

重氮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

适用于涉及重氮化工艺装置的危险化学品生产、使用取证企业。

2 重氮化工艺装置的上下游配套装置

与重氮化工艺存在上、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、母液和废料（气）储存处置等工艺装置。

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，并应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 涉及重点监管危险化工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。涉及重氮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化控制系统。

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、高度危害的生产、储存设施应与应急处置系统联锁。

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）媒或泄放系统联锁。

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联锁系统。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）媒或泄放系统联锁。

4.2.4 亚硝酸钠、亚硝酸硫酸等料仓应设置称重仪计量；亚硝酸钠溶解配料釜应设置液位或称重计量。

4.2.5 可燃液体或有毒液体的装置储罐应设置高液位报警，液位应与进料联锁。

4.2.6 亚硝酸硫酸等装置高位槽应设置高液位报警，液位应与进料联锁或设溢流管道。

4.3 反应工序

4.3.1 重氮化反应釜不应用于其他用途。

4.3.2 重氮化反应釜内温度、液位、压力、pH 值（仅 a 类需要监控，见表后注释），重氮化反应釜内搅拌速率，重氮化剂流量（或重氮组分加入量），反应物质的配料比，应实现远传监测、自动控制。

4.3.3 重氮化釜搅拌（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。

4.3.4 重氮化反应釜应设置进料和冷媒流量自动控制阀，反应温度与进料量和冷媒流量实现联锁控制，并设置高、低报警，高高、低低报警；设置紧急停车、紧急冷却和安全泄放系统。

4.3.5 重氮化反应釜搅拌电流应设置高、低报警，设置高高、低低报警并连锁切断进料；当重氮化反应釜内搅拌系统发生故障时自动停止加料并紧急停车，必要时连锁开启泄放系统。

4.3.6 重氮化反应用冷媒压力、流量、pH 等重点参数进行监控和超限报警，pH 值异常应采取相应措施。

4.3.7 反应过程涉及热媒、冷媒切换操作的，应实现自动

切换。

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)媒或泄放系统联锁。

4.3.9 重氮化反应工序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）并作为主反应原料的，应设置加料斗、机械加料设施，进料量应与反应温度/压力联锁；反应釜冷却用冰应采用机械化自动输送加料设备。

4.4 精馏精制

4.4.1 涉及重氮盐稀释、精（蒸）馏、萃取、干燥、储存等后处理单元应配置温度监测，后处理单元涉及的设备应设置温度检测，与搅拌、冷却系统形成联锁控制。涉及甲乙类可燃液体的应设惰性气体保护的联锁装置等。

4.4.2 涉及重氮盐的萃取或加水稀释工艺过程，应对体系温度、压力、搅拌电流进行监控并设置报警，加入萃取剂或加水速度与温度联锁，设置高限联锁切断进料；涉及甲乙类有机溶剂的应设置超温、超压排放设施。

4.4.3 涉及重氮盐的加水稀释或萃取工艺过程，应对加水量进行监控，防止加水过量，导致重氮盐稳定性下降或者因加水量变化重氮盐相与有机相上下层位置发生变化。

4.4.4 涉及重氮盐的静置分层工艺过程应实现自动分层，并设置温度、压力监控、报警，设置超压排放设施。

4.4.5 涉及重氮盐的脱氮反应：应设置温度、压力、液位、搅拌电流等参数监控、报警，设置超压排放设施；搅拌电流设置高、低限值，超限应联锁切断重氮盐加料；反应釜温度设置高限值，温度过高应联锁切断重氮盐进料。

4.4.5 精（蒸）馏温度、压力、液位等参数进行监控和自动调节，冷却介质的温度、压力等参数进行监控，并设置以下联锁控制措施：

（1）当系统温度、压力超标时，自动报警并自动切断加热介质。

（2）当液位过低时，应有防止过蒸、干蒸的防护措施。

（3）对冷凝器冷却介质温度、流量进行监控，当冷却介质流量低或冷凝器出料温度高时联锁关闭加热介质阀门。

4.4.6 涉及重氮盐干燥的设备应配置温度测量、加热热源开关、惰性气体保护的联锁装置。

4.5 产品包装

重氮化反应工艺所在车间内的包装作业场所应采用自动化包装。当采用自动化包装确有困难且包装场所与重氮化工艺所在车间分开设置时，包装作业场所当班操作人员应控制在规定数量以内。

4.6 危险化学品储运

4.6.1 重氮化物料和废弃物储存设备应设置温度报警和超限控制措施，涉及重氮盐储存的设备应设置泄压或紧急排放设施，输送重氮盐的管道应设置伴冷、紧急泄压及吹扫措施。

4.6.2 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。

4.6.3 涉及有毒气体、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。

4.6.4 酸、碱储罐应设置高、低液位报警。

4.6.5 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。

4.6.6 涉及重氮化滤渣的危废库房内须设置强制通风、红外热成像监测报警和视频监控等安全设施。

4.7 可燃气体和有毒气体检测报警

4.7.1 生产或使用可燃气体及有毒气体的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，并应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，对相关人员进行全面的培训，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。

重氮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
一、通用规定			
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		

序号	内容	检查情况	备注
	连锁切断和远程和就地一键启动功能，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，用电负荷应为一級負荷。		
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。		
二、原料处理			
11	涉及易燃、有毒等固体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、因物料爆聚或分解造成超温、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	亚硝酰硫酸料仓应设置有毒气体和检测报警，设置湿度检测报警；亚硝酸钠或亚硝酰硫酸固体料仓应设置称重仪计量；亚硝酸钠溶解配料釜应设置液位或称重及进出料连锁。		
16	可燃液体或有毒液体的装置储罐应设置高液位报警，液位应与进料连锁。		
17	装置高位槽应设置高液位报警，液位应与进料		

序号	内容	检查情况	备注
	联锁或设溢流管道。		
三、反应工序			
18	重氮化反应釜不应用于其他用途。		
19	涉及重点监管危险化工工艺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）媒或泄放系统联锁；进料设备应设置手动遥控和自动紧急切断设施。		
20	属于同一种重点监管危险化工工艺、多个反应釜串连使用的，各釜应设反应温度、压力远传、报警；任一反应釜温度/压力应与总进料及热（冷）媒或泄放系统联锁。		
21	重氮化反应釜内温度、液位、压力、pH 值（仅 a 类需要监控，见表后注释），重氮化反应釜内搅拌速率、重氮化剂流量（或重氮组分加入量）、反应物质的配料比应实现远传监测、自动控制。		
22	重氮化釜搅拌（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。		
23	重氮化反应釜应设置进料和冷媒流量自动控制阀，反应温度与进料量和冷媒流量实现联锁控制，并设置高、低报警，高高、低低报警；设置紧急停车、紧急冷却和安全泄放系统。		
24	重氮化反应釜搅拌电流应设置高、低报警，设置高高、低低报警并联锁切断进料；当重氮化反应釜内搅拌系统发生故障时自动停止加料并紧急停车，必要时联锁开启泄放系统。		
25	重氮化反应用冷媒压力、流量、pH 等重点参数进行监控和超限报警，pH 值异常应采取相应措施；反应过程涉及热媒、冷媒切换操作的，应实现自动切换。		
26	设有外循环冷却或加热系统的反应釜，应设置		

序号	内容	检查情况	备注
	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)媒或泄放系统联锁。		
27	重氮化反应工序应设置紧急停车系统。		
28	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、机械加料设施，进料量应与反应温度/压力联锁；反应釜冷却用冰应采用机械化自动输送加料设备。		
29	涉及滴加放热反应，应设置滴加进料流量、反应温度/压力调节、控制、联锁切断和紧急停车系统。		
30	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）。		
四、精馏精制			
31	涉及重氮盐稀释、精（蒸）馏、萃取、干燥、储存等后处理单元应配置温度监测；后处理单元涉及的温度检测应与搅拌、冷却系统形成联锁控制；涉及甲乙类可燃液体的应设惰性气体保护的联锁装置等。		
32	涉及重氮盐的萃取或加水稀释工艺过程，应对体系温度、压力、搅拌电流进行监控并设置报警；加入萃取剂或加水速度与温度联锁，设置高限联锁切断进料；涉及甲乙类有机溶剂的应设置超温、超压排放设施。		
33	涉及重氮盐的加水稀释或萃取工艺过程，应对加水量进行监控，防止加水过量，导致重氮盐稳定性下降或者因加水量变化重氮盐相与有机相上下层位置发生变化。		
34	涉及重氮盐的静置分层工艺过程应实现自动分		

序号	内容	检查情况	备注
	层，并设置温度、压力监控、报警，设置超压排放设施。		
35	涉及重氮盐的脱氮反应：应设置温度、压力、液位、搅拌电流等参数监控、报警，设置超压排放设施；搅拌电流设置高、低限值，超限应联锁切断重氮盐加料；反应釜温度设置高限值，温度过高应联锁切断重氮盐进料。		
36	涉及重氮盐干燥的设备应配置温度测量、加热热源开关、惰性气体保护的联锁装置。		
37	精（蒸）馏温度、压力、液位等参数进行监控和自动调节，冷却介质的温度、压力等参数进行监控，并设置以下联锁控制措施： （1）当系统温度、压力超标时，自动报警并自动切断加热介质； （2）当液位过低时，应有防止过蒸、干蒸的防护措施； （3）对冷凝器冷却介质温度、流量进行监控，当冷却介质流量低或冷凝器出料温度高时联锁关闭加热介质阀门。		
38	再沸器的加热热媒管道上应设置压力、温度就地/远程指示和控制阀。		
39	塔顶馏出液的回流罐应设就地和远传液位计，用回流罐液位控制或超驰回流量；回流罐设高、低液位报警；使用外置回流控制塔顶温度的应设置温度自动化控制回路，通过调节回流量或冷媒控制阀控制塔顶温度。		
40	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。		
五、产品包装			

序号	内容	检查情况	备注
41	重氮化工艺所在车间内的包装作业场所应采用自动化包装。		
42	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)。		
43	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。		
44	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。		
六、危险化学品储运			
45	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，重氮化物储罐还应设置温度报警和超限控制措施。		
46	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。		
47	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。		
48	酸、碱储罐应设置高、低液位报警。		
49	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。		
50	涉及重氮化滤渣的危废库房内须设置强制通风、红外热成像监测报警和视频监控等安全设施。		
七、可燃气体和有毒气体检测报警			

序号	内容	检查情况	备注
51	生产或使用可燃气体及有毒气体的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。		
52	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。		
53	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。		

注：

a 类：水为溶剂，稀硫酸、盐酸等无机酸为重氮化用酸，重氮化试剂为亚硝酸钠等，反应热移除方式以冰块或其他形式，最终反应体系含水量大于等于 60%的重氮化反应。

b 类：高浓度硫酸为溶剂，亚硝酰硫酸为重氮化试剂，加料方式可以为重氮化试剂或重氮组分控制加入方式，反应热移除方式为间接换热，最终反应体系水含量小于 40%的重氮化反应。

c 类：溶剂为甲、乙类有机溶剂，重氮化试剂可以为亚硝酸钠或亚硝酰硫酸，加料方式可以为重氮化试剂或重氮组分控制加入的方式，反应热移除方式为间接换热或加冰中和。按反应体系中的水含量判定执行 a 类或 b 类检查要求。

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。

重氮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