

浅谈制药工业厂房工艺不锈钢管道酸洗钝化施工技术

郑海涛

中电系统建设工程有限公司 北京 214000

摘要: 本文简要介绍了制药工业厂房工艺不锈钢管道酸洗钝化施工技术, 主要包含的工艺不锈钢管道酸洗钝化的应用背景, 通过对不锈钢管道酸洗钝化的技术方案进行详细的阐述, 以及对常见的几种钝化配置方案的对比分析, 最后以一个项目为案例进行全面的描述, 较为系统和详细地阐述了制药工业厂房工艺不锈钢管道酸洗钝化施工技术。

关键词: 制药工业厂房; 工艺不锈钢管道; 除油; 酸洗; 钝化

1 技术背景阐述

制药工业厂房项目的两水一汽(纯化水、注射用水、纯蒸汽)、配料系统等系统涉及到较多的工艺304材质、316L材质的管道安装, 且对这类管道的安装质量有较高的要求。这类工艺管道出厂时为了抗氧化性内壁往往内壁涂有一层油脂, 且管道经焊接、高温加工完成后会产生黑色或黄色的氧化皮, 为了除去油脂, 且对焊缝的氧化物进行处理, 满足工艺使用需求和提供管道的使用寿命, 会对工艺管线进行酸洗钝化处理, 以保证管道满足使用质量要求, 同时延长设备的使用寿命。

2 酸洗钝化工艺

2.1 除油

不锈钢材料在酸洗或钝化之前应彻底除去表面油脂、污物及其他外来物, 清洗方法可采取溶剂清洗, 碱溶液化学清洗, 必要时还可采取电化学清洗以达到干净的表面, 所采取的方法应对材料性能无影响。(干净的表面是指将水洒在基体表面上, 表面会呈现均匀而连续的水膜, 水膜保持30S不破裂, 且表面无任何其他对零件质量有损害的异物或残留物)。

2.2 酸洗

不锈钢材料应彻底除油、酸洗。表面干净后才能进行钝化处理, 不同牌号的零件钝化处理液、工艺参数均不相同, 钝化处理溶液分为四类。

2.2.1 方案1: 中温硝酸-重铬酸钠处理溶液

溶液配比方案: 溶液中含浓度为66%的硝酸20%~25%(体积比)和(2.5±0.5)%的重铬酸钠(重量比), 温度49℃~54℃, 处理时间20min。适应材料: 高碳(含碳量等于或大于0.4%) / 高铬(含铬量等于或大于17%)牌号的不锈钢材料, 含12%~14%铬的纯铬牌号以及含较多的(0.15%以上)S或Se的材料等均可采用此方案。

2.2.2 方案2: 低温硝酸处理溶液

溶液配比方案: 溶液中含浓度为66%的硝酸25%~45%(体积比), 溶液温度21~32℃, 处理时间30min。适应材料: 奥氏体镍铬钢(不含方案1类中的高碳/高铬牌号), 均可采用本方案。

2.2.3 方案3: 中温硝酸处理溶液

溶液配比方案: 溶液中含浓度为66%的硝酸20%~25%

(体积比), 溶液温度49~60℃, 处理时间30min。适应材料: 奥氏体镍铬钢以及含铬量等于或大于17%的铬不锈钢(不含方案1中的高碳/高铬牌号)均可采用本方案^[3]。

2.3 水洗

零件从钝化溶液中取出后应立即彻底清洗, 如果需要可在第一道水洗后增加一道稀碱中和工序, 以除去复杂腔体内的残留酸液, 最后一道清洗应用去离子水, 去离子水水质应符合GJB 480A中的去离子水品质要求。

2.4 干燥

零件钝化完毕应用压缩空气吹干或热风吹干, 也可采用烘干或晾干。

2.5 去氢处理

高强度钢结构件应在钝化完毕后进行去氢处理, 以免在酸洗过程中因氢的渗入而导致氢脆。去氢条件通常为190℃~220℃, 时间至少2h。

2.6 检验方法

2.6.1 管路内腔残余水分及酸、碱的检验方法

管路应在最后清洗完毕后用PH试纸测管口处的水分的PH值(若管内已干燥, 可灌入适量的水), 呈中性为合格, 否则应继续清洗直至呈中性, 干燥后, 应在管的一头用压缩空气吹, 在另一头用滤纸检测是否有水分流出, 无水分流出为合格, 否则应继续干燥直至无水份^[4]。

2.6.2 钝化效果检验方法

采用铁氰化钾-硝酸溶液检测。该方法为ASTM(美国材料协会)文件中规定的针对不锈钢钝化效果的检测方法之一, 主要采用铁氰化钾-硝酸检测(蓝点检测), 此方法用于检测不锈钢表面的游离铁。操作步骤: (1)配置测试溶液, 把10g化学纯的铁氰化钾加入到500mL蒸馏水中, 再加30mL70%硝酸并搅拌, 直到所有的铁氰化钾都溶解, 然后用蒸馏水稀释到1000mL。测试溶液必须是检测当天新制的。(2)把测试溶液涂抹在代表钝化批次部件的样品表面。如果在30秒内出现深蓝色, 则表示有金属性铁存在。(3)测试样品应该并不显示代表表面游离铁存在的深蓝色。(4)如果测试结果是阴性的, 则用温水完全清洗表面, 洗掉所有的测试溶液。如果结果是阳性的, 则用含10%乙酸(即醋酸)和8%草酸的溶液除去蓝点, 然后用热水完全冲洗。

2.7 记录

操作者应对酸洗、钝化处理的主要过程参数进行记录,并保存好记录数据。

3 山东济南某中药制剂厂房纯化水管路循环系统清洗项目案例

3.1 项目简介

山东济南某中药制剂厂房净化机电安装项目,施工范围内包含了纯化水循环管路系统,其材质为卫生级304不锈钢管道,大概长度3000米,为循环管路系统。采用的是自动焊机进行氩弧焊。

3.2 施工前准备

(1) 进行酸性钝化前,所有管道系统必须按照测试规范进行压力测试。(2) 在清洗过程中可能损坏或受到污染的设备和组件应在清洗操作结束或通过后进行安装。(3) 在清洗中要用的罐,泵,软管和其他清洗设备是清洗干净,没有污染的。(4) 清洗设备包括混合设备应该位于指定的区域,并有明显的状态标识。(5) 进行酸洗钝化前,检查系统中所有的阀门是否关闭,且挂上“请勿打开”的状态标识。(6) 检查系统中所连接的临时软管、管件和阀门是否能承受应用的温度、压力和化学物质等。(7) 如果系统组件要从系统上移除下来清洁、清洗、钝化,这些组件也要按照正常程序来进行清洗。(8) 在清洗过程中必须移除的项目标红:仪器、泵、过滤器,移除的地方要用网板接上。

3.3 纯水冲洗

打开所有使用点的阀门,用高压清洗泵与PVDF软管和需清洗的管路连成一通路,在储槽中注入纯水,将清洗管路中的回液直接接到排污,启动高压清洗泵,用大流量纯水冲洗整个管路系统15分钟以上。重新必须持续到出口中没有金属和其它颗粒。检查颗粒,就是在出口处放置一块干净的布,持续60秒,看布上是否有杂质。

3.4 碱洗

在钝化过程中如果管道内壁附着在安装过程中引入的油污和其他有机物,钝化液将无法在油污处表面形成钝化膜,钝化将无法达到目的,故在钝化前需经脱脂处理。

3.4.1 脱脂溶液配制

溶液(W/V): 2%氢氧化钠+98%去离子水; $W = 2\% \times V$, W-氢氧化钠重量(单位:Kg), V-溶液体积(单位:L)。

3.4.2 脱脂溶液操作

(1) 在钝化桶中按照脱脂溶液配制方法配制所需溶液;(2) 加入和溶解化学品时需边搅拌边溶解,严禁将所需化学品一次性倒入钝化桶内,造成配制液溅出,烫伤现场人员;(3) 配制溶液过程中开启循环泵,边循环边配制,有利于化学品的稀释和浓度均匀;(4) 对循环系统而言,在环境温度和0.1-0.3MPa压力下,循环45min,对各使用点每15min排放一次并做好记录;对单管路系统而言,在环境温

度下,使各个使用点充满溶液,浸泡60min,并做好记录;(5) 清洗结束后,排放清洗液,用去离子水冲洗,直至用pH试纸测试为中性(PH6-8)。

3.5 酸洗钝化

用纯水作为溶剂在储槽中配置20%体积浓度的硝酸溶液,启动泵进行循环。达到此浓度硝酸溶液的化学性质发生明显变化,不再会对金属造成腐蚀,而具有强氧化性,相反会在金属表面形成一层惰性的氧化铬钝化膜,膜的致密性在与溶液接触2-3小时为最大。本项目为纯化水循环管路,且为确保操作安全性,采用的是钝化液方案2:低温硝酸处理溶液,降低了浓度,增加浸泡的时间。

3.5.1 钝化溶液配制

溶液(V2/V1): 20%硝酸溶液, $V2 = (20\%V1) / (C2) V1$ - 钝化液体积, LV2 - 浓硝酸体积, L, C2 - 浓硝酸浓度。

3.5.2 钝化溶液操作

(1) 在钝化桶中按照钝化溶液配制方法配制所需溶液;(2) 加入和溶解化学品时需边搅拌边溶解,严禁将所需化学品一次性倒入钝化桶内,造成配制液溅出,烫伤现场人员;(3) 配制溶液过程中开启循环泵,边循环边配制,有利于化学品的稀释和浓度均匀;(4) 为防止操作人员酸雾中毒,在必要情况系开启排风扇,将空气中的酸雾吹散;(5) 对循环系统而言,在环境温度和0.1-0.3MPa压力下,循环60 min,对各使用点每15min排放一次并做好记录;对单管路系统而言,在环境温度下,使各个使用点充满钝化液,浸泡120min,并做好记录;(6) 清洗结束后,用氢氧化钠溶液中和钝化液,然后排放至指定位置;(7) 用去离子水冲洗,直至用pH试纸测试为中性(pH6-8)。

3.6 清洗完成

清洗完成后,恢复被清洗系统至原位。在清洗过程中,要及时做好清洗记录,清洗记录将作为后续GMP认证中重要的过程资料之一,需确保其合理性和真实性。

本篇文章通过对制药工业厂房工艺不锈钢管道酸洗钝化施工技术的背景、常见的几种技术方案进行对比分析,以及对酸洗钝化几个流程进行了详细的阐述,系统性地介绍了不锈钢管道酸洗钝化施工技术,对酸洗钝化效果的检验方法也有了较详细的介绍。

参考文献:

- [1]SJ20893-2003 不锈钢酸洗与钝化规范.
- [2]药品GMP指南.
- [3]张功臣.制药用水系统(第二版).
- [4]Guideline on the quality of water for pharmaceutical use(制药用水质量指南)(2020版).

作者简介:郑海涛,男,汉族,1985年2月,陕西,本科,工程师,研究方向:给水与排水工程。