

# 硝化工艺装置的上下游配套装置自动化控制改造指南

(试行)

## 1 适用范围

适用于涉及硝化工艺装置的危险化学品生产、使用取证企业。

## 2 硝化工艺装置的上下游配套装置

与硝化工艺装置存在上下游关系的生产工序，包括原料处理和输送、反应、精（蒸）馏精制、产品包装、危险化学品储运、废料（废液、废固）储存处置、尾气处理等工艺装置。

## 3 总则

3.1 自动化控制应满足安监总管三〔2009〕116 号和安监总管三〔2013〕3 号提出的安全控制基本要求，并符合危险与可操作性分析（HAZOP）报告和保护层分析（LOPA）报告对自动化控制提出的对策措施。

3.2 涉及硝化工艺的精细化工企业应按照安监总管三〔2017〕1 号要求完成反应安全风险评估。涉及硝化工艺的精细化工企业应完成全流程（不含公用工程）反应安全风险评估，同时对原料、中间产品、产品及副产物进行热稳定性测试和蒸馏、干燥、储存等单元操作的风险评估。企业应采纳反应安全风险评估报告中确定的反应工艺危险度等级和评估建议，设置相应的安全设施、安全仪表系统和自动控制系统。

3.3 企业应委托具备规定资质的单位进行自动化控制系统设计和安装。

## 4 自动化控制要点

### 4.1 通用规定

4.1.1 重点监控的工艺参数应传送至控制室集中显示。自动化控制系统应具备远程调节、信息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能。

4.1.2 涉及极度、高度危害气体的生产、储存设施应与应急处置系统连锁。

4.1.3 处于备用状态的有毒气体应急处置系统应设置连锁启动和一键启动功能，吸收剂供应泵、吸收剂循环泵应设置备用泵，备用泵应具备低压或低流量自启动功能，用电负荷应为一二级负荷。

## 4.2 原料处理

4.2.1 涉及可燃、有毒等原料相变工艺过程的设施，应设置温度/压力远传、温度/压力超限报警、温度/压力与热（冷）媒或泄放系统连锁。

4.2.2 涉及固体原料连续输送工艺过程的，应采用机械或气力输送方式。可燃固体采用机械输送时应设置故障停机连锁系统。涉及易燃、易爆物质的气力输送应采用氮气等惰性气体输送并设置气体压力自动调节装置，且应设置氧含量在线监测。

4.2.3 存在突然超压或发生瞬时分解爆炸危险、因物料暴聚或分解造成超温、超压的物料储存设施（包括伴有加热、搅拌操作的设施），应设置温度、压力、搅拌电流等工艺参数的检测、远传、报警，温度/压力应与热（冷）媒或泄放系统连锁。

4.2.4 可燃液体或有毒液体的装置储罐应设置高低液位报警，高液位应与进料连锁。

4.2.5 装置高位槽应设置高液位报警，高液位应与进料连锁或设溢流管道。

4.2.6 硝化用混酸的配制过程应设置物料流量、比例、温度、搅拌电流等工艺参数的检测、远传、报警，温度应与冷媒或泄放系统连锁。

## 4.3 反应工序

4.3.1 硝化反应釜不应用于其他用途。

4.3.2 硝化反应要严格控制硝化反应釜内温度、搅拌速率；硝化剂流量；冷却水流量；pH 值；硝化产物中杂质含量；精馏分离系统温度；塔釜杂质含量等，设置自动化控制系统和报警连锁装置。

4.3.3 硝化反应釜搅拌（含外循环泵，后同）在电网停电时无法满足安全停车要

求的，应设置独立的后备电源供电。

4.3.4 硝化反应混酸与物料比率、混酸中硝酸与硫酸比率应实现自动控制。

4.3.5 硝化反应釜应设温度/压力远传、报警和自动调节，反应温度/压力与热(冷)媒、进料和泄放系统联锁，并设置手动遥控切断进料的措施。硝化反应用冷却水压力、冷却水流量、冷却水 pH 等重点参数进行监控和超限报警。

4.3.6 反应过程涉及热媒、冷媒切换操作的，应实现自动切换。

4.3.7 设有搅拌系统且具有超压或爆炸危险的反应釜，应设搅拌电流远传指示。搅拌系统故障停机信号应与进料、热(冷)媒和泄放系统联锁。

4.3.8 设有外循环冷却或加热系统的反应釜，应设置备用循环泵，并具备自动切换功能。应设置循环泵电流远传指示或电机启停指示，外循环系统故障信号应与进料及热(冷)媒和泄放系统联锁。

4.3.9 硝化工艺应设置紧急停车系统。

4.3.10 固体原料连续投入反应釜（非一次性投入）且作为主反应原料的，应设置加料斗、机械加料装置，进料量应与反应温度/压力联锁。

#### **4.4 精馏精制**

4.4.1 涉及硝化产物精（蒸）馏工艺的温度、压力、液位等参数应进行监控和自动调节，当参数超限时，声光报警并采取联锁措施。

4.4.2 涉及硝化产物的浓缩、干燥、萃取、中和等工艺的温度应自动调节和报警，并与热（冷）媒形成联锁关系。

4.4.3 含有酸性介质的换热设备应在线检测管道中冷却/加热介质的 pH 值。

4.4.4 有毒物料的尾气处理设施应做到设备运行状态自动监控、联锁启动、工艺参数自动监测和排放指标连续检测。

#### **4.5 产品包装**

硝化反应工序所在建/构筑物内的包装作业场所应采用自动化包装。

## 4.6 危险化学品储运

4.6.1 可燃液体、有毒液体储罐均应设置液位就地和集中显示，并设高、低液位报警和超限控制措施。

4.6.2 涉及有毒气体、液化气体、剧毒液体的一级、二级重大危险源的危险化学品罐区应设独立的安全仪表系统。

4.6.3 酸、碱储罐应设置高、低液位报警。

4.6.4 设有加热或冷却盘管的储罐应设置液相温度检测和报警超限控制措施。

## 4.7 可燃气体和有毒气体检测报警

4.7.1 硝化工艺装置和储运设施应按照 GB/T50493 的规定设置可燃和有毒气体检测报警仪。

4.7.2 可燃和有毒气体检测报警信号应送至操作人员常驻的控制室。

4.7.3 可燃和有毒气体检测报警系统应独立于基本过程控制系统，并设置独立的显示屏或报警终端。

## 5 其他

企业实施自动化控制改造时应履行相关变更程序，并及时修订发布相关管理制度、操作规程和工艺控制指标，对相关人员进行有针对性的培训，提升岗位人员操作技能水平，提升企业安全设施维护和管理水平。

## 硝化工艺装置的上下游配套装置

### 自动化控制改造检查表（一）

序号	内容	检查情况	备注
<b>一、通用规定</b>			
1	DCS 显示的工艺流程应与 P&ID 图和现场一致；SIS 显示的逻辑图应与 P&ID 图和现场一致；自动化控制系统及安全仪表系统的参数设置必须与设计文件和操作规程一致。		
2	DCS 系统和 SIS 系统应设置管理权限；岗位操作人员不应有修改自动化控制系统工艺指标、报警阈值、联锁阈值和摘除 DCS、SIS 系统的权限。		
3	企业应定期维护和调试 DCS、SIS、ESD、GDS 等自动化系统，保证系统完好并处于正常投用状态。		
4	企业应设置区域性控制室或全厂性控制室，并符合 GB 50160、GB 51283、HG/T 20508 或 SH/T 3006 等要求。		
5	重点监控工艺参数应传送至控制室集中显示；自动化控制系统应具备远程调节、信息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能；记录的电子数据保存时间不少于 30 天。		
6	安全仪表系统应符合 GB50770 要求，安全完整性（SIL）等级为 2 级及以上的，应独立设置。		
7	DCS 系统与 SIS 系统的电源宜满足一级供电负荷要求，并应配备 UPS，UPS 供电时间不低于 30min。		
8	涉及极度、高度危害气体的生产、储存设施应与应急处置系统联锁。		
9	处于备用状态的有毒气体应急处置系统应设置联锁启动和一键启动功能；吸收剂供应泵、吸收剂循环泵应设置备用泵；备用泵应具备低压或低流量自启动功能，用		

序号	内容	检查情况	备注
	电负荷应为一级负荷。		
10	涉及易燃易爆、有毒、腐蚀性物料不应使用玻璃管液位计，液位计应标有最高安全液位。		
<b>二、原料处理</b>			
11	涉及可燃、有毒等原料相变工艺过程的设施，应设置温度/压力远传、温度/压力超限报警、温度/压力与热(冷)媒或泄放系统连锁。		
12	涉及固体原料连续输送工艺过程的，应采用机械或气力输送方式；可燃固体采用机械输送时应设置故障停机连锁系统。		
13	涉及易燃、易爆物质的气力输送应采用氮气等惰性气体输送并设置气体压力自动调节装置，且应设置氧含量在线监测。		
14	存在突然超压或发生瞬时分解爆炸危险、因物料暴聚或分解造成超温、超压的物料储存设施（包括伴有加热、搅拌操作的设施），应设置温度、压力、搅拌电流等工艺参数的检测、远传、报警，温度/压力应与热（冷）媒或泄放系统连锁。		
15	可燃液体或有毒液体的装置储罐应设置高低液位报警；高液位应与进料连锁。		
16	装置高位槽应设置高液位报警，液位应与进料连锁或设溢流管道。		
17	硝化用混酸的配制过程应设置温度、搅拌电流等工艺参数的检测、远传、报警，温度应与冷媒或泄放系统连锁。		
<b>三、反应工序</b>			
18	硝化反应釜不应用于其他用途。		
19	涉及分批加料的反应釜应设温度/压力远传、报警，反应温度/压力与热（冷）媒或泄放系统连锁；进料设备应设置手动遥控和自动紧急切断设施。		
20	应按照重点监管危险工艺安全控制要求，并结合工艺热		

序号	内容	检查情况	备注
	<p>风险评估、HAZOP 分析结果进行设置，对硝化反应釜内温度、搅拌（循环泵）电流或转速、硝化剂流量、冷却水压力、冷却水流量、冷却水 pH 等重点参数进行监控，当参数超限时，声光报警并采取联锁措施：</p> <p>（1）硝化反应应设置双温度计，并定期校验；</p> <p>（2）严格控制硝化反应温度上、下限，并制定温度异常时的处置措施；</p> <p>（3）硝化反应应设搅拌电流或转速远传指示；没有搅拌的，应对其传动、混合设备的状态和电流等进行监控；</p> <p>（4）硝化反应应控制加料速度，加料操作应实现自动控制，设置滴加物料管道视镜，并通过限制进料管径、设置限流孔板等固定不可超调的限流措施来控制最大允许流量；</p> <p>（5）应明确各物料配比，实现自动控制并制定配比异常时的处置措施；</p> <p>（6）重点参数报警除采取控制系统报警外，还需设置现场声光报警，能提醒整个车间现场人员及时疏散。</p>		
21	硝化反应釜搅拌（含外循环泵）在电网停电时无法满足安全停车要求的，应设置独立的后备电源供电。		
22	硝化反应混酸与物料比率、混酸中硝酸与硫酸的比率应实现自动控制。		
23	硝化反应釜应设温度/压力远传、报警和自动调节，反应温度/压力与热(冷)媒、进料和泄放系统联锁，并设置手动遥控切断进料的措施。硝化反应用冷却水压力、冷却水流量、冷却水 pH 等重点参数进行监控和超限报警。		
24	紧急冷却系统宜采用独立的柴油泵系统，应满足紧急处置所需的冷却水储水量。		
25	设有搅拌系统且具有超压或爆炸危险的反应釜，应设搅拌电流远传指示；搅拌系统故障停机信号应与进料、热（冷）媒或泄放系统联锁。		
26	设有外循环冷却或加热系统的反应釜，应设置备用循环		

序号	内容	检查情况	备注
	泵，并具备自动切换功能；应设置循环泵电流远传指示或电机启停指示；外循环系统故障信号应与进料及热（冷）媒和泄放系统连锁。		
27	硝化工艺应设置紧急冷却系统和紧急停车系统。		
28	液态催化剂采用计量泵自动滴加至反应釜的，紧急停车时和反应温度/压力连锁动作时应连锁自动停止滴加泵；带压反应工况的反应釜应在催化剂自动滴加管道上靠近反应釜设置连锁切断阀。		
29	连续添加固态催化剂的应采用自动添加方式（自动添加方式确有难度的，应设置密闭添加设施，不应采用开放式人工添加催化剂）。		
30	固体原料连续投入反应釜（非一次性投入）并作为主反应原料的，应设置加料斗、机械加料装置。反应釜进料量应与反应温度/压力或其它反应物料进料量连锁。		
31	1. 反应系统应采取：紧急冷却、控制减压、抑制淬灭、骤冷浇灌、倾泻排放或泄压泄爆等一种或几种对系统有效的减缓措施，并根据工艺控制难易和物料危险性合理设置减缓措施； 2. 除泄压泄爆外采用以上减缓措施的阀门应能够远程控制； 3. 倾泻排放系统应设置事故应急池/槽，应急池/槽应提前放置充足的应急水、淬灭剂或抑制剂，应急池/槽应设置在硝化车间外围。		
32	基本过程控制系统中硝化进料要求双切断措施。		
33	连有加热介质的工艺过程，须有可靠的加热介质切断措施，防止加热介质内漏出现意外加热： （1）基本过程控制系统中加热介质须有双切断措施； （2）加热介质内漏应有监控措施、有自动应急措施和泄漏报警。		
<b>四、精馏精制</b>			

序号	内容	检查情况	备注
34	<p>涉及硝化物精（蒸）馏工艺的安全控制与联锁设置要求如下：</p> <p>1. 结合工艺热风险评估、HAZOP 分析结果进行设置，应对精（蒸）馏温度、压力、液位等工艺参数，冷却介质的温度、压力等公用参数进行监控，当参数超限时，声光报警并采取联锁措施：</p> <p>（1）当系统温度、压力超标时，能自动报警并自动切断加热介质开关阀；</p> <p>（2）对冷凝器冷却介质温度、压力进行监控，冷却介质压力低或冷凝器出料温度高联锁关闭加热介质阀门；</p> <p>（3）重点参数报警除采取控制系统报警外，还需设置现场声光报警，能够及时提醒人员撤离。</p> <p>2. 应设有紧急处置措施，如精（蒸）馏塔温度、压力异常时，适时启动紧急冷却。</p> <p>3. 设置超压排放设施，泄放管应接入储罐或其他容器。</p>		
35	<p>涉及硝化物的浓缩、干燥、萃取、中和、储存等工艺过程的温度与加热冷却形成报警和联锁关系，温度超标时，应能自动切断加热，并适时启动紧急处置措施。</p>		
36	<p>连续进料或出料的精馏（蒸馏）塔应设液位自动化调节回路，通过调节塔的进（出）料量实现液位自动化控制。</p>		
37	<p>精馏（蒸馏）塔应设塔釜液位就地和远传指示，并设高、低液位报警；塔釜及塔顶应设置温度远传指示、超限报警，塔釜温度应与热（冷）媒联锁；连续进料的精馏（蒸馏）塔应设置塔釜温度自动化调节回路。</p>		
38	<p>精馏（蒸馏）塔、汽提塔、蒸发塔等应设置压力就地/远传指示和高限报警，压力高高限应与热媒或泄放系统联锁；连续进料的精馏（蒸馏）塔应设置塔顶压力自动化控制回；塔顶冷凝（却）器宜设置冷媒中断报警；当非正常条件下，可能超压的前述设备应设置泄压排放系统。</p>		

序号	内容	检查情况	备注
39	再沸器的加热热媒管道上应设置压力就地/远程指示和控制阀。		
40	塔顶馏出液的回流罐应设就地和远传液位计，并设高、低液位报警；回流罐液位宜与馏出液采出量形成自动化控制回路；塔顶回流量、馏出液采出量宜设置流量指示，并形成自动化控制回路。		
41	涉及硝化产物的浓缩、干燥、萃取、中和等工艺的温度应自动调节和报警，并与热（冷）媒形成联锁关系。		
42	含有酸性介质的换热设备应在线检测管道中冷却/加热介质的 pH 值。		
43	有毒物料的尾气处理设施应能做到设备运行状态自动监控、工艺参数自动监测和排放指标连续检测；当排放指标超标时，应自动启动备用应急处置系统；当备用应急处置系统失效时，有毒物料产生单元应自动联锁停车。		
44	涉及加热工艺过程的，应设置温度自动检测、远传、报警；热媒温度高于设备内介质沸点的，温度应与热（冷）媒或泄放系统联锁。		
45	连有加热介质的工艺过程，须有可靠的加热介质切断措施，防止加热介质内漏出现意外加热： （1）基本过程控制系统中加热介质须有双切断措施； （2）加热介质内漏应有监控措施、有自动应急措施和泄漏报警。		
<b>五、产品包装</b>			
46	硝化反应工序所在建/构筑物内的包装作业场所应采用		

序号	内容	检查情况	备注
	自动化包装。		
47	与生产场所分开设置的，涉及可燃固体、液体、气体或有毒物料或爆炸性粉尘的包装作业场所，应采用自动化包装等措施（当采用自动化包装确有困难时，包装作业场所当班操作人员应控制在法规规定要求以内）。		
48	液态物料采用自动计量称重灌装系统的，超装信号应与气动球阀或灌装机枪口联锁。		
49	可燃、有毒及强腐蚀性液体槽车充装应设置流量自动批量控制器，或具备高液位停止充装、称重计量联锁功能。		
<b>六、危险化学品储运</b>			
50	可燃液体储罐、有毒液体储罐、低温储罐及压力罐均应设置就地和集中液位指示，并设高、低液位报警和高高液位、低低液位联锁。		
51	涉及有毒气体、液化气体、剧毒液体的一级、二级重大危险源的危险化学品罐区应设独立的安全仪表系统。		
52	压力储罐应设压力就地测量仪表和压力远传仪表，并使用不同的取源点。		
53	酸、碱储罐应设置高、低液位报警。		
54	设有加热或冷却盘管的储罐应设置液相温度检测和报警设施，宜具备联锁切断热（冷）媒的功能。		
55	设有远程进料或者出料切断阀的储罐应具备远程紧急关闭功能。		
<b>七、可燃气体和有毒气体检测、报警</b>			
56	生产或使用可燃气体及有毒气体的工艺装置和储运设		

序号	内容	检查情况	备注
	施应按照 GB/T50493 的规定设置可燃和有毒气体检测报警仪。		
57	可燃和有毒气体检测报警信号应送至操作人员常驻的控制室。		
58	可燃和有毒气体检测报警系统应独立于基本过程控制系统，并应设置独立的显示屏或报警终端。		
<p>注：医药、试剂和高纯物等小批量生产、自动化确有困难的，精制、产品包装等过程可根据实际情况设置控制措施，最大限度减少作业人员，并满足涉爆车间人员控制要求。</p>			

硝化工艺装置的上下游配套装置

自动化控制改造检查表（二）

检查单位：

检查时间：

企业名称	
不符合项及 整改建议	
检查人员	人员签名：  年 月 日