

ICS 13.030.20  
CCS Z 05

# 团 体 标 准

T/CIECCPA 037—2023

## 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用 技术标准

Technical standard for clean recovery and recycled use of waste acid from  
stainless steel pickling process

2023 - 08 - 22 发布

2023 - 08 - 25 实施

中国工业节能与清洁生产协会 发布

CFECCPA

## 目 次

前 言	I
引 言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 基本要求	4
4.1 场地、设施要求	4
4.2 设备要求	4
4.3 贮存和运输要求	5
4.4 接收、检测配置要求	5
4.5 人员配置要求	5
5 废硫酸的回收及循环利用	6
5.1 蒸发结晶法	6
5.2 裂解再生法	6
5.3 游离酸吸附法	7
5.4 扩散渗析法	8
5.5 络合沉淀法	9
6 废混酸的回收及循环利用	9
6.1 喷雾焙烧法	10
6.2 游离酸吸附法	10
6.3 扩散渗析法	11
7 废盐酸的回收及循环利用	12
7.1 硫酸置换法	12
7.2 喷雾焙烧法	13
7.3 游离酸吸附法	14
7.4 扩散渗析法	15
7.5 蒸发结晶法	16
8 施工与安装	17
8.1 一般规定	17
8.2 土建施工	17
8.3 防腐蚀工程施工	17
8.4 设备安装	17
8.5 管道安装	18
8.6 衬砖及砌筑	18
9 调试与考核	19
9.1 调试	19
9.2 考核	20
10 运行与维护	20
11 安全与环保	21
11.1 安全	21

11.2 环保.....	21
图 1 废硫酸蒸发结晶法工艺流程图.....	5
图 2 废硫酸裂解再生法工艺流程图.....	21
图 3 废硫酸游离酸吸附法工艺流程图.....	7
图 4 废硫酸扩散渗析法工艺流程图.....	8
图 5 废硫酸络合沉淀法工艺流程图.....	8
图 6 废混酸喷雾焙烧法工艺流程.....	9
图 7 废混酸游离酸吸附法工艺流程图.....	10
图 8 废混酸扩散渗析法工艺流程图.....	11
图 9 废盐酸硫酸置换法工艺流程.....	12
图 10 废盐酸喷雾焙烧法工艺流程.....	13
图 11 废盐酸游离酸吸附法工艺流程图.....	14
图 12 盐酸废液膜处理法工艺流程图.....	14
图 13 盐酸废液蒸发结晶工艺流程图.....	15
表 1 罐体设备的安装精度.....	16
表 2 焙烧炉砌体的允许偏差.....	17

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规定起草。

本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国工业节能与清洁生产协会提出并归口。

本文件起草单位：中冶南方工程技术有限公司、斯瑞尔环境科技股份有限公司、秦皇岛朗逸达环保科技有限公司、扬州佳境资源环保有限公司、中南大学、长葛市金汇再生金属研发有限公司、钢研工程设计有限公司。

本文件主要起草人：丁煜、毛敏、曹勇飞、钱藏藏、张贺玉、武智瑛、张临苏、李炳余、孙伟、岳彤、尚广浩、朱心冰、张震林、杨绿、邓向辉、高俊峰、张小艳、王军、郭金仓、常勤学、吴宗应、庞道雄、贾阳、李登稳、郭旻、侯达文、张春生、戴维杰。

本文件为首次发布。

## 引 言

本文件的发布机构提请注意，声明符合本文件时，可能涉及到第 6.1.2.2 及 7.2.2.2 与“一种不锈钢混酸废液再生酸工艺”（ZL201911459327.X）<sup>①</sup>和“一种文丘里预浓缩器混合液浓度可调的盐酸废液再生系统”（ZL201620249587.4）<sup>②</sup>相关的专利的使用。

本文件的发布机构对于专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件发布机构保证，他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下，就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下方式获得：

专利持有人姓名：①中冶南方工程技术有限公司；②中冶南方工程技术有限公司。

地址：①湖北省武汉市东湖新技术开发区大学园路33号；②湖北省武汉市东湖新技术开发区大学园路33号。

请注意除上述专利外，本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

# 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用技术标准

## 1 范围

本文件规定了不锈钢酸洗废酸的术语和定义、基本要求、废硫酸的回收及循环利用、废混酸的回收及循环利用、废盐酸的回收及循环利用、施工与安装、调试与考核、运行与维护、安全与环保等要求。

本文件适用于钢铁企业新建、扩建、改建的不锈钢酸洗机组产生的废酸清洁回收及循环利用设施的工程建设、运行和维护管理。本文件也适用于钢铁企业新建、扩建、改建的碳钢酸洗机组产生的废酸清洁回收及循环利用设施的工程建设、运行和维护管理。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2894 安全标志及其使用导则
- GB 6067 起重机械安全规程
- GB 6222 工业企业煤气安全规程
- GB/T 8488 耐酸砖
- GB/T 11651 个体防护装备选用规范
- GB 12348 工厂企业厂界环境噪声排放标准
- GB 13456 钢铁工业水污染物排放标准
- GB 18597 危险废物贮存污染控制标准
- GB/T 25197 静置常压焊接热塑性塑料储罐（槽）
- GB 28665 轧钢工业大气污染物排放标准
- GB/T 37581 不透性石墨设备腐蚀控制工程全生命周期要求
- GB 50011 建筑抗震设计规范
- GB 50016 建筑设计防火规范
- GB 50019 工业建筑供暖通风与空气调节设计规范
- GB 50046 工业建筑防腐蚀设计规范
- GB 50054 低压配电设计规范
- GB 50057 建筑物防雷设计规范
- GB 50058 爆炸和火灾危险环境电力装置设计规范
- GB 50093 自动化仪表工程施工及质量验收规范
- GB 50116 火灾自动报警系统设计规范

- GB 50140 建筑灭火器配置设计规范
- GB 50168 电气装置安装工程电缆线路施工及验收规范
- GB 50184 工业金属管道施工及验收规范
- GB 50204 混凝土结构工程施工质量验收规范
- GB 50205 钢结构工程施工质量验收规范
- GB 50211 工业炉砌筑工程施工及验收规范
- GB 50212 建筑防腐工程施工规范
- GB 50224 建筑防腐工程施工质量验收规范
- GB 50235 工业金属管道工程施工规范
- GB 50236 现场设备、工业管道焊接工程施工规范
- GB 50254 电气装置安装工程低压电器施工及验收规范
- GB 50275 风机、压缩机、泵安装工程施工及验收规范
- GB 50309 工业炉砌筑工程质量验收规范
- GB 50406 钢铁工业环境保护设计规范
- GB 50414 钢铁冶金企业设计防火规范
- GB 50506 钢铁企业节水设计规范
- GB 50632 钢铁企业节能设计规范
- GB 50666 混凝土结构工程施工规范
- GB 50683 现场设备、工业管道焊接工程施工质量验收规范
- GB 50726 工业设备及管道防腐工程施工规范
- GB 50755 钢结构工程施工规范
- GB 50974 消防给水及消火栓系统技术规范
- GBZ1 工业企业设计卫生标准
- GBZ2 工业场所有害因素职业接触限值
- HG/T 2370 石墨制化工设备技术条件
- HG 20571 化工企业安全卫生设计规范
- HG/T 20640 塑料设备
- HG/T 20677 橡胶衬里化工设备设计规范
- HG/T 20696 玻璃钢化工设备设计
- HJ 2025 危险废物收集贮存运输技术规范

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

不锈钢酸洗 stainless steel pickling

用硫酸、盐酸或混酸等将不锈钢表面的氧化层去除掉，同时对不锈钢表面进行钝化处理，提高不锈钢材料的耐蚀性。

### 3.2

**不锈钢酸洗废酸 waste acid from stainless steel pickling**

俗称“不锈钢酸洗废酸”，是指不锈钢酸洗机组生产过程中排放的含有铬、镍、铁等金属离子的废酸液。

### 3.3

**混酸 mixed acid**

硝酸和氢氟酸的混合物。

### 3.4

**废混酸 waste mixed acid**

不锈钢酸洗机组混酸酸洗段排放的含有铬、镍、铁等金属离子的混酸废液。

### 3.5

**废硫酸 waste sulfuric acid**

不锈钢酸洗机组硫酸酸洗段排放的含有铬、镍、铁等金属离子的硫酸废液。

### 3.6

**废盐酸 waste hydrochloric acid**

不锈钢酸洗机组盐酸酸洗段排放的含有铬、镍、铁等金属离子的盐酸废液。

### 3.7

**全酸 total waste acid**

包含游离酸和化合酸在内的全部废酸。

### 3.8

**喷雾焙烧法 spraying and roasting technology**

通过雾状形式向焙烧炉内喷入废酸，在高温环境下进行化学反应，生成再生酸和金属氧化物粉的方法。

### 3.9

**再生酸 regenerated acid**

将包括游离酸和化合酸在内的废酸通过物理、化学方法转化生成的酸。

### 3.10

**回收酸 recycled acid**

将废酸中的游离酸通过物理方法分离回收得到的酸。

## 4 基本要求

### 4.1 场地、设施要求

4.1.1 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施宜靠酸洗机组就近布置。

4.1.2 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施应与不锈钢酸洗机组同时设计、同时施工、同时投入使用。

4.1.3 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施设计应采用先进、成熟、安全、可靠的技术、工艺和设备，并宜符合下列规定：

- a) 设计能力应与所服务不锈钢酸洗机组的处理能力相匹配。
- b) 废酸处理应优先考虑源头减量和循环回用。
- c) 设备和材料选用应满足工作条件和环境要求。
- d) 工艺设备和控制系统的装备水平宜满足自动化、信息化、智能化的要求。

4.1.4 主体设施应按废酸接收贮存区、回收酸贮存区、废酸清洁回收生产区、固体产品贮存区等功能区域进行布置，并宜符合下列规定：

- a) 废酸接收贮存区应设置接收、检测、贮存等单元。
- b) 废酸清洁回收生产区应包括处置、回收、二次污染防治等单元。
- c) 固体产品贮存区应包括贮存、打包、环境除尘等单元。
- d) 贮存区、生产区应设置安全喷淋装置，并配备防护用具。
- e) 贮存区、生产区应设置固定式危险气体泄漏检测及报警装置、通信装置和视频监控系统。

4.1.5 贮存区、生产区防腐蚀设计，应满足介质的耐腐蚀性，并符合 GB 50046 中的规定。

### 4.2 设备要求

4.2.1 废酸清洁回收及利用设施的设备和材料，应满足介质的耐腐蚀性、温度、强度和刚度要求，还应符合下列规定：

- a) 内衬耐酸砖应符合 GB/T 8488 的有关规定；
- b) 玻璃钢设备应符合 HG/T 20696 的有关规定；
- c) 改良性聚丙烯（PPH）设备应符合 GB/T 25197 和 HG/T 20640 的有关规定；
- d) 钢衬胶设备应符合 HG/T 20677 的有关规定。
- e) 不透性石墨设备应符合 GB/T 37581 和 HG/T 2370 的有关规定。

4.2.2 基础自动化系统(L1)应包括电气传动控制和仪表控制，应采用可编程序控制器（PLC）或集散控制系统（DCS）。

4.2.3 当发生紧急事故时，自动控制系统应自主启动安全应急连锁控制程序并紧急停车，紧急停车应符合下列规定：

- a) 紧急停车区域应按工艺生产关联的密切程度划分，与触发点密切相关的设备应划分到同一区域；
- b) 紧急停车系统应由安全继电器或安全可编程序控制器（PLC）构成的硬件电路组成；
- c) 紧急停车状态应人工确认后手动解除，且解除后不能导致相关设备的自动重新启动。

4.2.4 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施的用电负荷宜按二级负荷确定，低压供配电系统应满足该负荷等级的要求并应符合 GB 50054 的有关规定。

4.2.5 调速电机宜采用全数字交流变频调速设备控制，恒速电机宜采用电动机控制中心控制，容量大于等于 75kW 的恒速电机宜采用软启动装置控制。

4.2.6 废酸清洁回收及利用设施应有配套的挥发性气体回收系统，对装置中产生的挥发性废气应集中收集、净化处理。

4.2.7 处理设备应采取噪声控制，噪声应满足 GB 12348 的要求。

### 4.3 贮存和运输要求

4.3.1 不锈钢酸洗废酸的贮存和运输应符合 HJ 2025 中的规定。

4.3.2 废酸储罐和回收酸（或再生酸）储罐每种数量不宜少于 2 座。

4.3.3 贮存区域应设置收集、存储和排除积液措施，存液容积不应小于最大一台贮存设备的容积。

4.3.4 贮存区域应保持通风，按 GB 2894 的要求设置警告标志，并配有符合 GB 50016 及相关标准规定的消防设施。

4.3.5 禁止将不相容（相互反应）的废酸在同一贮存或运输设备内混装，不相容的（相互反应）的废酸应分开贮存，并设有隔断设施。

### 4.4 接收、检测配置要求

4.4.1 应满足不锈钢酸洗废酸处理工艺对应的废酸进厂标准，预验收和接收程序。

4.4.2 检测实验室应根据酸洗废酸处理工艺的要求，配置相应的检测人员和仪器设备。

4.4.3 厂区外部每批接收的废酸都应符合《危险废物转移联单管理办法》，并填写进厂废酸信息单，应及时归档。

### 4.5 人员配置要求

4.5.1 主管技术人员应具备相关工作经验并具有相关专业中级及以上技术职称。

4.5.2 操作人员应符合以下规定：

- a) 操作人员应通过安全技术教育和培训，经过考试合格后持证上岗，新培训的员工不可单独上岗。
- b) 操作人员应熟悉生产工艺流程、运行控制参数、设备规格及处理处置作业流程。
- c) 操作人员应具备检查和判断设备安全运行及事故预警能力，并熟知事故现场应急处置方案。
- d) 操作人员数量应满足机组控制和现场巡检基本要求。
- e) 操作人员应按 GB/T 11651 的要求穿戴和使用防护装备。

4.5.3 应当设置安全生产管理机构或者配备专职安全生产管理人员。

4.5.4 应当配置熟悉机组设备检修维护的机械工程师和熟悉系统控制程序的电气工程师。

## 5 废硫酸的回收及循环利用

### 5.1 蒸发结晶法

#### 5.1.1 原理

根据金属硫酸盐在硫酸溶液中溶解度随硫酸浓度和温度的变化，利用蒸汽加热浓缩废硫酸，再经过低温冷却结晶，实现废硫酸中金属硫酸盐和游离酸的分离。

#### 5.1.2 工艺流程

预热后的废硫酸经蒸发浓缩后送至结晶器结晶，固液分离得到回收硫酸和金属硫酸盐水合结晶物，回收硫酸供给酸洗循环利用。冷凝液送回酸洗机组配酸使用。工艺流程图见图1（以三效蒸发为例）。

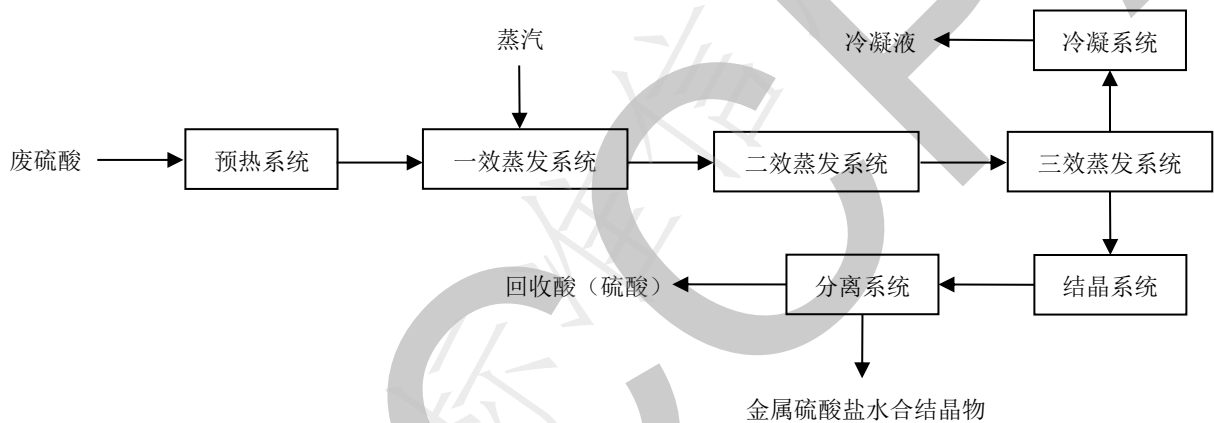


图1 废硫酸蒸发结晶法工艺流程图

#### 5.1.3 主要工艺参数

工艺参数如下（以三效蒸发为例）：

一效蒸发温度：130°C~150°C；

二效蒸发温度：90°C~110°C；

三效蒸发温度：70°C~90°C；

结晶温度：-10°C~35°C。

#### 5.1.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括预热器、蒸发器、真空机组、冷凝器、结晶器、分离器。

#### 5.1.5 产品指标

回收酸：硫酸浓度 $\geq 35\%$ ，金属离子 $\leq 45\text{g/L}$ 。

## 5.2 裂解再生法

### 5.2.1 原理

废硫酸经高温裂解生成金属氧化物和二氧化硫等，二氧化硫催化转化为三氧化硫后再经吸收生成硫酸回用。

### 5.2.2 工艺流程

废硫酸在反应炉高温焙烧后产生含有二氧化硫的高温烟气和金属氧化物副产品，高温烟气经过除尘、洗涤净化、干燥后，在催化转化过程中使二氧化硫转化为三氧化硫，三氧化硫再经吸收生成硫酸产品回用，尾气经处理后达标排放。工艺流程图见图2。

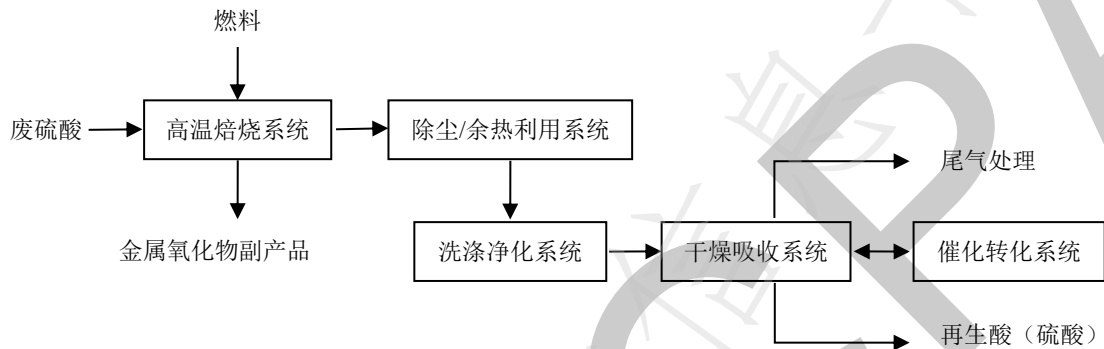


图2 废硫酸裂解再生法工艺流程图

### 5.2.3 主要工艺参数

反应炉的温度不应低于800℃。

转化器入口处，二氧化硫气体含量不低于5%（体积分数）。

### 5.2.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括反应炉、除尘器、洗涤器、干燥塔、转化器、吸收塔、脱硫塔等。

### 5.2.5 产品指标

再生酸：硫酸全酸回收率 $\geq 90\%$ 。

金属氧化物副产品：金属回收率 $\geq 97\%$ 。

## 5.3 游离酸吸附法

### 5.3.1 原理

废硫酸经过滤后通过离子交换树脂床，游离酸将被吸附在树脂床中，金属盐类不会被吸附而流出，待树脂床吸附饱和后通入水(纯水)脱附树脂床上的游离酸，实现游离酸与金属盐的分离。

### 5.3.2 工艺流程

废硫酸经过预处理装置去除较大的固体颗粒后，再经过微过滤器进行二次过滤，然后进入离子交换树脂吸附罐，金属盐溶液直接排出离子交换树脂吸附罐进入含盐废水储罐并进行后续处理，离子交换树脂床层吸附饱和后用水（纯水）反冲脱附树脂床吸附的游离酸，回收后的游离酸回用于生产工艺中。工艺流程图见图3。

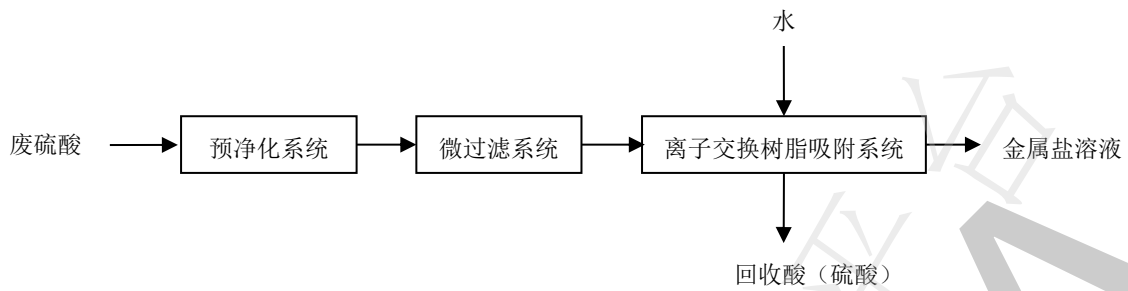


图3 废硫酸游离酸吸附法工艺流程图

### 5.3.3 主要工艺参数

离子交换树脂吸附温度： $4^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ 。

主过滤器孔径： $1\mu\text{m}\sim 5\mu\text{m}$ 。

微过滤器孔径： $0.1\mu\text{m}\sim 1\mu\text{m}$ 。

### 5.3.4 主要工艺设备

主要设备包括主过滤器、微过滤器、离子交换树脂床。

### 5.3.5 产品指标

回收酸：游离酸回收率 $\geq 90\%$ ，金属离子去除率 $\geq 75\%$ 。

## 5.4 扩散渗析法

### 5.4.1 原理

废硫酸中的 $\text{H}^+$ 和 $\text{SO}_4^{2-}$ 在浓度差的推动下选择性地透过阴离子交换膜，实现金属硫酸盐溶液和游离酸的分离。

### 5.4.2 工艺流程

废硫酸经预处理后，进入扩散渗析系统，在膜组件两侧溶质浓度差的驱动下，实现金属硫酸盐溶液和游离酸的分离，产生的回收硫酸返回酸洗机组循环利用，金属硫酸盐溶液需进一步处理。工艺流程图见图4。

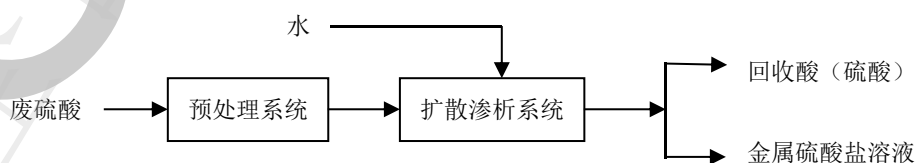


图4 废硫酸扩散渗析法工艺流程图

### 5.4.3 主要工艺参数

进扩散渗析装置的废硫酸SS $\leq$ 3mg/L。

污染指数SDI值 $\leq$ 5。

#### 5.4.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括预处理装置、扩散渗析装置。

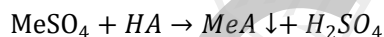
#### 5.4.5 产品指标

回收酸：游离酸回收率 $\geq$ 80%，金属离子去除率 $\geq$ 90%。

### 5.5 络合沉淀法

#### 5.5.1 原理

废硫酸中的金属离子与络合剂中的弱酸阴离子配位形成固体沉淀物析出，SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>和络合剂中的H<sup>+</sup>生成硫酸回用。



注：A——络合剂中的弱酸阴离子。

#### 5.5.2 工艺流程

根据废硫酸中金属离子浓度，按比例投加络合剂，反应生成难溶物，再经沉淀、过滤等将其去除，获得再生硫酸溶液。工艺流程图见图5。

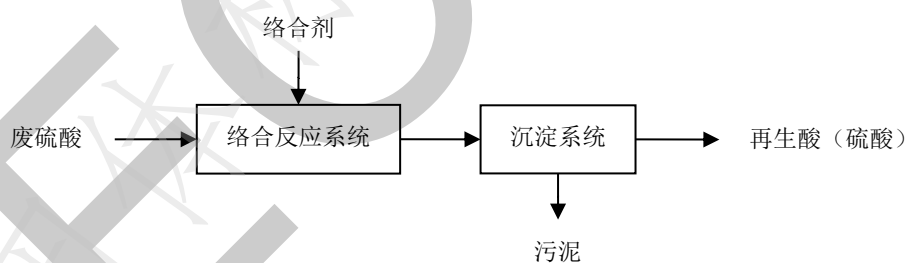


图5 废硫酸络合沉淀法工艺流程图

#### 5.5.3 主要工艺参数

废硫酸中硫酸浓度 $<$ 200g/L。

#### 5.5.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括反应装置、沉淀装置。

#### 5.5.5 产品指标

再生酸：硫酸全酸回收率 $\geq$ 90%，金属离子去除率 $\geq$ 80%。

## 6 废混酸的回收及循环利用

## 6.1 喷雾焙烧法

### 6.1.1 原理

含有硝酸和氢氟酸的废混酸通过在高温环境下的蒸发及高温热水解作用，生成HF、NO<sub>x</sub>、HNO<sub>3</sub>和金属氧化物，HF、NO<sub>x</sub>、HNO<sub>3</sub>经转化吸收得到再生混酸。

### 6.1.2 工艺流程

废混酸经过预浓缩系统浓缩后进入焙烧炉，在炉内发生高温热水解反应，生成的金属氧化物从炉底排出，同时含HF、NO<sub>x</sub>等的高温烟气经过预浓缩系统除尘和降温冷却后，在吸收塔内被转化吸收生成再生混酸，尾气则进一步通过烟气净化氧化系统和尾气脱硝系统处理达标后排放。工艺流程图见图6。

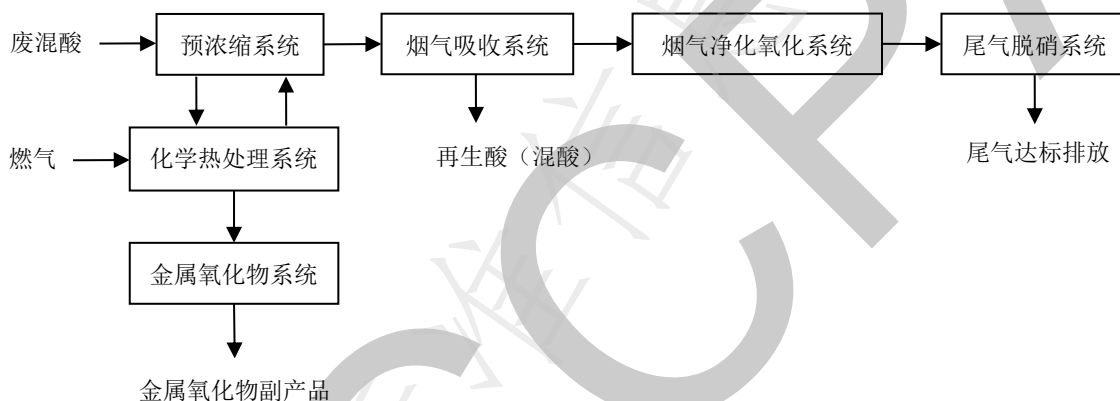


图 6 废混酸喷雾焙烧法工艺流程

宜在预浓缩系统中设置酸置换装置。

### 6.1.3 主要工艺参数

焙烧温度：500℃~800℃。

焙烧炉顶部温度：280℃~320℃。

焙烧炉顶部压力：(-0.20) kPa ~ (-1.00) kPa。

### 6.1.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括焙烧炉、预浓缩器、吸收塔、洗涤塔、冷却塔、氧化塔、脱硝装置、过滤器、废气风机等。

### 6.1.5 产品指标

再生酸：硝酸全酸回收率≥60%，氢氟酸全酸回收率≥97%，金属离子浓度≤3g/L。

金属氧化物副产品：金属回收率≥97%。

## 6.2 游离酸吸附法

### 6.2.1 原理

废混酸经过滤后通过离子交换树脂床，游离酸将被吸附在树脂床中，金属盐类不会被吸附而流出，待树脂床吸附饱和后通入水(纯水)脱附树脂床上的游离酸，实现游离酸与金属盐的分离。

### 6.2.2 工艺流程

废混酸经过预处理装置去除较大的固体颗粒后，再经过微过滤器进行二次过滤，然后进入离子交换树脂吸附罐，金属盐溶液直接排出离子交换树脂吸附罐进入含盐废水储罐并进行后续处理，离子交换树脂床层吸附饱和后用水（纯水）反冲脱附树脂床吸附的游离酸，回收后的游离酸回用于生产工艺中。工艺流程图见图7。

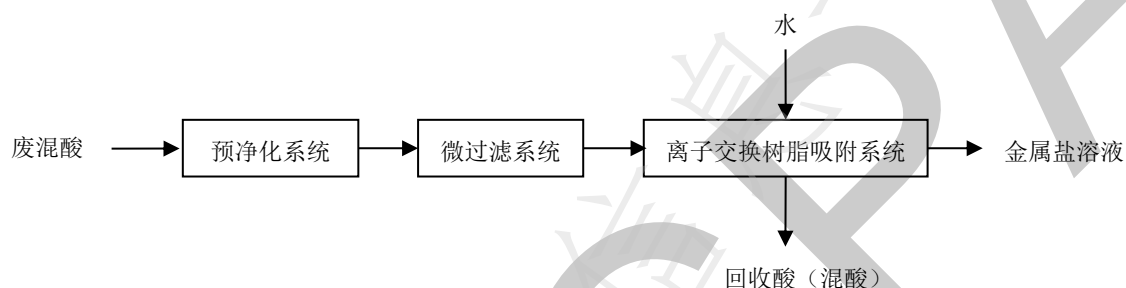


图7 废混酸游离酸吸附法工艺流程图

### 6.2.3 主要工艺参数

离子交换树脂吸附温度：4℃~60℃。

主过滤器孔径：1μm~5μm。

微过滤器孔径：0.1μm~1μm。

### 6.2.4 主要工艺设备

主要设备包括主过滤器、微过滤器、离子交换树脂床。

### 6.2.5 产品指标

回收酸：游离酸回收率≥90%，金属离子去除率≥75%。

## 6.3 扩散渗析法

### 6.3.1 原理

废混酸中的H<sup>+</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、F<sup>-</sup>在浓度差的推动下，选择性地透过阴离子交换膜，实现金属硝酸盐、金属氟化物和游离酸的分离。

### 6.3.2 工艺流程

废混酸经预处理后，进入扩散渗析装置，在膜组件两侧溶质浓度差的驱动下，实现金属盐溶液和游离酸的分离，产生的回收混酸返回酸洗机组循环使用，金属盐溶液需进一步处理。工艺流程图见图8。

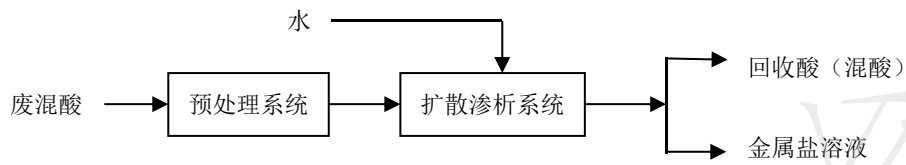


图 8 废混酸扩散渗析法工艺流程图

### 6.3.3 主要工艺参数

污染指数SDI值 $\leq 5$ 。

### 6.3.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括预处理装置、扩散渗析装置。

### 6.3.5 产品指标

回收酸：游离硝酸回收率 $\geq 80\%$ ，游离氢氟酸回收率 $\geq 40\%$ ，金属离子去除率 $\geq 90\%$ 。

## 7 废盐酸的回收及循环利用

### 7.1 硫酸置换法

#### 7.1.1 原理

根据HCl易挥发性可加速金属氯化物与浓硫酸高效置换的特点，利用金属硫酸盐低温结晶析出的特性，将废盐酸置换再生，形成再生盐酸及硫酸盐副产品的处理方法。

#### 7.1.2 工艺流程

经除杂、预热后的废盐酸在蒸发浓缩装置中强制循环换热以实现气液分离、浓缩，达到饱和后送入硫酸置换装置与定量浓硫酸反应，生成HCl气体和硫酸盐溶液，HCl气体被吸收形成再生盐酸，尾气则通过烟气洗涤系统处理后达标排放，硫酸盐溶液在结晶系统中生成硫酸盐水合结晶物，剩余的硫酸盐溶液则被送入母液浓缩系统浓缩后重返硫酸置换系统使用。工艺流程图见图9。

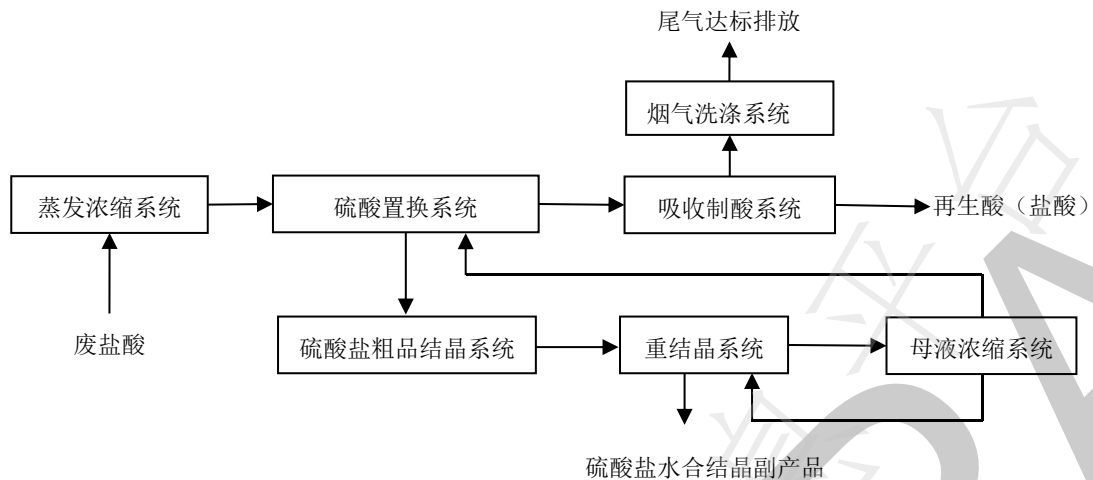


图9 废盐酸硫酸置换法工艺流程

### 7.1.3 主要工艺参数

蒸发浓缩溶液温度：60℃~110℃。

硫酸置换气相、液相温度：100±2℃、110±2℃。

吸收制酸真空度：-40 kPa。

粗品重结晶温度：65±2℃。

母液浓缩温度：90±2℃。

### 7.1.4 主要工艺设备

主要设备包括蒸发器、分离器、冷凝器、硫酸置换器、真空机组、结晶器、吸收器、洗涤塔等。

### 7.1.5 产品指标

再生酸：盐酸全酸回收率≥90%；

副产品：硫酸亚铁（FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O）含量≥87%，游离酸含量≤2%。

## 7.2 喷雾焙烧法

### 7.2.1 原理

废盐酸在焙烧炉中发生高温热水解反应，生成HCl和金属氧化物，HCl经吸收得到再生盐酸。

### 7.2.2 工艺流程

废盐酸经过预浓缩系统浓缩后进入焙烧炉，在炉内发生高温热水解反应，生成的金属氧化物从炉底排出，同时含HCl等的高温烟气经过预浓缩系统除尘和降温冷却后，在吸收塔内被吸收生成再生盐酸，尾气则进一步通过烟气净化系统处理达标后排放。工艺流程图见图10。

预浓缩系统宜采用酸液浓度可调的预浓缩器。

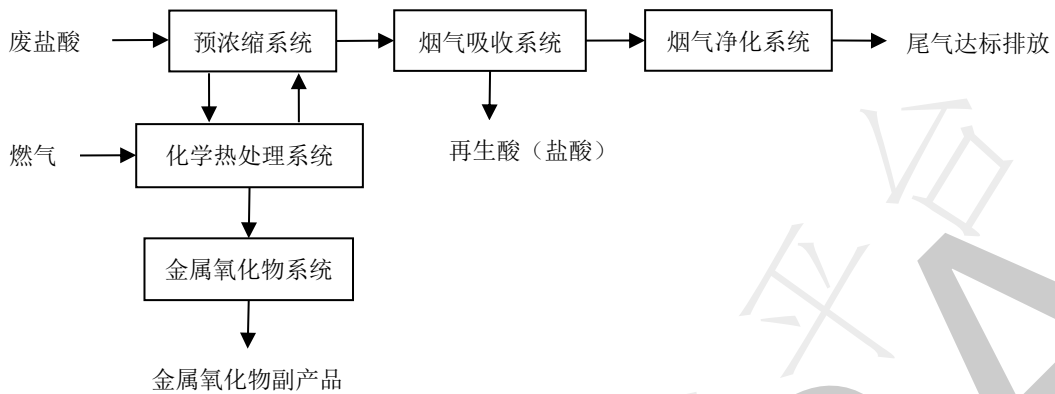


图10 废盐酸喷雾焙烧法工艺流程

### 7.2.3 工艺参数

焙烧温度：500°C~800°C。

焙烧炉顶部出口温度：380°C~450°C。

焙烧炉顶部出口压力：-0.20 kPa ~-1.00kPa。

### 7.2.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括焙烧炉、双旋风分离器、文丘里预浓缩器、吸收塔、文丘里洗涤器、洗涤塔、过滤器和废气风机等。

### 7.2.5 产品指标

再生酸：盐酸全酸回收率 $\geq 97\%$ ，金属离子浓度 $< 3\text{g/L}$ 。

金属氧化物副产品：金属回收率 $\geq 97\%$ 。

## 7.3 游离酸吸附法

### 7.3.1 原理

利用离子交换树脂选择性吸附的特性，通过吸附和脱附工艺过程实现游离酸与金属盐溶液的分离。

### 7.3.2 工艺流程

废盐酸经过预处理装置去除较大的固体颗粒后，再经过微过滤器进行二次过滤，然后进入离子交换树脂吸附系统，金属盐溶液直接通过离子交换树脂床后排出并进行后续处理，游离酸在离子交换树脂床层吸附饱和后用水反冲脱附完成回收。工艺流程图见图11。

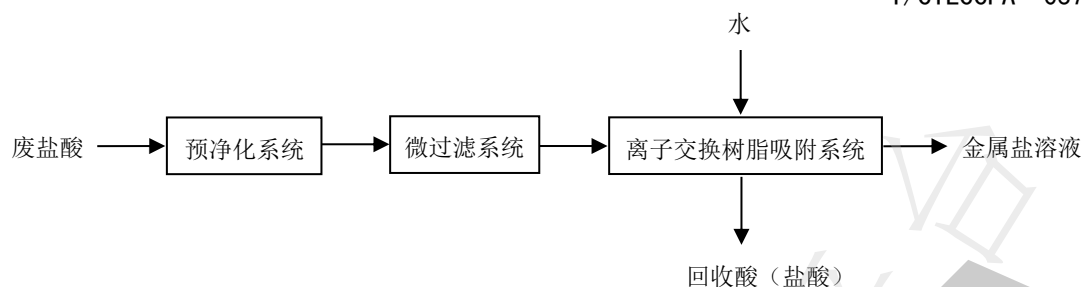


图11 废盐酸游离酸吸附法工艺流程图

### 7.3.3 主要工艺参数

离子交换树脂吸附温度：4°C~60°C。

主过滤器孔径：1 $\mu$ m~5 $\mu$ m。

微过滤器孔径：0.1 $\mu$ m~1 $\mu$ m。

### 7.3.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括主过滤器、微过滤器、离子交换树脂床。

### 7.3.5 产品指标

回收酸：游离酸回收率 $\geq$ 90%，金属离子去除率 $\geq$ 70%。

## 7.4 扩散渗析法

### 7.4.1 原理

废盐酸中的H<sup>+</sup>、Cl<sup>-</sup>在浓度差的推动下，选择性地透过阴离子交换膜，实现金属氯化物和游离酸的分离。

### 7.4.2 工艺流程

废盐酸经预处理后，进入扩散渗析装置，在膜组件两侧溶质浓度差的驱动下，实现金属盐溶液和游离酸的分离，产生的回收盐酸返回酸洗机组循环使用，金属盐溶液需进一步处理。工艺流程图见图12。

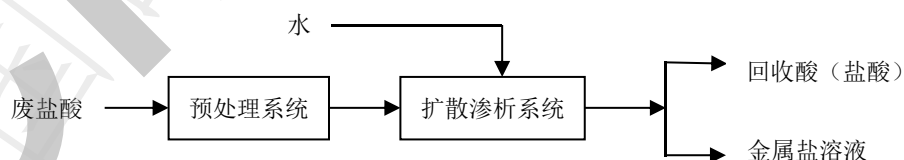


图12 盐酸废液膜处理法工艺流程图

### 7.4.3 主要工艺参数

污染指数SDI值 $\leq$ 5。

### 7.4.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括预处理装置、扩散渗析装置。

#### 7.4.5 产品指标

回收酸：游离酸回收率 $\geq 80\%$ ，金属离子去除率 $\geq 90\%$ 。

### 7.5 蒸发结晶法

#### 7.5.1 原理

根据金属氯化盐的溶解度及盐酸易蒸发特性，利用蒸汽间接加热废盐酸，将其中的游离盐酸及水分蒸发实现对氯化盐的浓缩，再经过脱水分离，实现废盐酸中金属氯化盐和游离盐酸的分离。

#### 7.5.2 工艺流程

废盐酸经预热、蒸发浓缩后送至结晶系统，结晶后脱水分离得到金属氯化盐结晶。蒸发系统产生的蒸汽经冷凝后产生盐酸回收。工艺流程图见图13（以单效蒸发为例）。

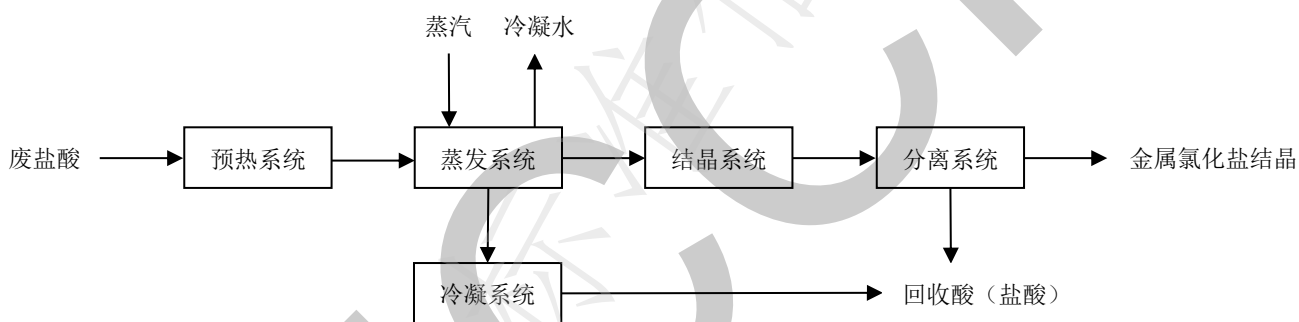


图 13 盐酸废液蒸发结晶工艺流程图

#### 7.5.3 工艺参数

蒸发结晶法处理盐酸废液工艺参数如下（以单效蒸发为例）：

预热器温度： $60^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$ ；

蒸发温度： $110^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ ；

冷凝器温度： $20^{\circ}\text{C}\sim 45^{\circ}\text{C}$ 。

#### 7.5.4 主要工艺设备

主要工艺设备包括预热器、蒸发器、结晶分离器、冷凝器等。

#### 7.5.5 产品指标

回收酸：游离酸回收率 $\geq 97\%$ ，金属离子浓度 $\leq 2\text{g/L}$ 。

## 8 施工与安装

### 8.1 一般规定

- 8.1.1 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施的施工应符合现行国家相关标准的技术要求。
- 8.1.2 工程施工中所使用的设备、材料、器件等应符合国家相关标准，并具备产品合格证。
- 8.1.3 建设过程中产生的废渣、废水、噪声及其它污染物排放应严格执行国家环境保护法规和标准的有关规定。
- 8.1.4 大型设备的安装与站房结构的施工之间存在交叉作业、穿插施工时，开工前应单独编制施工方案。
- 8.1.5 下道工序应在上道工序检查验收合格后开始施工。
- 8.1.6 塑料设备、玻璃钢设备、衬胶设备等安装应制定并实施成品、半成品的防火防冻保护措施。
- 8.1.7 电气装置施工应符合 GB 50254 和 GB 50168 的有关规定。
- 8.1.8 自动化仪表工程的施工应符合 GB 50093 的有关规定。

### 8.2 土建施工

- 8.2.1 混凝土结构施工应符合 GB 50204 和 GB 50666 的有关规定。
- 8.2.2 钢结构工程施工应符合 GB 50755 和 GB 50205 的有关规定。
- 8.2.3 防腐蚀面层基层处理及要求应符合 GB 50212 的有关规定。
- 8.2.4 有防腐蚀要求的建筑地面施工完成后应进行蓄水试验。
- 8.2.5 有防腐蚀要求的设备基础的平整度应小于 5/1000。

### 8.3 防腐蚀工程施工

- 8.3.1 施工区域应设置禁火区，并施行禁火区动火管理制度。
- 8.3.2 施工前应制定职业健康防控措施。
- 8.3.3 建筑防腐蚀工程施工应符合 GB 50212 和 GB 50224 的有关规定。

### 8.4 设备安装

- 8.4.1 罐体设备安装宜在设备所在厂房上部框架结构施工前进行。
- 8.4.2 钢衬胶（塑料）设备、玻璃钢设备和塑料设备上不应动火作业。
- 8.4.3 罐体设备焊接应符合 GB 50236 和 GB 50683 的有关规定。
- 8.4.4 泵、风机等设备安装应符合 GB 50275 的有关规定。
- 8.4.5 立式换热器、料仓、酸储罐、塔器等罐体设备的安装精度应符合表 1 规定。

表 1 罐体设备的安装精度

序号	项目	允许偏差 (mm)
1	标高	±10
2	横/纵向中心线	±15

3	垂直度	1/1000 且 $\geq 15$
---	-----	--------------------

## 8.5 管道安装

8.5.1 金属管道施工应符合 GB 50235 和 GB 50184 的有关规定。

8.5.2 不锈钢管道施工应符合下列要求：

- 不锈钢管道安装时,表面不得出现机械损伤,使用钢丝绳、卡扣搬运或吊装时,钢丝绳、卡扣等不得与管道直接接触,应采用对管道无害的橡胶或木板等软材料进行隔离;
- 用于不锈钢管道法兰的非金属垫片,其氯离子含量不得超过50ppm;
- 不锈钢管道组件与碳钢材质的支承件之间应垫入不锈钢垫片或非金属垫片,非金属垫片的氯离子含量不得超过50ppm。

8.5.3 非金属管道施工应符合下列要求：

- 管道施工前应按设计要求核对管材,并对进场管材进行外观检查,符合要求方可使用;
- 应采用适合设计管材的专用机具;
- 管材连接作业工艺文件应根据设计文件和材料技术文件编制。

## 8.6 衬砖及砌筑

8.6.1 设备衬砖应符合下列规定：

- 耐火材料、防腐材料的品种、规格、等级和理化指标应符合设计要求;
- 不定型耐火材料、结合剂和耐火陶瓷纤维及制品,应分别保管在防潮和防污染的仓库内;有防冻要求的材料,应采取防冻措施;
- 树脂、固化剂、稀释剂等材料应密闭存放在阴凉、干燥、通风的仓库内,并应防火;
- 耐酸砖(板)、耐酸耐温砖(板)使用前应挑选、清洁和干燥,重要部位宜预先排版;
- 设备衬管的施工应在设备本体衬砖前进行,衬管及周围胶泥不应突出法兰衬胶表面;
- 配料釜、反应釜、酸储罐衬砖施工应符合GB 50726的有关规定。

8.6.2 裂解炉、焙烧炉、回转窑砌筑应符合下列规定：

- 砌筑时,工作环境温度不应低于5℃。当施工环境温度低于5℃时,应采取加热保温措施;
- 燃烧室部位砌筑前应先制作燃烧室模板,模板应具有防止捣打过程中位移的措施;
- 砌体内的孔洞、通道、膨胀线以及隔热层的构造应符合设计要求;
- 砌体的砖缝厚度不应大于2 mm;
- 砌体的允许偏差应符合表2的规定;

表 2 焙烧炉砌体的允许偏差

序号	项目		允许偏差 (mm)
1	垂直偏差		3/1000 且 $\geq 15$
2	炉体内表面平整度		5
3	线尺寸偏差	圆形炉膛内半径偏差 内径 $\geq 4m$ 内径 $< 4m$	$\pm 15$ $\pm 10$

	拱和拱顶的跨度	±10
--	---------	-----

- f) 燃烧室部位的砌体应从烧嘴向炉内方向砌筑，通道尺寸应符合设计要求。燃烧室的中心线应和烧嘴中心线保持一致；
- g) 捣打料搅拌、捣打、养护应符合施工说明书要求。捣打前铺料应均匀，每层铺料厚度宜为80mm~100mm，捣固体应密实；
- h) 炉子砌筑施工应符合GB 50211和GB 50309的有关规定。

## 9 调试与考核

### 9.1 调试

9.1.1 调试应分为单机试车、冷试车、热试车和试运行四个阶段，并应在前一阶段试车合格后进行下一阶段试车。

9.1.2 调试方案应根据调试阶段编写，调试方案应包括调试内容、调试方法、调试步骤、调试测量和检验设备、调试小组联络体制、危险源清单及对策措施和突发事故应急预案等；各阶段调试过程应形成记录。

9.1.3 单机试车时，旋向、润滑、温升、震动等应符合设计要求，连续运行时间应符合设备特性和设备技术要求。

9.1.4 单机试车应符合下列规定：

- a) 单机试车前应清理安装现场，清除系统内杂物，悬挂“警示牌”，做好安全防范，并应对设备填充润滑油脂进行检查和补充。
- b) 单机试车顺序应为先手动、后电动，先点动、后连续，先低速、后中速、最后高速。

9.1.5 冷试车应具备下列条件：

- a) 确认供配电系统正常；
- b) 各类管线试压、冲洗完成并验收合格；
- c) 各种能源介质符合系统运行要求；
- d) 站房内消防、火灾报警、通讯、安全喷淋等设施正常使用；
- e) 对设备安全保护装置进行检查；
- f) 投入相关的安全连锁和报警；
- g) 在模拟状态下完成自动功能的测试。

9.1.6 冷试车阶段应完成下列工作：

- a) 初步设定系统内各项工艺运行参数；
- b) 检查并验证系统内的各种仪表、控制阀门等；
- c) 检查并验证机组在冷态下的各种控制程序；
- d) 检查急停开关的工作情况；
- e) 检查各设备、管道是否有足够的热变形空间；

- f) 参加试车的各班组操作人员均接受轮训，在现场实地进行开车、停车、事故处理和调整工艺操作条件的模拟操作演练，并考核合格后方可上岗。

#### 9.1.7 热试车阶段应完成下列工作：

- a) 应检查系统进液，检测机械设备是否正常，管路系统是否工作正常；
- b) 应调整电气控制系统，达到最佳运行状态；
- c) 应检查系统的仪表控制，并调整使系统仪表设定值达到最佳；
- d) 应调整仪表和可编程序控制器（PLC）设备。

#### 9.1.8 试运行阶段应完成下列工作：

- a) 应优化并确定机组的工艺运行参数，使系统在试运行状态下获得合适的工况和最佳的运行状态；
- b) 应优化机组试运行状态下的控制程序。

### 9.2 考核

#### 9.2.1 考核前应制定考核计划，并应包括下列内容：

- a) 考核的前提条件；
- b) 考核的项目、保证值及考核方法；
- c) 组织体制及人员配置；
- d) 安全措施；
- g) 考核记录表。

#### 9.2.2 最终考核验收应符合下列规定：

- a) 冷试车及热试车的工作应全部完成；
- b) 机组应经一段时间试运行，连续运转正常，具备考核条件的系统进行性能考核。

#### 9.2.3 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施性能考核时间宜为连续运行 72h 以上。

#### 9.2.4 考核前连续运行时间不应少于 6h；系统考核时间不应少于 24 h。

#### 9.2.5 系统性能考核应包括系统处理能力、回收率、主要产品酸浓度、副产品指标和排放指标。

## 10 运行与维护

#### 10.1 运行与维护应建立技术规程、操作规程和应急预案。

#### 10.2 运行期间应定期巡检，并应作好相应记录。

#### 10.3 进入危险化学品区域内应佩戴人身安全防护器具。

#### 10.4 进入噪声、震动较大的区域内，操作人员应佩戴相应的防护用品。

#### 10.5 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施的运行控制应符合下列规定：

- a) 系统的实际处理量应控制在设计能力的85%~115%的范围内；
- b) 系统停止运行24h以上时，停机前应用水替代废酸进行操作将设备中的废酸置换后才允许进入停机操作过程；

- c) 系统停运24h以上后重新投入生产时，应用水代替废酸操作让设备逐渐升温到设定温度后才允许切换成酸操作模式的生产状态。

10.6 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施的维护应符合下列规定：

- a) 应建立设备档案，制定设备检修维护规程、检修维护计划；
- b) 应按设备检修维护规程进行日常检查和维护；
- c) 应按设备检修维护规程、检修维护计划进行定期的专业检查和维护。

## 11 安全与环保

### 11.1 安全

11.1.1 安全设计应符合下列规定：

- a) 防火、防爆及煤气安全应符合GB 6222的有关规定；
- b) 电气安全设计应符合GB 50057和GB 50058的有关规定；
- c) 建（构）筑物的抗震设计应符合GB 50011的有关规定；
- d) 安全标志的设置应符合GB 2894的有关规定；
- e) 运输、装卸与起重安全技术措施应符合GB 6067的有关规定。

11.1.2 操作人员应严格遵守安全操作规程。

11.1.3 建筑物、消防设施等的设计应符合 GB 50016、GB 50974 和 GB 50414 的有关规定。

11.1.4 灭火器的配置应符合 GB 50140 的有关规定。

11.1.5 火灾自动报警系统的设计应符合 GB 50116 的有关规定。

### 11.2 环保

11.2.1 废气排放指标应符合 GB 28665 的有关规定。

11.2.2 系统生产过程中产生的废水应经综合处理后，送到生产工艺中循环使用，如无法循环使用的，应进行无害化处置，排放指标应符合 GB 13456 的有关规定。

11.2.3 生产过程中产生的污泥等废渣在企业内的临时贮存应符合 GB 18597 的有关规定，应交由有相应资质的废物处理机构进行处理。

11.2.4 工业卫生设计应符合下列规定：

- a) 防尘、防毒、防窒息技术措施应符合现行国家职业卫生标准《工业企业设计卫生标准》GBZ1的有关规定。工作场所中有害因素的浓度应符合现行国家职业卫生标准《工业场所有害因素职业接触限值》GBZ2的有关规定；
- b) 噪声和局部振动防护设施的设置应符合现行国家职业卫生标准《工业场所有害因素职业接触限值》GBZ2的有关规定；
- c) 防暑降温与采暖设计应符合GB 50019的有关规定；
- d) 站房区域的卫生防护设施应符合HG 20571的有关规定。

11.2.5 工艺设备选型和辅助设施设计，应符合 GB 50406 的有关规定。

11.2.6 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施的节能设计应符合 GB 50632 的有关规定。

11.2.7 不锈钢酸洗废酸清洁回收及循环利用设施的给排水设计，应符合 GB 50506 的有关规定。

---