

精华制药集团南通有限公司

年产 50 吨丙硫氧嘧啶原料药、60 吨吡罗昔康原料药、
5 吨磷丙泊酚钠原料药及副产品 35 吨亚磷酸、100 吨
无水乙醇建设项目

试 生 产 方 案

精华制药集团南通有限公司

2024 年 3 月



目 录

1、试生产目的	1
2、建设项目施工完成情况	1
2.1 建设项目介绍	1
2.2 工程施工完成情况	2
2.3 安全设施施工完成情况	2
3、生产工艺及生产、储存的化学品品种和设计能	3
3.1 丙硫氧嘧啶工艺技术介绍	3
3.2 吡罗昔康	24
3.3 磷丙泊酚钠工艺简介	46
3.4 生产化学品的设计能力	60
3.3 储存化学品的品种和设计能力	60
4、人力资源配置情况	62
4.1 试生产领导小组	62
4.2 试生产参加人员情况	64
4.3 试车人员的培训教育及考试情况	66
5、试车必须具备的条件	66
5.1 试车应具备的条件	66
5.2 目前试车已具备的条件	71
6、试生产所需准备工作及检查确认内容	72
6.1 试生产所需准备工作	72
6.2 试生产已作的准备工作及检查内容	74
6.3 试生产所检查的内容	75
6.4 设备调试要求	76
7、试车所需外部协调条件及临时设施的方案	87
8、试车所需原料、燃料、化学药品和水、电、汽、气、备品等物资清单	88
8.1 试生产所需原料清单	88
8.2 试生产所需配套设施	89
8.3 试生产所需的备品备件	91

9、试车程序和进度表	92
10、建设项目设备及管道试压、吹扫、气密、单机试车、仪表联动、联动试车 等生产准备的完成情况	93
11、投料试车方案和投料操作.....	95
12、开、停车及紧急事故处理的程序与要求	102
12.1 开车方案	102
12.2 停车方案	104
12.3 紧急事故处理	104
13、试生产过程中可能出现的安全问题、对策	105
13.1 试生产过程可能出现的安全问题	105
13.2 采取的安全措施	106
14、试生产（使用）过程中的事故应急救援预案	110
15、建设项目周边环境与建设项目安全试生产相互影响的确认情况	112
16、危险化学品重大危险源监控措施的落实情况	113
17、试生产（使用）起止日期	113

1、试生产目的

为协调各装置及上下游装置之间、主要生产装置和公用工程装置之间的相互配合关系，验证工艺设计可行性、设备的可靠性、安全环保设施的有效性，制定本试生产方案。

(1) 验证安全预评价危险有害因素辨识的准确性，安全对策措施的有效性。

(2) 验证安全设施设计专篇的符合性。

(3) 验证工程设计能力与实际生产能力差异。

(4) 验证丙硫氧嘧啶原料药、吡罗昔康原料药、磷丙泊酚钠原料药质量、原料消耗、设备运行及其它配套设施、设备、仓储是否达到设计能力。

(5) 验证安全设施、消防设施、职业防护设施、环保设施、控制系统整个生产系统运行的有效性、灵敏性、可靠性。

(6) 安全设施是否满足生产要求，生产装置是否满足生产要求，公用工程设施是否满足生产要求。

(7) 对各项工艺参数进行优化调整，使其更趋合理，达到最佳工况。

2、建设项目施工完成情况

2.1 建设项目介绍

精华制药集团南通有限公司成立于 2012 年 12 月 18 日，注册资金 4100 万元，该企业位于洋口化学工业园区内，占地面积 246482.5m²，目前该企业共有员工 367 人，其中技术人员 40 人。

目前厂区内建有 500t/a 苯巴比妥、40t/a 扑米酮、450t/a 保泰松、150t/a 氟尿嘧啶、60t/a 氟胞嘧啶、3t/a 替诺昔康、35t/a 卡培他滨、400t/a 非那西丁等产品的生产装置及其公用辅助设施，这些生产装置均已通过安全、环保设施竣工验收。

公司应市场需求，投资实施了涉及年产 50 吨丙硫氧嘧啶原料药、60 吨吡罗昔康原料药、5 吨磷丙泊酚钠原料药及副产品 35 吨亚磷酸、100 吨无水乙醇生产项目。

该项目（年产 50 吨丙硫氧嘧啶原料药、60 吨吡罗昔康原料药、5 吨磷丙泊酚钠原料药及副产品 35 吨亚磷酸、100 吨无水乙醇技改项目）于 2022 年 11 月

16日经如东县洋口镇核准备案（备案文号：洋镇行审[2022]24号）；于2023年10月17日通过如东县行政审批局的项目环评批复（东行审环[2023]59号）。项目前期审批手续齐全。

本项目涉及的硫酸二甲酯、甲醇、苯、三氯化磷、乙酸乙酯、氢气（伴生物）属于重点监管的危险化学品。丙硫氧嘧啶的氯化、吡罗昔康的N-烷基化（甲基化）、磷丙泊酚钠的O-烷基化为危险工艺；无重大危险源。此外本项目的易燃液体储罐为高危储罐。

2.2 工程施工完成情况

该项目实施建设新建多品种三（合成）车间、多品种三（精制）车间。公用贮存设施新建4个甲类仓库。原料罐区新增8只储罐，其余公辅工程依托原有设施。

本试生产项目于2023年10月进行设备安装，2024年3月设备安装到位，具体情况介绍如下：

（1）项目由南通国信环境科技有限公司进行环境影响评价。

（2）项目设备设施及管道设施（含特种设备、压力管道）由南通通博设备安装工程有限公司进行安装；项目由深圳科宇工程顾问有限公司进行监理。

（3）项目现有多品种三（合成）车间、多品种三（精制）车间进行设备安装，以及新增甲类仓库4座，8只原料储罐，已经经过南通市住房和城乡建设局进行建设工程消防验收合格。

2.3 安全设施施工完成情况

（1）安全设施设置情况

安全设施按设计要求进行施工，本项目具体安全设施设计情况见附表。

（2）安全设施施工情况

安全设施的施工和安装由南通通博设备安装工程有限公司承担，依据无锡市恒禾工程咨询设计有限公司的设计图纸严格按规范要求施工，对设计院设计的安全设施已全部落实到位。

2.4 构筑物情况

本项目涉及的构筑物详见表2-1。

表 2-1 主要建、构筑物一览表

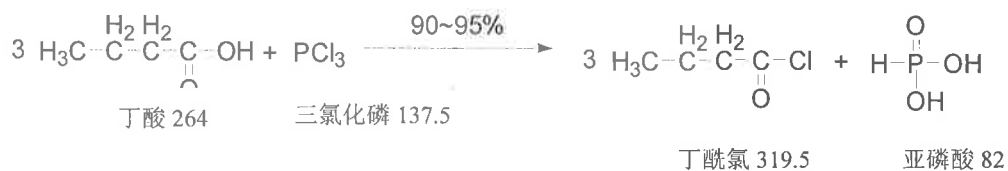
序号	建、构筑物名称	占地面积 m ²	构筑物占 地面积m ²	建筑面积 m ²	火险 类别	层 次	建筑 结构	耐火 等级	备注
1	多品种三（合成）车间	1173.18	522.00	3240.05	甲类	3	框架	一级	新建
2	多品种三（精制）车间	1393.63	—	3285.00	甲类	2/3	框架	二级	新建
3	甲类仓库一	496.45	—	496.45	甲类	1	排架	一级	新建
4	甲类仓库二	496.45	—	496.45	甲类	1	排架	一级	新建
5	甲类仓库三	742.69	—	742.69	甲类	1	排架	一级	新建
6	甲类仓库四	742.69	—	742.69	甲类	1	排架	一级	新建
7	生产辅房	600	—	1800	—	3	框架	二级	新建
8	生产辅房	600	—	1800	—	1	框架	二级	新建
9	硼氢化钠仓库	180	—	180	甲类	1	砖混	二级	已建
10	包装材料及成品库	2072	—	6320	丙类	3	框架	二级	已建
11	原料罐区	—	670.6	—	甲类	—	—	—	改造

3、生产工艺及生产、储存的化学品品种和设计能

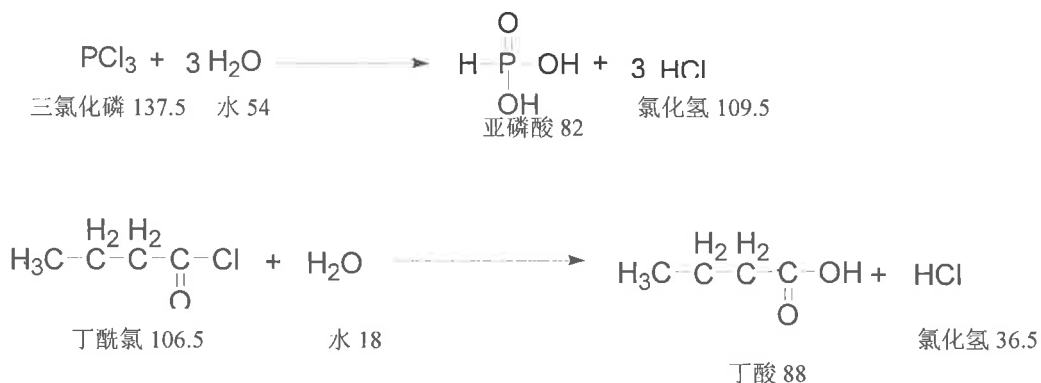
3.1 丙硫氧嘧啶工艺技术介绍

1、反应机理

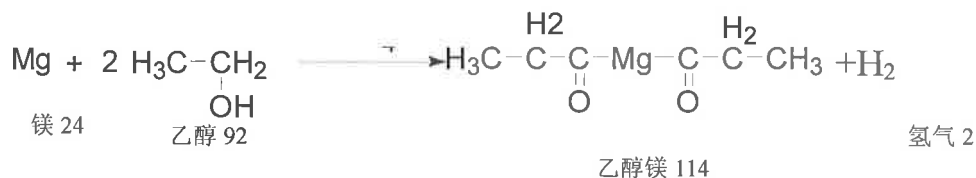
(1) 氯化（丁酸的转化率 99%）



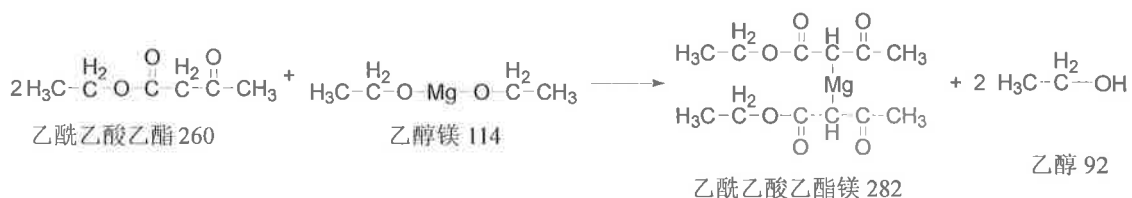
(2) 水解（三氯化磷转化率 100%）



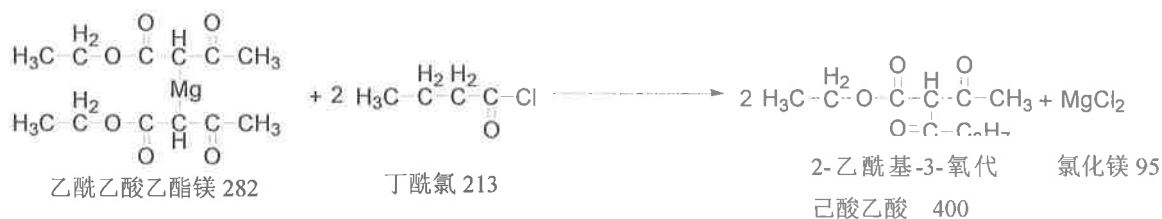
(3) 格氏试剂制备 (镁转化率 100%)



(4) 置换反应 (乙酰乙酸乙酯转化率 97.5%)



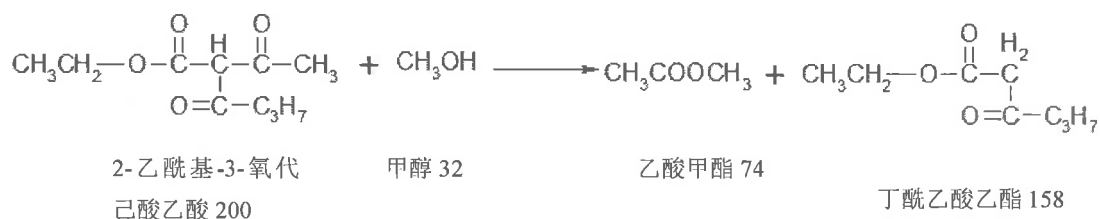
(5) 酰化反应 (丁酰氯转化率 97%)



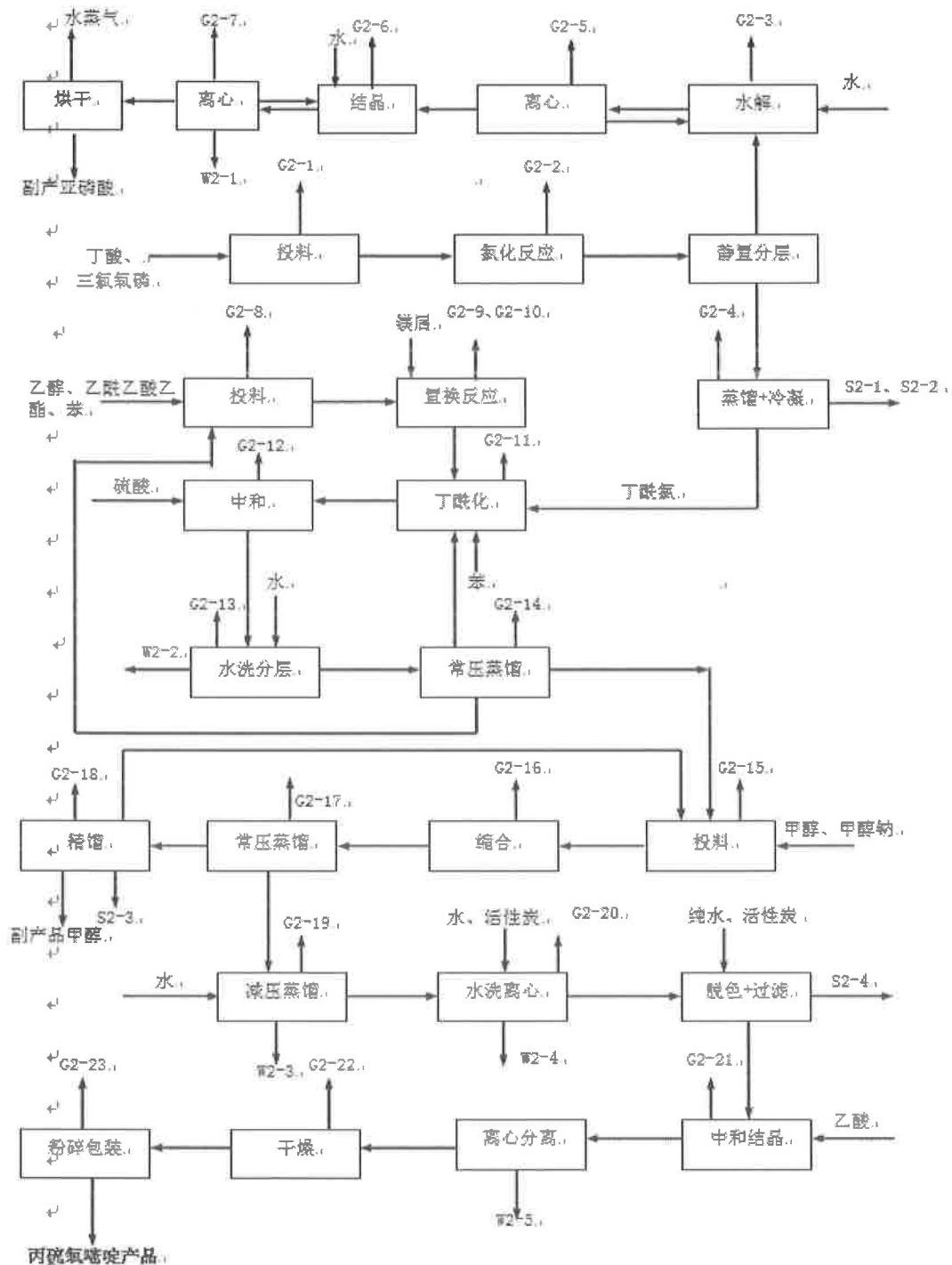
(6) 中和



(7) 醇解 (2-乙酰基-3-氧代己酸乙酸转化率 98%, 甲醇系统反应)



(8) 缩合 (丁酰乙酸乙酯转化率 98%, 硫脲与甲醇钠过量)



3、工艺流程说明

本产品合成工段位于多品种三（合成）车间，精制工段位于多品种三（精制）车间。

(1) 氯化

原辅料投加方式：

1、丁酸投加方式：使用机械泵将原料丁酸由包装桶泵入高位槽，高位槽放

空口接入经车间二级碱喷淋装置，生产时重力放入氯化釜内。

2、三氯化磷投加方式：使用机械泵将原料三氯化磷由包装桶泵入高位槽，高位槽放空口接入经车间二级碱喷淋装置，生产时重力放入氯化釜内。

生产工艺流程：

常温下使用机械泵将原料丁酸、三氯化磷由包装桶泵入高位槽备用，备料废气 G₂₋₁ 接入车间废气收集系统，由高位槽滴加丁酸，开动搅拌，升温至 30℃，2-2.5h 滴加丁酸，保温反应 2-2.5h，氯化釜配套冷凝器（-15℃冷冻盐水），氯化反应废气 G₂₋₂ 接入车间废气收集系统。反应结束后静置分层，上层物料转入蒸馏釜蒸馏回收中间原料丁酰氯，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），前馏分 S₂₋₁ 及釜残 S₂₋₂ 作为固废处置，不凝废气 G₂₋₄ 接入车间废气收集系统，下层物料中通入缓慢滴加一定量的水，酸性废气 G₂₋₃ 接入车间废气收集系统，反应结束后物料经密闭离心机离心，离心废气 G₂₋₅ 接入车间废气收集系统，离心后的物料经溶解结晶离心烘干后得到副产品亚磷酸，结晶、离心废气 G₂₋₆、G₂₋₇ 接入车间废气收集系统，过程产生结晶废水 W₂₋₁。

（2）酰化

原辅料投加方式：

1、乙醇、乙酰乙酸乙酯、苯投加方式：无水乙醇、乙酰乙酸乙酯由车间原料罐直接泵入高位槽，苯用气动隔膜泵由储罐区泵入生产车间原料罐，再由原料罐泵入高位槽。

2、硫酸投加方式：用气动隔膜泵将硫酸由原料桶泵入抽入高位槽，生产时重力滴入反应釜内。

3、镁屑投加方式：反应釜内微负压条件下，人孔投加。

4、丁酰氯：用气动隔膜泵将丁酰氯泵入反应釜。

生产工艺流程：

由高位槽或计量罐将计量好的乙醇、乙酰乙酸乙酯、苯放入反应釜中，真空备料废气 G₂₋₈ 接入车间废气收集系统，微负压条件下人孔投入镁屑，10℃条件下引发反应，至镁完全溶解，反应釜配套冷凝器（冷冻盐水-15℃），格氏置

换反应过程产生的含氢废气 G₂₋₉ 单独安全放空，置换反应结束后 60℃保温反应 8h，不凝废气 G₂₋₁₀ 接入车间废气收集系统。置换反应结束后由高位槽滴加丁酰氯与苯的混合液，控制反应温度低于 10℃，丁酰化反应时间 2-3h，反应不凝废气 G₂₋₁₁ 接入车间废气收集系统。丁酰化反应结束后滴加配置好的 15%稀硫酸至料液 pH 至 2-3 左右，静置水洗分层，水相 W₂₋₂ 在车间进行蒸馏预处理，中和、水洗过程废气 G₂₋₁₂、G₂₋₁₃ 接入车间废气收集系统，有机层用水洗涤，洗涤后的有机层转入蒸馏釜，常压蒸馏回收苯，再减压蒸馏中间原料 2-乙酰基-3-氧代己酸乙酸，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₂₋₁₄ 接入车间废气收集系统。

（3）缩合反应

原辅料投加方式：

1、甲醇钠甲醇溶液、甲醇投加方式：用气动隔膜泵将原料由储罐区泵入生产车间原料罐，再由原料罐泵入高位槽。

2、2-乙酰基-3-氧代己酸乙酸投加方式：用气动隔膜泵将物料由中间罐泵入反应釜中。

3、硫脲投加方式：反应釜内微负压条件下，人孔投加。

生产工艺流程：

由高位槽向缩合反应釜中放入计量好的甲醇、甲醇钠甲醇溶液，用机械泵将 2-乙酰基-3-氧代己酸乙酸泵入缩合釜，投料废气 G₂₋₁₅ 接入车间废气收集系统，缩合釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），开启搅拌升温，醇解反应完全后降低料液温度 30℃，人孔负压条件投入硫脲，开启搅拌升温，控制料温 68-73.5℃，保温回流 12h，不凝废气 G₂₋₁₆ 接入车间废气收集系统，反应结束后先常压脱溶，然后减压蒸馏至干，得到甲乙醇液，脱溶不凝废气 G₂₋₁₇、G₂₋₁₉ 接入车间废气收集系统，减压蒸馏废水 W₂₋₃ 去废水预处理车间；脱溶后向反应釜内泵入一定量的水溶解，冷却至 10℃以下结晶，离心分离，得到丙硫氧嘧啶钠盐湿料，水洗废水 W₂₋₄ 去废水预处理车间，离心洗涤废气 G₂₋₂₀ 接入车间废气收集系统，甲乙醇混合液经精馏塔精馏回收副产甲醇，部分

作为缩合反应溶剂利用，其余用作其他现有产品生产，精馏塔配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G2-18 接入车间废气收集系统，精馏残液 S2-3 作为固废处置。

（4）精制

原辅料投加方式：

1、乙酸投加方式：用气动隔膜泵将乙酸由原料桶直接泵入高位槽，高位槽放空口接入车间废气收集系统，生产时重力滴入结晶釜内。

2、活性炭、丙硫氧嘧啶钠盐投加方式：人孔投加。

生产工艺流程：

向脱色反应釜泵入一定量的纯水，人孔投加针状活性炭与丙硫氧嘧啶钠盐粗品，升温至 85℃保温脱色 1h，脱色釜配套冷凝器（冷却水 25℃），脱色釜自带过滤器，过滤残渣 S2-4 作为固废处置，滤液用氮气压入结晶釜内，升温至 90℃，滴加 50%冰醋酸调节 pH 至 6.5，结晶釜配套冷凝器（冷冻盐水-15℃），不凝废气 G2-21 接入车间废气收集系统，降温至 30℃结晶，离心分离，离心母液 W2-5 去废水处理车间除盐预处理，湿料经双锥干燥器常压干燥 4-6h，干燥废气 G2-22 接入车间废气收集系统，干燥后成品经粉碎后包装，粉碎包装机设置布袋除尘设施，含尘废气 G2-23 经布袋除尘器预处理后接入车间废气收集系统。

4、项目工艺装置

表 3-1 丙硫氧嘧啶项目工艺装置设备

序号	位号	设备名称	规格	操作参数 (进/出)		数量	主要材料	安全设施情况	备注
				温度 ℃	压力 MPa				
1	R07101	氯化反应锅	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x2320,搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min	45	常压	1	搪玻璃	爆破片、温度远传、压力远传、排空管	特种设备
2	R07102	亚磷酸处理锅	搪玻璃反应釜, V=1500L,φ1300/1450x2000,搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min	60	常压	1	搪玻璃	爆破片、温度远传、压力远传、排空管	
3	R07103	丁酰氯蒸馏锅	搪玻璃反应釜, V=1500L,φ1300/1450x2000,搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min	96~105	常压	1	搪玻璃	爆破片、温度远传、压力远传	特种设备
4	V07101	丁酸计量槽	立式支腿型搪玻璃储罐, 上下椭圆封头, V=1000L,φ1000x1960 (总高)	常温	常压	1	搪玻璃	液位远传	
5	V07102	三氯化磷计量槽	立式支腿型搪玻璃储罐, 上下椭圆封头, V=1000L,φ1000x1960 (总高)	常温	常压	1	搪玻璃	液位远传	

6	V07103	地槽	1000L, 980x980x1050	常温	常压	1	玻璃钢		
7	V07104	亚磷酸高浓度水罐	卧式储罐, $\phi 1800 \times 3600$, V=10000L	常温	常压	1	玻璃钢	排空管	
8	V07105	丁酰氯前馏分接收罐	立式支腿型搪玻璃储罐, 上下椭圆封头, V=300L, $\phi 700 \times 1400$ (总高)	50	常压	1	搪玻璃	排空管	
9	V07106	丁酰氯前馏分罐	立式支腿型搪玻璃储罐, 上下椭圆封头, $\phi 1200 \times 1800$, V=2000L	常温	常压	1	搪玻璃	排空管	
10	V07107	丁酰氯接收罐	立式支腿型搪玻璃储罐, 上下椭圆封头, V=1000L, $\phi 1000 \times 1960$ (总高)	50	常压	1	搪玻璃	排空管	
11	V07108A B	丁酰氯中间槽	立式支腿型搪玻璃储罐, 上下椭圆封头, $\phi 1200 \times 1800$, V=2000L	常温	常压	2	搪玻璃	排空管	
12	V07109	水计量槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, $\phi 800 \times 800$	常温	常压	1	S30408		
13	V07110	亚磷酸接收罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, $\phi 800 \times 800$	常温	常压	1	搪玻璃	排空管	
14	E07101	氯化冷凝器	搪玻璃碟片式, F=10 m ² , $\phi 1050 \times 1040$, 冷凝片数 4 片	40	常压	1	搪玻璃	温度控制远传	
15	E07102/3	丁酰氯蒸馏一、二级冷凝器	搪玻璃碟片式, F=15 m ² , $\phi 1050 \times 1260$, 冷凝片数 6 片, 上 4 片通循环水, 下 2 片	-12/-7	0.3	1	搪玻璃	温度控制远传	

16	E07104	亚磷酸冷凝器	片通冷冻水 搪玻璃碟片式, F=10 m ² , φ870x1150, 冷凝片数 9 片	60/30	常压	1	搪玻璃	温度控制远传
17	E07106	投料真空泵 泵前冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500, 换热面积 F=10 m ²	常温	-0.065	1	S30408	
18	E07107	投料真空泵 泵排空冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500, 换热面积 F=10 m ²	常温	-0.065	1	S30408	
19	T07102	蒸馏柱	填玻璃蒸馏塔, φ150x2500	96~105	常压	1	搪玻璃	
20	M07101	亚磷酸离心 心机	工作空量: 90L, 装料限度: 135kg, 防爆电机功率: 7.5kw			1	衬胶	
21	P07101	自吸泵	PZB 型自吸耐腐泵, Q=5m ³ /h, H=18m, 防爆电 机: 2.2KW			1	钢衬聚丙烯	
22	P07102	丁酰氯前 馏分输送 泵	IHF 型氟塑料衬里化工离 心泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防爆电机 2.2KW			1	氟塑料衬 里	
23	P07103	丁酰氯输 送泵	IHF 型氟塑料衬里化工离 心泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防爆电机 2.2KW			1	氟塑料衬 里	
24	P07104	亚磷酸泵	IHF 型氟塑料衬里化工离 心泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防爆电机 2.2KW			1	氟塑料衬 里	
25	P07105A	气动隔膜 泵	气动隔膜泵, Q=0~			2	S30408	

26	B	泵	3.5m ³ /h, H=0~60m 搪玻璃反应釜, V=1000L,φ1200/1300x1700, 0, 搅拌配防爆电机 4.0kw; 转速 65r/min	常温	常压	1	搪玻璃		
27	R07201	丁酰氯苯 配置锅	搪玻璃反应釜, V=1000L,φ1200/1300x1700, 0, 搅拌配防爆电机 4.0kw; 转速 65r/min	常温	常压	1	搪玻璃		
28	R07202	乙酐乙酸 乙酯配置 锅	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x2320, 0, 搅拌配防爆电机: 4KW; 转速 65r/min	常温	常压	1	搪玻璃	压力表、温度远传、排空管	
29	R07203	置换反应 锅	不锈钢反应釜, V=3000L,φ1600/1750x2263 (总高), 防爆电机: 5.5Kw; 65r/min	76~80	常压	1	S30408	爆破片, 压力表、温度远传、 压力远传	
30	R07204	酰化反应 锅	搪玻璃反应釜, V=3000L,φ1600/1750x2350 (总高), 搅拌配防爆电 机: 5.5kw; 65r/min	8~12	常压	1	搪玻璃	爆破片, 压力表、温度远传、 压力远传、排空管	特种设备
31	R07205	酸化分层 锅	搪玻璃反应釜, V=5000L,φ1900/1750x3070, 0, 搅拌带防爆电机 7.5kw; 65r/min	常温	常压	1	搪玻璃	压力表、温度远传、压力远 传、排空管	
32	R07206	稀硫酸配 制锅	搪玻璃反应釜, V=1000L,φ1200/1300x1700, 0, 搅拌配防爆电机 4.0kw; 40r/min	常温	常压	1	搪玻璃	压力表、温度远传、压力远 传、排空管	
33	R07207	丁酰三乙	搪玻璃反应釜,	80~112	-0.098	1	搪玻璃	爆破片, 压力表、温度远传、	特种设备

		酯蒸留锅	V=2000L,φ1300/1450x2320,搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min						压力远传、排空管	
33	E07201	置换反应 冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1000, 换热面积 F=5 m ²	80/60	常压	1	S30408		温度控制远传	
34	E07202	酰化反应 冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1000, 换热面积 F=5 m ²	常温	常压	1	S30408		温度控制远传	
35	E07203	丁酰三乙 酯一级冷 凝器	板式换热器, 换热面积 F=10 m ²	110/80	-0.098	1	S30408		温度控制远传	
36	E07204	丁酰三乙 酯二级冷 凝器	板式换热器, 换热面积 F=5 m ²	80/60	-0.098	1	S30408		温度远传	
37	V07201	苯中间罐	卧式储罐, φ1500x2800, V=5000L	常温	常压	1	S30408		排空管, 液位计	
38	V07202	无水乙醇 中间罐	卧式储罐, φ900x2800, V=2000L	常温	常压	1	S30408		排空管, 液位计	
39	V07203	无水乙醇 计量槽	支腿型立式储罐, 上下椭圆 封头, φ800x1000, V=600L	常温	常压	1	S30408		液位计	
40	V07204	乙酰乙酸 乙酯中间 罐	卧式储罐, φ900x2800, V=2000L	常温	常压	1	S30408		排空管, 液位计	
41	V07205	四氯化碳	支腿型立式储罐, 上下椭圆	常温	常压	1	S30408		液位远传	

		计量槽	圆封头, φ800x1000, V=600L										
42	V07206	热油罐	卧式储罐, φ900x2800, V=2000L	75	常压	1	Q235B			压力表、温度远传			
43	V07207	冷油罐	卧式储罐, φ900x2800, V=2000L	-10	常压	1	Q235B			压力表、温度远传			
44	V07208	稀硫酸滴 加罐	立式支腿型搪玻璃罐, 上 下椭圆封头, φ1000x1400 (总高 2450), V=1000L	常温	常压	1	钢衬塑						
45	V07209	废酸水接 收罐	卧式储罐, φ900x2800, V=2000L	常温	常压	1	钢衬塑			排空管			
46	V07210	浓硫酸高 位槽	立式支腿型储罐, 上下椭 圆封头, V=500L, φ800x800	常温	常压	1	Q235B						
47	V07211	回收苯接 收罐	卧式储罐, φ800x2200, V=1200L	50	常压	1	S30408			排空管			
48	V07212	回收苯中 间罐	卧式储罐, φ1200x2800, V=3000L	常温	常压	1	S30408			排空管, 液位计			
49	V07213	丁酰三乙 酯前馏分 接收罐	立式支腿型搪玻璃储罐, 上下椭圆封头, V=300L, φ700x1400 (总高)	常温	-0.098	1	S30408			压力表、排空管			
50	V07214	丁酰三乙 酯前馏分 中间罐	立式支腿型储罐, 上下椭 圆封头, φ1200x1800, V=2000L	常温	常压	1	S30408			排空管, 液位计			
51	V07215	丁酰三乙 酯接收罐	卧式储罐, φ600x1600, V=500L	常温	常压	1	S30408			压力表、排空管			
52	V07216A	丁酰三乙	立式支腿型储罐, 上下椭	常温	常压	2	S30408			排空管, 液位计			

	B	酯中间罐	圆封头, $\phi 1200 \times 1800$, V=2000L										
53	T07201	蒸馏柱	填玻璃, $\phi 150 \times 2500$	108~115	-0.098	1	搪玻璃						
54	P07201	苯输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防 爆电机: 3KW	常温		1	S30408	压力表					
55	P07202	无水乙醇 输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防 爆电机: 3KW	常温		1	S30408	压力表					
56	P07203	乙酸乙酯 输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防 爆电机: 3KW	常温		1	S30408	压力表					
57	P07204	稀硫酸输 送泵	IHF 型氟塑料衬里化工离 心泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防爆电机 2.2KW			1	氟塑料衬 里	压力表					
58	P07205	废酸水泵	IHF 型氟塑料衬里化工离 心泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防爆电机 2.2KW			1	氟塑料衬 里	压力表					
59	P07206	丁酰三乙 酯前馏分 输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防 爆电机: 3KW	常温		1	S30408	压力表					
60	P07207	丁酰三乙 酯输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防 爆电机: 3KW	常温		1	S30408	压力表					
61	P07208	回收苯输 送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防 爆电机: 3KW	常温		1	S30408	压力表					

62	P07210A B	冷油泵	爆电机: 3KW IH 型化工离心泵, Q=6.8m³/h, H=28.5m, 防 爆电机: 3KW	常温		1	组合件	
63	P07211A B	热油泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m³/h, H=28.5m, 防 爆电机: 3KW	75		1	组合件	
64	R07301A B	结晶釜	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x232 0,搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min	50	常压	2	搪玻璃	爆破片, 压力表、温度远传、 压力远传、排空管
65	R07302	缩合反应 釜	搪玻璃反应釜, V=5000L,φ1900/1750x307 00,搅拌配防爆电机: 5.5KW; 65r/min	70	常压	1	搪玻璃	压力表、温度远传、压力远 传、排空管
66	R07303	溶解釜	搪玻璃反应釜 V=3000L,φ1600/1750x235 0,搅拌配防爆电机: 65r/min	70	-0.09~常 压	1	搪玻璃	压力表、温度远传、压力远 传、排空管
67	R07304	母液处理 釜	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x232 0,搅拌配防爆电机: 65r/min	100	-0.09~常 压	1	搪玻璃	温度远传
68	E07301A B	缩合一级 冷凝器	板式换热器, 换热面积 F=10 m²	62/40	-0.098	2	S30408	温度远传
69	E07302A	缩合二级	板式换热器, 换热面积 F=5	40/30	-0.098	2	S30408	温度远传

	B	冷凝器	m ³									
70	V07301	甲醇中间罐	卧式储罐, φ1500x2800, V=5000L	常温	常压	1	S30408	液位计				
71	V07302	甲醇钠中间罐	卧式储罐, φ1500x2800, V=5000L	常温	常压	1	S30408	液位计				特种设备
72	V07305A B	甲醇接收罐	支耳立式储罐, 上下椭圆封头, φ1300x1200, V=1500L	常温	常压	2	S30408	排空管, 液位计				
73	V07306A B	母液地槽	2000L, 1200x1500x1200	常温	常压	2	S30408	液位远传				
74	M07301A B	离心机	立式全自动离心机, 最大装料量 260Kg, 防爆电机, 主电机功率 37kw, 液压站功率 1.5kw, 润滑站功率 0.37kw			2	S31603					
75	P07301	甲醇泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆电机: 3KW	常温		1	S30408					
76	P07302	甲醇钠输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆电机: 3KW	常温		1	S30408					
77	R07401A	丙硫精制溶解脱色锅	搪玻璃反应釜, V=2000L, φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW; 65 转/分钟	85~90	常压	1	搪玻璃	温度计、温度远传、压力表、压力远传、爆破片				
78	R07401B	精制溶解	搪玻璃反应釜,	85~90	常压	1	搪玻璃	压力表、压力远传、爆破片				

79	R07401C	脱色锅 磷酸丙泊酚 钠精制溶 解脱色锅	V=1000L,φ1200/1300x170 0,搅拌配防爆电机: 4KW; 65 转/分钟 搪玻璃反应釜,	60	常压	1	搪玻璃	压力表、压力远传、爆破片	
80	R07402A B	丙硫精品 结晶锅	V=2000L,φ1300/1450x232 0,搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min 搪玻璃反应釜,	30~95	常压	2	搪玻璃	爆破片、温度远传、压力远 传、排空管	
81	R07402C	精品结晶 锅	V=1000L,φ1200/1300x170 0,搅拌配防爆电机: 4KW; 65 转/分钟 搪玻璃反应釜,	0~95	常压	1	搪玻璃	爆破片、温度远传、压力远 传、排空管	
82	R07402D	磷酸丙泊酚 钠精品结 晶锅	V=500L,φ900/1000x700,搅 拌配防爆电机: 3KW; 65 转/分钟 搪玻璃反应釜,	0~5	常压	1	搪玻璃	爆破片、温度远传、压力远 传、排空管	
83	R07403A	丙硫母液 浓缩釜	V=2000L,φ1300/1450x232 0,搅拌配防爆电机: 5.5KW; 65r/min 搪玻璃反应釜,	90~95	常压	1	搪玻璃	爆破片、温度远传、压力远 传、排空管、压力表	
84	R07403B	磷酸丙泊酚 钠母液浓 缩釜	V=2000L,φ1300/1450x232 0,搅拌配防爆电机: 搪玻璃反应釜,	75~95	常压	1	搪玻璃	爆破片、温度远传、压力远 传、排空管、压力表	

85	V07401A B	冰醋酸高位槽	5.5KW; 65r/min 立式支腿型储罐, 上下稍 圆封头, V=500L, φ800x800	常温	常压	2	钢衬塑	排空管	
86	V07402A	丙硫母液接收罐	卧式储罐, φ600x1600, V=500L	50	常压	1	钢衬塑	压力表、排空管	
87	V07402B	母液接收罐	卧式储罐, φ600x1600, V=500L	50	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
88	V07402C	磷丙泊酚 钠母液接收罐	卧式储罐, φ600x1600, V=500L	50	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
89	V07403A	丙硫母液地槽	1200X1800X1000, V=2m ³	常温	常压	1	钢衬塑	液位计、液位远传	
90	V07403B	母液地槽	1000X1000X1000, V=1m ³	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
91	V07403C	磷丙泊酚 钠母液地槽	1000X1000X1000, V=1m ³	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
92	V07404	母液罐	卧式储罐, φ1300x1800, V=3000L	常温	常压	1	S30408	压力表、排空管	
93	V07405	母液地槽	1000X1000X1000, V=1m ³	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
94	E07401A	丙硫精制 脱色冷凝器	螺旋缠绕式换热器, F=3 m ²	32/37	0.3	1	S31603	温度远传	
95	E07401B	精制脱色 冷凝器	螺旋缠绕式换热器, F=5 m ²	80/50	常压	2	S31603	温度远传	
96	E07401C	磷丙泊酚 钠脱色冷	螺旋缠绕式换热器, F=2 m ²	80/50	常压	2	S31603	温度远传	

97	E07402A	凝器 丙硫结晶 冷凝器	螺旋缠绕式换热器, F=2 m ²	32/37	0.3	1	S31603	温度远传	
98	E07402B	精品结晶 冷凝器	螺旋缠绕式换热器, F=2 m ²	80/50	常压	2	S31603	温度远传	
99	E07402C	磷丙泊酚 钠结晶冷 凝器	螺旋缠绕式换热器, F=2 m ²	80/50	常压	2	S31603	温度远传	
100	E07403A/ E07404A	丙硫母液 浓缩冷凝 器	搪玻璃碟片式, F=15 m ² , φ1050x1260, 冷凝片数 6 片, 上 4 片通循环水, 下 2 片通冷冻水	80/50	常压	1	搪玻璃	温度远传	
101	E07403B/ E07404B	磷丙母液 浓缩冷凝 器	板式冷凝器, 换热面积分 别为 10m ² 、5m ²	80/50	常压	1	S30408	温度远传	
102	M07404A	丙硫精品 离心机	工作空量: 90L, 装料限度: 135kg, 防爆电机功率: 7.5kw			1	衬胶	/	
103	M07404B	精品离心 机	工作空量: 90L, 装料限度: 135kg, 防爆电机功率: 7.5kw			1	S31603	/	
104	M07404C	磷丙泊酚 钠精品离 心机	工作空量: 45kg, 装料限 度: 58kg, 防爆电机功率: 3kw			1	S31603	/	
105	M07405	离心机	工作空量: 90L, 装料限度: 135kg, 防爆电机功率:			1	衬胶	/	

106	X07401A	双锥干燥机	7.5kw SZG系列双锥回转真空干燥机; 防爆电机, 电机功率 3Kw	90	-0.08	1	S31603	压力表、温度远传
107	X07401B	双锥干燥机	SZG系列双锥回转真空干燥机; 防爆电机, 电机功率 2.2Kw	90	-0.08	1	S31603	压力表、温度远传
108	X07402	颗粒机	摇摆式颗粒机, 产量 100~300kg/h, 防爆电机, 电机功率 3kw	常温	常压	1	S31603	压力表、温度远传
109	X07403	二维运动混合机	摇摆式混合机, 装料重量 750kg, 防爆电机, 总电机功率 5.2KW	常温	常压	1	S31603	压力表、温度远传
110	X07404	真空上料机		常温	-0.08	1	S31603	压力表、温度远传
111	P07401A	丙硫母液输送泵	PZB型自吸耐腐蚀泵, Q=5m³/h, H=18m, 防爆电机: 2.2KW			1	组合件	/
112	P07401B	母液输送泵	CYZ-A型自吸泵, Q=6.3m³/h, H=20m, 防爆电机: 1.5KW			1	S30408	/
113	P07401C	磷丙母液输送泵	CYZ-A型自吸泵, Q=6.3m³/h, H=20m, 防爆电机: 1.5KW			1	S30408	/
114	P07402	母液输送泵	CYZ-A型自吸泵, Q=6.3m³/h, H=20m, 防爆电机: 1.5KW			1	S30408	/

3.2 吡罗昔康

1、反应原理

(1) 缩合 (糖精钠的转化率 98.5%)



(2) 重排 (缩合物转化率 98%)



(3) 溶解中和



(4) 甲化反应 (主反应重排物钠盐转化率 98%，副反应转化率 2%)

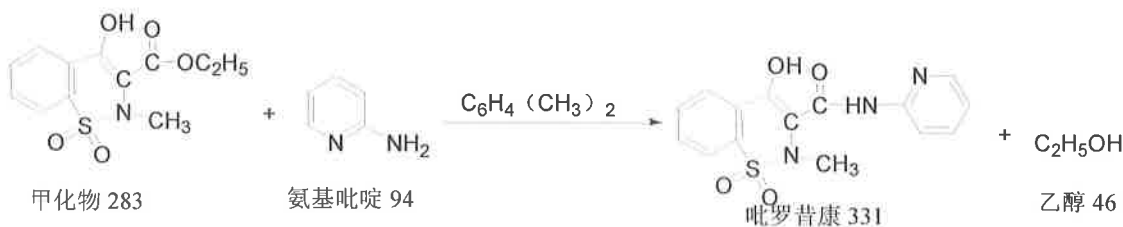


副反应

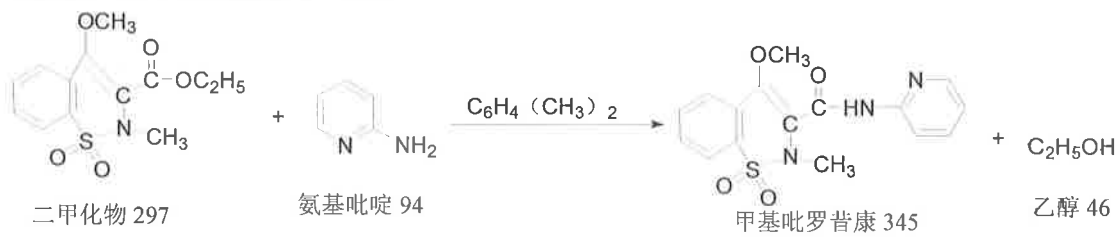


(5) 胺解反应

主反应 (甲化物转化率 90%)

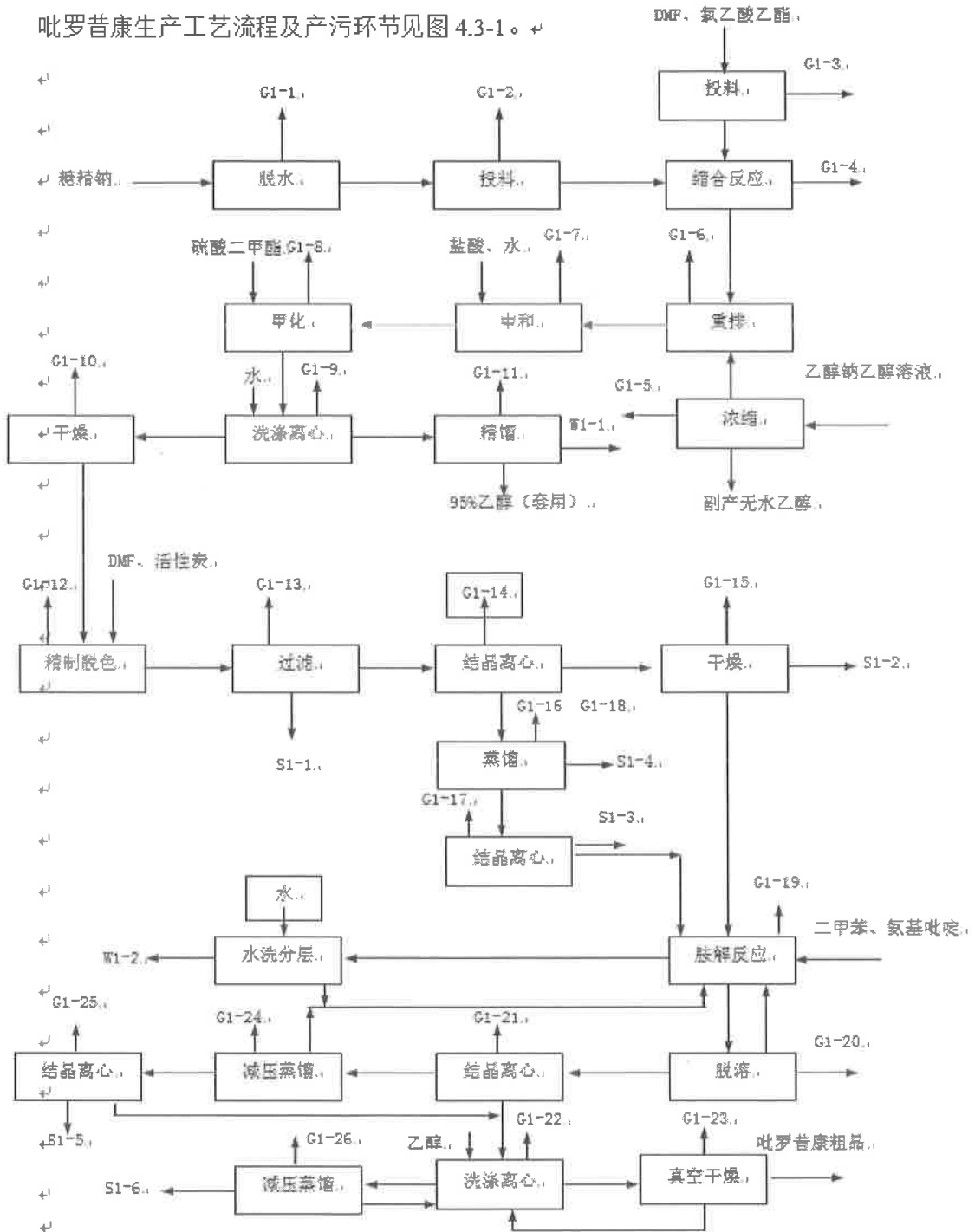


副反应（二甲化物转化率 90%）



2、工艺流程图

吡罗昔康生产工艺流程及产污环节见图 4.3-1。



3、工艺流程简述

本产品合成工段位于多品种三（合成）车间，精制工段位于多品种三（精制）车间。

(1) 脱水

原辅料投加方式：

1、糖精钠投加方式：结晶态的糖精钠真空抽入真空干燥器中。

生产工艺流程：

常温下将含结晶水的糖精钠真空抽入真空干燥器中，开启搅拌耙齿，打开蒸汽阀门，打开真空，干燥 12-14 小时，过程产生水气 G₁₋₁ 接入车间废气收集系统。

(2) 缩合

原辅料投加方式：

1、DMF、氯乙酸乙酯投加方式：DMF 由储罐区泵入生产车间原料罐，再由原料罐由泵入高位槽；使用机械隔膜泵将原料氯乙酸乙酯由包装桶泵入高位槽，生产时重力放入缩合釜内。

2、糖精钠投加方式：糖精钠从人孔投入缩合釜内。

生产工艺流程：

常温下由高位槽向缩合釜中放入计量好的 DMF 与氯乙酸乙酯，人孔投加干燥后的糖精钠，含尘废气 G₁₋₂ 采用集气罩收集接入车间废气处理系统，投料废气 G₁₋₃ 接入车间废气处理系统，启动搅拌，加热升温至 130-140℃，回流保温反应 5-6h，反应不凝废气 G₁₋₄ 接入车间废气处理系统。

(3) 重排

原辅料投加方式：

1、乙醇钠乙醇溶液投加方式：乙醇钠乙醇溶液由储罐区泵入生产车间原料罐，再由原料罐泵入高位槽；重力放入重排釜内。

2、缩合液投加方式：缩合液由缩合釜直接压入重排釜内。

生产工艺流程：

由高位槽将计量好的乙醇钠的乙醇溶液放入重排釜内，开启搅拌，常压加热回收副产无水乙醇，重排釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₁₋₅ 接入车间废气处理系统。脱除部分乙醇后，将釜内温度降至 60℃，缓慢压入缩合液，缓慢升温至 80℃，保温 30min，重排过程不凝废气 G₁₋₆ 经接入废气处理系统。

(4) 甲化反应

原辅料投加方式:

1、盐酸投加方式:用机械泵将盐酸泵入高位槽,高位槽放空口接入车间二级碱喷淋处理装置,生产时重力滴加入甲化釜内。

2、硫酸二甲酯投加方式:用密闭磁力泵将硫酸二甲酯由原料桶泵入车间高位槽中,高位槽放空口接入车间水喷淋预处理装置后接入厂区 RTO 废气处理系统,生产时重力放入甲化釜内。

3、95%乙醇投加方式:用气动隔膜泵将 95%乙醇由储罐区泵入生产车间原料罐,再由原料罐泵入高位槽。

生产工艺流程:

向甲化反应釜中泵入水,打开冷冻盐水,降温至 0-10℃,打开重排锅锅底阀门趁热放入事先备好的 0~10℃的冷水的甲化锅中。待甲化釜内液温降低到 24-27℃时,滴加盐酸,调节 pH 至 8-9,过程产生的含 HCl 及有机废气 G₁₋₇ 接入车间废气处理系统。待温度重新冷到 22-24℃时,由高位槽向甲化釜中滴加硫酸二甲酯,启动搅拌,当有淡黄色针状固体析出后停止搅拌,然后间隔 10 分钟左右,再搅拌一至二次停搅拌放置;甲化反应过程 16h,控制反应温度在 25℃,甲化釜配套冷凝器(冷冻盐水-15℃),过程产生含乙醇等废气 G₁₋₈ 接入废气处理系统。甲化反应结束后,物料经密闭离心机离心分离,并用一定量的水洗涤湿料,离心母液与洗涤水一并回收乙醇,离心过程产生的含乙醇废气 G₁₋₉ 接入废气处理系统。湿料抽入甲化双锥干燥机,控制水箱温度在 90-95℃之间,控制甲化双锥干燥机真空度 $\geq 0.08\text{Mpa}$ 。干燥 8-10 小时后装桶称重,得到甲化物粗品,干燥器自带除尘过滤器,干燥废气 G₁₋₁₀ 接入废气处理系统。离心洗涤母液泵入精馏釜,常压 80℃条件下,精馏回收 95%乙醇,精馏釜配套二级冷凝器(一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃),不凝废气 G₁₋₁₁ 接入废气处理系统,回收乙醇后的母液作为废水 W₁₋₁ 去废水预处理车间。经精馏塔精馏后得到副产物 95%乙醇厂区自用。

由高位槽将 DMF 重力放入精制釜内,人孔投加甲化物粗品、活性炭及离

心工段回收的甲化物粗品料，加热升温至 90~100℃溶解 30 分钟，精制釜配套冷凝器（-15℃冷冻盐水），不凝废气 G1-12 接入车间废气处理系统，脱色结束后通过活性炭过滤器过滤，过滤残渣 S1-1 作为危险废物处置，过滤废气 G1-13 接入车间废气处理系统；

过滤后的物料经氮气压入结晶釜内，冷却至 0-5℃结晶，经密闭离心机离心分离，湿料用乙醇冲洗，离心后进烘干，结晶离心废气 G1-14 接入车间废气处理系统。然后抽入甲化双锥，控制水箱温度 90-95℃之间，打开真空，真空度 $\geq 0.08\text{Mpa}$ 。干燥 4-5 小时，烘干后装桶，得到精制甲化物，干燥器自带除尘过滤器，真空系统配套冷凝器（-15℃冷冻盐水），不凝废气 G1-15 接入车间废气处理系统。干燥冷凝废液 S1-2 经收集后作为危废处置。

离心母液蒸馏回收溶剂 DMF 套用，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G1-16 接入废气处理系统，蒸馏母液冷却至 0-5℃结晶，经密闭离心机离心分离，回收物料套用至胺解工段，离心废液 S1-3 经收集后作为危废处置。结晶离心废气 G1-17 接入车间废气处理系统。

离心母液减压蒸馏回收乙醇套用工序，产生不凝废气 G1-18 接入车间废气处理系统，蒸馏残渣 S1-4 作为危险废物处置。

（5）胺解

原辅料投加方式：

- 1、氨基吡啶、甲化物投加方式：由人孔投入胺解釜内。
- 2、二甲苯投加方式：二甲苯由储罐区泵入车间原料罐，再由原料罐泵入反应釜。

生产工艺流程：

将二甲苯由车间储罐泵入胺解釜内，人孔投加氨基吡啶、甲化物，搅拌加热，反应釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），温度控制在 130℃，回收 20%的二甲苯油相，经水洗处理后套用，水洗废水 W1-2 去污水处理设施，不凝废气 G1-19 接入车间废气收集处理系统，胺解反应 24h，常压蒸馏回收溶剂二甲苯套用，不凝废气 G1-20 接入车间废气收集系统，料液冷却至

25℃结晶，经密闭离心机离心分离，结晶离心废气 G1-21 接入车间废气收集系统，使用 95%的乙醇洗涤湿料，至离心机出口滤液呈淡黄色，洗涤废气 G1-22 接入车间废气收集系统，湿料经双锥干燥器，控制水箱温度在 90-95℃之间，控制胺解双锥干燥机真空度 $\geq 0.08\text{Mpa}$ 。干燥 4-5 小时，烘干后，得到吡罗昔康粗品，真空系统配套冷凝器（-15℃冷冻盐水），回收乙醇套用，不凝废气 G1-23 接入车间废气收集系统。

含二甲苯离心母液减压蒸馏回收溶剂二甲苯套用，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G1-24 接入车间废气收集系统，蒸馏母液冷却至 25℃结晶，经密闭离心机离心分离，回收物料套用至精制工段，母液 S1-5 作为危险废物处置，结晶离心废气 G1-25 接入车间废气收集系统。

含乙醇母液减压蒸馏回收溶剂乙醇套用，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G1-26 接入车间废气收集系统，蒸馏残液 S1-6 作为危险废物处置。

（6）精制

原辅料投加方式：

1、氢氧化钠、活性炭投加方式：由人孔投入精制釜内。

2、95%乙醇投加方式：用气动隔膜泵将 95%乙醇由储罐区泵入生产车间原料罐，再由原料罐泵入精制脱色锅。

3、盐酸投加方式：用水冲真空泵将盐酸真空抽入高位槽，高位槽放空口接入车间二级碱喷淋处理装置，生产时重力滴加入精制釜内。

生产工艺流程：

由机械泵将 95%乙醇泵入精制釜内，人孔投加活性炭、氢氧化钠，搅拌加热，温度控制在 70℃，反应釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），脱色 45~60 分钟，不凝废气 G1-27 接入车间废气收集系统，物料经活性炭过滤器过滤，滤渣 S1-7 作为危险废物处置，过滤废气 G1-28 接入车间废气收集系统，加热料液至 60℃，由盐酸高位槽向精制釜内滴加盐酸，调节料液 pH 值至 3-5，降温至 15-20℃，经密闭离心机离心分离，中和离心废气 G1-29 接入车

间废气收集系统，离心母液常压蒸馏回收溶剂 95%乙醇套用，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G1-32 接入车间废气收集系统，蒸馏母液冷却至 15℃结晶，经密闭离心机离心分离，回收物料套用至精制脱色工段，母液 S1-8 作为危险废物处置，结晶离心废气 G1-33 接入车间废气收集系统。产品湿料经纯水洗涤至中性，洗涤废水 W1-3 去厂区污水站，湿料经双锥干燥器控制蒸汽压力在 0.20-0.35Mpa 之间，真空度 ≥ 0.08 Mpa。干燥 10-12 小时后装桶，双锥干燥器自配过滤器抑制粉料散发，干燥水气 G1-30 经真空系统接入车间废气处理装置，产品经气流粉碎处理后包装，气流粉碎设备配套布袋除尘器，含尘废气 G1-31 接入车间废气收集系统。

4、项目工艺装置

表 3-2 吡罗昔康项目工艺装置设备

序号	位号	设备名称	规格	操作参数 (进/出)		数量	主要材料	安全设施情况	备注
				温度 ℃	压力 MPa				
1	X03103	真空干燥机	不锈钢耙式干燥机, 型号: ZPD-1000 配防爆电机: 7.5KW	100~110	-0.065~ 常压	1	S31603		
2	R03102AB	缩合反应锅	搪玻璃反应釜, V=1000L,φ1200/1300x1700, 搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min	135~140	-0.065~ 常压	2	搪玻璃	爆破片、压力表、温度远传、 压力远传、排空管	特种设备
3	R03103	重排反应锅	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 15KW; 65r/min	60~90	-0.065~ 常压	1	搪玻璃	爆破片、压力表、温度远传、 压力远传、排空管	特种设备
4	R03104	甲化反应锅	搪玻璃反应釜, V=5000L,φ1900/1750x3070, 搅拌配防爆电机: 7.5KW; 40r/min	22~27	-0.065~ 常压	1	搪玻璃	压力表、温度远传、压力远 传、排空管	特种设备
5	R03105	冰水锅	搪玻璃反应釜, V=5000L,φ1900/1750x3070,	0~常温	常压	1	搪玻璃	压力表、温度远传、压力远 传、排空管	
6	R03106AB	甲化缓存锅	搪玻璃反应釜, V=5000L,φ1900/1750x3070,	常温	常压	2	搪玻璃	压力表、温度远传、压力远 传、排空管	

16	E03110	二冷器	φ325x1500, 换热面积 F=5 m ²	80/60	常压	1	S31603	温度远传	
17	E03111	预热器	立式列管式换热器 φ400x1500, 换热面积 F=10 m ²	165	0.6	1	S31603	压力表	特种设备
18	V03101	再沸器	立式列管式换热器 600X2500, 换热面积 F=60 m ²	常温	常压	1	S30408	排空管	
19	V03102	氯酯计量罐	支腿型立式储罐, 上下椭圆封头, V=400L, φ700x750	常温	常压	1	S30408	排空管, 液位计	
20	V03103	DMF 中间罐	卧式储罐, φ1500x2800, V=5000L	常温	常压	1	S30408	排空管	
21	V03104	DMF 计量罐	支腿型立式储罐, 上下椭圆封头, V=400L, φ700x750	常温	常压	1	S30408	排空管	
22	V03106	乙醇接受罐	卧式储罐, φ700x1800, V=800L	常温	-0.065	1	S30408	排空管	
23	V03107	乙醇钠中间罐	卧式储罐, φ1500x2800, V=5000L	常温	常压	1	S30408	排空管, 液位计	
24	V03108	硫酸高位槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, φ800x800	常温	常压	1	钢衬塑	排空管	
25	V03109	硫酸二甲酯计量罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, φ800x800	常温	常压	1	Q235B	排空管	
26	V03112	盐酸中间罐	卧式储罐, φ1800x3600, V=10000L	常温	常压	1	玻璃钢	排空管, 液位计	
26	V03112	母液地槽	2000L, 1200x1500x1200	常温	常压	1	钢衬塑	排空管	

27	V03113AB	母液中间罐	立式储罐, φ3000X4200, V=30m ³	常温	常压	2	钢衬塑	排空管, 液位计	
28	V03114	回收乙醇前馏分接受槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=1000L, φ1000x1000	常温	常压	1	S30408	排空管, 液位计	
29	V03117	回收乙醇中间槽	卧式储罐, φ1500x2800, V=5000L	常温	常压	1	S30408	排空管, 液位计	
30	V03118	前馏分乙醇接收槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=1000L, φ1000x1000	常温	常压	1	S30408	排空管, 液位计	
31	V03119	乙醇接收槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=1000L, φ1000x1000	常温	常压	1	S30408	排空管, 液位计	
32	T03101	母液蒸馏塔	填料塔 φ600x17000	80~95	常压	1	S31603	温度远传	
33	T03103	乙醇蒸馏塔	填料塔 φ400x8000	80~95	常压	1	S30408	温度远传	
34	M03101A B	离心机	立式全自动离心机, 最大装料量 260Kg, 防爆电机, 主电机功率 37kw, 液压站功率 1.5kw, 润滑站功率 0.37kw	20		2	S31603	压力远传	
35	X03101AB	双锥干燥箱	SZG 系列双锥回转真空干燥机; 防爆电机, 电机功率 3Kw	90	-0.065	2	内衬搪玻璃	压力表、温度远传	
36	X03102	颗粒机	防爆电机, 电机功率 3Kw			1	组合件	压力表、温度远传	
37	P03105	乙醇输送泵	IHF 型氟塑料衬里化工离心泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防爆电机 2.2KW			1	氟塑料衬里	/	

38	P03106AB	隔膜泵	气动隔膜泵, Q=0~3.5m ³ /h, H=0~60m			2	S30408	/
39	P03107	DMF 输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆 电机: 3KW			1	S30408	/
40	P03108	自吸泵	PZB 型自吸耐腐泵, Q=5m ³ /h, H=18m, 防爆电机: 2.2KW			1	钢衬聚丙烯	压力表
41	P03109	母液输送泵	IH 型化工离心泵, Q=3.75m ³ /h, H=30m, 防爆 电机: 2.2KW			1	S30408	/
42	P03110	盐酸泵	IHF 型氟塑料衬里化工离心 泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防 爆电机 2.2KW			1	氟塑料衬里	/
43	P03111	蒸馏塔底 出料泵	IH 型化工离心泵, Q=3.75m ³ /h, H=30m, 防爆 电机: 2.2KW			1	S30408	/
44	P03112	循环泵	IH 型化工离心泵, Q=3.75m ³ /h, H=30m, 防爆 电机: 2.2KW			1	S30408	/
45	P03113	回收乙醇 泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆 电机: 3KW			1	S30408	/
46	L03101	5t 电动葫 芦	起重量 5 吨, 提升电机 (防 爆): 7.5kw, 运行电机 (防 爆): 0.8kw			1	组合件	/

47	L03102	2t 电动葫芦	起重量 2 吨, 提升电机 (防爆): 3.0kw, 运行电机 (防爆): 0.4kw				/		
48	R03201	甲化精制脱色锅	搪玻璃反应釜, V=2000L, φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW; 转速 65r/min	70~80	常压	1	搪玻璃	温度远传、压力远传、爆破片	特种设备
49	R03202	甲化精制结晶锅	搪玻璃反应釜, V=2000L, φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW; 转速 40r/min	0~5	常压	1	搪玻璃	压力表、压力远传、温度远传、排空管	
50	R03203	精制母液回收锅	搪玻璃反应釜, V=2000L, φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min	80~90	常压	1	搪玻璃	温度远传、压力远传、爆破片	特种设备
51	E03201	甲化精制冷凝器	螺旋缠绕式换热器, φ220×1400, 换热面积 F=5 m ²	70/50	常压	1	S31603	温度远传	
52	E03202	精制结晶冷凝器	立式列管式换热器 φ200×1500, φ220×1250, 换热面积 F=2 m ²	25/20	常压	1	S31603	温度远传	
53	E03203	回收一级冷凝器	板式换热器, 换热面积 F=10 m ²	80/60	常压	1	S30408	压力表、压力远传、温度远传、排空管	
54	E03204	回收二级冷凝器	板式换热器, 换热面积 F=5 m ²	60/40	常压	1	S30408	温度远传	

55	V03201	乙醇中间槽	卧式储罐, φ1800x3600, V=10000L	常温	常压	1	S30408	排空管, 液位计
56	V03202	乙醇高位计量罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=1000L, φ1000x1000	常温	常压	1	S30408	液位远传
57	V03204	母液地槽	500L, 800x800x800	常温	常压	1	S30408	液位远传
58	V03205	乙醇接收罐	卧式储罐, φ600x1600, V=500L	常温	常压	1	S30408	压力表、排空管, 液位计
59	V03206	回收乙醇中间罐	卧式储罐, φ900x2800, V=2000L	常温	常压	1	S30408	排空管
60	V03207	残液地槽	2000L, 1200x1500x1200	常温	常压	1	S30408	液位远传
61	M03201	活性炭过滤器	50L			1	组合件	/
62	M03203	离心机	工作空量: 90L, 装料限度: 135kg, 防爆电机功率: 5.5kw			1	S31603	/
63	M03204	残液离心机	工作空量: 90L, 装料限度: 135kg, 防爆电机功率: 5.5kw			1	S31603	/
64	X03201	双锥干燥箱	SZG-1000系列双锥回转真空干燥机; 防爆电机, 电机功率 3KW	90	-0.065	1	内衬搪玻璃	温度计、压力远传
65	P03201	乙醇输送泵	IH型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆 电机: 3KW			1	S30408	/
66	P03202	母液输送泵	PZB型自吸耐腐蚀, Q=5m ³ /h, H=18m, 防爆电机: 2.2KW			1	钢衬聚丙烯	/

67	P03203	残液输送泵	CYZ-A 型自吸泵, Q=6.3m ³ /h, H=20m, 防爆电机: 1.5KW		1	S30408	/	
68	P03204	回收乙醇泵	IH 型化工离心泵, Q=3.51m ³ /h, H=18m, 防爆电机: 1.5KW		1	S30408	压力表	
69	R03301A ~F	胺解反应锅	搪玻璃反应釜, V=3000L, φ1600/1750x2350(总长), 搅拌配防爆电机: 5.5kw; 40r/min	130~140 常压 /-0.08MPa	6	搪玻璃	爆破片、压力表、压力远传、温度远传、排空管	特种设备
70	R03302	二甲苯水洗锅	搪玻璃反应釜, V=2000L, φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW, 65r/min	常温 常压 /-0.08MPa	1	搪玻璃	压力表、压力远传、温度远传、排空管	
71	R03303	二甲苯蒸馏锅	搪玻璃反应釜, V=2000L, φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min	120~140 -0.08	1	搪玻璃	爆破片、压力表、压力远传、温度远传、排空管	
72	R03304	胺解母液回收锅	搪玻璃反应釜, V=2000L, φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW; 65r/min	120 -0.08	1	搪玻璃	爆破片、压力表、压力远传、温度远传、排空管	
73	R03305	乙醇母液回收锅	搪玻璃反应釜, V=2000L, φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW, 40r/min	78~85 常压	1	搪玻璃	爆破片、压力表、压力远传、温度远传、排空管	

74	E03301A ~F	胺解一级 冷凝器	板式换热器, 换热面积 F=10 m ²	130/100	-0.08	6	S30408	温度远传
75	E03302A ~F	胺解二级 冷凝器	板式换热器, 换热面积 F=5 m ²	100/80	-0.08	6	S30408	温度远传
76	E03303	二甲苯蒸 馏一级冷 凝器	板式换热器, 换热面积 F=10 m ²	130/100	-0.08	1	S30408	温度远传
77	E03304	二甲苯蒸 馏二级冷 凝器	板式换热器, 换热面积 F=5 m ²	100/80	-0.08	1	S30408	温度远传
78	E03305	母液回收 一级冷凝 器	板式换热器, 换热面积 F=10 m ²	120/100	常压	1	S30408	温度远传
79	E03306	母液回收 二级冷凝 器	板式换热器, 换热面积 F=5 m ²	100/80	常压	1	S30408	温度远传
80	E03307	乙醇母液 回收一级 冷凝器	立式螺旋缠绕式换热器, 换 热面积 F=6 m ²	80/50	常压	1	S31603	温度远传
81	E03308	乙醇母液 回收二级 冷凝器	卧式螺旋缠绕式换热器, 换 热面积 F=3 m ²	50/30	常压	1	S31603	温度远传
82	V03301A ~F	二甲苯前 馏分受器	卧式储罐, φ700x1800, V=800L	50	常压	6	S30408	压力表、排空管, 液位计
83	V03302A ~F	二甲苯接 受罐	卧式储罐, φ900x2800, V=2000L	50	常压	6	S30408	压力表、排空管, 液位计

84	V03303A ~C	乙醇高位槽	立式支腿型储罐，上下椭圆封头，V=500L,φ800x800	常温	常压	3	S30408	液位计
85	V03304AB	二甲苯中间罐	卧式储罐，φ1800x3600，V=10000L	常温	常压	2	S30408	液位计
86	V03305	二甲苯母液地槽	2000L，1200x1500x1100	常温	常压	1	S30408	液位远传
87	V03306	乙醇母液地槽	2000L，1200x1500x1100	常温	常压	1	S30408	液位远传
88	V03307	水洗涤接收罐	卧式储罐，φ900x2800，V=2000L	常温	常压	1	S30408	液位计
89	V03308	二甲苯接收罐	卧式储罐，φ700x1800，V=800L	50	常压	1	S30408	液位计
90	V03309	二甲苯蒸馏残液受器	立式支腿型储罐，上下椭圆封头，φ1200x1800，V=2000L	常温	常压	1	S30408	液位计
91	V03310	回收溶剂接收罐	卧式储罐，φ700x1800，V=800L	50	常压	1	S30408	压力表、排空管，液位计
92	V03311	残液地池	1000L，980x980x1050	常温	常压	1	S30408	/
93	V03312	回收乙醇接收罐	立式支腿型储罐，上下椭圆封头，φ1200x1800，V=2000L	常温	常压	1	S30408	液位计
94	V03317	热水箱	2000x2000x2500，V=10m ³	95	常压	1	Q235B	/
95	M03301A ~C	粗品离心机	立式全自动离心机，最大装料量260Kg，防爆电机，主电机功率37kw，液压站功率1.5kw，润滑站功率0.37kw			3	S31603	压力远传

96	M03302	残液离心机	工作空量: 90L, 装料限度: 135kg, 防爆电机功率: 7.5kw			1	S31603		
97	X03301AB	双锥干燥箱	SZG 系列双锥回转真空干燥机; 防爆电机功率 3KW	90	-0.065	2	S31603	压力表、温度远传	
98	X03302	颗粒机	防爆电机功率 3KW			1	组合件	压力表、温度远传	
99	P03301	二甲苯输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆电机: 3KW	常温		1	S30408	/	
100	P03302	二甲苯母液输送泵	CYZ-A 型自吸泵, Q=6.3m ³ /h, H=20m, 防爆电机: 1.5KW	常温		1	S30408	/	
101	P03303	乙醇母液输送泵	CYZ-A 型自吸泵, Q=6.3m ³ /h, H=20m, 防爆电机: 1.5KW	常温		1	S30408	/	
102	P03304	水洗水输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆电机: 3KW	常温		1	S30408	/	
103	P03305	二甲苯残液输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆电机: 3KW	常温		1	S30408	/	
104	P03306	残液泵	CYZ-A 型自吸泵, Q=6.3m ³ /h, H=20m, 防爆电机: 1.5KW	常温		1	S30408	/	
105	P03307	母液输送泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆电机: 3KW	常温		1	S30408	/	

106	P03308AB	隔膜泵	电机: 3KW 气动隔膜泵, Q=0~3.5m ³ /h, H=0~60m		2	组合件	/	
107	R03401	精制脱色锅	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW;	釜内: 吡 罗昔康、活 乙醇、活性 碳、片碱	常压	1	温度远传、压力远传、爆破片	搪玻璃
108	R03402AB	中和结晶锅	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW;	釜内: 吡 罗昔康、盐 乙醇、盐 酸	常压	2	温度远传、爆破片	搪玻璃
109	R03403	母液浓缩釜	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW;	釜内: 乙 醇	常压	1	温度远传、压力远传、爆破片	搪玻璃
110	R03404	母液结晶釜	搪玻璃反应釜, V=2000L,φ1300/1450x2320, 搅拌配防爆电机: 4KW;	釜内: 残 液	常压	1	温度远传	搪玻璃
111	E03401	精制脱色 冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1000, 换热面积 F=5 m ²	管程: 乙 醇	常压	1	温度远传	S304J8
112	E03402AB	中和结晶 冷凝器	搪玻璃碟片式, F=5 m ² , φ870x1000, 冷凝片数 4 片,	壳程: 循 环水	0.3	2	温度远传	搪玻璃
113	E03403/4	回收一、 二级冷凝 器	搪玻璃碟片式, F=15 m ² , φ1050x1260, 冷凝片数 6 片, 上 4 片通循环水, 下 2 片通	壳程: 冷 冻水	0.3	1	温度远传	搪玻璃

124	X03402	颗粒机	摇摆式颗粒机, 产量 100~300kg/h, 防爆电机, 电 机功率 3kw	吡罗昔康	常温	常压	1	/	S31603
125	X03403	二维运动 混合机	摇摆式混合机, 装料重量 750kg, 防爆电机, 电机总功 率 5.2KW	吡罗昔康	常温	常压	1	/	S31603
126	X03404	真空上料 机	真空上料机, 型号 ZS-4, 输 送能力 800-2500 kg/小时, 外 形尺寸: 1130*700*1237; 电 机功率 4KW	吡罗昔康	常温	常压	1	/	S31603
127	X03405	气流粉碎 机						/	1
128	P03401	乙醇泵	IH 型化工离心泵, Q=6.8m ³ /h, H=28.5m, 防爆 电机: 3KW	乙醇			1	/	S30408
129	P03402	母液输送 泵	IHF 型氟塑料衬里化工离心 泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防 爆电机 2.2KW	乙醇, 少 量盐酸			1	/	氟塑料衬 里
130	P03403	乙醇泵	IHF 型氟塑料衬里化工离心 泵, Q=6.5m ³ /h, H=32m, 防 爆电机 2.2KW	乙醇, 少 量盐酸			1	/	氟塑料衬 里
131	P03404	母液输送 泵	PZB 型自吸耐腐蚀, Q=5m ³ /h, H=18m, 防爆电机: 2.2KW	乙醇, 少 量盐酸			1	/	钢衬聚丙 烯

注: 序号 115~127 的设备设在多品种三 (精制) 车间, 其余设备在多品种三 (合成) 车间。

3.3 磷丙泊酚钠工艺简介

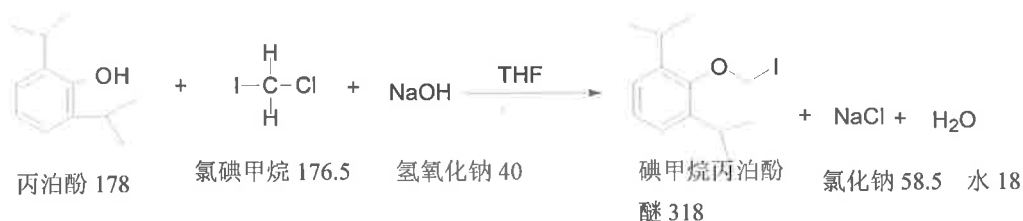
1、反应原理

(1) 醚化反应（主反应丙泊酚转化率 98%、副反应丙泊酚转化率 1.0%）

主反应



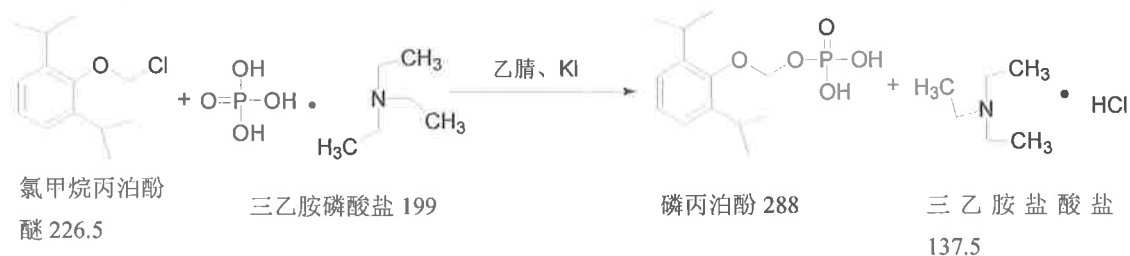
副反应



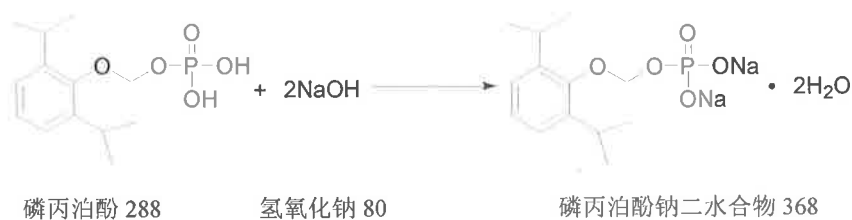
(2) 磷酸化（磷酸过量，三乙胺转化率 100%）



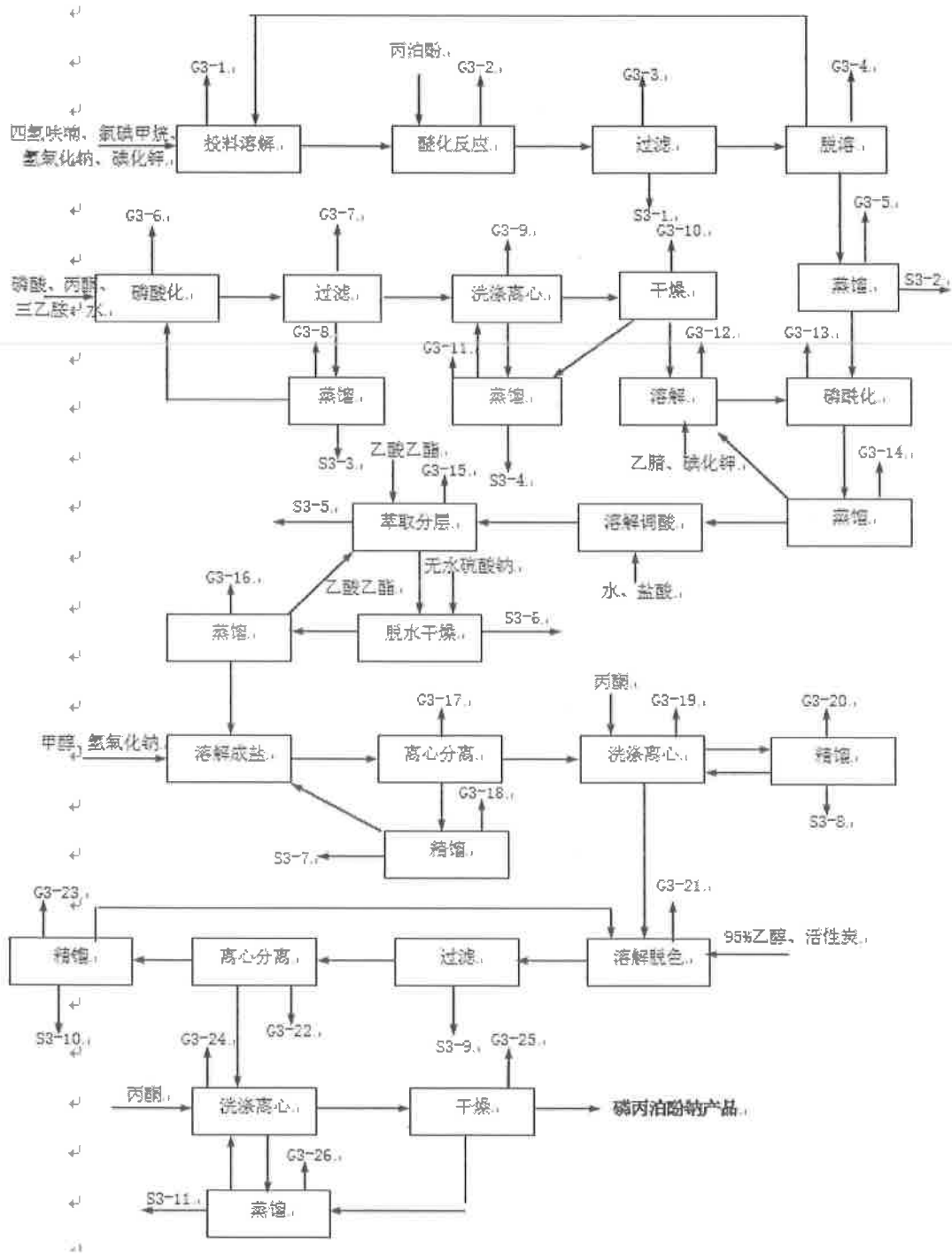
(3) 磷酰化（氯甲烷丙泊酚醚转化率 98%）



(4) 成盐反应（磷丙泊酚转化率 99.5%）



2、工艺流程简图



3、工艺流程简述

本产品为于多品种三（合成）车间。

（1）醚化

原辅料投加方式：

1、四氢呋喃、氯碘甲烷投加方式：用气动隔膜泵将四氢呋喃、氯碘甲烷由原料桶泵入计量槽内，再由计量槽加入反应釜内。

2、氢氧化钠、碘化钾投加方式：反应釜内微负压条件下，人孔投加。

3、丙泊酚投加方式：将片状的丙泊酚投入带保温的高位槽中，18℃液化后滴加至反应釜中。

生产工艺流程：

常温下使用气动隔膜泵将四氢呋喃、氯碘甲烷泵入醚化反应釜中，微负压条件下人孔投入氢氧化钠、碘化钾，升温搅拌，控制温度 60℃，醚化釜配套冷凝器（冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₃₋₁ 接入车间废气收集系统，由高位槽向醚化反应釜内分三批加入丙泊酚，升温至 70℃，保温反应 24h，不凝废气 G₃₋₂ 接入车间废气收集系统，反应结束后经密闭过滤器过滤盐渣 S₃₋₁ 作为固废处置，过滤废气 G₃₋₃ 接入车间废气收集系统，滤液泵入蒸馏釜中，真空度 0.09MPa 以下，60℃条件下减压蒸馏回收溶剂四氢呋喃套用，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₃₋₄ 接入车间废气收集系统，真空度 0.09MPa 以上，110℃条件下减压蒸馏中间原料氯甲烷丙泊酚醚，不凝废气 G₃₋₅ 接入车间废气收集系统，釜残 S₃₋₂ 作为固废处置。

（2）三乙胺磷酸盐制备

原辅料投加方式：

1、三乙胺、丙酮、磷酸投加方式：用气动隔膜泵将原料由原料桶泵入相应高位槽，高位槽放空口接入经车间水喷淋预处理后接入 RTO 系统，生产时重力放入反应釜内。

生产工艺流程：

用气动隔膜泵将丙酮、三乙胺泵入高位槽中备用，将计量好的丙酮、三乙胺放入反应釜中，搅拌冷却至 0℃，由高位槽滴加磷酸，反应废气 G₃₋₆ 接入车间废气收集系统，磷酸化反应 8h，反应结束后物料经密闭过滤器过滤，过滤废气 G₃₋₇ 接入车间废气收集系统，滤液蒸馏回收丙酮套用，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₃₋₈ 接入车间废气收集系统，蒸馏残液 S₃₋₃ 作为固废处置；滤饼用丙酮在密闭离心机中洗涤，洗涤离心废气 G₃₋₉ 接入车间废气收集系统，湿料经真空干燥后得到中间原料三乙胺磷

酸盐，真空干燥器配套冷凝器（冷冻盐水-15℃），干燥不凝废气 G3-10 接入车间废气收集系统，回收丙酮溶剂与洗涤离心母液一并蒸馏回收丙酮，蒸馏釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G3-11 接入车间废气收集系统，蒸馏残液 S3-4 作为固废处置。

（3）磷酰化反应

原辅料投加方式：

1、乙腈、乙酸乙酯投加方式：用气动隔膜泵将乙腈由原料桶直接泵入反应釜内。

2、三乙胺磷酸盐、碘化钾投加方式：反应釜内微负压条件下，人孔投加。

3、氯甲烷丙泊酚醚投加方式：由高位槽重力滴加入反应釜内。

4、甲醇投加方式：用气动隔膜泵将原料由储罐区泵入生产车间原料罐，再由原料罐泵入高位槽。

生产工艺流程：

用气动隔膜泵向反应釜泵入计量好的乙腈，微负压工况下人孔投入一定量的三乙胺磷酸盐、碘化钾，搅拌至溶解，投料溶解废气 G3-12 接入车间废气收集系统，由高位槽向反应釜中滴加氯甲烷丙泊酚醚，滴加 2h，滴加完毕后升温至 60℃，保温反应 24h，反应釜配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），反应不凝废气 G3-13 接入车间废气收集系统，反应结束后常压脱除溶剂乙腈套用，脱溶不凝废气 G3-14 接入车间废气收集系统，脱溶后向反应釜内泵入一定量的水溶解，高位槽滴加 30%的盐酸调节 pH 至 1-2，用气动隔膜泵向反应釜中泵入计量好的乙酸乙酯，萃取静置分层，萃取废气 G3-15 接入车间废气收集系统，水相 S3-5 作为危险废物处置，油相中投入无水硫酸钠干燥过滤，过滤残渣 S3-6 作为固废处置，料液蒸馏回收乙酸乙酯套用，不凝废气 G3-16 接入车间废气收集系统，由高位槽将计量好的无水甲醇放入成盐釜溶解物料，由高位槽滴加配置好的 40%的液碱调节 pH 至 9-10，降温至 0℃静置 12h，经密闭离心机分离，离心废气 G3-17 接入车间废气收集系统，离心母液经精馏塔精馏回收无水甲醇套用，精馏塔配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），

不凝废气 G₃₋₁₈ 接入车间废气收集系统，精馏残液 S₃₋₇ 作为固废处置，滤饼在密闭离心机中用丙酮洗涤，得到磷丙泊酚钠粗品湿料，离心废气 G₃₋₁₉ 接入车间废气收集系统，离心母液经精馏塔精馏回收丙酮套用，精馏塔配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₃₋₂₀ 接入车间废气收集系统，精馏残液 S₃₋₈ 作为固废处置。

（4）精制

原辅料投加方式：

1、95%乙醇、丙酮投加方式：用气动隔膜泵将 95%乙醇由储罐区泵入生产车间原料罐，再由原料罐泵入高位槽。用气动隔膜泵将丙酮由原料桶直接泵入离心机内。

2、活性炭、磷丙泊酚钠粗品投加方式：反应釜内微负压条件下，人孔投加。

生产工艺流程：

向脱色反应釜泵入一定量的 95%乙醇，人孔投加针状活性炭与磷丙泊酚钠粗品，升温至 60℃保温脱色 6h，脱色釜配套冷凝器（冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₃₋₂₁ 接入车间废气收集系统，脱色釜自带过滤器，过滤残渣 S₃₋₉ 作为固废处置，滤液降温 0℃，结晶 24h，经密闭离心机离心分离，离心废气 G₃₋₂₂ 接入车间废气收集系统，离心母液经精馏塔精馏回收 95%乙醇套用，精馏塔配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₃₋₂₃ 接入车间废气收集系统，精馏前馏分与残液 S₃₋₁₀ 作为固废处置，滤饼在密闭离心机中用丙酮洗涤，离心废气 G₃₋₂₄ 接入车间废气收集系统，洗涤后的物料经双锥干燥器真空干燥，真空度大于 0.08MPa，温度控制在 35℃，干燥 6h，双锥干燥器配套冷凝器（冷冻盐水-15℃），干燥不凝废气 G₃₋₂₅ 接入车间废气收集系统，离心母液经精馏塔精馏回收丙酮套用，精馏塔配套二级冷凝器（一级冷却水 25℃、二级冷冻盐水-15℃），不凝废气 G₃₋₂₆ 接入车间废气收集系统，精馏残液 S₃₋₁₁ 作为固废处置。

4、项目工艺装置

表 3-3 磷丙泊酚钠项目工艺装置设备

序号	位号	设备名称	规格	操作参数 (进/出)		数量	主要材料	安全设施情况	备注
				温度 ℃	压力 MPa				
1	R45101	醚化反应锅	搪玻璃反应釜, V=500L,φ900/1000x700, 搅 拌配防爆电机:3KW; 65r/min	65~75	常压	1	搪玻璃	温度计、温度远传、压 力表、压力远传、爆破 片	特种设备
2	R45102	氯甲基丙 泊酚醚蒸 馏锅	搪玻璃反应釜, V=500L,φ900/1000x700, 搅 拌配防爆电机:3KW; 65r/min	40~125	-0.09	1	搪玻璃	温度计、温度远传、压 力表、压力远传、爆破 片	特种设备
3	R45103	磷酸化反 应锅	搪玻璃反应釜, V=500L,φ900/1000x700, 搅 拌配防爆电机:3KW; 65r/min	0~5	常压	1	搪玻璃	温度计、温度远传、压 力表、压力远传、爆破 片	
4	R45105	磷酸化反 应锅	搪玻璃反应釜, V=500L,φ900/1000x700, 搅 拌配防爆电机:3KW; 65r/min	55~65	常压	1	搪玻璃	温度计、温度远传、压 力表、压力远传、爆破 片	特种设备
5	R45106	乙酸乙酯 蒸馏釜	搪玻璃反应釜, V=500L,φ900/1000x700, 搅 拌配防爆电机:3KW; 65r/min	50~60	常压	1	搪玻璃	温度计、温度远传、压 力表、压力远传、爆破 片	特种设备
6	R45107	溶剂回收 釜	搪玻璃反应釜, V=500L,φ900/1000x700, 搅 拌配防爆电机:3KW; 65r/min	35~40	-0.09~常压	1	搪玻璃	温度计、温度远传、压 力表、压力远传	

7	R45108	母液蒸馏釜	搪玻璃反应釜, V=300L, 搅拌配防爆电机: 65r/min	40-45	-0.09~常压	1	搪玻璃	温度计、温度远传、压力表、压力远传、爆破片	
8	E45101	醚化冷凝器	卧式列管式换热器 φ200x1500, 换热面积 F=2 m ²	65/50	常压	1	S30408	温度远传	
9	E45102	氯甲基丙泊酚醚蒸馏一冷器	卧式列管式换热器 φ325x1500, 换热面积 F=5 m ²	110/90	-0.098	1	S30408	温度远传	
10	E45103	氯甲基丙泊酚醚蒸馏二冷器	卧式列管式换热器 φ125x1500, 换热面积 F=1 m ²	90/70	-0.098	1	S30408	温度远传	
11	E45105	磷酸化冷凝器	搪玻璃碟片式, F=1 m ² , φ610x650, 冷凝片数 1 片	40/30	常压	1	搪玻璃	温度远传	
12	E45106	磷酸化一冷器	板式换热器, 换热面积 F=5 m ²	55/40	常压	2	S30408	温度远传	
13	E45107	磷酸化二冷器	板式换热器, 换热面积 F=1 m ²	40/30	常压	2	S30408	温度远传	

14	E45108	乙酸乙酯蒸馏一冷器	不锈钢板式冷凝器，换热面积 F=5 m ²	110/90	常压	1	S30408	温度远传
15	E45109	乙酸乙酯蒸馏二冷器	不锈钢板式冷凝器，换热面积 F=1 m ²	90/70	常压	1	S30408	温度远传
16	V45101	四氢呋喃计量罐	立式支腿型储罐，上下椭圆封头，φ500x500，V=100L	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传
17	V45102	氯碘甲烷计量罐	立式支腿型储罐，上下椭圆封头，φ600x600，V=200L	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传
18	V45103	回收溶剂罐	卧式储罐，φ600x1600，V=500L	50	-0.098	1	S30408	液位远传
19	V45104	氯甲基丙泊酚醚接收罐	立式支腿型储罐，上下椭圆封头，φ500x500，V=100L	50	-0.098	1	S30408	液位计、液位远传
20	V45109	磷酸计量槽	立式支腿型储罐，上下椭圆封头，φ500x500，V=100L	常温	常压	1	钢衬塑	液位计、液位远传

21	V45110	母液地槽	300L, 600x600x850	常温	常压	1	钢衬塑	液位远传	
22	V45112	丙酮冲洗 计量槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆 封头, $\phi 500 \times 500$, $V=100L$	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
23	V45113	乙腈计量 槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆 封头, $\phi 600 \times 600$, $V=200L$	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
24	V45114	氯甲基丙 泊酚醚滴 加罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆 封头, $\phi 500 \times 500$, $V=100L$	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
25	V45115	乙腈接收 罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆 封头, $\phi 600 \times 600$, $V=200L$	30	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
26	V45116	盐酸高位 槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆 封头, $\phi 500 \times 500$, $V=100L$	常温	常压	1	钢衬塑	液位计、液位远传	
27	V45117	乙酸乙酯 计量罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆 封头, $\phi 500 \times 500$, $V=100L$	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传	

28	V45118	乙酸乙酯接收罐	卧式储罐, φ600x1600, V=500L	常温	常压	1	S30408	液位远传	
29	V45119	氢氧化钠滴加罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, φ500x500, V=100L	常温	常压	1	Q235	液位计	
30	V45120	粗品母液地槽	500L, 800x800x800	常温	常压	1	S30408	液位计	
31	V45121	甲醇计量槽	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, φ500x500, V=100L	常温	常压	1	S30408	液位计、液位远传	
32	M45102	离心机	工作空量: 45kg, 装料限度: 58kg, 防爆电机功率: 3kw				S31603	/	
33	M45103	粗品离心机	工作空量: 45kg, 装料限度: 58kg, 防爆电机功率: 3kw				S31603	/	
34	P45101AB	气动隔膜泵	气动隔膜泵, Q=0~3.5m³/h, H=0~60m			2	S30408	/	

35	P45102	母液输送泵	PZB 型自吸耐腐蚀泵, Q=5m ³ /h, H=18m, 防爆电机: 2.2KW			1	钢衬聚丙烯	/	
36	P45103	母液输送泵	CYZ-A 型自吸泵, Q=6.3m ³ /h, H=20m, 防爆电机: 1.5KW	常温		1	S30408	/	

附：真空机组

序号	位号	设备名称	规格	操作参数 (进/出)		数量	主要材料	安全设施情况	备注
				温度 ℃	压力 MPa				
1	P03501AB	合成投料真空泵	PSJ 环保型真空泵机组, 最大抽气量 280m ³ /h, 防爆电机功率: 7.5Kw/2P; 机组尺寸: 1200x1500x2900	常温	常压	2	组合件	/	
2	P03502AB	中间体干燥真空泵	WLW 系列无油立式往复真空泵, 抽气速率 75L/s, 极限压力 ≤2000Pa, 防爆电机功率: 4kw	常温	常压	2	组合件	/	
3	P03503ABC	过程控制真空泵	WLW 系列无油立式往复真空泵, 抽气速率 75L/s, 极限压力 ≤2000Pa, 防爆电机功率: 4kw	常温	常压	3	组合件	/	

4	P03504	三乙酯真空蒸馏真空泵	JZJW 系列双级罗茨往复真空机组, 抽气速率 300L/S, 功率 14.5kw	常温	常压	1	组合件	/	
5	V03501AB	合成投料真空缓冲罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, φ800x800	常温	-0.08	2	钢衬塑	/	
6	V03502AB	中间体真空干燥缓冲罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, φ800x800	常温	-0.08	2	Q235B	/	
7	V03503ABC	中间控制缓冲罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, φ800x800	常温	-0.08	3	Q235B	/	
8	V03504	真空蒸馏缓冲罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, φ800x800	常温	-0.08	1	Q235B	/	
9	V03505A~E	真空尾气收集罐	立式支腿型储罐, 上下椭圆封头, V=500L, φ800x800	常温	-0.08	6	Q235B	/	
10	E03501AB	合成投料泵前冷凝器	搪玻璃碟片式, F=10 m ² , φ870x1150, 冷凝片数 9 片	常温	-0.098	2	搪玻璃	/	

11	E03502AC	中间体干燥泵前冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500, 换热面积 F=10 m ²	常温	-0.098	2	S30408	/	
12	E03502BD	中间体干燥泵排空冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500, 换热面积 F=10 m ²	常温	-0.098	2	S30408	/	
13	E035303A CE	真空泵前冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500, 换热面积 F=10 m ²	常温	-0.098	3	S30408	/	
14	E035303B DF	真空泵排空冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500, 换热面积 F=10 m ²	常温	-0.098	3	S30408	/	
15	E03504	三乙酯泵前冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500, 换热面积 F=10 m ²	常温	-0.098	1	S30408	/	
16	P03601	精制投料真空泵	PSJ 环保型真空泵机组, 最大抽气量 280m ³ /h, 防爆电机功率: 7.5Kw/2P; 机组尺寸: 1200*1500*2900	常温	常压	1	组合件	/	
17	P03602A/B	精品干燥真空泵	WLW 系列无油立式往复真空泵, 抽气速率 75L/s, 极限压力 ≤2000Pa, 防爆电机功率: 4kw	常温	常压	2	组合件	/	

18	V03601	精制投料 真空缓冲 罐	立式支腿型储罐，上下椭圆 封头，V=500L,φ800x800	常温	-0.08	1	钢衬塑	/	
19	V03602A/ B	真空干燥 缓冲罐	立式支腿型储罐，上下椭圆 封头，V=500L,φ800x800	常温	-0.08	2	Q235B	/	
20	V03603A/ B	真空尾气 收集罐	立式支腿型储罐，上下椭圆 封头，V=500L,φ800x800	常温	-0.08	2	Q235B	/	
21	E03601	精制投料 真空泵前 冷凝器	搪玻璃碟片式，F=10 m ² ， φ870x1150，冷凝片数9片	常温	-0.098	2	搪玻璃	/	
22	E03602A/ B	精品干燥 真空泵前 冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500，换热面积 F=10 m ²	50/30	-0.08	2	S30408	/	
23	E03602C/ D	精品干燥 真空泵排 空冷凝器	立式列管式换热器 φ400x1500，换热面积 F=10 m ²	50/30	-0.08	2	S30408	/	

3.4 公用工程

本项目公用工程主要依托厂区内原有生产装置，本项目新增一台 300t/a 冷却塔，新增一台 800kW 制冷用的冷水机组。

3.5 生产化学品的的设计能力

本期项目生产产品及设计能力见表 3-2。

表 3-2 生产线及设计能力

序号	名称	设计能力 (t/a)	备注
1	丙硫氧嘧啶	50	
2	吡罗昔康	60	
3	磷丙泊酚钠	5	
4	亚磷酸	35	内硫氧嘧啶的副产品
5	乙醇	100	吡罗昔康的副产品

注：丙硫氧嘧啶的副产物甲乙醇不外卖直接套用于扑米酮的生产，故上表中未作副产品列出。

3.3 储存化学品的品种和设计能力

表 3-3 储存化学品品种及设计能力

类别	名称	贮存地点	包装形式	最大贮存量 (t)	年使用量/年产量(t)	备注
丙硫氧嘧啶						
产品	丙硫氧嘧啶	包装材料及成品仓库（一）	纸桶装	10	50	
副产品	亚磷酸	丙类仓库	袋装	10	35	
原料	丁酸	甲类仓库三	桶装	10	37.2	
	三氯化磷	甲类仓库三	桶装	10	55.8	
	乙醇	罐区	储罐	57	47	
	镁	硼氢化钾仓库	袋装	5	11.9	
	乙酰乙酸乙酯	甲类仓库三	桶装	10	50.9	
	苯	罐区	储罐	31.5	130.1	
	硫酸	甲类仓库三	桶装	10	31.5	
	甲醇钠甲醇溶液	罐区	储罐	53	168.1	
	甲醇	罐区/甲类仓库二	储罐	57/20	218.5	
	硫脲	甲类仓库三	袋装	10	32.1	
	针用活性炭	甲类仓库一	袋装	5	2.1	
	冰醋酸	甲类仓库三	桶装	10	23.6	
吡罗昔康						
产品	吡罗昔康	包装材料及成品仓库（一）	纸桶装	10	60	
副产	乙醇	甲类仓库四	桶装	10	100	

品						
原料	含水糖精钠	甲类仓库四	袋装	10	63.6	
	氯乙酸乙酯	甲类仓库四	桶装	10	40.4	
	N,N-二甲基甲酰胺	罐区/甲类仓库二	储罐/桶装	34/8	136.1	
	乙醇钠乙醇溶液	罐区	储罐	27	283.6	
	精制盐酸	甲类仓库三	桶装	10	62.0	
	硫酸二甲酯	危险品仓库一（剧毒品库）	桶装	10	48.5	
	α -氨基吡啶	甲类仓库四	袋装	5	21.6	
	二甲苯	罐区	储罐	31	102.5	
	氢氧化钠	甲类仓库四	袋装	10	8.4	
磷酸丙泊酚钠						
产品	磷酸丙泊酚钠	包装材料及成品仓库（一）	纸桶装	2	58	
原料	四氢呋喃	甲类仓库二	桶装	2	2.8	
	碘化钾	甲类仓库二	袋装	0.6	0.6	
	氯碘甲烷	甲类仓库二	桶装	2	3.5	
	丙泊酚	甲类仓库二	袋装	2	3.3	
	三乙胺	甲类仓库二	桶装	2	4.6	
	磷酸	甲类仓库二	桶装	2	5.3	
	丙酮	甲类仓库二	桶装	6	1.5	
	乙腈	甲类仓库二	桶装	0.9	0.9	
	乙酸乙酯	甲类仓库二	桶装	10	0.8	
	无水硫酸钠	甲类仓库一	袋装	5	5	

4、人力资源配置情况

精华制药集团南通有限公司设置了安环处，实行主要负责人目标责任制。负责人对本次试生产的全过程负责，成立试生产工作小组。按设计定员和岗位技术标准组织有管理经验的干部和有实际操作经验的专业对口技术人员、工人骨干。

4.1 试生产领导小组

1) 试车领导小组：

组长：袁拥军

组员：吴金明、胡舜承、张加斌、张伟男

2) 试车实施小组：

试生产实施小组职责：按照试生产总体要求，全面落实人员、技术、物资、资金、营销、外部条件等各项准备工作；编制各种试车方案，并按相关规定上报审查核定；按照单机试车、联动试车、投料试车等应具备的条件进行审查，严格执行试车方案；落实完善各项生产管理制度，落实试车保运工作；完善安全、消防各项制度及急救系统，完善试车应急预案。

(1) 投料试车指挥组

组长：张加斌

组员：朱爱梅、黄洁敏

职责：负责各级管理人员、技术人员及操作人员培训；编制各种试车方案、生产技术资料、管理制度；组织系统管线吹扫、气密试验；组织单机试车、联动试车及投料试车；参与生产考核验收。

(2) 安全组

组长：胡舜承

组员：封乃军、秦俊俊、郭佳燕

职责：负责落实安全、消防、工业卫生等各项措施，及时向当地政府呈报，办理必要的审批手续。负责项目试生产过程的安全事项沟通。

(3) 环保组

组长：胡舜承

组员：韦松林、宋庆庆、周国锋

职责：负责落实环保等各项措施，及时向当地政府呈报，办理必要的审批手续；负责企业内工业污水、废气、废渣等与有关管理部门衔接开通。负责厂区内、外道路、雨排水、工业污水、消防水管道提前接通。

（4）技术组

组长：吴金明

组员：孙玉娟、成红云

职责：配合投料试车组进行投料试车作业；参与生产考核验收；应对试生产过程中的突发情况。

（5）设备及公用工程组

组长：肖益华

组员：祁磊磊、朱小红、殷崇林、李佳杰

职责：负责压力容器和管道、特种设备等申报、审批、领证工作；负责试生产期间设备的维护、保养、维修；应对试生产过程中设备的突发情况。负责编制装置开车期间的水、汽、氮气、仪表风等联网供应保障方案；负责完成DCS控制系统培训及电仪设备的现场调试；负责联网供电；负责压力容器和管道、特种设备等申报、审批、领证工作；落实依托社会的机电仪维护力量及公共服务设施；负责电仪的保运工作。

（6）采购组

组长：张炜

组员：顾珊珊、顾晓娟、张猛

职责：负责原辅材料的比价采购、供应；负责产品、原料的运输、贮存。

（7）后勤保障组

组长：沙静

组员：钱青青、王嵩

职责：负责生活后勤服务设施的落实；负责保障通信、网络畅通。

（8）医疗救护组

组长：丁莹

组员：江镇彤、李许阳

职责：负责现场医疗救护、送医工作。

4.2 试生产参加人员情况

公司从社会招聘工作人员，参加试生产的安全、设备的强化培训，考试合格后持证上岗。项目人员资历情况一并如下。

本次试产的人员安排见表 4-1。

表 4-1 公司试生产人员安排表（1）

岗位	姓名	作业种类	学历	工作年限	班次	备注
吡罗昔康 作业人员	蔡亮	一般作业人员	初中	30	甲班	合成工段
	徐振兵	一般作业人员	高中	12	甲班	合成工段
	桑卫东	一般作业人员	中专	10	甲班	精制工段
	周小琴	一般作业人员	初中	9	甲班	精制工段
	许鑫华	一般作业人员	大专	10	乙班	合成工段
	许星星	一般作业人员	中专	5	乙班	合成工段
	陈亚琴	一般作业人员	初中	9	乙班	精制工段
	黄惠	一般作业人员	高中	9	乙班	精制工段
	杨嘉	烷基化作业人员	高中	9	常日班	做一休一
	刘金凤	烷基化作业人员	高中	34	常日班	做一休一
磷丙泊酚钠 作业人员	孙炜杰	烷基化作业人员	专科	9	常日班	做一休一
	朱玺	烷基化作业人员	大专	12	常日班	做一休一
	董刚	一般作业人员	大专	8	常日班	做一休一
	刘志	一般作业人员	大专	12	常夜班	做五休二
	马振开	一般作业人员	大专	6	常夜班	做五休二
丙硫氧嘧啶 作业人员	石祚兵	一般作业人员	初中	10	甲班	合成工段
	吴跃进	一般作业人员	高中	8	甲班	合成工段
	施雪松	一般作业人员	初中	30	甲班	精制工段
	葛桂玲	一般作业人员	大专	8	甲班	精制工段
	符冬林	一般作业人员	初中	10	乙班	精制工段
	马良君	一般作业人员	高中	6	乙班	精制工段
	姚建华	一般作业人员	高中	33	乙班	合成工段
	胡清清	一般作业人员	大专	8	乙班	合成工段
	谢志祥	一般作业人员	本科	10	常日班	备用人员 辅操
	刘峰	氯化作业人员	大专	30	常日班	做一休一
	马江东	氯化作业人员	大专	5	常日班	做一休一
DCS 控制室	赵春阳	化工自动化控制仪表作业	本科	11 年	白班	
	徐亮亮	化工自动化控制仪表作业	本科	20 年	白班	

岗位	姓名	作业种类	学历	工作年限	班次	备注
	赵春宇	化工自动化控制仪表作业	大专	9年	夜班	
	丛亚娟	化工自动化控制仪表作业	本科	9年	夜班	
	陈钰	化工自动化控制仪表作业	本科	9年	常日班	备用人员

表 4-1 人员班次安排表 (2)

车间名称	工作岗位	白班	夜班
多品种三 (合成) 车间	吡罗昔康合成工段	3	2
	磷丙泊酚钠	2	1
	丙硫氧嘧啶合成工段	4	2
合计		9	5
多品种三 (精制) 车间	吡罗昔康精制工段	2	2
	丙硫氧嘧啶精制工段	2	2
	合计	4	4

表 4-1 公司试生产人员安排表 (3)

岗位	姓名	作业种类	学历	工作年限	备注
储运	张炜	经理	本科	30	
	顾珊珊	副经理	本科	12	
	张敏	主管	大专	15	
	王银楠	管理员	大专	9	
	符小兵	叉车工	初中	14	
公用工程	陆俊	电工	中技	39	
	盛敏	电工	中技	34	
	尤文斌	电工	职高	33	
	张维群	电工	大专	11	
	于富强	电工	中专	10	
	祁文字	电工	本科	5	
	宗丛林	电工	大专	5	
	印建平	电工	初中	30	
	戴迅雷	仪表	中技	30	
	陈勇	维修	中技	33	
	周兴宏	维修	职高	9	
	姚佳能	维修	大专	5	
	施威	维修	大专	14	
	康乘龙	维修	初中	5	
	肖华	维修	中专	5	
	左爱军	冷冻	职高	34	
	姚健	冷冻	职高	5	
王佳楠	冷冻	大专	5		
周琦	冷冻	大专	5		

岗位	姓名	作业种类	学历	工作年限	备注
	朱建华	冷冻	初中	43	
	陈定沪	冷冻	高中	32	
	袁根华	冷冻	初中	40	
	邵斌	冷冻	中技	33	
	严玉华	冷冻	初中	30	
	戴永霞	纯化水	大专	12	
	张欣	纯化水	大专	11	
	张蓉蓉	纯化水	中专	4	
分析/化验	冯莎颖	中控分析	中专	11	
	陈伟男	中控分析	大专	10	
	钱天琦	中控分析	本科	7	
	杨晓丹	中控分析	大专	7	

注：

- ①危险工艺岗位作业人员为白班制。
- ②吡罗昔康烷基化工段作业时间为 13:00~15:30
- ③磷丙泊酚钠烷基化工段为 9:00~16:00
- ④丙硫氧嘧啶氯化工段作业时间为 9:00~14:00
- ⑤辅操岗位为离心，放料，装料等辅助作业。

4.3 试车人员的培训教育及考试情况

试生产培训考试情况：试生产人员于分批次进行了理论和现场培训，主要针对工艺操作规程和安全操作规程及工艺安全、物料理化性质及应急处置、消防应急等方面进行了培训。

5、试车必须具备的条件

5.1 试车应具备的条件

1、试生产履行手续

按照《危险化学品建设项目安全监督管理办法》（安监总局令第 45 号，2015.5.27 修订/79 号令）、《关于加强危险化学品建设项目试生产（使用）和安全设施竣工验收有关工作的通知》（通安监[2018]87 号）等法规文件要求，试生产方案由企业自行组织专家进行评审，涉及“两重点一重大”项目，建设单位应在试生产方案等组织专家复查后 10 个工作日内，将相关材料（含试生产方案、试生产资料、专家/专家组审查意见）上报项目监管部门。

2、单机试车及工程中间交接完成

- (1) 工程质量初评合格。
- (2) “三查四定”的问题整改消缺完毕，遗留尾项已处理。

- (3) 影响投料的设计变更项目已施工完毕。
- (4) 单机试车合格。
- (5) 工程已办理中间交接手续。
- (6) 化工装置区内施工用临时设施已全部拆除；现场无杂物、无障碍。
- (7) 设备位号和管道介质名称、流向标志齐全。
- (8) 系统吹扫、置换、清洗完成，气密试验合格。

3、联动试车已完成

- (1) 计算机仪表联校等已完成并经确认。
- (2) 设备处于完好备用状态。
- (3) 在线分析仪表、仪器经调试具备使用条件。
- (4) 化工装置检测、控制、联锁、报警系统调校完毕，防雷防静电设施准确可靠。
- (5) 现场消防器材及岗位的工器具已配备齐全。
- (6) 联动试车暴露出的问题已经整改完毕。

4、人员培训已完成

- (1) 所有操作人员完成工艺和安全培训。
- (2) 各工种人员已经接受相关技能培训，特殊工种持证上岗。
- (3) 已汇编同类装置事故案例，并组织学习。
- (4) 对生产班组进行了紧急事故模拟演练。

5、各项生产管理制度已建立和落实

- (1) 结合本项目完善了公司安全生产责任制，补充了本项目涉及的岗位生产责任制。
- (2) 根据本项目完善公司的安全管理制度，和风险评估文件。
- (3) 各项作业操作程序已经制定完成并沟通给相关作业人员。

6、经批准的试车方案已组织有关人员学习

- (1) 工艺技术规程、安全技术规程已组织所有操作人员培训结束。
- (2) 试车步骤都有书面方案，并沟通给相关操作人员。
- (3) 现场的操作风险已经识别，并实行可视化管理。
- (4) 已进行试车方案交底、学习、讨论。
- (5) 事故应急预案已经制定并经过演练。

7、保证运行工作已落实

- (1) 保运的范围、责任已划分。
- (2) 保运装备、工器具已落实。
- (3) 保运值班地点已落实，实行值班。
- (4) 物资供应服务到现场，实行值班。
- (5) 机、电、仪修人员已上岗，实行值班。

8、供电系统已平稳运行

- (1) 工艺要求的专线供电已实现。
- (2) 仪表电源稳定运行。
- (3) 应急发电机处于良好备用状态。
- (4) 电工已上岗值班。
- (5) 供电线路维护已经落实，人员开始倒班巡线。

9、供排水系统已正常运行

- (1) 供水压力、流量、水质符合工艺要求，供水稳定。
- (2) 循环水系统运行稳定。
- (3) 工艺废水、消防水、冷凝水、排水系统均已投用，运行可靠。

10、蒸汽系统已平稳供给

- (1) 蒸汽系统已按压力等级运行正常，参数稳定。
- (2) 无跑、冒、滴、漏，保温良好。

10、导热油系统已平稳供给

- (1) 导热油系统已按压力等级运行正常，参数稳定。
- (2) 无跑、冒、滴、漏，保温良好。

11、供氮、供气系统已运行正常

- (1) 压缩空气、仪表空气、氮气系统运行正常。
- (2) 压力、流量、露点等参数合格。

12、化工原材料准备齐全

- (1) 化工原材料已全部到货并检验合格。
- (2) 辅料已全部到货并检验合格。

13、备品配件齐全

- (1) 备品配件可满足试车需要，已上架，帐物相符。

(2) 库房已建立值班制度，保管人员熟悉库内物资规格、数量、存入地点，出库满足及时准确要求。

14、通讯联络系统运行可靠

- (1) 指挥系统通讯畅通。
- (2) 岗位、直通电话已开通好用。
- (3) 调度、火警、急救电话可靠好用。
- (4) 对讲机呼叫清晰。

15、物料储存系统已处于良好待用状态

- (1) 贮存设施利用现有设施，处于良好待用状态。
- (2) 库房、储罐防静电、防雷设施完好。

16、物流运输系统已处于随时备用状态

- (1) 管道输送系统已建成投用。
- (2) 原料、产品交接的质量、数量、方式等制度已落实。
- (3) 不合格品处理手段已落实。
- (4) 产品包装包装材料齐全。
- (5) 产品销售和运输手段已落实。
- (6) 产品出厂检验、装车、运输设备及人员已到位。

17、安全、消防、急救系统已完善

- (1) 经过风险评估，已制订相应的安全措施和事故预案。
- (2) 安全生产管理制度、规程、台帐齐全，安全管理体系建立，人员经安全教育后取证上岗。
- (3) 动火制度、禁烟制度、车辆管理制度等安全生产管理制度已建立并公布。
- (4) 道路通行标志、限速及其他警示标志齐全。
- (5) 消防巡检制度，消防作战方案已落实，消防道路已畅通，并进行过消防演习。
- (6) 岗位消防器材、护具已备齐，人人会用。
- (7) 气体防护、救护措施已落实，制定预案并演习。
- (8) 现场人员劳保用品穿戴符合要求，职工急救常识已经普及，各班组有经过培训的急救队员。

(9) 生产装置、罐区的消防水系统、喷淋以及烟感报警器、可燃气体检测仪已投用，完好率达到 100%。

(10) 安全阀试压、调校、定压、铅封完毕。

(11) 压力容器、压力管道等特种设备已经质量技术监督部门监督检查、登记并发证。

(12) 盲板管理已有专人负责，进行动态管理，设有台帐，现场挂牌。

(13) 公司配有急救站，并备有救护设施。

18、生产调度系统已正常运行

(1) 试车调度工作的正常秩序已形成，例会制度已建立。

(2) 调度人员已熟悉各种物料输送方案，装置间互供物料关系明确且管线已开通。

(3) 试车期间的原料、燃料、产品、废弃物及动力平衡等均已纳入调度系统的正常管理之中。

19、环保工作达到“三同时”

(1) 生产装置“三废”处理设施已建成投用。

(2) 环境监测所需的仪器、化学药品已备齐，分析规程及报表已准备完成。

(3) 环保管理制度、各装置环保控制指标、采样点及分析频次等经批准公布执行。

20、化验分析准备工作已就绪

(1) 分析室已建立正常分析检验制度。

(2) 化验分析项目、频率、方法已确定，仪器调试完毕，试剂已备齐，分析人员已持证上岗。

(3) 采样点已确定，采样器具、采样责任已落实。

(4) 模拟采样、模拟分析已进行。

21、现场保卫已落实

(1) 现场保卫的组织、人员、交通工具已落实。

(2) 入厂制度、控制室等要害部门保卫制度已制定。

22、生活后勤服务已落实

(1) 职工接送车满足试车期间倒班运作要求和节假日加班需要。

(2) 倒班管理已正常化、落实责任。

(3) 清洁卫生责任制已落实。

(4) 职工防暑降温或防寒防冻的措施落实到位。

5.2 目前试车已具备的条件

1、已制定了完善的工艺、安全操作规程，并组织专家组对工艺、安全技术规程进行论证。

2、主要负责人、专职安全管理人员已及时参加南通市安全生产监督管理局的培训考核，并考试合格。

3、设置了安全管理机构——安全处，封乃军、秦俊俊等 10 人为专职安全管理员。

4、制定安全领导小组和各管理部门的安全职责，明确主要负责人、各级管理人员和从业人员的安全职责。

5、按照《危险化学品从业单位安全标准化通用规范》（AQ 3013-2008）制订安全生产规章制度。

6、对从业人员进行了三级安全教育培训，并建立了安全教育档案。特种作业人员、特种设备操作人员均持证上岗。

7、企业配备了国家注册安全工程师（胡舜承）。

8、对从业人员进行了岗前职业健康体检，并建立了职业健康档案。

9、对特种设备等法定检测、检验的设备、设施进行了检测、检验，并领取了检测合格报告书。

10、项目涉及的生产厂房、仓库等均通过了消防验收。

11、对全体员工缴纳了工伤保险。

12、按已通过审查的《安全设施设计专篇》的要求，委托有资质的施工单位施工和安装，委托有资质的单位实施建设项目工程监理，工程已经通过“三查四定”验收，存在问题已整改到位；安全投入满足要求。

13、按照《生产安全事故应急条例》（国务院第 708 号令）《生产安全事故应急预案管理办法》（应急管理部第 2 号），并进行了备案，结合本项目修订了公司综合预案，并组织了演练。

14、建设项目试生产（使用）现场环境已具备以下条件：

(1) 试生产（使用）范围内的设备、设施和管道系统的内部已经过处理及耐压试验、严密性试验合格；

(2) 试生产（使用）范围内的电器系统和仪表装置的检测、自动控制系统、联锁及报警系统等符合设计文件的规定；

(3) 试生产（使用）所需的水、电、汽、气及各种原辅材物料满足试生产（使用）的要求

(4) 试生产（使用）现场已清理干净，道路、照明等满足试生产（使用）的要求。距试生产现场必要的安全间距范围内，无其他施工项目和人员进入。

(5) 车间生产场所通道畅通，照明、通风等满足试生产（使用）的要求。

15、试车人员要求

(1) 试车人员已熟悉化工装置、机泵的操作程序，性能，参数和操作规程。

(2) 静设备试车人员已熟悉静设备的材质，工艺介质，基本工艺参数，并具备处理不正常情况的应变能力。

(3) 工艺管线试车人员已熟悉主要管路，材质、工艺介质，基本工艺参数及工艺流程，并具备处理不正常情况应变能力。

(4) 电气试车人员已熟悉各控制柜、盘的操作程序、规程及相应的安全操作规程（电工操作证）。

(5) 仪表试车人员已熟悉试车区域的仪表、仪器及其性能，清楚各部分仪表回路及调整方法，重要仪表进行仪表试车时专业技术人员能够到岗。

(6) 现场安全管理人员熟悉现场操作安全风险和控制措施，能够提供安全支持给试生产团队。

6、试生产所需准备工作及检查确认内容

为保证试生产运行正常，在试生产前做了充分的试生产准备及检测检查工作。

6.1 试生产所需准备工作

试生产前必须保证完成以下几个方面的准备工作：

- 1、组建试生产领导小组并明确职责，确保以下措施落实到位：
 - a. 修订技术规程、开车方案和事故应急预案等资料；
 - b. 完成操作人员的安全、三级教育和培训，特种设备操作人员取得相关部门颁发的特种作业上岗证。
 - c. 化工投料应具备以下条件

(1) 全部工艺管道和设备都已经过耐压试验合格，设备和管道的吹扫和清洗工作已经结束。

(2) 设备、管道均已经过气密试验，且确认合格。

(3) 所有转动设备按规定经过详细检查，单体试车和联动试车符合要求，可供正常运转。

(4) 所有电气设备的继电调整和绝缘试验已经完成，具备正常投运的条件。

(5) 控制系统已经测试和调校完成，可以正常运行。

- d. 公用工程的水、电、汽、气等公用工程均已能按设计值保证供应。
 - e. 所有化验分析仪器、标准液的制备等已准备到位。
 - f. 项目区域涉及的安全消防设施，包括安全网、安全罩、盲板、避雷及静电设施、防毒、防尘、事故急救设施、消火栓、气体监测仪、火灾报警系统等都已安装完毕，经检查试验合格，并有专人负责。
 - g. 贮运系统经检验已无问题，具备贮存能力，有关计量仪器已经标定可供使用。
 - h. 化工原材料、辅助化工原料已备齐，质量符合设计要求，且已运至指定地点。
 - i. 设备、管线的保温和防腐工作已经完成并要对设备、管道、阀门、电气、仪表等进行位号、名称、介质、流向标记标注。
 - j. 应急通讯广播，和日常操作对讲机通讯设施能正常使用。
 - k. 机、电、仪设施都已完工并投入使用，定期检测维护确保功能。
 - l. 工艺规程、安全规程、分析规程、设备维修规程、岗位操作规程及试车方案等技术资料已经齐备，并批准颁发。
 - m. 已经健全相关试生产岗位责任制。
 - n. 原始操作记录和试车调试记录、问题排查修正记录已准备齐全。
 - o. 易损易耗的备品配件，专用工器具准备齐全。
 - p. 厂区内道路、场地竖向整平，保证通畅。
- 2、组建试生产前安全检查小组，制定试生产前安全检查的范围、日程安排，编制或选择合适的安全检查清单，检查小组具备如下知识和技能：

- a. 熟悉相关的政策、法规、标准；
 - b. 熟悉相关的工艺过程和项目的风险控制目标。
 - c. 熟悉相关设备，能够分辨设备的设计与安装是否符合设计意图；
 - d. 熟悉工厂的生产和维修活动；
 - e. 熟悉工厂的安全控制要求和标准。
- 3、检查小组根据检查清单对现场安装好的设备、管道、仪表及其他辅助设施进行目视检查，确认是否已经按设计要求完成了相关设备、仪表的安装和功能测试。确认工艺危害分析报告中的改进措施和安全保障措施是否已经按要求予以落实；员工培训、操作程序、维修程序、应急反应程序完成。
- 4、现场检查完成后，检查小组应编制试生产前安全检查报告，记录检查清单中所有要求完成的检查项的状态。在装置投产后，必须确保完成“试生产后需要完成检查项”。在检查清单中所有的检查项都完成后，对试生产前安全检查报告进行更新，并最终批准。

6.2 试生产已作的准备工作及检查内容

试生产已作的准备工作内容及说明见表 6-1。

表 6-1 试生产已作的准备工作内容及说明

序号	内容	说明
1	人员组织准备工作	确定岗位人员
		配备试生产专职安全人员
		确定试生产领导小组成员
2	管理准备	健全相关安全生产责任制
		健全安全管理制度
		制定岗位操作规程
3	技术准备	制定产品、原料的质量标准
		指定产品中控分析规程和方法
		相关工艺风险控制要求
		制定检维修规程
		制定应急预案
		制定相关记录表格
4	相关调试人员培训	通过理论和现场培训，考核合格
		特殊工种持证上岗
5	安全准备	对压力管道、压力容器等设备进行检测
		对压力表、安全阀、防爆膜进行校验

序号	内容	说明
6	物质及外部条件准备（应急器材配备、外部救援条件、能源供应）	对消防设施、器材进行检查
		防雷防静电检测
		建筑消防设施、防爆电气设施、气体报警仪检测
		严格按照涉及规定配备应急备品备件
		配备应急救援器材及相应救援药品
		与医疗、消防机构挂钩
		与水、电、汽的供应单位进行沟通

6.3 试生产所检查的内容

试生产已作的准备工作内容及说明见表 6-2。

表 6-2（1）试生产所作检查工作内容及确认事项

作业项目	分类	确认事项	状态
1.丙硫氧嘧啶反应釜等关联设备的点检	R07102/R07203/R07204/R07205/R07207/R07301	气密性试验（真空、空气加压的条件下）	完成
		机械搅拌的振动、异音有无	完成
		检查设备的零部件是不是齐全、完整，各个紧固部件有没有松动的情况	完成
		搅拌机轴的温度和填料密封的紧固	完成
		确认配管接口处有无泄漏	完成
		反应釜夹套温度的确认	完成
		搅拌速度	完成
	反应釜夹套	确认夹套有无泄漏	完成
	冷凝器	确认有无泄漏	完成
	反应釜周围的配管	确认拧紧度（配管接合处）	完成
2.吡罗昔康反应釜关联设备的点检	R03102/R03103R03104/R03105/R03106/R03107/R03201/R03203/R03301/R03302/R03303/R03304	气密性试验（真空、空气加压的条件下）	完成
		机械搅拌的振动、异音有无	完成
		检查设备的零部件是不是齐全、完整，各个紧固部件有没有松动的情况	完成
		搅拌机轴的温度和填料密封的紧固	完成
		确认配管接口处有无泄漏	完成
		反应釜夹套温度的确认	完成
		搅拌速度	完成
	反应釜夹套	确认夹套有无泄漏	完成
	冷凝器	确认有无泄漏	完成
	反应釜周围的配管	确认拧紧度（配管接合处）	完成
3.磷丙泊酚钠	R45101/R45102/R45103/R45104/R45105/R45106	气密性试验（真空、空气加压的条件下）	完成
		机械搅拌的振动、异音有无	完成
		检查设备的零部件是不是齐全、完整，各个紧固部件	完成

作业项目	分类	确认事项	状态
		有没有松动的情况	
		搅拌机轴的温度和填料密封的紧固	完成
		确认配管接口处有无泄漏	完成
		反应釜夹套温度的确认	完成
		搅拌速度	完成
	反应釜夹套	确认夹套有无泄漏	完成
	冷凝器	确认有无泄漏	完成
	反应釜周围的配管	确认拧紧度（配管接合处）	完成
3.自控系统	DCS 控制程序	控制程序调整确认	完成
	相关数据采集	对相关采集数据的有效真实性的确认	完成
	相关报警	对相关报警装置的可靠性确认	完成
	相关联锁自控	对相关连锁控制的可靠性确认	完成
4.公用工程	供电系统	供电系统负荷的确认	完成
	蒸汽系统	供热压力及温度的确认，管线强度和气密性测试	完成
	导热油系统	供热压力及温度的确认，管线强度和气密性测试	完成
	循环冷却水	循环水量、压力及水温的确认	完成
	空气压缩机	供气压力的确认	完成
	制氮机	供氮气压力的确认	完成
	废水处理	废水处理单元的单机调试和联动测试完成	完成
5.储罐	储罐区	设定液位管上限、下限的液面标志	完成
		液位远传与现场匹配性确认	完成
		实际液体量和液面表示的匹配性确认	完成
		储罐配套管路有无泄漏	完成
6.泵	料泵	确认泵的入口过滤器干净并安装好	完成
		确认润滑油系统符合要求	完成
		确认油箱液位正常	完成
		确认密封液系统符合要求	完成
		确认泵的出口和入口阀关闭	完成
7.仓库	物料仓库	仓库物料堆放、包装的完好性	完成
		仓库设置的气体报警仪有效性	完成
		仓库设置的应急消防器材有效性	完成
8.其他	现场标识	对设备、配管等标识	完成
	警示标志	车间、仓库是否张贴安全警示标志	完成
	消防和应急设施	消防和应急设施已完成测试，并进行标识	完成
	垃圾桶	现场垃圾进行有效分类，并对垃圾桶进行标识和定置	完成

表 6-2（2）多品种三（合成）车间 DCS 系统状态确认

序号	原因侧			动作侧		状态
	联锁名称	仪表位号	引起联	位号	引起动作说明	
						完成

			锁原因			
1	真空干燥机	TE-X0310301	高高	TV-X0310301	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-X0310301 控制干燥机内温度, 温度高位报警, 高高位联锁关闭蒸汽阀	完成
2	缩合反应锅 R03102A 温度	TE-R03102A01	高高	TV-R03102A01a TV-R03102A01c TV-R03102A01b TV-R03102A01d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R03102A01a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁关闭蒸汽阀 TV-R03102A01a/c, 开启循环水阀 TV-R03102A01b/d	完成
3	缩合反应锅 R03102B 温度	TE-R03102B01	高高	TV-R03102B01a TV-R03102B01c TV-R03102B01b TV-R03102B01d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R03102B01a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁关闭蒸汽阀 TV-R03102B01a/c, 开启循环水阀 TV-R03102B01b/d	完成
4	重排反应锅 R03103 温度	TE-R0310301	高高	TV-R0310301a TV-R0310301c TV-R0310301b TV-R0310301d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R0310301a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁关闭蒸汽阀 TV-R0310301a/c, 开启循环水阀 TV-R0310301b/d	完成
5	甲化反应锅 R03104 温度	TE-R0310401	高高	TV-R0310401a TV-R0310401c TV-R0310401b	温度显示, 调节进料调节阀 TV-R0310401b/c 和冷冻水阀 TV-R0310401a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁关闭料调节阀 TV-R0310401b/c, 并开启冷冻水阀 TV-R0310401a	完成
6	甲化反应锅 R03104 搅拌状态	UI-R0310401	故障	TV-R0310401a TV-R0310401c TV-R0310401b	故障报警, 并联锁关闭料调节阀 TV-R0310401b/c, 开启冷冻水阀 TV-R0310401a	完成
7	胺解反应锅 R03301A 温度	TE-R03301A01	高高	TV-R03301A01a TV-R03301A01b TV-R03301A01c TV-R03301A01d TV-R03301A01e TV-R03301A01f	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R03301A01a 控制釜温在 130℃, 高位报警, 高高位联锁关蒸汽阀 TV-R03301A01a/d, 开启循环水阀 TV-R03301A01c/f; 蒸汽加热 24 小时后开启循环水冷却系统降温至 80~100℃后关闭循环水开关阀, 开启热水调节系统 TV-R03301A01b/e	完成

8	胺解反应锅 R03301B 温度	TE-R03301B01	高高	TV-R03301B01a TV-R03301B01b TV-R03301B01c TV-R03301B01d TV-R03301B01e TV-R03301B01f	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R03301B01a 控制釜温在 130℃, 高位报警, 高高位联 锁关蒸汽阀 TV-R03301B01a/d, 开启循 环水阀 TV-R03301B01c/f; 蒸汽加热 24 小时后开启循 环水冷却系统降温至 80~100℃后关闭循环水开 关阀, 开启热水调节系统 TV-R03301B01b/e	完成
9	胺解反应锅 R03301C 温度	TE-R03301C01	高高	TV-R03301C01a TV-R03301C01b TV-R03301C01c TV-R03301C01d TV-R03301C01e TV-R03301C01f	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R03301C01a 控制釜温在 130℃, 高位报警, 高高位联 锁关蒸汽阀 TV-R03301C01a/d, 开启循 环水阀 TV-R03301C01c/f; 蒸汽加热 24 小时后开启循 环水冷却系统降温至 80~100℃后关闭循环水开 关阀, 开启热水调节系统 TV-R03301C01b/e	完成
10	胺解反应锅 R03301D 温度	TE-R03301D01	高高	TV-R03301D01a TV-R03301D01b TV-R03301D01c TV-R03301D01d TV-R03301D01e TV-R03301D01f	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R03301D01a 控制釜温在 130℃, 高位报警, 高高位联 锁关蒸汽阀 TV-R03301D01a/d, 开启循 环水阀 TV-R03301D01c/f; 蒸汽加热 24 小时后开启循 环水冷却系统降温至 80~100℃后关闭循环水开 关阀, 开启热水调节系统 TV-R03301D01b/e	完成
11	胺解反应锅 R03301E 温度	TE-R03301E01	高高	TV-R03301E01a TV-R03301E01b TV-R03301E01c TV-R03301E01d TV-R03301E01e TV-R03301E01f	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R03301E01a 控制釜温在 130℃, 高位报警, 高高位联 锁关蒸汽阀 TV-R03301E01a/d, 开启循 环水阀 TV-R03301E01c/f; 蒸汽加热 24 小时后开启循 环水冷却系统降温至 80~100℃后关闭循环水开 关阀, 开启热水调节系统 TV-R03301E01b/e	完成

12	胺解反应锅 R03301F 温度	TE-R03301F01	高高	TV-R03301F01a TV-R03301F01b TV-R03301F01c TV-R03301F01d TV-R03301F01e TV-R03301F01f	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R03301F01a 控制釜温在 130℃, 高位报警, 高高位联 锁关蒸汽阀 TV-R03301F01a/d, 开启循 环水阀 TV-R03301F01c/f; 蒸汽加热 24 小时后开启循 环水冷却系统降温至 80~100℃后关闭循环水开 关阀, 开启热水调节系统 TV-R03301F01b/e	完成
13	甲化精制脱色 锅	TE-R0320101	高高	TV-R0320101	温度显示, 高高位联锁关闭 蒸汽阀 TV-R0320101。	完成
14	胺解母液回收 锅 R03304 温度	TE-R0330401	高高	TV-R0330401a TV-R0330401c TV-R0330401b TV-R0330401d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R0330401a 控制釜温, 温 度高位报警, 高高位联锁关 闭蒸汽阀 TV-R0330401a/c, 开启循环水阀 TV-R0330401b/d	完成
15	乙醇母液回收 锅 R03305 温度	TE-R0330501	高高	TV-R0330501a TV-R0330501c TV-R0330501b TV-R0330501d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R0330501a 控制釜温, 温 度高位报警, 高高位联锁关 闭蒸汽阀 TV-R0330501a/c, 开启循环水阀 TV-R0330501b/d	完成
16	氯化反应锅 R07101 温度	TE-R0710101	高高	TV-R0710101a TV-R0710101e TV-R0710101c TV-R0710101b TV-R0710101d	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R0710101a 及丁酸滴加 阀 TV-R0710101e 控制釜温, 高位报警, 高高位联锁关闭 丁酸滴加阀 TV-R0710101e 和蒸汽阀 TV-R0710101a/c, 开启循环水 TV-R0710101b/d	完成
17	亚磷酸处理锅 R07102 温度	TE-R0710201	高高	TV-R0710201a TV-R0710201c TV-R0710201b TV-R0710201d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R0710201a 控制釜温, 温 度高位报警, 高高位联锁关 闭蒸汽阀 TV-R0710201a/c, 开启循环水阀 TV-R0710201b/d	完成
18	丁酰氯蒸馏锅 R07103 温度	TE-R0710301	高高	TV-R0710301a TV-R0710301c TV-R0710301b TV-R0710301d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R0710301a 控制釜温, 温 度高位报警, 高高位联锁关 闭蒸汽阀 TV-R0710301a/c, 开启循环水阀	完成

					TV-R0710301b/d	
19	丁酰氯苯配置锅 R07201 称重	WT-R0720101		WV-R0720101a WV-R0720101b P07103 P07201	重量显示, 联锁关闭进料阀 WV-R0720101a 及泵 P07103, 进料阀 WV-R0720101b 及泵 P07201	完成
20	乙酰乙酸乙酯配置锅 R07202 称重	WT-R0720201		WV-R0720201a WV-R0720201b WV-R0720201c P07201 P07202 P07203	重量显示, 联锁关闭进料阀 WV-R0720201a 及泵 P07202, WV-R0720201b 及泵 P07203, WV-R0720201c 及泵 P07201	完成
21	置换反应锅 R07203 温度	TE-R0720301	高高	TV-R0720301a TV-R0720301b TV-R0720301e TV-R0720301f TV-R0720301d TV-R0720301h	温度显示, 调节导热油阀 TV-R0720301e 及滴加阀 TV-R0720301a/b 控制釜温, 高位报警, 高高位联锁关闭滴加阀 TV-R0720301a/b 和导热油阀 TV-R0720301e, 开启冷油阀 TV-R0720301f/d	完成
22	0-烷基化反应锅 R45101 温度	TE-R4510101	高高	TV-R4510101a TV-R4510101c TV-R4510101e TV-R4510101b TV-R4510101d	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R4510101a/c 及滴加阀 TV-R4510101e 控制釜温, 高位报警, 高高位联锁关闭滴加阀 TV-R4510101e 和蒸汽阀 TV-R4510101a/c, 开启循环水阀 TV-R4510101b/d	完成
23	0-烷基化反应锅 R45101 搅拌	UI-R4510101	故障	TV-R4510101a TV-R4510101c TV-R4510101e TV-R4510101b TV-R4510101d	故障报警, 并联锁关闭滴加阀 TV-R4510101e 和蒸汽阀 TV-R4510101a/c, 开启循环水阀 TV-R4510101b/d	完成
24	磷酸化反应锅 R45105 温度	TE-R4510501	高高	TV-R4510501a TV-R4510501c TV-R4510101b	温度显示, 调节蒸汽阀 TV-R4510501c 及滴加阀 TV-R4510501a/b 控制釜温, 高位报警, 高高位联锁关闭滴加阀 TV-R4510501a/b 和蒸汽阀 TV-R4510501c	完成
25	磷酸化反应锅 R45105 搅拌	UI-R4510501	故障	TV-R4510501a TV-R4510501c TV-R4510101b	故障报警, 联锁关闭滴加阀 TV-R4510501a/b 和蒸汽阀 TV-R4510501c	完成

表 6-2 (3) 多品种三 (精制) 车间 DCS 系统状态确认

序号	原因侧			动作侧		状态 完成
	联锁名称	仪表位号	引起联	位号	引起动作说明	

			锁原因			
1	精制脱色锅 R03401 温度	TE-R0340101	高高	TV-R0340101a TV-R0340101c TV-R0340101b TV-R0340101d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R0340101a 控制釜温, 温 度高位报警, 高高位联锁关 闭蒸汽阀 TV-R0340101a/d, 开启循环水阀 TV-R0340101b/c	完成
2	中和结晶锅 R03402A 温度	TE-R03402A01	高高	TV-R03402A01a TV-R03402A01c TV-R03402A01b TV-R03402A01d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R03402A01a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁 关闭蒸汽阀 TV-R03402A01a/d, 开启循 环水阀 TV-R03402A01b/c	完成
3	中和结晶锅 R03402B 温度	TE-R03402B01	高高	TV-R03402B01a TV-R03402B01c TV-R03402B01b TV-R03402B01d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R03402B01a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁 关闭蒸汽阀 TV-R03402B01a/d, 开启循 环水阀 TV-R03402B01b/c	完成
4	丙硫精制溶解 脱色锅 R07401A 温度	TE-R07401A01	高高	TV-R07401A01a TV-R07401A01c TV-R07401A01b TV-R07401A01d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R07401A01a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁 关闭蒸汽阀 TV-R07401A01a/d, 开启循 环水阀 TV-R07401A01b/c	完成
5	丙硫精品结晶 锅 R07402A 温 度	TE-R07402A01	高高	TV-R07402A01a TV-R07402A01c TV-R07402A01b TV-R07402A01d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R07402A01a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁 关闭蒸汽阀 TV-R07402A01a/d, 开启循 环水阀 TV-R07402A01b/c	完成
6	丙硫精品结晶 锅 R07402A 温 度	TE-R07402B01	高高	TV-R07402B01a TV-R07402B01c TV-R07402B01b TV-R07402B01d	温度显示, 调节蒸汽调节阀 TV-R07402B01a 控制釜温, 温度高位报警, 高高位联锁 关闭蒸汽阀 TV-R07402B01a/d, 开启循 环水阀 TV-R07402B01b/c	完成

表 6-2 (4) 多品种三 (合成) 车间 DCS 系统状态确认

序号	原因侧			动作侧		状态
	联锁名称	仪表位号	引起联锁原因	位号	引起动作说明	
1	乙醇储罐 V7001A 压力	PT-V7001A01	高		压力集中指示, 报警	完成

2	乙醇储罐 V7001A 温度	TE-V7001A02	高		温度集中指示, 报警	完成
3	乙醇储罐 V7001A 液位	LT-V7001A01 LT-V7001A02	高高	LV-V7001 A01a LV-V7001 A01b	液位高低报警; 高高液位联锁关进料阀 LV-V7001A01b 及泵 P7001; 低低液位联锁关出料阀 LV-V7001A01a 及泵 P7001	完成
4	乙醇储罐 V7001B 压力	PT-V7001B01	高		压力集中指示, 报警	完成
5	乙醇储罐 V7001B 温度	TE-V7001B02	高		温度集中指示, 报警	完成
6	乙醇储罐 V7001B 液位	LT-V7001B01 LT-V7001B02	高高	LV-V7001 B01a LV-V7001 B01b	液位高低报警; 高高液位联锁关进料阀 LV-V7001B01b 及泵 P7001; 低低液位联锁关出料阀 LV-V7001B01a 及泵 P7001	完成
7	苯储罐 V7002 压 力	PT-V700201	高		压力集中指示, 报警	完成
8	苯储罐 V7002 温 度	TE-V700202	高		温度集中指示, 报警	完成
9	苯储罐 V7002 液 位	LT-V700201 LT-V700202	高高	LV-V7002 01	液位高低报警; 高高或低低液位联锁关进出料阀 LV-V700201 及泵 P7002	完成
10	二甲基甲酰胺储 罐 V7003 压力	PT-V700301	高		压力集中指示, 报警	完成
11	二甲基甲酰胺储 罐 V7003 温度	TE-V700302	高		温度集中指示, 报警	完成
12	二甲基甲酰胺储 罐 V7003 液位	LT-V700301 LT-V700302	高高	LV-V7003 01	液位高低报警; 高高或低低液位联锁关进出料阀 LV-V700301 及泵 P7003	完成
13	甲醇储罐 V7004A 压力	PT-V7004A01	高		压力集中指示, 报警	完成
14	甲醇储罐 V7004A 温度	TE-V7004A02	高		温度集中指示, 报警	完成
15	甲醇储罐 V7004A 液位	LT-V7004A01 LT-V7004A02	高高	LV-V7004 A01	液位高低报警; 高高或低低液位联锁关进出料阀 LV-V7004A01 及泵 P7004	完成
16	甲醇储罐 V7004B 压力	PT-V7004B01	高		压力集中指示, 报警	完成
17	甲醇储罐 V7004B 温度	TE-V7004B02	高		温度集中指示, 报警	完成
18	甲醇储罐 V7004B 液位	LT-V7004B01 LT-V7004B02	高高	LV-V7004 B01	液位高低报警; 高高或低低液位联锁关进出料阀 LV-V7004B01 及泵 P7004	完成

19	甲醇钠甲醇储罐 V7005A 压力	PT-V7005A01	高		压力集中指示, 报警	完成
20	甲醇钠甲醇储罐 V7005A 温度	TE-V7005A02	高		温度集中指示, 报警	完成
21	甲醇钠甲醇储罐 V7005A 液位	LT-V7005A01 LT-V7005A02	高高	LV-V7005 A01	液位高低报警; 高高或低低 液位联锁关进出料阀 LV-V7005A01 及泵 P7005	完成
22	甲醇钠甲醇储罐 V7005B 压力	PT-V7005B01	高		压力集中指示, 报警	完成
23	甲醇钠甲醇储罐 V7005B 温度	TE-V7005B02	高		温度集中指示, 报警	完成
24	甲醇钠甲醇储罐 V7005B 液位	LT-V7005B01 LT-V7005B02	高高	LV-V7005 B01	液位高低报警; 高高或低低 液位联锁关进出料阀 LV-V7005B01 及泵 P7005	完成
25	乙醇钠乙醇储罐 V7006A 压力	PT-V7006A01	高		压力集中指示, 报警	完成
26	乙醇钠乙醇储罐 V7006A 温度	TE-V7006A02	高		温度集中指示, 报警	完成
27	乙醇钠乙醇储罐 V7006A 液位	LT-V7006A01 LT-V7006A02	高高	LV-V7006 A01	液位高低报警; 高高或低低 液位联锁关进出料阀 LV-V7006A01 及泵 P7006	完成
28	乙醇钠乙醇储罐 V7006B 压力	PT-V7006B01	高		压力集中指示, 报警	完成
29	乙醇钠乙醇储罐 V7006B 温度	TE-V7006B02	高		温度集中指示, 报警	完成
30	乙醇钠乙醇储罐 V7006B 液位	LT-V7006B01 LT-V7006B02	高高	LV-V7006 B01	液位高低报警; 高高或低低 液位联锁关进出料阀 LV-V7006B01 及泵 P7006	完成
31	二甲苯储罐 V7008 压力	PT-V700801	高		压力集中指示, 报警	完成
32	二甲苯储罐 V7008 温度	TE-V700802	高		温度集中指示, 报警	完成
33	二甲苯储罐 V7008 液位	LT-V700801 LT-V700802	高高	LV-V7008 01	液位高低报警; 高高或低低 液位联锁关进出料阀 LV-V700801 及泵 P7007	完成

表 6-2 (5) SIS 系统状态确认

序号	原因侧			动作侧		回路 SIL 等级	状态
	联锁名称	仪表位号	引起联锁原因	位号	引起动作说明		
1	甲化反应 锅 R03104 温度	TZE-R03104 02	高高	TZV-R0310402a TZV-R0310402c	联锁关滴加阀 TZV- R0310402c, 开冷冻 水进水阀	SIL1	完成

2	甲化反应锅 R03104 搅拌电机状态	UI-R03104	故障		TZV-R0310402a	SIL1	完成
3	氯化反应锅 R07101 温度	TZE-R0710102	高高	TZV-R0710102e TZV-R0710102a	联锁关滴加阀 TZV-R0710102e 和蒸汽阀 TZV-R0710102a、TZV-R0710101c、开循环水阀 TZV-R0710101b/d	SIL1	完成
4	氯化反应锅 R07101 搅拌电机状态	UI-R07101	故障	TZV-R0710101c TZV-R0710101b TZV-R0710101d		SIL1	完成
5	置换反应锅 R07203 温度	TZE-R0720302	高高	TZV-R0720302a TZV-R0720302b TZV-R0720302c	联锁关滴加阀 TZV-R0720302a/b 和导热油阀 TZV-R0720302c、TZV-R0720301c、开冷油阀 TZV-R0720301f/d 和 TZV-R0720301h	SIL1	完成
6	置换反应锅 R07203 搅拌电机状态	UI-R07203	故障	TZV-R0720301c TZV-R0720301f TZV-R0720301d TZV-R0720301h		SIL1	完成
7	0-烷基化反应锅 R45101 温度	TZE-R4510102	高高	TZV-R4510102e TZV-R4510102a	联锁关滴加阀 TZV-R4510102e 和蒸汽阀 TZV-R4510102a、TZV-R4510101c 以及循环水阀 TZV-R4510101b/d	SIL1	完成
8	0-烷基化反应锅 R45101 搅拌电机状态	UI-R45101	故障	TZV-R4510101c TZV-R4510101b TZV-R4510101d		SIL1	完成

6.4 设备调试要求

1、通用规定

- ① 水冲洗时，不得将管线内杂物冲入设备内。
- ② 设备必须在管线冲洗合格后，单独进行冲洗，打开容器最低点排污孔排水观察，冲洗水内无杂物为合格。
- ③ 水试时需逐台对投用设备进行检查，人孔、连接法兰等部位若发现渗漏及时处理。
- ④ 装有安全阀的设备投用时，其安全阀处于投用状态，设备投用出现超压、抽空、负压等不正常现象。
- ⑤ 设备投升温保证设备的使用温度不得超过设计温度。
- ⑥ 对动设备观察支座沉降或移动情况并做好记录。

2、容器试车

容器试车还执行以下规定：试车时，要连续观察液位、进料阀、放料阀情况，不得内漏。做好记录。

3、换热器试车

换热器试车除执行通用规定外，还执行以下规定：在试运过程中，严密监视管壳程压力。

4、釜类容器试车

反应釜为装置核心设备，反应器试车的好坏将直接关系到试车安全。反应器试车还执行下列规定：

- ① 反应釜上边接法兰、接螺栓必须检查预紧。
- ② 连接管路、法兰垫片必须符合设计要求。
- ③ 反应器上安全附件必须齐全。
- ④ 空车试车前启动前必须检查反应器内无任何杂物。

5、机泵试车

- ① 所有机泵均已单机试运完毕，运转正常。
- ② 开机前应先盘车，盘车应灵活，无卡涩现象。并已加入合格润滑油。
- ③ 离心泵开机前先将入口阀打开，启动后，慢慢打开出口阀。泵运转过程中，注意检查泵体，轴承是否发热，声音是否正常，机械密封和盘根是否有渗漏现象，冷却水是否畅通。

6、工艺管线试车

① 工艺管线水冲洗、吹扫

水冲洗管线应可能利用工艺流程，由高向低冲洗时，容器不能作为冲洗的中间罐，不能将杂物，铁锈等冲入容器内。

② 水试车

水试车是对设计和施工质量的初步考核，也是检查设备性能及工艺管线流程一个手段。拆开的所有法兰、孔板、流量计调节阀全部复位。按要求不能进水的容器、配制釜器加好盲板改好试车流程。各机泵、容器、管路、阀门入口清理干净。考核仪表系统的稳定性和灵敏度，发现问题及时处理。水试车完毕各系统要放净存水。

7、系统初步气密

系统气密进行前，需将仪表有关的液面计，压力表，流量计等进行隔离避免装置工具损坏。测试过程中发现漏点做好记录，不得带压处理。注意观察系统之间是否发生内串现象。

① 工作压力下试车

装置初步气密结束后，将系统降到工作压力下，运转四小时。

② 正常生产试车

空载试车、水试车完毕，引入原料进行正常运行，正常运行中，应执行安全操作规程。

③ 主要设备管线试车

预先熟悉设备管线材质、介质、温度、压力及设备结构等工艺参数和控制。进一步核对管线材质、阀门、法兰，螺栓，垫片等是否正确完好。

8、电气试车

① 高低压操作严格执行操作规程。

② 熟悉试运设备的电气性能，供电流程图及二次保护回路的原理。

③ 参加试车人员一定要坚守岗位，听从指挥，没有专业人员的指令不得任意送电启运设备，送电启运设备必须与车间取得联系。

④ 运行中要注意观察油温，轴承温度及定子温度，冷却水的压力温度等是否正常，一旦发生特殊情况，头脑要清醒，不得盲目行事。

9、仪表试车

① 仪表设备必须经过单体调校合格。

② 试车人员必须熟悉各测试回路及其要求。

③ 联锁系统除应进行分项试验外，还应进行整套联运试验。

④ 仪表系统运行正常，进行工艺参数检测、调节报警和联锁作用。

⑤ 仪表系统试车时，设专人分区系统检查，发现问题及时处理。

6.5 试车完成情况

本试生产项目已完成设备、管道吹扫、试压、气密性试验、单车试车、联动试车。详细情况见附件。

7、试车所需外部协调条件及临时设施的方案

(1) 供电供水

本单位将提前告知相关部门本单位的水、电、蒸汽等需求情况，包括建设项目试生产开车日期和过程等，确保试车过程中水、电、蒸汽等均达到工艺要求。

(2) 安全设施设计和施工、安装代表现场跟踪试车全过程

本单位试车时将约请安全设施设计和施工、安装方代表来生产现场。三方就试车过程中的安全设施设置和运行状况进行摸底，指导解决相关试车过程具体问题，保障试车的正常运行。

(3) 加强明火管理

落实试生产期间防火防爆措施，严禁吸烟和明火作业。

(4) 消防

本单位消防设施运行正常，处于可用状态，消防重点部位人员定时巡检，试车过程发生火警事故立即按照应急预案启动，同时报警 119 以及其他相关政府部门。

(5) 医疗

试生产期间本单位卫生员随时待命，同时联系洋口镇医院进行前期急救，情况严重者可送往如东县人民医院救治。告知本企业建设项目试生产的具体日期及过程，以便医院做好准备。

表 7-1 外部协调单位联系电话

部 门	联系电话
南通市应急管理局	85129699
南通市生态环境局	85158626
南通市交通局	83534805
南通市卫生局	85053609
如东县应急管理局	84133655
如东县生态环境局	12369
如东县卫生局	84111238
园区应急管理局	84814011
生态环境局园区分局	15862752369
边防派出所	84812110
洋口医院	84807120

部 门	联系电话
园区供电单位（洋口供电所）	84811661
园区工业水厂	84162015
园区自来水站	84819004
园区污水厂电话	84814860
供汽单位（如东洋口环保热电有限公司）	13921471645
朝阳化工	马建业 13901475832
瑞邦农药	荆和芳 13906147911
快达农化	陈周洲 13511590196
雅本化学	夏锡荣 18051626560

8、试车所需原料、燃料、化学药品和水、电、汽、气、备品等物资清单

8.1 试生产所需原料清单

1、本项目试生产涉及的原料原料见表 8-1。

表 8-1 试生产所需原料清单

物料名称	包装形式	试生产用量 (t)	最大贮存量 (t)	贮存地点	备注
丁酸	桶装	9.3	10	甲类仓库三	
三氯化磷	桶装	10	10	甲类仓库三	
乙醇	储罐	11.75	57	罐区	
镁	袋装	2.98	5	硼氢化钾仓库	
乙酰乙酸乙酯	桶装	10	10	甲类仓库三	
苯	储罐	32.5	31.5	罐区	
硫酸	桶装	7.9	10	甲类仓库三	
甲醇钠甲醇溶液	储罐	42	53	罐区	
甲醇	储罐/桶装	54.75	57/0.5	罐区/甲类仓库二	
硫脲	袋装	8.1	10	甲类仓库三	
活性炭	袋装	1.8	5	甲类仓库一	
冰醋酸	桶装	5	5	甲类仓库三	
含水糖精钠	袋装	10	10	甲类仓库四	
氯乙酸乙酯	桶装	10	10	甲类仓库四	
N, N-二甲基甲酰胺	储罐/桶装	34.45	34/2	罐区/甲类仓库二	
乙醇钠乙醇溶液	储罐	53	27	罐区	
盐酸	桶装	10	10	甲类仓库三	

物料名称	包装形式	试生产用量 (t)	最大贮存量 (t)	贮存地点	备注
硫酸二甲酯	桶装	5	5	甲类仓库四	
a-氨基吡啶	袋装	5	5	甲类仓库四	
二甲苯	储罐	25	31	罐区	
氢氧化钠	袋装	3	10	甲类仓库四	
四氢呋喃	桶装	0.7	2	甲类仓库二	
碘化钾	袋装	0.2	0.6	甲类仓库二	
硫酸钠	袋装	1.2	5	甲类仓库一	
氯碘甲烷	桶装	0.9	2	甲类仓库二	
丙泊酚	袋装	0.8	2	甲类仓库二	
三乙胺	桶装	1.2	2	甲类仓库二	
磷酸	桶装	1.2	2	甲类仓库二	
丙酮	桶装	0.4	1	甲类仓库二	
乙腈	桶装	0.25	0.9	甲类仓库二	
乙酸乙酯	桶装	0.2	0.8	甲类仓库二	

注：除备注外物料为本项目专属物料，其他物料与企业原建设项目共同使用，物料分发由仓库保管人员负责，企业试生产用量大约为正生产情况下 2-3 个月的用量。

2、所需能源情况见表 8-2

表 8-2 试生产所需原料清单

工程名称	单位	供应能力	现有项目消耗量	本项目消耗量	备注
水	t/a	DN150,0.3MPa	/	/	满足要求
循环冷却水	m ³ /h	250	120	40	满足要求
电	kw	800kVA×2	1370	150	满足要求
供汽	t/h	35 t/h, DN250 蒸汽管道	26.3	1.5	满足要求
压缩空气	Nm ³ /min	47	10.3	3	满足要求
氮气	m ³ /h	100	50	10	满足要求

8.2 试生产所需配套设施

本项目新增公用工程设施装置 300t/a 冷却塔，新增一台 800kW 制冷用的冷水机组，公司现有给排水、供热、供电、冷却循环水及空压系统均为本项目作了预留，现有公用工程（水、电、汽、压缩空气）设施情况如下：

1、给排水系统

(1) 给水

①本项目给水分生产用水和生活用水，生产用水接自园区工业用水供水管网，厂区给水总管管径为 DN200，供水压力不低于 0.3MPa。本项目的用水量约为 50m³/d（已建项目的用水量约为 650m³/d）。

②本项目的循环冷却水用量约为 400 t/h，本次新建 300 t/h 的冷却塔 2 台，总共冷却水量为 600t/h，满足项目的需求

(2) 排水

①污水排水系统：污水分生活污水和生产污水，其中办公区和生活区产生的生活污水经化粪池处理后送污水处理公司集中处理。装置内初期雨水、项目产生的生产污水先经公司废水处理站处理，达到要求后通过污水管网送污水处理公司集中处理。该公司现有污水处理装置的处理能力为 1000 吨/天，已建项目的污水排放量约为 500 吨/天。本项目的污水排放量约为 85 吨/天，能满足项目处理要求。

②清洁雨水排水系统：装置区内后期雨水、绿化场地及道路雨水等，经过排水管直接流入排洪沟进入自然水体。

2、供配电系统

精华制药集团南通有限公司有限公司内部建设有 20/0.4KV，4800KVA 变电站一座，设置备用电源柴油发电机(250KW)一台

厂区配电房设有 2 台 800kVA 变压器，已建项目和辅助工程用电负荷均为交流 380/220V 低压用电设备。

本项目合成车间的甲基化、氯化、醚化、置换反应锅、冷却水泵；精制车间的防排烟风机；仪控系统系统为二级负荷，其余为三级负荷。

3、供热系统

项目蒸汽由园区热电厂提供，蒸汽通过园区蒸汽管网（蒸汽压力为 1.0MPa，进入公司的蒸汽管道管径为 DN200）引至厂界，最大供汽能力为 20 吨/小时；再通过管道放射至各用汽设备，精华制药原有工程的用汽量约为 3.5 吨/小时，厂区森萱药业用气量为 6.5 吨/小时，本改建项目的总用汽量约为 0.8 吨/小时，用汽量能满足本项目要求。

4、供冷系统

(1) 冷冻

精华制药厂区内建有一座冷冻站，冷冻站内设有 2 套 40 万大卡/小时冷冻机组和 2 套 50 万大卡/小时冷冻机组（所用的制冷剂为氟里昂）。精华制药集团南通有限公司及森萱药业所需制冷量为 124 万大卡/小时。本项目所需制冷量约 22 万大卡/小时，用冷量能满足本项目要求。

(2) 冷水

本项目新上一台 800KW 制冷量的冷水机组一套，用于精制车间的空调机组使用。

本项目新上一台 300t/a 冷却塔，用于精制车间的空调机组使用。

5、供气系统

(1) 空压设施

精华制药集团南通有限公司空压站内设有 3 台空气压缩机，其中 1 台排气量为 $11\text{Nm}^3/\text{min}$ ，另 2 台为 $9.1\text{Nm}^3/\text{min}$ （其中 1 台供森萱用），现有项目用量 $5\text{Nm}^3/\text{min}$ ，能满足本项目要求。

(2) 氮气设施

精华制药厂区内设有 2 套制氮装置（氮气发生量为 $10\text{Nm}^3/\text{min}$ ），用于反应过程中的压料及装置吹扫、置换。精华制药机森萱已建项目氮气用量约为 $5\text{Nm}^3/\text{min}$ ，本次项目氮气的用量为 $2\text{Nm}^3/\text{min}$ ，可满足该项目的需求。

8.3 试生产所需的备品备件

项目根据生产（试生产）需要配置了主要的备品备件。

表 8-3 试生产项目所需其它物资一览表

序号	物资名称	数量	
1	弯头	100	不同规格
2	法兰	100 对	不同规格
3	阀门	200	不同规格
4	垫片	1000	不同规格
5	螺栓/母	500	不同规格
6	碳钢管	500m	
7	不锈钢管	100m	
8	电磁阀	3	
9	35CrMoA/30CrMo 双头螺栓	30	
	M16*65 L1=15 L2=35		

序号	物资名称	数量	
10	螺母 M16	30	
	35CrMoA/30CrMo		
11	压力变送器	10	
12	温度变送器	10	
13	磁翻板液位计	10	
14	电磁阀	10	

9、试车程序和进度表

试车程序：经本单位和设计单位、施工单位共同确认生产装置经耐压测试、置换合格、各运行设备单机和联机运行正常，原辅材料、设备备品备件备足，公用设施达到试车要求，各应急预案及防护和救助措施到位后可进入正式试车程序。

试车程序及试车进度见表 9-1。

表 9-1 试车程序及试车进度

序号	试车程序	试车进度
1	<p>建设工程扫尾工程阶段：</p> <p>1、试车人员对竣工的工程进行一次全面的复查，查设计漏洞、查工程质量及隐患、查未完工程量，对核查出来的问题定任务、定人员、定措施、定时间限期完成。</p> <p>2、抓紧进行工程资料的审查及中间验收（交接）工作，促进扫尾工程。</p>	2024 年 1 月 20 日 ~2024 年 1 月 25 日
2	<p>公用工程系统试车：</p> <p>公用工程系统包括水、电、汽、气、冷等设备设施的调试，管道的吹扫、清洗、试压、试漏等。</p>	2024 年 1 月 26 日 ~2024 年 1 月 31 日
3	<p>单机试车，即单台传动设备及辅助设备局部联动或单元联动试车：</p> <p>1、详细核查、调试单机传动设备（辅助设备），包括润滑、密封、油系统、油循环状况，有关配管完成情况，管道的吹扫、清洗、试压、试漏等。</p> <p>2、单机试车如达不到标准，要反复试车和处理。</p>	2024 年 2 月 1 日 ~2024 年 2 月 7 日
4	<p>联动试车，即生产系统假物料试车：</p> <p>1、生产系统联动试车前对工程质量和生产准备工作进行全面的核查。</p> <p>2、生产系统联动试车必须统筹规划，前一道工序试车不合格，绝不允许下一道工序试车。</p> <p>3、生产系统联动试车要全，主体工程和配套工程（包括安全设施等）同步试车。</p>	2024 年 2 月 16 日 ~2024 年 3 月 1 日

5	投料试车，即投入物料开始后的试车： 1、投料试车前，建立健全公司、车间两级试车指挥系统，反复进行投料前的核查和最终确认。 2、精心管理、严格执行各项规章制度，建立 24 小时值班制度，各值班负责人负责巡回检查，搞好设备维护保养，预先发现问题及时处理。 3、精心操作，严格按步骤投料试车。 4、对重点部位严格控制，加强巡回检查，及早发现并解决问题。	2024 年 3 月 10 日 ~2024 年 6 月 15 日 （具体根据最终批准时间予以调整）
---	---	---

10、建设项目设备及管道试压、吹扫、气密、单机试车、仪表联动、联动试车等生产准备的完成情况

建设单位组织了设计、施工、监理、生产等单位的工程技术人员开展相关检查，确保施工质量符合有关标准和设计要求，确认工艺危害分析报告中的改进措施和安全保障措施已经落实。

1、前期准备

(1) 已完成成工艺流程图、操作规程、工艺和安全技术规程、事故处理预案、化验分析规程、主要设备运行规程、电气运行规程、仪表及计算机运行规程、联锁整定值等生产技术资料、岗位记录表和技术台账的编制工作。

(2) 公用工程：水、电、气、汽能确保连续稳定供应，事故电机不间断电源，控制系统仪表调节阀已经能正常运行。

(3) 各种试车的原材料、包装材料等，已按设计文件要求和试生产的要求规格数量配齐，并能确保稳定连续供应。

(4) 物料储运设施正常工作，满足试生产所需物料储备条件。

(5) 自动分析仪表、化验分析用具已经调试合格，分析仪表的样气、常规分析标准溶液皆已备齐，现场取样点已经编号，分析人员已经上岗。

(6) 机械、设备的绝热、防腐工作已经完成。

(7) 机器、设备、主要的阀门、仪表、电气皆已标明位号和名称、安全警示。

(8) 在试生产期间的多功能团队如机、电、仪维修、工艺、安全、环保等职能人员已经就位。

(9) 生产运行系统及内部的通讯设施已经畅通。

(10) 全厂区域内道路畅通无阻，道路照明、厂房内照明能满足试车需要。

(11) 整个工程的安全、急救、消防设施已经齐全，电气绝缘设施、避雷、防静电、防尘、防毒、事故急救等设施，气体报警仪、火灾报警系统检查、试验灵敏可靠，并符合有关安全规定。

(12) 三废装置已经建成，具备投料用条件。

(13) 厂区内的生活、卫生设施能满足试车需要。

(14) 各种计量仪器、工具已经标定合格，并处于有效期内。

2、在工程安装基本结束时，施工单位已清理未完工程和工程尾项，并负责整改消缺；建设单位组织试车、促扫尾，协调、衔接好扫尾与试车的进度，组织生产人员提前进入现场，及时发现问题，及时整改。

3、工程按设计内容安装结束时，在施工单位自检合格后，有质量监督部门进行工程质量监督检查。

4、通用机泵、搅拌机械、大机组及与其相关的电气、仪表、计算机等的检测、控制、联锁、报警系统，安装结束都进行单机试车。

5、除大机组等关键设备外的转动设备的单机试车，由建设单位组织，建立试车小组，由施工单位编制试车方案和实施，生产单位配合设计、供应、质监、监理等单位参加。

6、单机试车时需要增加的临时设施（如管线、阀门、盲板等），由施工单位提出计划，建设单位审核，施工单位施工。

7、建设（生产）单位负责供应单机试车所需要的电力、蒸汽、工业水、循环水、仪表风、工业风、氮气、燃料气物料等。

8、单机试车过程及时填写试车记录，单机试车合格后，由建设单位组织生产、工程管理、监理、施工、设计、质监等人员确认、签字，单机试车的记录人员及确认人员需一致。引进装置或引进设备按合同执行。

9、关键设备试车已经具备以下条件：

- (1) 机组安装完毕，质量评定合格；
- (2) 系统管道耐压试验和冷换设备气密试验合格；
- (3) 工艺和蒸汽管道吹扫或清洗合格；
- (4) 动设备润滑油、密封油、控制油系统清洗合格；
- (5) 安全阀调试合格并已铅封；
- (6) 同试车相关的电气、仪表、计算机等调试联校合格；

(7) 试车所需要的蒸汽、工业水、循环水、仪表风及其他介质已到位；

(8) 试车方案已批准，指挥、操作、保运人员到位；

(9) 试车设备与其相连系统已隔离开，具备自己的独立系统；

(10) 试车区域已划定，有关人员凭证进入；

(11) 试车需要的工程安装资料，施工单位整理完，能供试车人员借阅。

10、大机组等关键设备单机试车，建设单位（总承包单位）组织，成立试车小组，由施工单位编制试车方案，经过施工、生产、设计、制造厂、监理等单位联合确认。

11、联动试车

(1) 生产系统联动试车前对工程质量和生产准备工作已进行全面的核查。

(2) 生产系统联动试车必须统筹规划，前一道工序试车不合格，绝不允许下一道工序试车。

(3) 生产系统联动试车要全，主体工程和配套工程（包括安全设施等）进行同步试车。

(4) 联动试车已经具备以下条件：

①岗位责任制已建立并公布；

②调试相关人员经培训合格；

③试车方案及有关操作规程已对作业人员进行培训；

④试车工艺指标经生产部门批准并公布；

⑤联锁值、报警值经工艺工程师确认适合；

⑥机、电、仪修和化验室已交付使用；

⑦通讯系统已畅通；

⑧安全卫生、消防设施、气防器材和温感、烟感、气体报警、防雷防静电、电视监视、防护设施已处于完好状态；

⑨岗位尘毒、噪声检测点已确定；按照规范、标准设置的标识牌和警示标志已到位；

⑩保运队伍已组成并到位。

11、投料试车方案和投料操作

1、开车前的准备

- (1) 检查各反应釜搅拌器、机械密封等是否好用，液面是否合乎要求；
- (2) 检查蒸汽压力、温度是否在工艺指标内；
- (3) 检查循环水供应是否好用；
- (4) 检查供电系统、电压等是否正常，处于工作状态；
- (5) 检查工业上水压力，仪表用气压力，蒸汽压力是否合格；
- (6) 检查防爆膜等安全附件是否好用，各管路、物料出口是否畅通；
- (7) 检查人孔是否关闭，密封圈是否泄漏；
- (8) 检查所有的温度计、压力表、流量计等是否灵活好用；
- (9) 检查所有管线上的排气阀、排污阀是否处于关闭状态。

2、丙硫氧嘧啶试车步骤

(1) 检查反应釜搪瓷是否有异物，搪瓷是否完好。相邻阀门是否关闭，尾气真空管路是否畅通。检查本岗位所有电器、仪表、自控阀门、安全附件是否正常，发现问题及时沟通解决，确认无误后方可操作

(2) 丁酰氯制备岗位（氯化反应）

2.1 检查反应釜搪瓷是否有异物，搪瓷是否完好。相邻阀门是否关闭，尾气真空管路是否畅通。检查本岗位所有电器、仪表、自控阀门、安全附件是否正常，发现问题及时沟通解决，确认无误后方可操作。

2.2 将计量好的三氯化磷放入氯化釜中，开启搅拌。

2.3 打开夹套蒸汽阀，升温至 30~35℃。

2.4 打开冷却水阀门，向反应釜内滴加计量好的丁酸，滴加过程控制反应釜温度不超过 40℃，并控制滴加时间 2~2.5 小时。

2.5 打开夹套蒸汽阀，适当升温至 40~45℃，保温 2.5h，打开尾气回收系统。

2.6 控制开启氯化釜 R07101 锅底阀开始分下层亚磷酸层入亚磷酸处理锅 R07102

2.7 中控室关闭亚磷酸分层阀，打开丁酰氯分层阀，将氯化釜 R07101 余上的上层物料分入丁酰氯蒸馏釜 R07103

2.8 打开丁酰氯蒸馏锅 R07103 蒸汽阀，开始升温，待温度达到 96℃时，打开丁酰氯前馏分接收阀开始收集前馏分 96~98℃的丁酰氯入丁酰氯前馏分接收罐 V07105。回收完毕后，丁酰氯前馏分接收罐 V07105 内的丁酰氯前馏分放入丁酰氯前馏分罐 V07106，待用，待温度达到 98℃时，车间操作人员关闭前馏

分阀，打开丁酰氯接收阀开始收集 96~98℃ 馏分的丁酰氯入丁酰氯接收罐 V07107；回收完毕后，将丁酰氯接收罐 V07107 的丁酰氯放入丁酰氯中间罐 V07108A 或 V07108B，供下一工序备用。

(3) 丁酰三乙酯制备（酰化工序）

3.1 检查反应釜搪瓷是否有异物，搪瓷是否完好。相邻阀门是否关闭，尾气真空管路是否畅通。检查本岗位导热油、所有电器、仪表、自控阀门、安全附件是否正常，发现问题及时沟通解决，确认无误后方可操作。

3.2 在 3000L 搪玻璃反应釜（R07203）中投入乙醇 150 kg，镁 60 kg 加入后于 10~20℃ 反应。

3.3 待料液浑浊后于 68±2℃、4~5 小时滴加由 1500 kg 乙醇、300 kg 乙酰乙酸乙酯和 700 kg 苯组成的混合溶液。

3.4 滴加完毕后在回流状态下，保温反应 2 小时至镁完全溶解。夹套通入饮用水冷却至 35~40℃，压到酰化反应釜（R07204），再用冷冻盐水冷却至 10℃ 以下。

3.5 缓慢滴加 260 kg 丁酰氯和 300 kg 苯组成的混合溶液，滴加完成后在控制温度 10±2℃，保温 2~3 小时。

3.6 用预先配制好的 15% 的稀硫酸（约 800 kg）调节反应液的 pH 至 2~3，静置后分去水层，有机层用 1600kg 饮用水洗涤 2 次。分层。

3.7 将水洗后的有机层转入蒸馏釜（R07207），先常压蒸馏回收苯。当温度达到 110℃，减压回收控制真空度 0.09~0.098Mpa，收集 110±2℃ 的馏分，得到丁酰三乙酯。

(4) 丙硫氧嘧啶钠盐（缩合）

4.1 确认缩合锅内清洁后，抽入备好的丁酰三乙酯、甲醇钠甲醇溶液、甲醇溶液，将定量的硫脲加入缩合锅。

4.2 启动搅拌，开蒸汽并控制汽压，回流温度 65±3℃，回流 2 小时。

4.3 回流反应完毕，常压蒸馏甲醇，温度在 75~110℃，回收 2 小时左右，至锅内甲醇蒸干。

4.4 缩合锅抽入 300kg 饮用水，蒸汽加热溶解 70~80℃。

4.5 夹层进冷却水，冷冻结晶约 4 小时，≤10℃ 出料，离心至干，出料，装入周转桶，称量，QC 按 S/SOP/QC-002 取样化验合格后传下工序。

(5) 后处理工序（脱色、酸化）

5.1 在精制锅中加入纯化水，投入钠盐，投入针用炭，开蒸汽并控制汽压，回流温度 85~90℃，脱色 60 分钟。

5.2 将料液趁热压滤到结晶锅中，控制压滤压力 $\leq 0.3\text{MPa}$ ，炭粉用 25kg 纯化水洗涤后压干，加热到 90~95℃一次性加入计量 50%的冰醋酸，夹层进饮用水冷却， $\leq 30^\circ\text{C}$ 放料，离心、甩干，每只离心机用 25kg 纯化水冲洗，甩干，每只再用 25kg 纯化水冲洗冲洗，继续甩干，出料。

5.3 常压干燥，控制温度 85~95℃，干燥时间 4~6 小时。

5.4 经颗粒机过 20 目筛，QC 按 S/SOP/QC-003 取样化验合格后进行混合，每批混合 30 分钟，包装。

3、吡罗昔康试车步骤

(1) 预处理阶段（缩合、重排）

1.1 确认反应已清洁并干燥、检查电路、设备、管道、阀门完好无误后，方可投料。

1.2 开启真空泵，在真空状态下将 500Kg 原料糖精钠一次性吸入糖精钠真空干燥机筒体内，关闭抽料口，开启搅拌耙齿，打开蒸汽阀门，逐渐升温，控制蒸汽压力在 0.2-0.3Mpa 之间，打开真空，真空度 $\geq 0.08\text{Mpa}$ 。与 90-100℃干燥 12 小时，化验水分 $\leq 0.5\%$ 后备用。

1.3 将已配好的定量的 DMF 放入缩合锅，然后加入 210kg 干燥的糖精钠，开动搅拌，加入定量的氯乙酸乙酯。

1.4 开回流冷凝器及冷却水阀门。

1.5 开缩合锅夹套蒸汽阀，加热升温，控制内温 135~140℃，保温反应 5~6 小时。

1.6 反应完毕，关闭蒸汽，停搅拌，关回流冷凝器考克及冷却水阀门，静置冷却备用。

1.7 将定量乙醇钠抽入反应锅中，搅拌加热回收约 1/2 乙醇钠投料量的乙醇。

1.8 进水冷却，待温度降至 60℃~70℃时，将冷却备用的缩合液压入重排锅，控制氮气压力为 0.1Mpa，控制压料速度勿使温度猛升超过 75℃。

1.9 保温 80~90℃，反应 30 分钟，反应完毕，颜色呈橙黄色。

(2) N-烷基化（甲基化作业）

2.1 将预处理阶段的物料，趁热抽入事先备好的冷至 0~10℃的水溶液中，并用回收的乙醇洗涤反应锅，洗液一同放入甲化锅中。

2.2 待温度冷到 24~27℃时，用精制盐酸调 PH=8~9，冷至 22~24℃，加定量的硫酸二甲酯，待有淡黄色针状固体析出时停止搅拌，然后间隔 10 分钟，再搅拌 1-2 次，停搅拌放置。

2.3 压入甲化缓冲锅中，控制氮气压力为 0.1Mpa，静置当温度达到 25℃以下（含 25℃）离心，离心温度≤25℃，按离心机设定程序甩干，甩水前仔细检查甩水袋是否完好，甩水后用水冲洗，冲洗至出水口洗液 PH=6-7，真空度≥0.08Mpa 于 90-100℃干燥 8-10 小时后装桶称重，化验合格后交下工序。

2.4 离心母液进入蒸馏塔中进行蒸馏，控制温度 80~100℃，后将乙醇溶液回收套用。

2.5 甲化锅内料压完后，用饮用水分 2~3 次冲洗锅内壁及搅拌，尤其是搅拌下方，要求目测无物料残留。

2.6 甲化物粗品入甲基化脱色锅

(3) 酰胺化岗位（胺解）

3.1 检查、复核物料的品名、规格、质量、数量。

3.2 确认反应锅已清洁并烘干，检查设备、管道完好，阀门开关无误，方可投料。

3.3 将定量二甲苯抽入干燥的胺解反应锅中，用蒸汽加热升温。

3.4 待温度升到 115~125℃，关闭蒸汽，打开循环水冷却 5~10 分钟，温度降到 100℃左右时，投入定量 α-氨基吡啶和甲化物，反应锅密封，开动搅拌，边搅拌边加热。

3.5 搅拌完毕继续加热，待有二甲苯馏出开始计时，温度在 130~140℃，20 小时之内，每 2 小时检查温度一次，回收约 1100kg 的二甲苯。其中将先期蒸出的约 240 kg 二甲苯抽入水洗锅中，待回收处理。

3.6 回收完毕，夹套进冷却水冷却，待锅内温度冷却至≤25℃时，即可出料离心分离。

3.7 离心分离时，按离心机设定程序甩干，先甩干母液（母液抽至二甲苯回收锅，回收二甲苯），再用乙醇冲洗，洗至离心机出水口处滤液呈淡黄色，甩干（乙醇洗液抽入乙醇回收锅）后将湿品抽入双锥干燥箱，双锥干燥箱门，按

规定温度 90~100℃烘料。打开真空，真空度 $\geq 0.08\text{Mpa}$ 。打开旋转开关，烘料中时刻注意温度变化，控制干燥时间：6~8 小时。烘干后装桶称重（标明状态），待取样化验合格后，送交下工序备用。

3.8 胺解锅放料完毕，用铲子铲，用乙醇分 2~3 次冲洗锅内壁，要求内壁无积料。

3.9 用清洁抹布擦拭反应锅表面 1~2 次，保证清洁无灰尘。

3.10 离心出料完毕，应清洗离心机、甩水袋，打扫卫生。

（4）精制

4.1 检查、复核物料的品名、规格、质量、重量。

4.2 确认反应锅已清洁并烘干，检查设备、管道完好，阀门开关无误，方可投料。

4.3 抽入定量乙醇（或回收乙醇）放入投料锅，开动搅拌，缓缓加入备好的氢氧化钠，逐渐升温至 50~60℃，然后投入备好的粗品、针用炭，加热升温至 68~72℃。

4.4 从加热升温至 68~72℃开始计时，保温脱色 45~60 分钟，脱色时间到立即压料，压力为 0.15~0.25Mpa，温度 68~72℃。压料完毕，洗涤脱色锅。往脱色锅内加入约 50kg 乙醇，搅拌 3~5 分钟，把洗液压入中和结晶锅。

4.5 压料完毕，扒炭。拆下过滤器外壳，把炭扒干净，拆下过滤袋、过滤纸，用试管刷刷洗滤芯，并用少量乙醇冲洗干净，用清洁抹布擦拭所有表面，重新包过滤纸，过滤袋，套上外壳，确认清洁干净，挂清洁状态标志备用。

4.6 料压入中和结晶锅后，于 62~68℃用精制盐酸中和至 $\text{pH}=3\sim 5$ ，让其冷却，待料液结晶冷却至 15~20℃时，即可放料离心。

4.7 检查并确认离心机内洁净无异物，放料，按离心机设定程序甩干，先甩干母液，出料，将料投入纯化水中升温至 70~80℃，保温 30~45 分钟，放料离心，当离心机下口无液体流出时出料。甩干后进湿品周转桶，待干燥。

4.8 交吡罗昔康精制干燥岗位。干燥温度：80~100℃，干燥 10~12 小时。

4.9 中和结晶锅放料完毕，用纯化水冲洗锅内壁及搅拌，洗液放入离心机，要求锅内无积料。

4.10 用清洁抹布擦拭反应锅，中和结晶锅外壁 1~2 次，要求清洁无污染。

4.11 离心出料完毕，应清洗离心机、甩水袋，打扫卫生。

4、磷丙泊酚钠试车步骤

(1) 氯甲基丙泊酚醚制备（烷基化工序）

1.1 向醚化反应釜（R45101）中加入四氢呋喃、氢氧化钾、碘化钾和氯碘甲烷，开动搅拌，夹套加热至釜内温度 $60 \pm 5^\circ\text{C}$ ，分三次加入丙泊酚控制釜内温度不超过 70°C ，继续加热温度至 $70 \pm 5^\circ\text{C}$ 搅拌反应，中控检测丙泊酚含量低于 1.0% 为反应终点。

1.2 反应结束后，检查过滤器清洁、完好，可正常使用后，打开醚化反应釜的釜底阀和氮气阀，控制氮气压力 $\leq 0.2\text{MPa}$ ，通过过滤器过滤除去固体物，滤液压入氯甲醚蒸馏釜（R45102）。

1.3 通过 DCS 调节氯甲醚蒸馏釜夹套蒸汽流量，控制釜内温度在 60°C 以下，真空度 0.09MPa 以上回收溶剂（四氢呋喃）。

1.4 升高温度至 120°C ，继续蒸馏，收集真空度在 0.09MPa 以上，温度在 $110 \sim 120^\circ\text{C}$ 馏分，称重，得到 O-氯甲基 2, 6-二异丙基苯酚（氯甲醚）。

(2) 三乙胺磷酸盐制备（成盐工序）

2.1 将 DMF、三乙胺投入到搪玻璃反应釜中，夹套通入冷冻盐水，搅拌冷却至 0°C ，通过 DCS 系统打开 TV-R4510301 调节阀滴加磷酸，滴加温度控制在 $0 \pm 2^\circ\text{C}$ ，滴加结束后保持温度 $0 \pm 2^\circ\text{C}$ 搅拌 1 小时，反应结束。

2.2 反应结束后，检查离心机清洁、完好，可正常使用后，打开保护氮气阀门，待离心机内充满氮气后，打开釜底阀，将料液加入离心机，开启离心机，甩滤至无液体滴出，加入丙酮打浆洗涤，继续离心至无液体滴出。

2.3 离心机出料，将湿品均匀摊在烘盘上，用盘布盖好后进烘，每批干燥 6~8 小时，温度控制在 $\leq 40^\circ\text{C}$ ，真空度 $\geq 0.08\text{MPa}$ 。

(3) 磷丙泊酚钠二水合物粗品制备

3.1 将乙腈、三乙胺磷酸盐、碘化钾投入反应釜，通过 DCS 系统调节 TV-R4510501c 夹套通入蒸汽，缓慢升温，当内温升至 $55 \sim 65^\circ\text{C}$ 时，通过 DCS 系统调节 TV-R4510501a，控制温度 $55 \sim 65^\circ\text{C}$ ，缓慢滴加氯甲醚，滴完后在 $55 \sim 65^\circ\text{C}$ 保温反应，高效液相监测反应至氯甲醚低于 1.0%，反应结束。

3.2 反应结束后在温度 60°C 以下，真空度 0.085MPa 以上回收溶剂至干，加入饮用水溶解后用精制盐酸调节 PH 值为 1~2，加入乙酸乙酯搅拌 15 分钟萃取，静止 30 分钟后分层，分出水层，水层再加入乙酸乙酯搅拌 15 分钟萃取，静止

30 分钟后分层，合并乙酸乙酯层，乙酸乙酯层用纯化水洗涤两次，再用饱和氯化钠溶液洗涤 1 次，用无水硫酸钠干燥乙酸乙酯层，干燥 60 分钟。

3.3 过滤除去硫酸钠，过滤结束后，通过 DCS 系统调节 TV-R4510601a，控制釜内温度 60℃ 以下，真空度 0.09MPa 以上除去溶剂，当无液体流出时停止蒸馏。向反应釜中加入甲醇，搅拌均匀后，通过 DCS 系统调节 TV-R4510601b，滴加饱和氢氧化钠溶液调节 pH 至 9.0，反应釜夹套通入冷冻盐水，降温至 0℃，加入异丙醇搅拌析晶，0±2℃ 搅拌析晶 12 小时。

3.4 检查离心机清洁、完好后，打开保护氮气阀门，待离心机内充满氮气后，打开釜底阀，将料液加入离心机，开启离心机，甩滤至无液体滴出，滤饼用丙酮打浆洗涤，继续甩滤至无液体滴出，出料得到磷丙泊酚钠粗品。

(4) 精制

4.1 将乙醇投入反应釜，通过 DCS 系统调节 TV-R07401c01 夹套通入蒸汽，缓慢升温，当内温升至 60℃ 时，投入磷丙泊酚钠粗品和活性炭在 60~65℃ 保温脱色 30 分钟，将料液用氮气通过活性炭过滤器压滤到精品结晶锅中，氮气压力保持在 0.2MPa 以下。

4.2 压完料后，打开结晶锅搅拌，先自然冷却，观察到结晶锅内有晶体析出时，打开结晶釜 R07402D 夹套冷冻盐水阀门 TV-R07402D01 进行降温，降温到 0±2℃，保持 22~24 小时。

4.3 检查离心机清洁、完好后，打开保护氮气阀门，待离心机内充满氮气后，将料液加入离心机，开启离心机，甩滤至无液体滴出，滤饼用丙酮打浆洗涤，继续甩滤至无液体滴出，出料。将固体置于双锥真空干燥箱中，干燥温度 35~40℃ 干燥，干燥 5~6 小时。

12、开、停车及紧急事故处理的程序与要求

12.1 开车方案

- (1) 确认水、电、汽、气等符合开车要求，各种原料、辅料的供应齐备。
- (2) 所有设备、管道、阀门、电气、仪表等必须经过严格的质量检查，确保设备、管件、材料、制造安装质量符合设计要求，设计满足工艺要求。
- (3) 设备、管道水压强度试验合格。
- (4) 系统气密试验符合规范标准。

(5) 安全阀等调试测试确保灵敏可靠，并要核对相应工艺装置的压力，安装质量符合标准。

(6) 工艺各报警联锁系统调试合乎要求，并应经静态调试，确定动作无误好用。

(7) 自控仪表（温度、压力）经过调试灵敏；压力表、液位计需要现场可视化，应标示有最高、最低极限标志。

(8) 确保消防设施、消防通讯报警、气体检测仪等应急设施可用。并现场配备足够灭火器材。

(9) 防雷、防静电设施和所有设备、管架的接地线要安装完善，并测试合格。

(10) 电话、广播等安全通讯系统，均应符合设计要求。

(11) 通风、换气、照明设施良好，满足现场操作要求。

(12) 凡设计要求防爆的电气设备和照明灯具应符合防爆标准，不经批准，不得使用临时电线和灯具。

(13) 安全防护设施、走梯、护栏、安全罩要坚固齐全，现场洗眼淋浴器要保证畅通可用。

(14) 沟坑、阴井盖板齐全完整固定，楼板穿孔处要有盖板，地面平整无障碍，道路编号清晰而且畅通无阻。

(15) 装置区内清扫完毕，不准堆放杂物，尤其是易燃物品，对日常使用的油品和化学药品要堆放在安全部门指定的地点。

(16) 生产指挥人员、操作人员经技术考核、安全考核合格，方准任职上岗。

(17) 各种规章制度齐备，人人有章可循。

(18) 设备标志、管线流向标志齐全，厂区消火栓、地下电缆沟、交通禁令等标志齐全醒目。

(19) 开车必备的工器具及劳保用品齐全，并符合防爆防火要求。

(20) 建立健全安全、消防、救护组织，并经过训练，能够掌握灭火救护本领，都有明确的责任分工，做到平时有责守，急时能用上，临危不乱。

(21) 紧急救护器具齐全，包括防毒面具、空气呼吸器、安全带、担架、急救箱等，并且作业人员都会使用。

(22) 开车过程中应严格按开车方案中的步骤进行，严格遵守温度、压力、

生产负荷等要求。

(23) 开车过程中要严密注意工艺的变化和设备的运行情况，发现异常现象应及时处理，情况紧急时应停止开车，严禁强行开车。

12.2 停车方案

(1) 正常停车

正常停车情况要有详细记录，如果停车后装置要维修的还要考虑维修和再启动情况。停车操作应注意以下事项。

① 指挥、操作等相关人员全部到位。

② 停车过程中的操作应准确无误，关键操作采用监护复制制度，操作时都应注意观察是否符合操作要求，如开关动作的快慢等。

③ 装置停车时，所有的转动机械、容器设备、管线中的物料要处理干净，对残留物料排放时，应采取相应的安全措施。

④ 停车后，对某些需要进行检修的设备，要用盲板切断该设备上物料管线，以免可燃气体、液体物料漏过而造成事故。检修设备动火或进入设备内检查，要把其中的物料彻底清洗干净，并经过安全分析合格后方可进行。

(2) 局部紧急停车

当这种情况发生时，应立即通知前道工序采取紧急处理措施。把物料暂时储存或向事故排放部分（如放空等）排放，并停止入料，转入停车待生产的状态（绝对不允许再向局部停车部分输送物料，以免造成重大事故）。同时，立即通知下道工序，停止生产或处于待开车状态。此时，应积极抢修，排除故障。待停车原因消除后，应按化工开车的程序恢复生产。

(3) 全面紧急停车

当生产过程中突然发生停电、停水、停汽或发生重大事故时，则要全面紧急停车。这种停车事前不知道，操作人员要尽力保护好设备，防止事故的发生和扩大。对有危险的设备，如设备应进行手动操作，以排出物料；对有凝固危险的物料要进行人工搅拌。

对于自动化程度较高的生产装置，在车间内备有紧急停车按钮，并和关键阀门锁在一起。

12.3 紧急事故处理

紧急事故处理见《精华制药集团南通有限公司生产经营单位安全生产事故

应急救援预案》。

13、试生产过程中可能出现的安全问题、对策

13.1 试生产过程可能出现的安全问题

试生产过程中可能出现的安全问题见表 13-1。

一、由生产设备泄漏出原料及中间物料、成品

表 13-1 试生产过程中可能出现的安全问题

发生的状况	处置的方法
从生产设备泄漏原料或中间物料、成品	1. 关闭泄漏设备的阀门
	2. 与生产部门及上司联系汇报
	3. 泄漏的地方用吸附剂或土围堵
由配管中泄漏流出	1. 关闭移送用的底阀
	2. 停止泵的运行
	3. 与生产部门及上司联系汇报
	4. 堵住泄漏的位置
环境泄漏	1. 设备、管道打压、气密性测试
	2. 现场设置围堰
	3. 现场有专业的泄露收集设施
	4. 废水系统有紧急处理大池
	5. 废水处理操作程序
	6. 固体废弃物指定合格厂家处理

二、生产设备中的液态、有机气体突然沸腾引起的泄漏

表 13-2 试生产过程中可能出现的安全问题

发生的状况	处置的方法
苯、三氯化磷、硫脲、甲醇泄漏	1、佩带防毒面具
	4、与生产部联系，报告异常情况
氯化釜、酰化釜、甲基化釜物料 沸出	1、关闭蒸汽控制阀
	2、开启冷却水系统
	3、与生产部联系，报告异常情况
蒸馏釜中物料沸出	1、关闭蒸汽控制阀
	2、开启冷却水系统
	3、与生产部联系，报告异常情况
从人孔或取样口泄漏液体或气体	1、停止反应，冷却反应釜
	2、在泄漏的地方用吸附剂堵塞
	3、与生产部联系，报告异常情况

三、原料、成品在保管、运输过程中发生泄漏或流出

表 13-3 试生产过程中可能出现的安全问题

发生的状况	处置的方法
由于搬运过程中包装袋破损，引发泄漏或流出	1、将物料堵在地沟中防止扩散
	2、与生产部联系，报告异常情况
	3、将容器移动到不怕泄漏的地方
保管中的容器由于腐蚀或误操作导致破损、泄漏、流出	1、用吸附剂防止流出
	2、与生产部联系，报告异常情况
	3、将容器移动到不怕泄漏的地方

四、镁粉保管、运输、使用过程中遇水

表 13-3 试生产过程中可能出现的安全问题

发生的状况	处置的方法
镁粉遇水	1、干燥环境
	2、与生产部联系，报告异常情况
	3、用消防沙进行灭火

五、试生产过程中物料反应过程中安全问题和处置对策：

表 13-4 试生产过程中可能出现的安全问题

发生的状况	可能引发原因	处置的方法
丙硫氧嘧啶		
氯化过程中，体系温度剧升，导致冲料	物料滴加速度过快、夹套温度过高	1、人员应当及时撤离
		2、与生产部联系，报告异常情况
		3、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
氯化过程中，若搅拌器发生故障。	搅拌电机损坏，搅拌桨脱落	1、与生产部联系，报告异常情况
		2、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
亚磷酸回收离心作业过程中发生故障	离心机电机损坏、物料放置不均匀	1、停止离心作业
		2、与生产部联系，报告异常情况
丁酰氯蒸馏温度过高、压力过高	蒸汽温度过高，蒸馏出口阻塞	1、与生产部联系，报告异常情况
		2、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
丁酰三乙酯制备体系温度过高，导致冲料	物料滴加速度过快、夹套温度过高	1、人员应当及时撤离
		2、与生产部联系，报告异常情况
		3、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
丁酰三乙酯制备过程中，若搅拌器发生故障。	搅拌电机损坏，搅拌桨脱落	1、与生产部联系，报告异常情况
		2、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
脱溶（苯蒸馏）、丁酰三乙酯常压蒸馏过程中温度过高、压力过高	蒸汽温度过高，蒸馏出口阻塞	1、与生产部联系，报告异常情况
		2、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
丙硫氧嘧啶制备缩合过程中，若搅拌器发生故障。	搅拌电机损坏，搅拌桨脱落	1、与生产部联系，报告异常情况
		2、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门

丙硫氧嘧啶制备缩合过程中冷凝器故障	冷凝器内部结冰、 冷凝器冷凝温度过低、 冷凝器发生内漏	1、与生产部联系，报告异常情况
		2、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
丙硫氧嘧啶制备离心作业过程中发生故障	离心机电机损坏、 物料放置不均匀	1、停止离心作业
		2、与生产部联系，报告异常情况
吡罗昔康		
缩合工序中糖精钠脱水过程中的温度较高	物料滴加速度过快、 夹套温度过高	1、人员应当及时撤离
		2、与生产部联系，报告异常情况
		3、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
重排及甲化工序（N-烷基化）在乙醇蒸馏过程中， 温度过高、压力过高	蒸汽温度过高， 蒸馏出口阻塞	1、与生产部联系，报告异常情况
		2、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
重排及甲化工序（N-烷基化）在乙醇蒸馏过程中， 离心机故障	离心机电机损坏、 物料放置不均匀	1、停止离心作业
		2、与生产部联系，报告异常情况
胺解过程中温度过高、 压力过高	物料滴加速度过快、 夹套温度过高	1、人员应当及时撤离
		2、与生产部联系，报告异常情况
		3、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
磷丙泊酚钠		
O-烷基化反应过程中温度过高、 压力过高	O-烷基化反应过程中物料滴加速度过快、 夹套温度过高	1、人员应当及时撤离
		2、与生产部联系，报告异常情况
		3、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
三乙胺磷酸盐制备（成盐） 离心机故障	三乙胺磷酸盐制备（成盐） 离心机电机损坏、物料放置不均匀	1、停止离心作业
		2、与生产部联系，报告异常情况
溶剂回收减压蒸馏过程， 温度过高、压力过高	蒸汽温度过高， 蒸馏出口阻塞	1、人员应当及时撤离
		2、与生产部联系，报告异常情况
		3、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门
在缩合过程中温度过高、 压力过高	在缩合过程中夹套温度过高， 冷却水不足，物料反应速度加快	1、人员应当及时撤离
		2、与生产部联系，报告异常情况
		3、DCS 作业人员应当关闭、打开相关阀门

六、试生产过程出现的其他重大安全问题和处置对策：

从人孔投入物料时，因釜内可能存在毒性物质，可发生中毒等事故。因此，人工投料时应做好防护措施。另外在涉及易燃易爆物质的贮存使用环节，存在火灾爆炸危险，一旦发现有不可控制苗头时，立即启动公司的应急预案进行处置。

13.2 采取的安全措施

试车投产阶段一切操作均由车间操作人员进行，安装单位负责试车及其故障排除，协助车间开好工，发现问题应及时与生产岗位人员联系，由车间操作人员允许方可进行，不得擅自关停设备和阀门，防止出现意外事故。在试生产过程中，严格执行各项管理制度、操作规程，不违章指挥、不违规操作；对重点部位严格控制，加强巡回检查，及时发现问题。出现异常情况，项目负责人应组织相关人员研究提出解决方案，落实安全措施，并在确保安全的情况下方可继续试生产。

(1) 参加试车人员必须严格遵守厂内动火作业、用电等安全要求和规定。

(2) 参加试车人员必须熟悉消防器件的使用性能及操作方法。

(3) 进入容器内作业时，必须办理作业许可证和执行许可要求落实的安全措施；

(4) 高空作业无平台梯子时，必须有可靠的脚手架，并执行登高作业许可证。

(5) 装置区域必须动火时，必须办理动火作业许可证，并落实安全防火措施；

(6) 由于试车的需要，必须拆卸法兰、盲板、阀门、管件紧固密封件时，必须办理作业许可后确保有害能量有效隔离，在生产岗位人员在场监护下，方可进行。

(7) 未经操作生产人员允许，不得擅自操作阀门及设备按钮等；

(8) 试车开始前进行技术交底，并进行一次安全、消防及特殊情况处理培训。

(9) 每日晨会进行分析之前发现的安全问题，并布置今日的作业安排以及安全注意事项。

丙硫氧嘧啶原料药、吡罗昔康原料药、磷丙泊酚钠生产过程采取的安全措施：

(1) 编制丙硫氧嘧啶原料药、吡罗昔康原料药、磷丙泊酚钠生产工艺安全操作规程，明确各岗位职责、工艺控制条件、正常开停车步骤、不正常情况判断及处理方法、事故界限、短期停车及开车、长期停车及开车步骤和安全注意事项等，并严格按工艺安全操作规程及工艺条件进行操作，严禁超温超压。

(2) 用量较大、健康危害较大的原辅料，如苯、二甲苯、DMF 等采用密闭管道加料，防止化工溶剂泄漏，减少人员投料时的接触可能性。罐区储罐，多品种三（合成）车间、多品种三（精制）车间的中间罐和高位槽上均设置液位计，高液位报警，高高液位联锁切断设施。桶装液体料采用隔膜泵将液体打入釜槽，管与桶口处设密封盖。人员只有在桶料开盖闭盖过程可能少量接触原料，且桶装料上料区设置了吸风罩，尾气收集处理后集中排放。

(3) 合成车间三层置换反应釜有氢气产生，将置换反应釜设置在独立的隔间内，隔间设有事故排风和氢气的可燃气体报警装置，氢气排放管道加阻火器高空排放，且设置了静电接地，防止火灾、爆炸的发生。

(4) 罐区设有槽车静电接地仪，槽车静电接地方可卸车。储罐设有两套液位计，设置了高低液位报警，最高液位联锁切断进料阀、进料泵，最低液位联锁切断出料阀、出料泵。苯储罐和管道设有蒸汽伴热系统，防止苯凝固。

(5) 储罐设有温度就地、远传显示，设有高位报警，设有夏季喷淋，储罐表面涂有凉凉胶，储罐设有氮封、呼吸阀系统，设有尾气冷凝器，有效降低尾气的挥发。

(6) 所有电机均采用防爆电机。为了防止静电火灾，当容器内部可能存在空气时，易燃液体的入口管从容器下部进入。生产过程需要其入口管从上部进入时采取弯管导入，防止产生静电。生产装置所有设备、管道均采用静电接地保护措施。

(7) 本项目蒸馏苯时采用一级冷冻免除冷堵风险。

(8) 活性炭等固体物料通过反应釜人孔投料，人孔上方设置了吸风罩，离心机上方和反应釜出料人工装桶区也设有排风罩，吸风装置尾气经处理后排空。镁屑、硫脲、丙泊酚等粉料通过投料箱加入至反应釜，减少了人员接触的风险。

(9) 多品种三（合成）车间糖精钠干燥间单独隔开，且整个房间设置成微负压。多品种三（精制）车间颗粒粉粹间单独隔开，设置成微负压，且颗粒机上部设置了吸风罩收集后至防爆除尘器处理。

(10) 多品种三（合成）车间设有可燃气体（乙醇、甲醇、二甲苯等）和有毒气体（苯、硫酸二甲酯、氯化氢）报警装置；多品种三（精制）车间设有可燃气体（乙醇、醋酸）报警装置，四座甲类仓库设有可燃气体报警装置，甲类仓库三设有三氯化磷（氯化氢）有毒气体报警，并联锁事故通风，罐区设有

可燃气体（乙醇、甲醇、二甲苯等）和有毒气体（苯）报警装置。有效控制可燃和有毒气体的积聚。

（11）涉及丁酸、三氯化磷、硫酸、乙酸、甲醇钠甲醇溶液、正丁酰氯（中间体）等腐蚀性介质的场所均设置了防腐地面。设备、管道、管件的选型都符合规范要求，电机选用防腐电机。

（12）本项目所有的设备、管架、钢架、钢平台、碳钢管道等均涂有防腐材料。

（13）凡在坠落高度基准面 2m 以上的作业位置，设安全防护装置。平台、走道板、安全护栏和扶手，栏杆高度和强度符合有关设计规范的要求。

（14）涉及蒸汽、冷凝水、热水、导热油热油的使用，操作温度高于 60℃ 的设备、管道已采取有效的保温措施。

（15）可产生压力的反应釜上均设有爆破片，一旦压力无法及时释放进一步升高，釜上的爆破片将进行泄压至事故收集罐。

14、试生产（使用）过程中的事故应急救援预案

试生产过程使用《精华制药集团南通有限公司生产安全事故应急救援预案》，该预案已经按照《生产安全事故应急条例》（国务院第 708 号令）《生产安全事故应急预案管理办法》（应急管理部第 2 号）等进行修订，预案并报如东县当地应急管理部门进行备案。

1、预案主要内容

公司对紧急情况实行三级控制。

1) 安全生产事故应急救援预案：是针对公司可能发生的紧急情况，成立专门的紧急反应组织，明确成员职责，制定有效的应急程序。发生紧急事故时，采取有效的响应措施，以避免或减少对环境的影响和对员工的健康、安全造成伤害。力争将事故对人员伤害，造成的财产损失及对环境的影响降到最低。

2) 专项事故应急预案：是根据各种不同的危险情况，考虑事故发生最严重的后果，准备应对计划。主要内容包括启动应急救援预案系统，机构的运行、人员的疏散和撤离，义务消防队及医疗救急队的行动等。包括紧急情况发生执行厂区紧急疏散及撤离和报告程序及紧急事件管理程序。

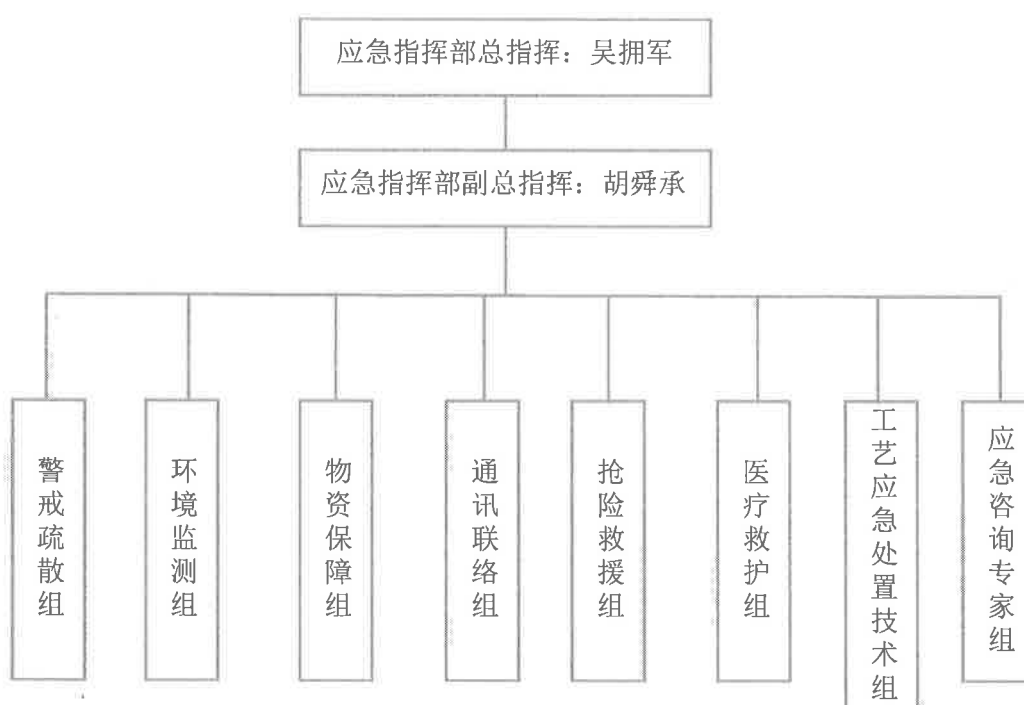
3) 现场处置方案：是根据可能发生的紧急情况，涉及的危险化学品泄漏、

火灾、人员中毒、受伤等情况，采取有效的响应措施，以避免或减少对环境和对员工的健康、安全造成伤害。力争将事故对人员伤害，造成的财产损失及对环境的影响降到最低。

2、应急组织

应急救援体系主要由应急指挥部和救援专业队伍组成。为了做好处置安全生产事故的组织和应对工作，公司成立安全生产事故应急指挥部，由有关职能专业部门人员组成应急咨询专家组；成立应急救援专业队伍由警戒疏散组、物资保障组、通讯联络组、环境监测组、抢险救援组、医疗救护组、工艺应急处置技术组、应急咨询专家组等队伍组成。

应急救援组织见下图。



3、应急器材装备

表 14-1 应急器材（气防站应急物资）

序号	名称	数量	备注
1	生产调度电话	1 台	
2	正压式空气呼吸器	2 台	
3	全封闭防化服	2 套	重型防化服

4	担架	1 具	
5	被褥	2 套	
6	安全帽	10 顶	
7	安全带	5 条	
8	防毒面具	2 套	
9	警戒线	3 盘	
10	便携式可燃	1 台	
11	有毒气体检测仪	1 台	
12	视频监控	1 台	
14	救护车	1 辆	
15	专用扳手	1 把	
16	活动扳手	1 把	
17	手锤	1 把	
18	克丝钳	1 把	
19	竹签、木塞、铅塞	各 5 个	
20	铁丝	20m	
21	密封用带	1 盘	
22	橡胶垫	2 条	
23	防爆手电筒	1 个	
24	锯弓	1 把	
25	瓶阀出口铜六角螺帽、垫片	3 个	
26	瓶阀堵漏、调换专用工具	1 套	
27	应急药品	若干	

15、建设项目周边环境与建设项目安全试生产相互影响的确认情况

精华制药集团南通有限公司位于如东洋口化工园区二期。本项目位于精华制药集团南通有限公司厂区内，公司东侧为快达农化；北侧 8 米外为海滨四路，路对面为巴斯夫和雅本化学；西侧为南通森萱药业有限公司。

1、周边环境对本项目的影响

项目周边企业主要为江苏快达农化股份有限公司、南通雅本化学有限公司，周边企业主要危险因素是火灾、爆炸，但周边企业与本项目有符合规范要求的安全间距，周边企业发生事故对本项目的影响不会太大。不过值得注意的是周边工厂一旦发生毒性气体泄漏，会对本项目作业人员造成一定的影响。

2、本项目安全试生产对周边环境的影响

(1) 精华制药集团南通有限公司周边 500m 范围内没有商业中心、公园等人员密集区域，没有学校、医院、体育场、车站等公共设施，没有供水水源、水厂及水资源保护区，没有车站、码头，附近没有军事禁区和军事管理区，到基本农田保护区较远。因此，本次已建项目对上述场所及区域基本没有影响。

(2) 本项目发生爆炸事故可能会对南通森萱药业有限公司产生一定影响，但影响不大。

16、危险化学品重大危险源监控措施的落实情况

根据《危险化学品重大危险源辨识》(GB18218-2018) 标准识别，精华制药集团南通有限公司年产 50 吨丙硫氧嘧啶原料药、60 吨吡罗昔康原料药、5 吨磷丙泊酚钠原料药及副产品 35 吨亚磷酸、100 吨无水乙醇生产项目各生产单元、储存单元均不构成危险化学品重大危险源。

17、试生产（使用）起止日期

试生产起止日期 2024 年 3 月 10 日至 2024 年 6 月 15 日。