

安安化工有限公司

3000t1,1,1-三氟三氯乙烷项目

CFC-113 工艺操作规程

编写：

校核：

审核：

批准：

二 00 一年四月

CFC-133 工艺操作规程

1.主题内容

本标准规定了 CFC-133 工艺操作规程。

2.适用范围

本标准适用于 CFC-133 产品的工艺技术管理。

3.产品技术要求

序号	指标名称	技 术 指 标		
		优级品	一级品	合格品
1	外 观	无色、不浑浊		
2	气 味	无异臭		
3	纯 度%≥	99.9	99.5	99.0
4	水 份%≤	0.002	0.005	0.007
5	酸 度%≤	0.0001	0.0001	0.0001
6	蒸发残留%≤	0.01	0.02	0.03

4.原材料技术要求

4.1 无水氢氟酸：分子式 HF 分子量 20.01

4.1.1 理化性质：无水氟化氢在低温或在一定压力下是一种无色透明液体，溶于水成氢氟酸的水溶液，腐蚀性极强，易挥发。与金属、盐类、氧化物、氢氧化物

等作用主产氟化物，不腐蚀聚乙烯及白金，有剧毒、刺激性气味，触及皮肤则溃烂。

沸点：19.54℃

熔点：83.4℃

液体密度：0.9576g/m³

气体比重：3.553g/l

临界温度：230.2℃(19.54℃)

临界压力：0.7Mpa

4.1.2 无水氟化氢由 AHF 车间提供。

4.2 三氯乙烯(C₂HCl₃)

三氯乙烯为无色液体，气味似氯仿，由碳，氢，氯三种元素组成，蒸气与空气形成混合物可燃限 8.0% ~ 10.5%，几乎不溶于水，与乙醇、乙醚及氯仿混溶，溶于多种固定油和挥发性油。潮湿时遇光生成盐酸。高浓度蒸气在高温下会燃烧。加热分解,放出有毒氯化物。加热至 250 ~ 600℃，与铁、铜、锌、铝接触生成光气。能与钡、四氧化二氮、锂、镁、液态氧、臭氧、氢氧化钾、硝酸钾、钠、氢氧化钠、钛发生剧烈反应。

化学式：C₂HCl₃

分子量：131.39

相对密度：1.4649 (20/4℃)

熔点：-73℃

沸点：86.7℃

闪点：32.22℃ (闭杯)

自燃点：420℃

蒸气密度：4.53

蒸气压：13.33kPa (100mmHg32℃)

4.2.2 符合企业质量指标标准

指标名称	优级品	一级品	合格品
色度 HaZen≤	20	50	100
纯度%≥	99.5	98.0	97.0
PH 值	6~8	6~8	6~8
水份 PPM	50	70	100

4.3 液氯 (Cl₂) 分子量 70.906

4.3.1 物化性质，黄绿色透明液体，相对密度 1.468(0℃),沸点-34.6℃，熔点-100.98,常压下即气化成气体，1 Kg 液氯气化后得到 300L 气体。具有窒息的气味，有强烈刺激臭和腐蚀性，有剧毒。

4.3.2 符合质量指标标准

指标名称	技术指标
纯度%≥	99.6
水份%≤	0.05
H ₂ % ≤	0.4

5.生产基本原理和化学反应方程式

CFC-133 生产是由三氯乙烯与无水氟化氢在催化剂作用下生成三氟一氯乙烷和氯化氢气体。

主要反应式如下：



6.生产工艺流程简述

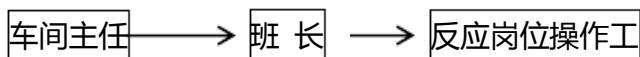
与无水氟化氢、三氯乙烯在一定温度、压力及催化剂作用下反应，生产出酸性粗 F133 料，F133 酸性料经脱酸后再经精馏，收集合格成品。

CFC-113 反应岗位操作法

1.主题内容

本标准规定了 CFC-133 精馏岗位操作方法。

2.工作程序接口

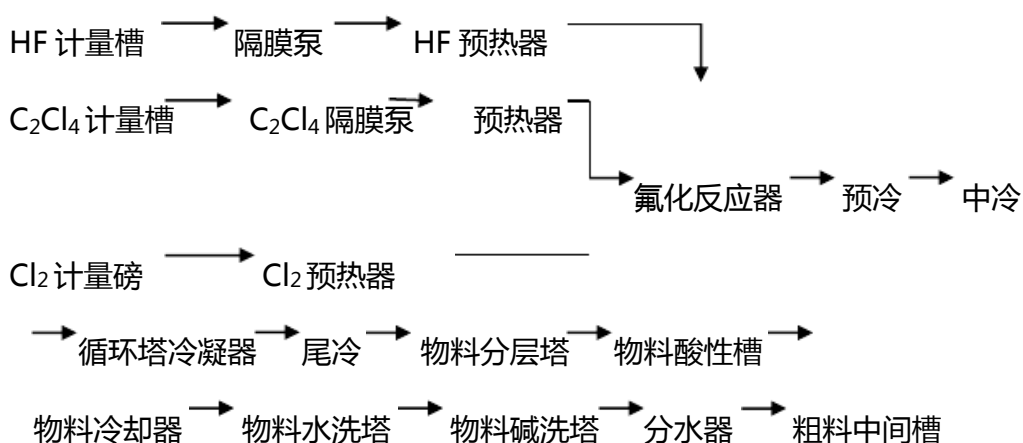


3.岗位任务

3.1 熟练掌握本岗位的操作方法。准确控制，记录反应釜温、釜压、顶温、顶压、尾压。记录反应蒸出塔釜温、釜压、顶温和顶压。脱酸塔釜压、釜温、顶压、顶温，严格控制投料量及投料比，严格控制反应的关键参数，投料准确性直接影响到反应产品的质量也产生后段尾气对三废的较大影响，要求投料误差 $< \pm 2\%$ ，这是本岗位的核心。

3.2 努力完成车间下达的各项生产任务、指标，确保车间正常生产。

4.岗位工艺流程图



5.工艺操作控制指标

5.1 工艺控制指标

工艺项目	控制项目	检查次数	控制方法	指 标
氟 化 反 应 器	反应釜内温	1 次/半小时	调节蒸汽阀	140℃±5℃
	反应釜中温	1 次/半小时	调节蒸汽阀	140℃±2℃
	反应顶温	1 次/半小时	调节冷却器启动阀自控	64℃±3℃
	反应顶压	1 次/半小时	调节顶压排出阀自控	500Kpa±10Kpa
	反应尾压	1 次/半小时	调节尾气排出启动阀自控	400Kpa±10Kpa
	反应氯压	1 次/半小时	调节水温	600 kpa ~ 800Kpa
	反应 HF 压	1 次/半小时	调节进空阀	400Kpa±20Kpa
	反应 C ₂ Cl ₄ 压	1 次/半小时	调节压缩机自控	400Kpa±20Kpa
	反应釜蒸汽压	1 次/半小时	调节蒸汽阀	500Kp ~ 1000Kpa

工艺项目	控制项目	检查次数	控制方法	指 标
反应 蒸出塔	反应蒸出塔釜内温	1 次/半小时	调节蒸汽阀	65℃±2℃
	反应蒸出塔顶温	1 次/半小时	调节冷却水阀	15℃±5℃
	反应蒸出塔顶压	1 次/半小时	调节顶压排出阀自控	500Kp±10Kpa
脱酸塔	脱酸塔釜温	1 次/半小时	调节蒸汽阀自控	68℃±3℃
	脱酸塔釜压	1 次/半小时	调节塔顶排出阀	60 kpa ~ 90kpa
	脱酸塔顶压	1 次/半小时	调节塔顶排出阀	60 kpa ~ 90kpa
	脱酸塔上中温	1 次/半小时	调节塔顶进盐水阀	5℃ ~ 25℃

投料量	HF	1 次/半小时	隔膜泵	120 ~ 200kg 比例 1
	C ₂ HCl ₃	1 次/半小时	隔膜泵	300 ~ 500kg 比例 2.1~2.28
	Cl ₂	1 次/半小时	投料控制阀	100 ~ 180kg 比例 0.9
回收AHF槽	回收 AHF 槽液位	1 次/半小时	调节出料阀	200mm ~ 500mm
酸性槽	酸性槽液位	1 次/半小时	调节放料启动阀	350mm ~ 450mm

5.2 分析控制指标

分析项目	指 标	取样点	分析要求	取样量
反应 F113 纯度	≥80%	分水器	1 次/2 小时	5ul

6.生产操作方法和要求

6.1 开车

6.1.1 开车前准备工作

6.1.1.1 试压捉漏，整个反应系统要求管道，设备密封，无泄漏。

6.1.1.2 所有电器设备、电脑仪表预先送电试车，发现异常情况应立即通知有关检修人员及时处理。

6.1.1.3 公用工程：先送水，再送蒸汽及盐水等，检查所属管道应有良好的保温状况。

6.1.2 开车操作

-
- 6.1.2.1 开车前 4 小时通知冷冻工段输送盐水，并将盐水温度降至规定指标。
- 6.1.2.2 检查循环水，蒸汽阀、盐水阀等阀门开启是否正常。
- 6.1.2.3 检查岗位电脑、仪表、电器是否正常。手控、自控操作是否灵活，手控自控设定是否正确。
- 6.1.2.4 原料领用：通知 AHF 车间岗位人员做好 AHF 压料工作，并验收所领用 AHF 的重量，把所冷冻脱水的 C_2HCl_3 压入计量槽，配比好液碱，把液氯钢瓶放入地磅上备用。
- 6.1.2.5 检查各物料管阀门开启是否正确。
- 6.1.2.6 检查各系统泵阀运转是否正常。
- 6.1.2.7 打开物料水洗进水阀（尾气水洗进水阀）进水冷却器盐水阀设定在规定温度范围内。
- 6.1.2.8 加热反应釜，待内温至 $120^{\circ}\text{C} \sim 170^{\circ}\text{C}$ 时，打开反应釜投料阀，启动隔膜泵，开始投料。
- 6.1.2.9 调节 HF、 C_2HCl_3 隔膜泵的行程和频率，控制 N_2 缓冲器压力 $820\text{Kp} \pm 20\text{Kpa}$ ，调节 Cl_2 瓶，并对 HF、 Cl_2 的预热器打开循环热水阀(60°C)， C_2Cl_4 打开蒸汽阀，控制温度在 $65^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ ，并检查①确定所有系统安全阀是否在使用状态②检查尾气吸收系统喷射泵是否正常工作。按工艺要求控制进行配比投料。

6.2 正常操作要点

- 6.2.1 认真操作，严格控制好反应投料量、配比、反应温度、压力和釜重保持反应进出物料的平衡。
- 6.2.2 严格控制反应釜蒸汽加热量和反应冷凝器顶温，严格控制反应蒸出塔釜蒸汽

加热量和蒸出塔顶温，保证反应排出的高沸物含量少，通过回流入反应釜中二次反应。

6.2.3 当物料酸性槽物料至规定液位 1/2 时打开酸性槽放出料起动阀，放入脱酸塔，阀位控制要进出料平衡。

6.2.4 脱酸塔液位到规定范围 2/3 时打开脱酸塔加热蒸汽阀设为自控 68℃，同时控制好顶盐水阀和排出阀把温度和压力控制在规定范围内，打开脱酸塔出料冷却器盐水阀自控温度在-4℃，打开脱酸塔出料隔膜泵保持物料进出平衡。

6.2.5 根据反应的活性状况，定量定时，补加催化剂，每次补加量为 400Kg。

6.3 正常停车

6.3.1 停止投料，先关 Cl₂ 瓶进空阀及投料调节阀，同时关闭 HF、C₂Cl₄ 隔膜泵进出料，切断隔膜泵电源，关闭反应釜 HF、C₂HCl₃、Cl₂ 投料阀等。

6.3.2 关反应釜加热蒸汽调节阀，把反应釜顶压、蒸出塔顶压、尾压起动阀设手控缓慢排压至反应系统规定压力范围内把阀位归零。

6.3.3 关闭酸性槽出料起动阀。

6.3.4 反应尾压排出阀关闭后，关闭物料水洗冷却器盐水阀，关闭物料水洗进水阀（尾气水洗塔进水阀）。

6.3.5 停止投料后，视具体情况通知冷冻工段，说明生产情况。

7. 紧急停车

7.1 突然停电时，应迅速关闭好反应釜加热蒸汽阀，投料阀、蒸出塔加热蒸汽阀、脱酸塔釜蒸汽阀等。

7.2 F133 反应出现异常紧急停车，如釜温、中温急着上升，放出料打开过大压力高时，应停止投料关闭蒸汽加热阀，冷凝器进水阀，打开反应釜放出料阀，尾

气排放阀设手控排压，马上检查反应釜加热回蒸汽阀，打开疏水器旁通检测回蒸汽是否酸性反应釜是否穿漏。

7.3 检测列管冷凝器，挡板冷凝器是否穿漏。

7.4 检测 HF、C₂Cl₄ 投料是否有明水投入。

7.5 如反应釜、挡板冷凝器、列管冷凝器或回流管穿漏应立即停车按“F133 反应釜应急预案”处理，其它按正常步骤进行。

8.生产异常现象及处理

序号	不正常现象	产生原因	处理方法
1	物料不进反应器	计量槽无压力	开启进空阀，使计量槽压力至规定范围
		隔膜泵故障	请维修工维修
		隔膜泵无油或泵体内有空气	隔膜泵加油或把泵体内空气排清
		投料管堵塞	疏通投料管
2	反应器内积料	反应内温低	提高加热汽量
		投料管穿或反应比例失调	更换投料管或调整投料比
		催化剂性能降低	补加催化剂，提高活性
3	反应内温不稳定	配比失调，投料不稳	调整投料量及配比
		蒸汽压力不稳	查原因，稳定蒸汽压力
4	反应压力突然上升或温度超标	反应釜夹套坏或挡板列管冷凝器穿	立即停止投料，关闭加热阀 按 F133 反应釜应急预案处理

		物料中有明水带入	停止投料处理物料、管道中明水
--	--	----------	----------------

9.交接班要求

9.1 接班人员在班长的带领下，提前 10 分钟到各自岗位进行交接班，如实交班，接班要严格检查、核对，做到交班清，接班严。

9.2 交岗位安全生产情况。发现事故或事故苗头的经过以及处理方法。

9.3 交岗位产品质量情况。

9.4 交岗位设备运转情况。

9.5 交岗位原始记录，要求做到完整、准确。

9.6 交岗位清洁卫生工作情况。

9.7 交劳防防护用品及工具。

9.7 及时传达车间布置的任务及工作。

10.巡回检查要求

岗位操作人员必须至少每小时进行巡回检查一次，观察掌握设备运转情况和生产情况，防止跑、冒、滴、漏，及时发现及时排除隐患，确保安全生产。

11.安全技术及劳动保护

11.1 岗位人员必须按岗位操作规定的工艺参数和指标进行生产，严禁超温、超压、超量、超程序操作。

11.2 上岗操作人员应按规定周期巡回检查，发现工艺参数指标，设备运转情况异常时，应立即查明原因，及时调整、控制，使其恢复正常，并做好记录，在交接时说明。

当情况复杂，个人无法判明原因或无力实行调整控制时，应立即向班长汇报。

11.3 本岗位所用的原料，都属易爆、易毒品，所用设备多为受压容器，使用时，严格遵守国家有关压力容器的规定。有毒物品应防止其与人体的接触。每班存放防毒面具 2 只，以处理气体外溢时，防止对人体造成伤害。

12.检查和考核

由班组长按《工作标准考核办法》进行检查和考核。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/165111042303011124>