

# 浓硝酸装置硝酸镁在线再生的工艺探讨

宋颖克

(河南神马尼龙化工公司,河南 平顶山 467013)

**摘要:**通过对浓硝酸装置浓酸管线和塔尾气管线的改造后,浓硝酸装置的运行周期由 60 天提高到 120 天以上,大大降低了开停车带来的能源平摊消耗,但是至运行周期后期时,含硝偏高和硝酸镁再生又成为困扰长周期运行的又一工艺问题,工艺管理人员和操作人员在生产中不断探索,通过硝酸镁的在线再生和一系列工艺调整,为因长周期生产中出现含硝高的问题提供了一些行之有效的解决措施。

**关键词:**浓硝酸;硝酸镁再生;含硝高

【DOI】10.12231/j.issn.1000-8772.2020.27.323

## 1 引言

河南神马尼龙化工公司有 2 万吨/年的浓硝酸装置一套,其采用硝镁法制取浓硝酸,通过浓硝酸管线和塔尾气管线改造后,浓硝酸的运行周期由 60 天提高到了 120 天以上,大大降低了因开停车造成的能源平摊消耗,同时降低因开停装置和检修时造成的安全事故的概率。随着运行周期的延长,稀硝酸镁含硝偏高,硝酸镁需要停车再生又成为困扰长周期运行的又一工艺问题。为了解决上述问题,工艺管理人员通过不断查阅资料,又结合装置运行实际需要,创新性的提出硝酸镁在线再生的课题,经过在生产中不断摸索,形成了一套安全、可靠的硝酸镁在线操作法,再加上降低浓硝酸镁浓度、稳定中压蒸汽压力和定期清洗硝酸镁加热器等工艺措施,有效的解决了随着生产周期末期出现的含硝高的问题。

## 2 硝酸镁纯度对生产系统的影响

生产周期末期,硝酸镁纯度降低是含硝高的直接原因,传统的浓硝酸生产过程中,当化验室分析稀硝酸镁浓度高时,常规的方法是停车将生产系统内的硝酸镁溶液全部退出至硝酸镁沉降槽进行静止再生,由此可见,硝酸镁的纯度对含硝高低有着决定性作用。

硝酸镁是硝镁法生产浓硝酸的脱水剂,在浓硝酸生产过程中,硝酸镁溶液在系统循环过程中,随着时间的延长会逐渐积累多种杂质,这些杂质有的以可溶性硝酸盐的形式存在,有的以不溶物的形式存在于硝酸镁溶液中。它们的存在都会不同程度地降低硝酸镁的脱水效果,从而对浓硝酸的精馏过程产生不良影响。硝酸钙脱水能力差,随着其浓度的累积,势必会影响硝酸镁的脱水性,硝酸的铵盐、铁盐、铬盐、镍盐及氯化物等由于没有脱水能力,随着杂质含量增加会严重影响硝酸镁的脱水效果。不溶性的硅酸盐,除了影响脱水效果外,还会与各种杂质一起沉降并附着于硝酸镁的各个容器和管道内,影响换热、调节、流通等化工功能。系统中各种杂质的浓度累积达到一定的程度,可严重降低硝酸镁的脱水效果,恶化生产工艺,对产量、成品酸质量及各种消耗形成严重影响,甚至无法正常生产。

## 3 硝酸镁再生方法的探讨

### 3.1 硝酸镁再生的现状

国内传统的硝酸镁再生方法有两类:(1)压滤法,所谓压滤法再生硝酸镁,就是在压滤机中用高精度毛毡过滤硝酸镁溶液,达到净化硝酸镁的目的。(2)沉降法,是浓硝酸生产行业脱除硝酸镁溶液中杂质的主流方法,常规的硝酸镁再生方法是,在停车状态下,将系统硝酸镁溶液全部退出至沉降槽,稀释至 35%wt 以下进行静置分层再生,再生效果一般。

### 3.2 硝酸镁在线再生的探讨

本文进一步讨论并优化沉降法硝酸镁再生方法。为了打破硝酸镁再生停车的局限性,我们在生产中通过不断的探索,创新性的提出在不停车的状态下,从稀硝酸镁循环槽中退出部分硝酸镁溶液进行稀释再生,并将硝酸镁溶液稀释浓度由传统再生的 35%wt 进一步降低至 15%wt,在硝酸镁沉降槽中进行静置再生,再生合格后浓缩至 55%左右补回系统内循环使用,如图 1 所示。

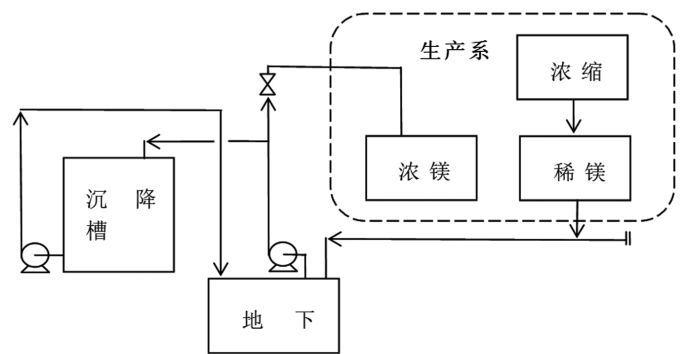


图 1

除上述硝酸镁溶液在线再生外,硝酸镁地下槽或者沉降槽应备用系统镁量的 3-5%(约 6t),目的有两个:其一,以在系统镁杂质含量高时,随时可补入系统内来降低运行镁溶液的杂质含量,以达到降低镁溶液含硝高的问题;其二,可以退出相应的镁量进行稀释静置再生,以便回补。本装置在运行周期末期时,稀硝酸镁含硝较高时,可以通过硝酸镁在线再生的方法,降低稀硝酸镁含硝量,避免因稀镁含硝造成装置停车而带来的能源消耗和安全不稳定因素。下表是浓硝酸装置运行周期后期通过硝酸镁在线再生后的中压蒸汽消耗和稀镁含硝对比:

项目	SM 消耗 (t/tHN)	稀镁含硝(平均值)
9 月	1.406	0.010
10 月	1.579	0.20
11 月	1.613	0.28
12 月	1.496	0.07

(注:从 11 月中旬开始进行硝酸镁在线再生,历时 20 天完成两轮硝酸镁在线再生和回补,第二轮再生回补系统后,稀镁含硝明显降低。)

这种方法不仅解决了由于体积原因,硝酸镁沉降槽无法容纳系统退出的全部镁溶液的问题,更打破了只有停车才能再生的局限性。该再生方法不仅不影响正常生产,而且再生效果良好。该操作法可以根据生产需要随时进行硝酸镁再生,实现硝酸镁再生的常态化操作,降低系统硝酸镁的杂质含量,减少能源消耗和浪费。