备清单.....	(82)
5. 开车程序.....	(85)
5.1 脱碳部分.....	(85)
5.2 甲烷化.....	(87)
6. 停车程序.....	(88)
6.1 计划停车.....	(88)
6.2 事故停车.....	(88)
7. 操作说明.....	(89)
7.1 予期主要操作指标.....	(89)
7.2 报警值.....	(90)
7.3 化学控制.....	(92)
兴 G. V. 脱碳溶液起泡原因和控制.....	(92)
8. 图纸清单.....	(94)
第四章 合成和冷冻	(95)
1. 主要特性.....	(95)
1.1 液氨.....	(95)
1.2 高压锅炉给水.....	(95)
1.3 吹出气及弛放气.....	(95)
1.4 新鲜合成气.....	(96)
1.5 锅炉给水.....	(96)
1.6 冷却水.....	(96)
1.7 氮气.....	(96)
2. 方法原理.....	(97)
3. 流程说明.....	(97)
3.1 合成回路.....	(97)
3.2 冷冻回路.....	(98)
3.3 氨库.....	(99)
4. 设备清单.....	(99)

5. 开车程序.....	(103)
5.1 一般说明.....	(103)
5.2 合成工序的开车.....	(103)
6. 停车程序.....	(112)
6.1 一般说明.....	(112)
6.2 短期停车.....	(112)
6.3 快速停车.....	(113)
6.4 较长时期停车.....	(114)
7. 操作说明.....	(115)
7.1 一般说明.....	(115)
7.2 合成部分.....	(115)
7.3 冷冻系统.....	(124)
8. 停车后的开车.....	(128)
8.1 一般说明.....	(128)
8.2 不使用开工加热炉的开车.....	(129)
8.3 使用开工加热炉的开车.....	(130)
9. 事故处理.....	(131)
9.1 一般说明.....	(131)
9.2 合成回路的自动联锁.....	(131)
10. 图纸清单.....	(132)
第五章 氨吸收	(137)
1. 主要特性.....	(137)
1.1 去氨库液氨.....	(137)
1.2 净化后的吹出气和弛放气.....	(137)
1.3 蒸汽冷凝液.....	(137)
1.4 进入 1600 工号的吹出气和弛放气.....	(138)
1.5 冷却水.....	(138)
1.6 中压蒸汽.....	(138)

2. 原理	(138)
3. 流程说明	(138)
4. 设备清单	(140)
5. 开车程序	(140)
5.1 吸收塔充压	(141)
5.2 水循环	(141)
5.3 蒸馏系统的开车	(141)
6. 停车程序	(142)
6.1 计划停车	(142)
6.2 事故停车	(142)
7. 正常操作	(142)
7.1 予期操作指标	(142)
7.2 报警	(143)
7.3 化学控制	(144)
8. 停车后的开车	(144)
9. 图紙清单	(145)
第六章 自动联锁系统	(146)
1. 二段转化炉脱扣停车	(146)
2. 合成回路脱扣停车时予脱硫和终脱硫的还原气的供应	(146)
3. 工艺气的放空	(147)
4. 吸收塔 C1401 中液位过高	(148)
第七章 电气	(149)
第八章 仪表	(155)
第九章 分析方法	(230)
第一部分 予脱硫	(230)
第二部分 终脱硫和转化	(231)
1. 引言	(231)
2. 分析项目	(232)
3. 分析方法提要	(233)
(1) 石脑油的硫含量	(233)

(2) 气体的硫含量	(233)
(3) 气体成分	(234)
(4) 烟道气成分	(234)
(5) 汽碳比	(234)
(6) 转化气的 CH_4 量	(234)
(7) 燃料气的热值	(234)
(8) 燃料气的密度	(234)
(9) 空气的氯含量	(235)
(10) 石脑油的氯和铅含量	(235)
4. 附录	(235)
(1) 拉内镍法测定石脑油的含硫量	(235)
(2) 一段转化进料汽碳比的测定和计算	(241)
第三部分 变换	(245)
第四部分 脱碳	(245)
1. 溶液中 K_2O 浓度的测定	(246)
2. 贫液碳化指数的测定	(246)
3. 氨基乙酸浓度的测定	(246)
4. 溶液中钒含量的测定	(247)
5. CO_2 含量的测定	(248)
第五部分 合成	(250)
1. 氨合成塔出口气体水汽浓度测定	(251)
2. 自动分析记录	(251)
第六部分 氨吸收	(254)
附件:	(256)
ASTM D216—54 天然汽油 馏程测定法	(256)
ASTM D381—70 喷射蒸发法测定燃料中的实际胶质	(266)
ASTM D941—55 利普金双毛细管比重瓶测	

	定液体密度和比重的 方法	(276)
ASTM D1226—62T	石油产品和液化石油气中 含硫量暂行测定方法 (灯法)	(284)
ASTM D1319—70T	荧光指示剂吸附法测定液 体石油产品中的烃类型	(309)
ASTM D1368—64	基准参考燃料痕量烷基铅 化合物的标准测量方法	(318)
ASTM D1945—64	气相色谱分析天然气…	(322)
ASTM D2427—67	用气相色谱测定气油中从 C ₂ 到C ₅ 的烃类……	(347)
UOP 395—66	低硫馏分总氯含量的测定 法	(359)

附图:

开工回路	1000AD09~14	
开工程序	1000AD15	
氨厂单一联锁系统图	1000NS55.....	(368)
氨厂安全联锁系统图	(377)
主要设备一览表	(385)

第一章 予 脱 硫

工号 1100

1、物料的主要特性

1.1, 原料石脑油的规格 (根据合同)

• 密度 (15°C)	0.7644 (最大 0.77)
• A.P.I. 比重指数	54.5
• A.S.T.M. 馏程:	
初沸点	48°C (最大 60°C)
5%	76°C
10%	89°C
20%	109°C
30%	125°C
40%	138°C
50%	151°C (最大 160°C)
60%	164°C
70%	175°C
80%	189°C
90%	202°C
95%	211°C
终沸点	225°C (最大 240°C)
• 总硫量	0.0433% (重量)
• 硫醇含量	0.0005% (重量)

• 铅	10 ppb, (最大 20 ppb)
• 砷	4 ppb, (最大 20 ppb)
• 铜	20 ppb (最大 20 ppb)
• 氯	5 ppm (最大 10 ppm)
• 高热值	110,39 千卡/公斤
• 低热值 (计算值)	10300 千卡/公斤
• 碳氢比 C/H	85.47/14.53 (最大 6.0)
分子量	122

下列石脑油组成作为制定工艺条件的基础:

• 正辛烷 C_8H_{18}	19%
• 正壬烷 C_9H_{20}	38%
• 丙基环己烷 C_9H_{18}	30%
• 乙苯	13%

1.2, 重油规格 (根据合同)

• 比重 d_4^{20}	0.9700
• 盐含量	126 毫克/升
• 倾点	45—48°C
• 含硫量	1.5~2.0% (重量) *
• 残碳量	16.67% (重量)
• 灰分	0.0298% (重量)
• 低热值	9500~10,000 千卡/公斤
• 界区进口温度	120°C
• 界区进口压力	1 Kg/cm ² (表)
• 界区进口粘度	恩氏 55° (在 122°C 时)
• 钒含量	最大 50 ppm,
• 镍和钠含量	最大各 20 ppm,

1.3, 加氢气体

● 原文为 1.5/2°C %

从合成氨回路来的吹出气

H_2	62.15%
N_2	20.70%
Ar	3.95%
CH_4	13.00%
NH_3	0.20%

1.4, 予脱硫后的石脑油

• 密度 (15°)	0.7644 (最大 0.77)
• A、P、I. 比重指数	53.5
• 硫含量	10PPM

1.5, 消耗量及产品量 (参见所附工艺流程种图和物料平衡)

• 原料石脑油	23,008 公斤/时
• 重油	
• 吹出气	4215 公斤/时
• 中压锅炉给水	630 公斤/时
• 予脱硫后石脑油	22715 公斤/时

1.6, 工艺参数 (参见所附工艺流程图和物料平衡)

予脱硫加氢反应器——D1101

• 压力	29 Kg/cm ² (表)
• 温度	380°C
• 石脑油流量	22,992 公斤/时
• 吹出气流量	8633 标准米 ³ /时

硫化氢汽提塔——C1101

• 压力 (塔顶)	6 Kg/cm ² (表)
• 温度: 进料塔盘处	170°C
底部塔盘处	220°C
塔顶物流	130°C

• 流量: 进料	22,924 公斤/时
塔底流量	22,715 公斤/时
塔顶物流	5,320 公斤/时
汽提出的气体	187 标准米 ³ /时

2, 重要说明

本工序的目的在于降低原料石脑油的硫含量使其能进入终脱硫工序。

本章所提供的产品产量和消耗量的数字,如同其它工序任何产品的有关数字一样都是正常生产时的预期数字。关于予脱硫部分可参见其工艺流程图和物料平衡。

3, 工艺流程及催化剂

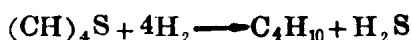
在予脱硫的过程中,石脑油中的各种有机硫化物经催化转化成硫化氢,然后用蒸馏* 的办法将硫化氢除去。加氢转化和汽提过程是全厂工艺过程的第一步,在此除去原料石脑油中所含 433 ppm (重量) 硫的大部分。予脱硫工序并不能把石脑油中硫含量降低到足以防止蒸汽转化催化剂中毒的程度,因此还必须采用终脱硫。

在终脱硫工序中,残余的有机硫化物进一步催化加氢转化,生成的硫化氢随后用氧化锌吸收掉。由于采用了予脱硫,氧化锌的耗用量是有限的。

加氢转化反应器中的催化剂是 HTAS 厂制造的钴钼催化剂。它能催化下述反应:



● 即汽提



(噻吩)

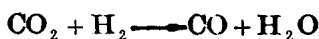


等等……

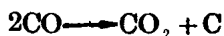
此处 R 代表烷基。

除了上述硫化物的加氢反应外，钴钼催化剂还能使烯烃加氢成饱和烃，有机氮化物也可在一定程度上转化成氨和饱和烃类。

如果加氢气体中含有 CO 和 CO₂，可发生下列反应：



在 CO 浓度很高的情况下，还可发生歧化反应：



这样，碳便以碳黑形式而可能沉积在催化剂上。

如果催化剂处于硫化物状态，则象甲烷化反应一样，歧化反应不会在催化剂表面上发生。但在进料加热系统仍然可能发生歧化反应，并在反应器的进口那一层催化剂上沉积出碳来。

推荐的催化剂的操作温度约 380℃，，温度低于 350℃ 时加氢转化的效果不好，温度高于 400℃ 时，聚合与结焦的倾向将增加。

进料中总应含有氢气，虽然几分钟内没有氢气还不会损害催化剂，但是延长无氢操作时间，将会使催化剂上严重结焦，以致需要对催化剂进行再生。

催化剂是以氧化物状态供货的，而其最佳活性状态是在其硫化之后才能获得。硫化态的催化剂是易燃的，在温度高于 100℃ 时不得暴露在空气中。