

探讨尿素合成氨装置工艺冷凝液中氨测定的方法

郭恒杰 (山西潞安煤基合成油有限公司, 山西 长治 046100)

摘要: 当前测定尿素合成氨装置工艺冷凝液中氨含量常用的方法主要有: 比色法和离子选择性电极法, 其虽然具有较高的测量精度, 但是整个测量过程非常繁琐, 对于操作人员具有非常高的专业要求, 并且所使用的测量设备价格昂贵, 给氨的有效测定造成了不利影响。本文通过将氯铂酸钾与氯化钴按照一定的比例进行混合配置出永久色列, 仅通过简单的目测就能对冷凝液中的氨含量进行检测, 进而为氨的快速检测创造了可能。

关键词: 尿素合成氨装置; 冷凝液; 氨测定

1 前言

在尿素和合成氨的生产过程中会产生一定量的工艺冷凝液, 为了降低生产成本避免浪费, 就要对工艺冷凝液进行有效的回收处理, 对其进行重复利用。在实际的生产过程中, 管壁或多或少都存在一定的渗漏情况, 这就会导致少量的氨渗漏到冷凝液中, 其通常是以游离状或铵盐的形式存在, 进而会造成冷凝液中的杂质含量升高。为了确保后续生产工作的顺利实施, 需要将冷凝液中的杂质含量控制在一定的范围内, 这就需要对其中的氨含量进行准确的检测, 进而为冷凝液的有效回收利用提供科学合理的指导。

当前, 冷凝液中氨含量的检测主要有直接比色法、蒸馏比色法以及离子选择性电极测定等方法。其中, 在比色法的测定过程中, 需要提前配置一系列浓度的标准试样, 再通过分光光度计进行相应的比色定量, 但是该方法操作非常繁琐, 需要操作人员具备较高的专业水平, 并且检测效率较低, 非常耗时; 而对于选择性电极法而言, 所采用的检测设备价格昂贵, 并且操作要求非常严格, 否则会影响检测结果的精度。总而言之, 当前常用的检测方法需要操作人员具备较高的专业水平, 并且检测时间较长, 这就会导致分析结果滞后, 严重影响后续生产工作的高效进行。

为了有效改善当前冷凝液中氨含量检测过程中存在的问题, 本文提出了一种新的检测方法, 其不需要操作人员具备较高的专业水平, 并且检测效率和精度也较高。通过将氯铂酸钾与氯化钴溶液按照一定的比例混合, 进而能够制备出一系列永久色列, 并且该种色列与纳氏比色法具有相同的对应颜色, 检测人员通过简单地目测, 就能准确快速的测定出冷凝液中的氨含量, 进而为冷凝液的回收利用提供科学合理的指导。

2 氨测定的方法

2.1 制作永久色列

2.1.1 试剂和仪器

氯铂酸钾溶液的制备: 准确称量出 1.0g 质量的化学纯氯铂酸钾, 并采用 20mL 浓盐酸进行充分的搅拌溶解, 再将其转移至 200mL 的容量瓶中, 通过水进行稀释定容, 该溶液以 A 溶液表示。

氯化钴溶液的制备: 准确称量出 3.0g 质量的化学纯氯化钴, 并将其溶解于水中, 再倒入 25mL 的浓盐酸, 然后转移至 250mL 的容量瓶中, 通过水进行稀释定容, 该溶液以 B 溶液表示。

纳氏试剂的制备: 准确称量出 3.0g 质量的化学纯氯化汞, 采用 300mL 不含氨的蒸馏水进行充分的溶解, 再准确

称量出 15.0g 质量的化学纯碘化钾, 并采用 100mL 的蒸馏水进行充分的溶解。将配置好的氯化汞溶液缓慢的倒入到碘化钾溶液中, 同时还要观察溶液的变化, 直至所生成的红色沉淀物质不再溶解为止, 此时再过量加入几滴, 最后加入 600mL 浓度为 200g/L 的氢氧化钠溶液。采取有效的密封措施, 避免外界的杂质进入其中, 进行静置过夜, 然后采用砂芯漏斗进行过滤处理后存储于棕色瓶中, 采用橡胶塞做好密封备用。

2.1.2 制作永久色列

取 8 支具有塞子的 50mL 比色管, 按照表 1 所示的比例加入上述配置好的溶液, 并采用去离子水将其稀释至 50mL, 采用蜡封的方式做好密封处理备用。

表 1 永久色列的消光值及对应的氨含量表

加入组分	1	2	3	4	5	6	7	8
A 溶液 /mL	2.5	4.8	7.8	10.0	13.4	16.1	22.4	30.8
B 溶液 /mL	0.0	0.1	0.1	0.2	0.5	0.7	0.9	1.5
水 /mL	47.5	45.1	42.1	39.8	36.1	33.2	26.7	17.7
总体积 /mL	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0
消光值 A	0.032	0.070	0.120	0.158	0.202	0.254	0.360	0.482
相当氨含量 / (mg/L)	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.40	2.00

2.2 氨测定步骤

从待回收的冷凝液管道中取试样, 由于温度会对检测结果造成一定的影响, 当试样的温度较高时, 需要采用冷水对其进行降温处理, 直至温度降为室温才能进行检测。移取 40mL 体积的试样于 50mL 的比色管中, 并加入 1.0mL 体积的纳氏试剂进行充分的混合。采用水将比色管中的液体稀释至刻度, 此时水样呈现出黄色, 这是由于试样中所含有的氨组分与纳氏试剂发生了化学反应, 生成了一定量的黄色络合物。通过将比色管的颜色与永久色列进行目测对比, 选取与其相近的永久色列就能得到试样中氨组分的含量, 其单位为 mg/L。

当试样中所含有的氨组分较高时, 所形成的黄色非常深, 无法通过永久色列进行匹配, 可以适当降低取样量, 并采用蒸馏水将其稀释至一定的倍数后, 再进行测定, 所测到的结果乘以稀释倍数即为试样中的氨含量。

2.3 氨测定方法的适用范围

在本文所论述的检测方法中, 氨与纳氏试剂能够在碱性环境中发生化学反应, 进而生成一定量的黄色络合物。通过人工能够配制与其颜色相似的色列, 其色度与氨含量之间存在一定的正比例关系。通过大量的测定实验发现, 当氨含量介于 0.02~2.00mg/L 范围内能够表 (下转第 92 页)

可行性和安全可靠，达到了设计预期目标。

根据对该井后续跟踪，同样规格抽油泵，产能得到了大幅度提高，检泵周期显著延长 23.2%，截止目前未收到因出砂导致卡泵停产事故。（见表 1）

表 1 检泵周期对比表

抽油泵规格	平均检泵周期 (d)	开井率 (%)	防砂工艺
Φ38 杆式	326.3	88.9	泵下挂防砂管
Φ38 杆式	392.0	97.5	泵上泵下防沉砂

随着机采井防沉砂工艺在塔中 A 井取得的显著效益后，此工艺开始推广应用，截止到 2020 年 12 月底，累计应用了 2 口井，后期跟踪无论是单井产能的提高还是防砂效果都取得非常显著的提高，促进了机采井采油技术的进步，具有良好的推广应用前景^[2]。

3 结论与建议

①机采井防沉砂工艺管柱在塔中油田的成功应用，验证了该工艺技术的可行性、安全性和可靠性，达到了该技术的设计预想；

②机采井工艺管柱结构简单，便于操作，实用性强，切合机采井的实际需求，具有良好的市场前景；

（上接第 89 页）反应向生成乙苯的正方向进行，干气不仅是反应物料而且也是取热介质，在干气进入催化剂床层前与上一段出来的热物料接触，干气被加热，热物料被冷却，这样，一方面达到热能的有效利用，另一方面保证了下一段反应床层的入口温度的要求，从而保证整个床层内轴向各点温度处于最佳范围，简化了反应器的结构。为了保证催化剂的活性及稳定性，只要烃化反应发生，反应温度控制越低越好。此外，干气分段进料，每一段苯乙烯分子比都大于总分子比，有利于提高乙烯转化率和生成乙苯选择性。

2.9 如何判断催化剂是否失活

①反应床层温升降低或无温升；②反应器压降明显提

（上接第 88 页）现出一定的直线关系，当采用稀释法进行测定时，在该范围内就能获得比较准确的测定数据。

3 工艺冷凝液中氨测定方法的可行性分析

采用浓度为 1.0~0.02mg/L 的氨标准溶液配置系列标准，并加入一定量的纳氏试剂进行显色反应。通过将其置于 721 型分光光度计进行测定，所采用的可见光波长为 420nm，选用尺寸为 2cm 的比色皿进行比色测定。永久色列与对应的氨含量及氨标准含量与消光值之间存在非常明显的线性关系，可以将其用于指导实际的检测工作。同时，根据检测数据可以看出，相较于后者而言，前者所具有线性关系更为显著。因此，采用本文所述方法用于测定工艺冷凝液中的氨含量是可行的，并且还具测量速度快和精度高的优点，可以在更大的范围内进行推广应用。

4 总结与讨论

①本文中所论述的永久色列法本质上是一种目视比色法，当检测样品的颜色介于两种色列之间时，对于不同的测定人员而言，或多或少都存在一定的视觉差异，这就会引入大约 ±10% 的相对误差，但是这在生产控制能够接受

③后期作业间隔时间较长，悬挂器锚定装置放在胶筒下方，预防环空沉砂砂埋；考虑到后期修井起钻，悬重势必增加，建议卡瓦设计改为单向悬挂，增加悬挂力，降低解封时的上提力；

④防沉砂抽油泵的耐压、耐高温等技术参数满足机采井要求，抽油泵设计有防气锁和防砂伞，很好地解决了采油时憋泵、卡泵的问题；

⑤实现了多级、多规格防沉砂，取得了比较理想的防砂效果，提高了单井产量，极大地延长了检泵周期，取得了良好的经济效益。

参考文献：

- [1] 刘辉等. 缝洞性碳酸盐岩储层酸压效果影响因素研究 [J]. 钻采工艺, 2013, 36(1): 53-55.
- [2] 黄世财等. 丢手悬挂防砂技术的研发和应用 [J]. 钻采工艺, 2016, 39(2): 67-69.

作者简介：

白晓飞（1969-），河南巩义人，1991 年毕业于江汉石油学院，高级工程师，主要从事采油气及井下作业相关研究工作。

高；③尾气中乙烯含量高。

催化剂的再生、反烃化反应、加热炉控制等不再赘述，当然，化学反应在外界环境发生变化时，比如上游干气量的波动，加热炉氧含量波动导致出口温度的变化等都会对该反应器里的烃化反应造成波动，从而造成产量及尾气中乙烯含量超标等，所以，加强理论学习的同时，还要加强现场实际的操作经验，理论联系实际才能创造出最大的工业价值。

参考文献：

- [1] 黄锡仁, 赵家成. 干制气乙苯生产技术的现状及前景 [J]. 合成橡胶工业, 1982(06).

的范围内；②通过数据分析，对永久色列进行蜡封作为可以永久使用的色列，其相对误差不超过 3%；③当冷凝液中的杂质含量较高时，例如，水样具有一定的颜色或者含有沉淀，采用该方法进行测定时，会引入较大的误差，因此，该方法不适用于上述水样检测。

5 结语

总而言之，为了对尿素合成氨装置工艺冷凝液中的氨含量进行有效的控制，这就需要对其进行快速精确地分析。但是当前的测定方法存在操作繁琐、测量速度慢以及检测设备价格昂贵等缺点，本文中论述了一种永久色列法，通过将其用于工艺冷凝液的测定工作中，有助于快速获取准确的氨含量，进而为后续调整措施的有效制定提供科学合理的指导。

参考文献：

- [1] 唐雪. 气氨快速测定法研究 [J]. 化工设计通讯, 2020(01): 17-18.
- [2] 张温清, 司冠儒, 李井雷, 等. 芝麻香型白酒糟醅中氨态氮的测定 [J]. 酿酒科技, 2020(01): 78-80.