

								—
7	铝镍合金	0.4131	0.25	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
8	氢氧化钠	0.5168	0.3	固态	原料	500g	瓶装	丙类仓库
9	甲苯	2.295	1.02	液态	原料	170kg	桶装	甲类仓库 —
10	乙烯	0.85	0.3	气态	原料	20kg	钢瓶	甲类仓库 —
11	甲胺醇溶液	0.9563	0.4	液态	原料	2500ml	瓶装	甲类仓库 —
12	氢气	0.0204	0.005	气态	原料	0.4kg	钢瓶	甲类仓库 —
13	无水乙醇	7.294	2.08	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 —
14	乙醚	8.065	1.12	液态	原料	140kg	桶装	甲类仓库 —
15	活性炭	0.0064	0.025	固态	吸附 剂	25kg	袋装	丙类仓库

(四) 戊四硝酯粉

1	季戊四醇	0.153	0.25	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
2	发烟硝酸	0.918	1	液态	原料	2500ml	瓶装	甲类仓库 —
3	丙酮	0.765	0.2	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 —
4	乳糖	0.3	0.25	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
5	淀粉	0.9	0.3	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库

(五) 奥沙西洋

1	2-氨基-5-氯二苯 甲酮	5.75	2	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
2	盐酸羟胺	5.41	2	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
3	无水碳酸钠	5.29	2	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
4	酮肟	5.67	2	固态	原料	自制	袋装	丙类仓库
5	氯乙酰氯	5.11	2	液态	原料	280kg	桶装	甲类仓库 二
6	冰醋酸	27.3	5	液态	溶剂	200kg	桶装	甲类仓库 —
7	氢氧化钠	6.7	2	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
8	乙醇	46.5	6	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 —
9	盐酸	16.2	2	液态	原料	25kg	桶装	甲类仓库 —
10	乙酸酐	13	2	液态	原料	200kg	桶装	甲类仓库 —
11	活性炭	0.24	0.1	固态	吸附 剂	25kg	袋装	丙类仓库

(六) 亚硝酸异戊酯

1	异戊醇	0.04	0.04	液态	原料	500ml	瓶装	甲类仓库 一
2	亚硝酸钠	0.08	0.05	固态	原料	500g	瓶装	甲类仓库 一
3	盐酸	0.056	0.05	液态	原料	2500ml	瓶装	甲类仓库 一
4	无水碳酸钠	0.0048	0.025	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库

(七) 司可巴比妥钠

1	乙醇钠	0.249	1	液态	原料	160kg	桶装	甲类仓库 一
2	乙酸乙酯	0.036	0.1	液态	原料	170kg	桶装	甲类仓库 一
3	丙二酸二乙酯	0.264	0.2	液态	原料	35kg	桶装	丙类仓库
4	溴戊烷	0.249	0.2	液态	原料	25kg	桶装	甲类仓库 一
5	无水硫酸钠	0.004	0.1	固态	干燥剂	25kg	袋装	丙类仓库
6	盐酸	0.224	0.5	液态	原料	25kg	瓶装	甲类仓库 一
7	尿素	0.110	0.1	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
8	活性炭	0.01	0.01	固态	吸附剂	25kg	袋装	丙类仓库
9	保险粉	0.005	0.01	固态	原料	25kg	袋装	甲类仓库 二
10	氢氧化钠	0.134	0.01	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
11	溴丙烯	0.137	0.07	液态	原料	35kg	桶装	甲类仓库 一
12	乙醇	1.3	0.2	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 一
13	白陶土	0.006	0.5	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
14	丙酮	0.02	0.5	液态	溶剂	170kg	桶装	甲类仓库 一
15	氯化钠	0.08	0.05	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库

(八) 地西洋

1	2-氨基-5-氯二苯甲酮	0.45	0.5	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
2	氯乙酰氯	0.27	0.28	液态	原料	280kg	桶装	甲类仓库 二
3	甲苯	0.9	0.5	液态	溶剂	170kg	桶装	甲类仓库 一
4	乌洛托品	0.48	0.25	固态	原料	25kg	桶装	甲类仓库 一
5	乙醇	6.4	1	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库

								—
6	氯化铵	0.111	0.1	固态	催化剂	25kg	桶装	丙类仓库
7	活性炭	0.02	0.01	固态	吸附剂	25kg	袋装	丙类仓库

(九) 芦丁

1	槐花米	1.4	1.5	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
2	石灰乳	0.17	0.2	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
3	硼砂	0.5	1	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
4	盐酸	1.38	0.08	液态	原料	25kg	桶装	甲类仓库 一
5	甲醇	5	1	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 一
6	活性炭	0.07	0.1	固态	吸附剂	25kg	袋装	丙类仓库

(十) 普罗碘铵

1	二氯异丙醇	0.12	0.05	液态	原料	25kg	桶装	甲类仓库 一
2	无水碘化钠	0.34	0.1	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
3	硫代硫酸钠	0.084	0.025	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
4	二碘异丙醇	0.18	0.05	液态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
5	三甲胺溶液	0.17	0.16	液态	原料	160kg	桶装	甲类仓库 一
6	无水甲醇	1.53	0.16	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 一
7	活性炭	0.02	0.02	固态	吸附剂	25kg	袋装	丙类仓库

(十一) 氯氮卓

1	酮肟	0.33	0.4	固态	原料	自制	桶装	丙类仓库
2	氯乙酰氯	0.305	0.25	液态	原料	250kg	桶装	甲类仓库 二
3	冰醋酸	0.54	0.4	液态	溶剂	200kg	桶装	甲类仓库 一
4	甲胺溶液	1.12	0.9	液态	原料	160kg	桶装	甲类仓库 一
5	乙醇	0.86	0.84	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 一
6	活性炭	0.04	0.025	固态	吸附剂	25kg	袋装	丙类仓库

(十二) 那他霉素

1	甲醇	22.88	0.9	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 一
2	盐酸	0.15	0.1	液态	原料	25kg	桶装	甲类仓库 一

3	无水乙醇	1.5	0.9	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 一
4	氢氧化钠	0.06	0.05	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
5	那他霉素粗品	0.572	0.2	固态	原料	2.5kg	桶装	丙类仓库
(十三) 羟乙基淀粉 130/0.4								
1	支链玉米淀粉	0.45	0.25	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
2	盐酸	0.069	0.05	液态	原料	25kg	桶装	甲类仓库 一
3	氢氧化钠	0.0765	0.05	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
4	2-氯乙醇	0.0885	0.16	液态	原料	160kg	桶装	甲类仓库 二
5	活性炭	0.0075	0.025	固态	吸附剂	25kg	袋装	丙类仓库
(十四) 单硝酸异山梨酯								
1	异山梨醇 2,5-二硝酸酯	5.73	0.6	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
2	锌粉	6.47	0.4	固态	催化剂	25kg	桶装	甲类仓库 二
3	乙酸乙酯	11.9	0.5	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 一
4	碳酸钠	0.82	0.02	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
5	氯化钠	1.23	0.02	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
6	无水硫酸钠	0.24	0.02	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
7	环己烷	24.226	1	液态	原料	140kg	桶装	甲类仓库 一
8	醋酸	11.1	0.05	液态	原料	200kg	桶装	甲类仓库 一
(十五) 阿替洛尔								
1	环氧氯丙烷	2.42	1	液态	原料	160kg	桶装	甲类仓库 一
2	氢氧化钠	1.224	0.6	固态	原料	25kg	袋装	丙类仓库
3	四丁基溴化铵	0.055	0.04	固态	原料	500g	瓶装	丙类仓库
4	对羟基苯乙酰胺	2.64	1	固态	原料	25kg	桶装	丙类仓库
5	盐酸	1.55	0.25	液态	原料	25kg	桶装	甲类仓库 一
6	异丙胺	1.26	0.8	液态	原料	160kg	桶装	甲类仓库 一
7	乙酸乙酯	0.882	0.8	液态	溶剂	160kg	桶装	甲类仓库 一
8	活性炭	0.426	0.4	固态	吸附剂	25kg	袋装	丙类仓库

主要原材料用量及储存情况汇总如下。

表 3.4-2 项目原材料消耗及储存情况汇总表

序号	名称	年消耗量 (t/a)	厂区最大储存量 (t/a)	储存场所
1	2-氨基-5-氯二苯甲酮	5.75	2	丙类仓库
2	2-甲氨基-5-氯二苯甲酮	0.45	0.5	丙类仓库
3	2-氯乙醇	0.0885	0.16	甲类仓库二
4	9-蒽醛	0.64	0.5	丙类仓库
5	白陶土	0.006	0.5	丙类仓库
6	保险粉	0.005	0.01	甲类仓库二
7	苯海拉明	16.536	4	甲类仓库
8	醋酸	38.94	5.45	甲类仓库一
9	丙二酸二乙酯	0.264	0.2	丙类仓库
10	丙三醇	0.9	0.9	丙类仓库
11	丙酮	0.785	0.7	甲类仓库一
12	茶碱(二氧二甲基嘌呤)	8.32	2	丙类仓库
13	淀粉	0.9	0.3	丙类仓库
14	对羟基苯乙酰胺	2.64	1	丙类仓库
15	二碘异丙醇	0.18	0.05	丙类仓库
16	二氯异丙醇	0.12	0.05	甲类仓库一
17	发烟硝酸	2.918	2	甲类仓库一
18	槐花米	1.4	1.5	丙类仓库
19	环己烷	24.226	1	甲类仓库一
20	环氧氯丙烷	2.42	1	甲类仓库一
21	活性炭	2.0879	0.765	丙类仓库
22	季戊四醇	0.153	0.25	丙类仓库
23	甲胺醇溶液	0.9563	0.4	甲类仓库一
24	甲胺溶液	1.12	0.9	甲类仓库一
25	甲苯	3.195	1.52	甲类仓库一
26	甲醇	29.41	2.06	甲类仓库一
27	磷酸钠	0.01	0.01	丙类仓库
28	硫代硫酸钠	0.084	0.025	丙类仓库
29	硫酸	4	1	甲类仓库一
30	铝镍合金	0.4131	0.25	丙类仓库
31	氯代琥珀酰亚胺(NCS)	6.49	2	丙类仓库
32	氯化铵	0.111	0.1	丙类仓库
33	氯化钠	1.31	0.07	丙类仓库
34	氯乙酰氯	5.685	2.53	甲类仓库二
35	尿素	0.11	0.1	丙类仓库
36	硼砂	0.5	1	丙类仓库
37	氢气	0.0204	0.005	甲类仓库一
38	氢氧化钠	8.7113	3.01	丙类仓库
39	乳糖	0.3	0.25	丙类仓库
40	三氟化硼乙醚	0.0038	0.004	甲类仓库二

41	三甲胺溶液	0.17	0.16	甲类仓库一
42	石灰乳	0.17	0.2	丙类仓库
43	四硼酸钠	0.04	0.04	丙类仓库
44	碳酸钠	0.82	0.02	丙类仓库
45	四丁基溴化铵	0.055	0.04	丙类仓库
46	酮肟	6	2.4	丙类仓库
47	乌洛托品	0.48	0.25	甲类仓库一
48	无水碘化钠	0.34	0.1	丙类仓库
49	无水硫酸钠	0.244	0.12	丙类仓库
50	无水碳酸钠	5.2948	2.025	丙类仓库
51	锌粉	6.47	0.4	甲类仓库二
52	溴丙烯	0.137	0.07	甲类仓库一
53	溴戊烷	0.249	0.2	甲类仓库一
54	亚硝酸钠	0.08	0.05	甲类仓库一
55	盐酸	20.046	3.28	甲类仓库一
56	盐酸羟胺	5.41	2	丙类仓库
57	乙醇	78.854	12.52	甲类仓库一
58	乙醇钠	0.249	1	甲类仓库一
59	乙醚	9.104	1.62	甲类仓库一
60	乙酸酐	13	2	甲类仓库一
61	乙酸乙酯	73.554	5.4	甲类仓库一
62	乙烯	0.85	0.3	甲类仓库一
63	乙烯基乙醚	0.264	0.14	甲类仓库一
64	异丙胺	1.26	0.8	甲类仓库一
65	异丙醇	104.981	4.42	甲类仓库一
66	异山梨醇 2,5-二硝酸酯	5.73	0.6	丙类仓库
67	异戊醇	0.04	0.04	甲类仓库一
68	那他霉素粗品	0.572	0.2	丙类仓库
69	原甲酸三乙酯	0.56	0.54	甲类仓库一
70	支链玉米淀粉	0.45	0.25	丙类仓库

3.5 在建工程工艺流程及产污节点

3.5.1 硝酸甘油溶液工程分析

硝酸甘油乙醇溶液生产线位于 1 号生产车间，年产量 15.172t(18000L)。此工艺以丙三醇和发烟硝酸经硫酸催化后得硝酸甘油，再经无水乙醇稀释得硝酸甘油乙醇溶液，分硝化、配液两个工序。本项目生产周期为 8h，年生产 214 批，每批产量为 70897g(84L)，总收率为 83.3%以硝酸甘油计。

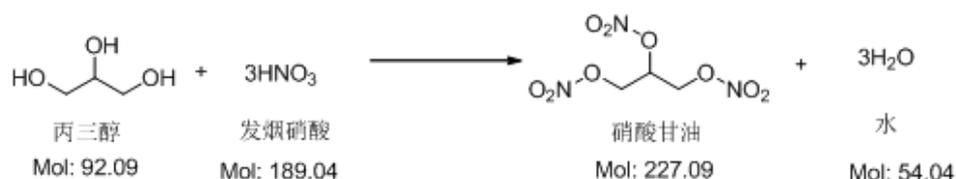
工艺描述：

一、硝化

(1) **备料:** 人工量取 330.3g 丙三醇加入 250ml 恒压滴液漏斗中, 备用, 此过程产生少量投料废气 G1-1(丙三醇)。

在 5L 缓冲盐溶液配置瓶中, 依次人工加入称量好的纯水 3600g、四硼酸钠 192g 和磷酸钠 48g, 搅拌均匀备用(供 12 小批次使用)。

(2) **硝酸反应:** 在配有搅拌器、酒精温度计、滴液漏斗的 3L 的硝化反应瓶中, 人工加入 98%硫酸 1500g 作为催化剂和脱水剂, 搅拌降温至 35°C-40 °C。人工加入 95%发烟硝酸 750g。加毕, 搅拌降温至 5 °C -10 °C。将恒压滴液漏斗中丙三醇缓慢滴加入硝化反应瓶中。控制温度在 10°C-20°C 之间, 约 40-50min 滴加完毕。滴毕, 在该温度下继续保温搅拌 0.5h。此过程产生少量投料废气 G1-2(硫酸雾、氮氧化物)。



副反应:



(3) **分液:** 搅拌完毕后, 将上述物料人工倒入 1L 分液漏斗中, 静置 1h, 将下层水层由瓶底低位分出至污水桶, 转移至污水处理池。此过程产生少量反应废气 G1-3(硫酸雾、氮氧化物、硝酸甘油)和废水 W1-1(水、硫酸、硝酸、硝酸甘油、一硝酸甘油酯、二硝酸甘油酯)。

(4) **洗涤一:** 向分液漏斗中加入纯水 300g, 人工振摇 5 分钟, 静置 15min, 将下层油层由瓶底低位分至另一 1L 分液漏斗中, 水层分出至污水桶, 转移至污水处理池, 重复上述操作 2 遍。此过程产生少量挥发废气 G1-4(硝酸甘油)和废水 W1-2(水、硫酸、硝酸、硝酸甘油、一硝酸甘油酯、二硝酸甘油酯)。

(5) **缓冲液洗涤:** 将缓冲液配制瓶中的缓冲液适量(320g)人工加入分液漏斗, 人工振摇 15 分钟, 静置 15 分钟, 将下层油层由瓶底低位分至另一 1L 分液漏斗中, 水层分出至污水桶, 转移至污水处理池。此过程产生少量废气挥发 G1-5(硝酸甘油)和废水 W1-3(水、硫酸钠、硝酸钠、磷酸二氢钠、磷酸钠、硼酸钠、硝酸甘油、一硝酸甘油酯、二硝酸甘油酯)。

(6) **洗涤二**: 加入纯水 300g, 人工振摇 5 分钟, 静置 15 分钟, 将下层油层由瓶底低位分至另一 1L 分液漏斗中, 水层分出至污水桶, 转移至污水处理池, 重复上述操作 11 遍。得硝酸甘油纯品。此过程产生少量挥发废气 G1-6(硝酸甘油)和废水 W1-4(水、硝酸甘油、一硝酸甘油酯、二硝酸甘油酯)。

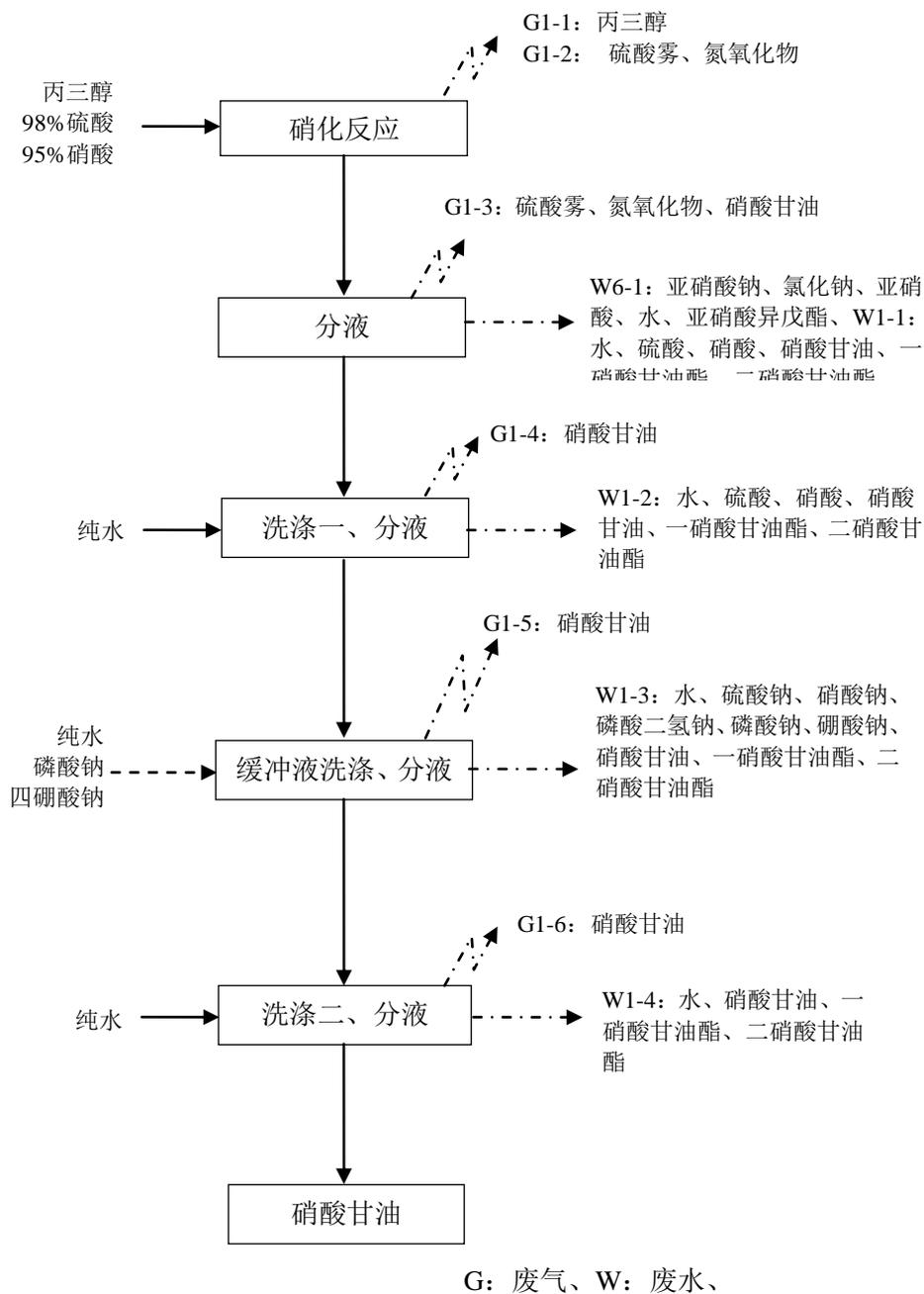
将上述操作平行生产 6 批, 将硝酸甘油纯品合并为一亚批, 最终两亚批为一批。

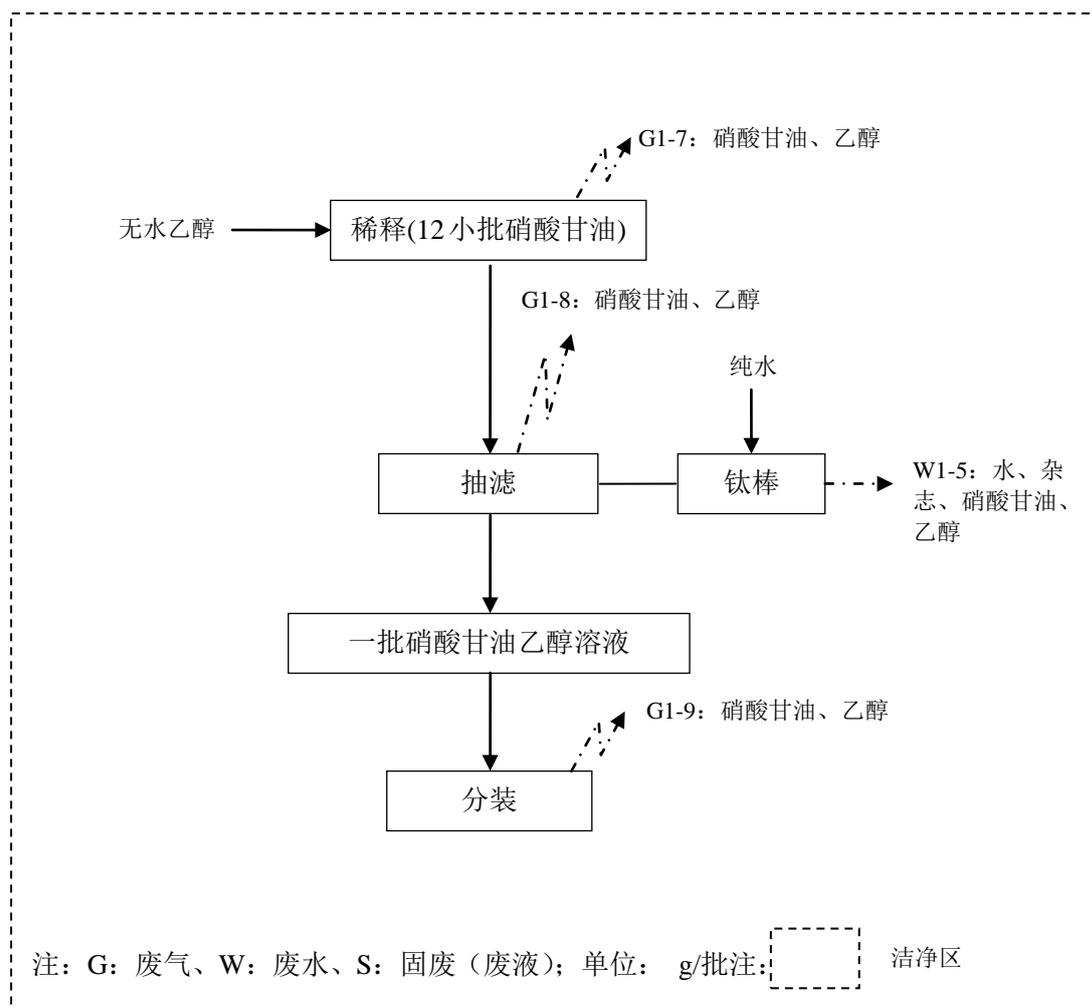
二、配液

(1) **稀释**: 在 100L 配液罐中, 按硝酸甘油 10g, 加无水乙醇(74.4g)至 100ml 的比例, 人工加入一亚批硝酸甘油所需无水乙醇和一亚批硝酸甘油纯品, 搅拌均匀。此过程产生少量挥发废气 G1-7(硝酸甘油、乙醇)。

(2) **过滤**: 将上述物料通过钛棒过滤器抽滤至 150L 分装罐, 此过程产生少量挥发废气 G1-8(硝酸甘油、乙醇)。钛棒过滤器定期用纯水进行反向冲洗, 每过滤 10 批冲洗一次, 用水量为 50kg。产生的废水 W1-5(水、杂质、硝酸甘油、乙醇)送污水处理池。

(3) **混合、分装**: 在 150L 分装罐中, 将两亚批硝酸甘油乙醇溶液混匀, 称量分装, 2.5L(211g)/瓶, 此过程产生少量罐装废气 G1-9(硝酸甘油、乙醇)。





3.5.1-1 硝酸甘油溶液产污节点图

表 3.5.1-1 硝酸甘油溶液产排污节点表

类别	序号	污染源	主要污染物或成份	产生特征	治理措施或去向		
					收集	治理	排放
废气	G1-1	丙三醇投料	丙三醇	间歇	管道	“碱喷淋+UV光氧催化净化器+活性炭吸附”(1号)	25m 高排气筒(1号)
	G1-2	硫酸雾、氮氧化物投料	硫酸雾、氮氧化物	间歇	管道		
	G1-3	分液	硫酸雾、氮氧化物、硝酸甘油	间歇	管道		
	G1-4	洗涤一、分液	硝酸甘油	间歇	管道		
	G1-5	缓冲液洗涤、分液		间歇	管道		
	G1-6	洗涤二、分液		间歇	管道		
	G1-7	稀释	硝酸甘油、乙醇	间歇	管道		
	G1-8	抽滤		间歇	管道		
	G1-9	分装		间歇	管道		
废水	W1-1	分液	水、硫酸、硝酸、硝酸甘油、一硝酸甘油酯、二硝酸甘油酯	间歇	进入蒸盐系统处理		
	W1-2	洗涤一、分液		间歇			

W1-3	缓冲液洗涤、分液	水、硫酸钠、硝酸钠、磷酸二氢钠、磷酸钠、硼酸钠、硝酸甘油、一硝酸甘油酯、二硝酸甘油酯	间歇
W1-4	洗涤二、分液	水、硝酸甘油、一硝酸甘油酯、二硝酸甘油酯	间歇
W1-5	钛棒冲洗	水、杂质、乙醇、硝酸甘油	间歇

3.5.2 茶苯海明工程分析

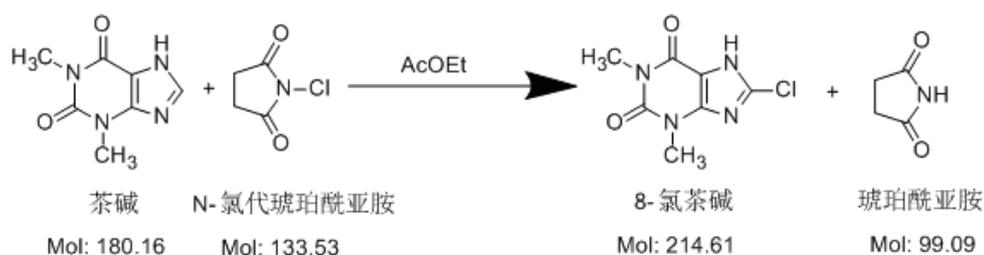
茶苯海明生产线位于 1 号车间，年产量为 28t/a，生产周期为 30h。此工艺以茶碱和 N-氯代琥珀酰亚胺在乙酸乙酯溶剂下氯化反应得 8-氯茶碱，经干燥后与苯海拉明在异丙醇中成盐并重结晶得茶苯海明。本项目共分氯化工序，成盐精制两个工序和母液处理一个辅助工序，氯化工序生产 167 批/a，每批产 8-氯茶碱 100kg，成盐精制生产 104 批/a，每批生产茶苯海明 270kg，母液处理工序生产 26 批/a，本产品总收率 64.5%，生产情况如下表：

1、氯化工序

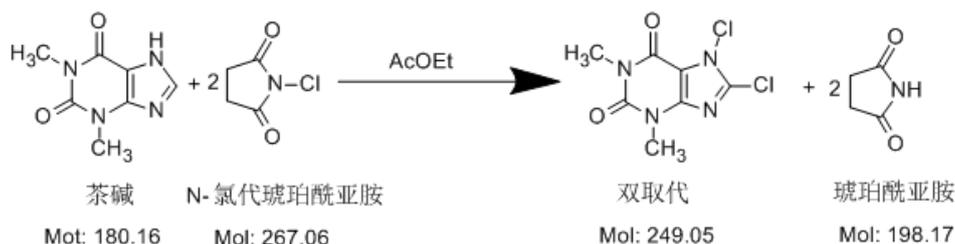
(1) **投料：**在 2000L 氯化罐中通过水冲泵真空吸入 730kg 乙酸乙酯，搅拌下，人工加入 100kg 茶碱，密封投料口（此过程产生少量投料废气 G2-1：乙酸乙酯、颗粒物）。

(2) **氯化反应：**搅拌，缓慢加热至 40℃，人工加入 78kgN-氯代琥珀酰亚胺，该温度下继续保温搅拌反应 2 小时。冷凝器通循环水。（此过程产生少量废气 G2-2：乙酸乙酯）

主反应



副反应:



(3) **离心 1:** 将上述物料通过管路放入低位离心机甩干, 离心分离 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 离心产生少量废气 (G2-3: 乙酸乙酯), 离心母液经蒸馏 1 回收乙酸乙酯回用于氯化反应, 蒸出的乙酸乙酯经二级冷凝后产生少量不凝气 (G2-4: 乙酸乙酯), 蒸馏釜残 (S2-1: 8-氯茶碱、8-氯茶碱副产物、茶碱、乙酸乙酯、N-氯代琥珀酰亚胺、琥珀酰亚胺), 交有资质单位处置。

(4) **水洗 1:** 在 2000L 水洗罐中加入纯化水 1000kg, 搅拌升温至 80℃~85℃, 人工缓慢加入上述分离物料, 此过程产生少量废气 (G2-5: 乙酸乙酯), 该温度下保温搅拌半小时。

(5) **离心 2:** 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离甩干 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 离心 2 产生少量离心废气 (G2-6: 乙酸乙酯)。离心滤液 (W2-1: 8-氯茶碱、8-氯茶碱副产物、琥珀酰亚胺, 乙酸乙酯、水) 排入厂区污水处理站。

(6) **水洗 2:** 在 1500L 水洗罐中加入纯化水 1000kg, 搅拌升温至 80℃~85℃, 人工缓慢加入上述分离物料, 此过程产生少量废气 (G2-7: 乙酸乙酯), 该温度下保温搅拌半小时。

(7) **离心 3:** 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离甩干 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 离心 2 产生少量废气 (G2-8: 乙酸乙酯)。离心滤液 (W2-2: 8-氯茶碱、8-氯茶碱副产物、乙酸乙酯、水、琥珀酰亚胺), 排入厂区污水处理站,

(8) **干燥:** 上述湿品进行烘干, 烘干在密闭烘箱内进行, 烘干温度为 80~85℃, 烘干时间为 6—8 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝 2, 产生不凝气 (G2-9: 水蒸气), 烘干冷凝液作为废水 (W2-3: 水) 进入厂区污水处理站处理。

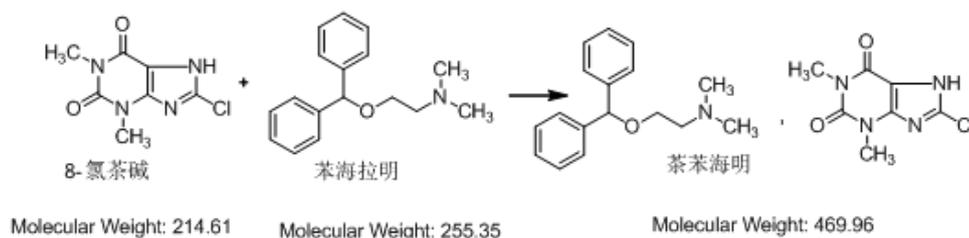
(9) **包装:** 将上述烘干物料约 100kg 人工装入塑料袋内, 扎口, 称重。

2、成盐精制工序：

(1) **投料：**1000L 精制罐中，通过水冲泵真空吸入 520kg 异丙醇，人工加入 216kg 苯海拉明、160kg8-氯茶碱、12kg 活性炭，（此过程产生少量投料废气 G2-10：异丙醇、颗粒物）。

(2) **成盐反应：**缓慢加热至 50~55℃，保持此温度搅拌两个半小时，停止加热，此过程产生少量挥发废气（G2-11：异丙醇）。

反应式：



(3) **压滤：**密闭精制罐，通入压缩空气使精制罐内压力达到 0.25~0.3Mpa，将反应液通过密闭过滤器压滤，此过程产生少量废气（G2-12：异丙醇）和滤渣（S2-2：异丙醇、苯海拉明、茶茶海明、活性炭），交有资质单位处理。

(4) **结晶：**上步滤液转结晶罐中开动搅拌，结晶罐夹层通入冰盐水使结晶罐内物料冷却至 10℃，继续保温搅拌 5 个小时，此过程产生少量挥发废气（G2-13：异丙醇）。

(5) **离心/淋洗 4：**将上述物料通过管路放入低位离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），离心母液主要为异丙醇、苯海拉明、茶茶海明，进入 1000L 精制母液罐，离心后，用 10kg 乙醚冲洗物料，离心淋洗产生少量废气（G2-14：异丙醇、乙醚），废液主要为乙醚、异丙醇，进 1000L 精制母液罐，与离心母液一同进行母液处理。

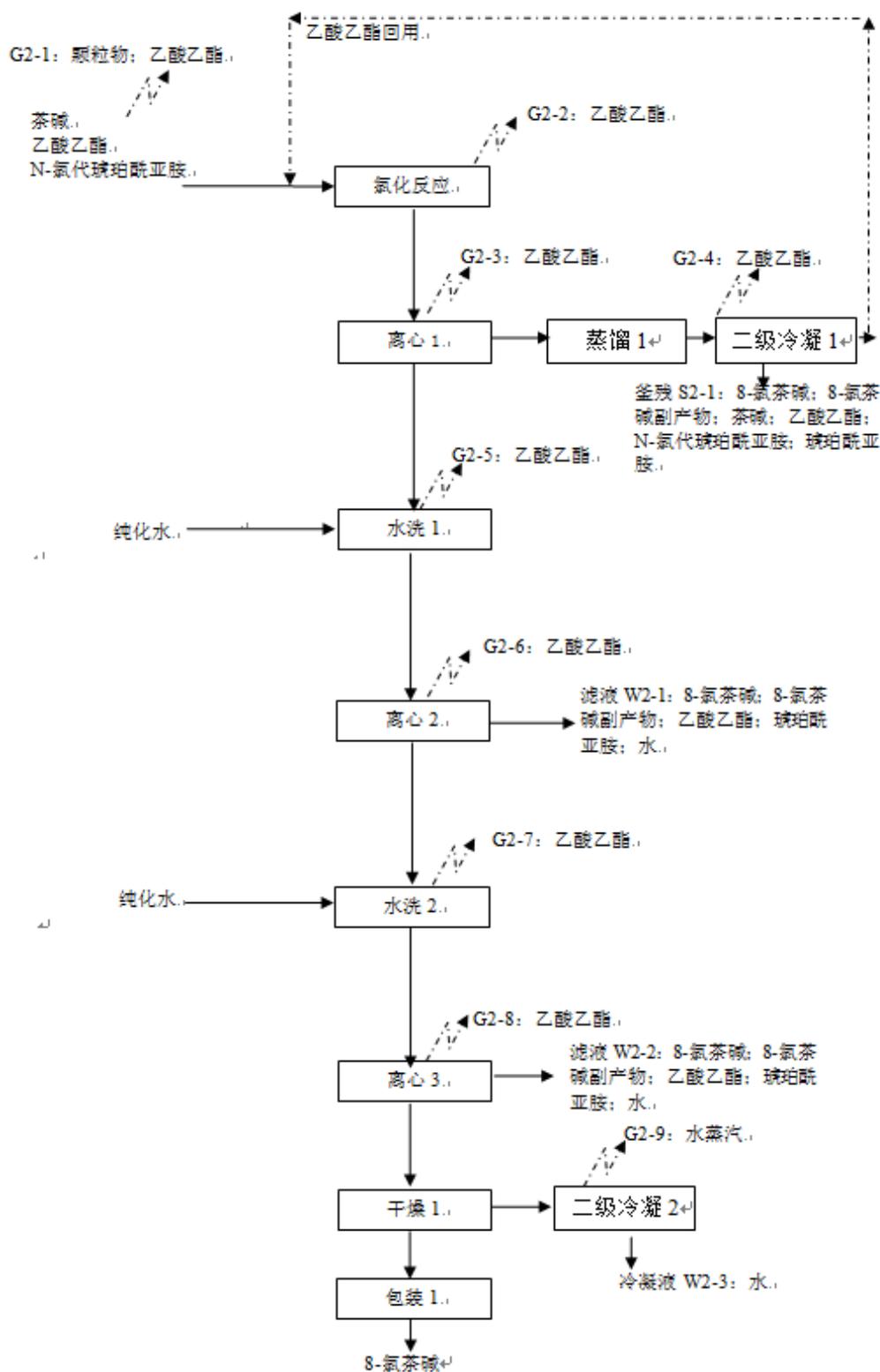
(6) **干燥 2：**对（4）物料进行干燥，烘干在 1000L 双锥真空干燥机内进行，控制真空度-0.09~-0.096Mpa，温度 45~50℃，烘干 2 小时。干燥废气管道收集后经二级冷凝，产生不凝气 G2-15：异丙醇），烘干冷凝液主要为异丙醇，同离心淋洗母液一同进生处理。

(7) **粉碎包装：**将上述物料用 SD-250 涡轮式粉碎机进行粉碎(40 目)，称量包装，25kg/桶。此过程产生少量废气(G2-16：：颗粒物)

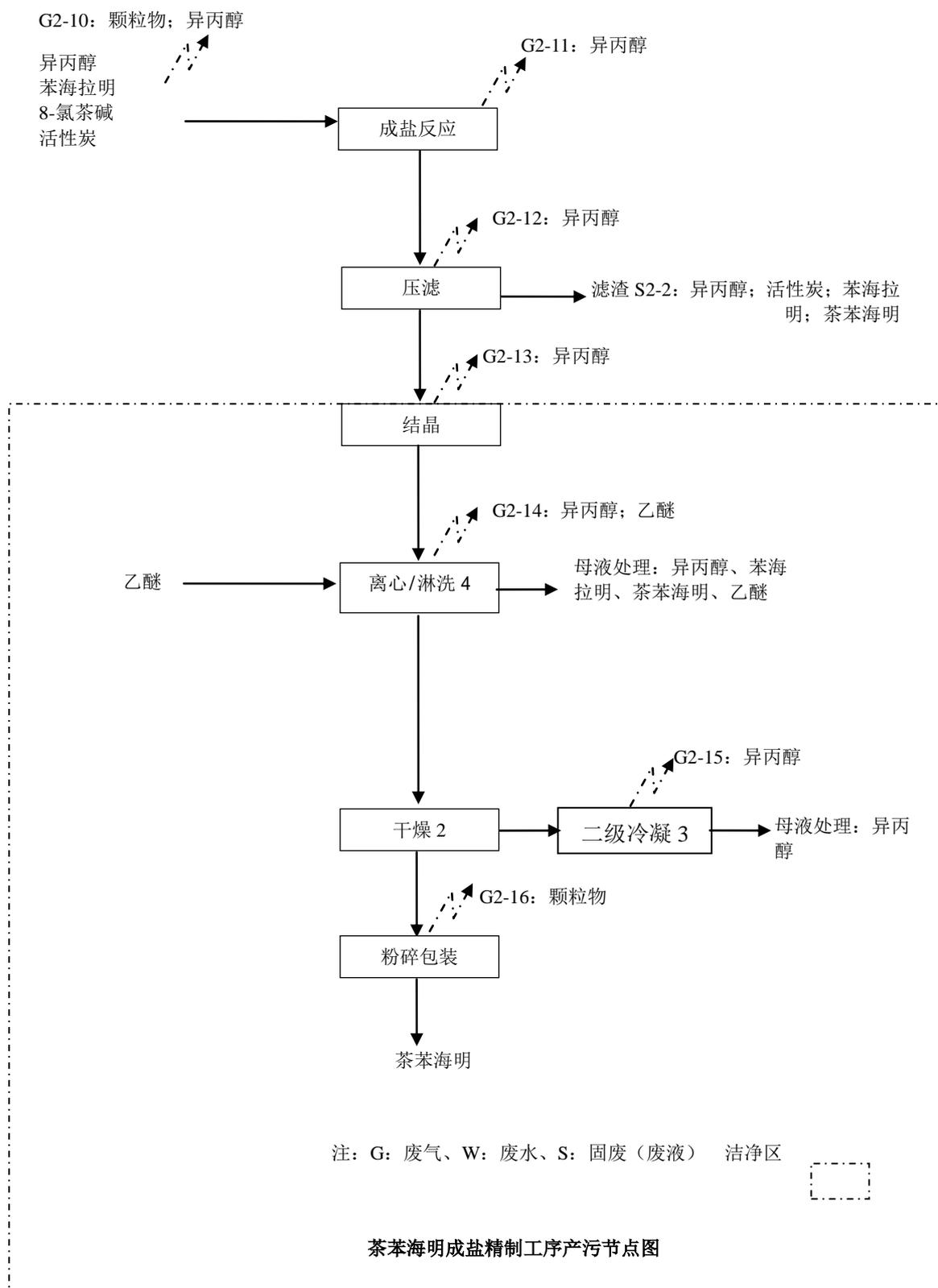
3、母液处理工序：

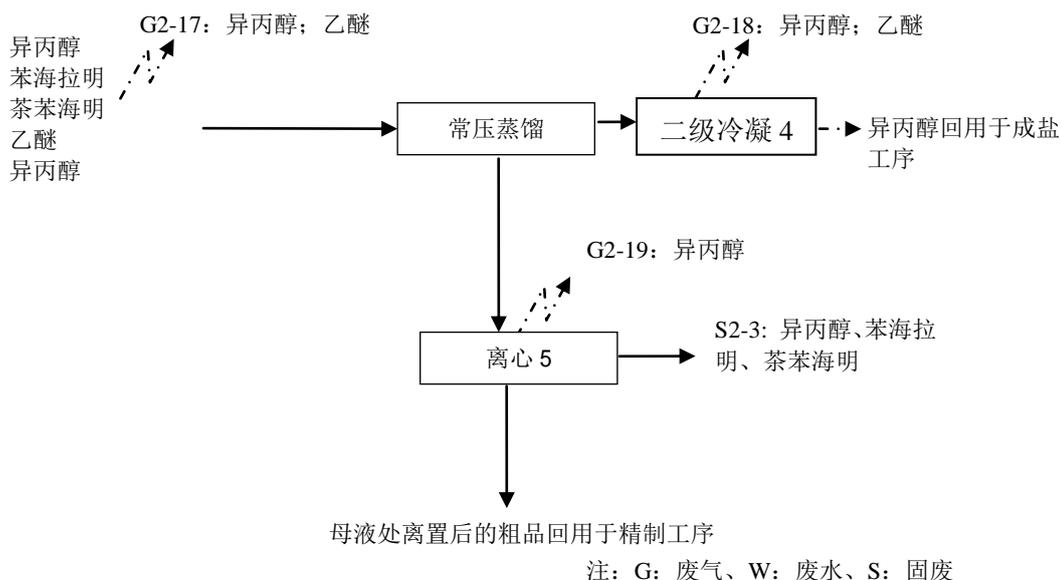
(1) **常压蒸馏**: 离心淋洗母液每使用 4 批则要与干燥冷凝液一同进入进 1000L 精制母液罐, 进料时产生少量进料废气 (G2-17: 异丙醇、乙醚) 开启搅拌, 缓慢升温至 85℃-90℃, 常压蒸馏出异丙醇约 466kg 至 1000L 异丙醇回收罐, 套用至成盐精制工序, 蒸出的异丙醇经二级冷凝回收(一级循环水, 二级冰盐水), 产生少量蒸馏废气 (G2-18: 异丙醇、乙醚)。

(2) **离心淋洗**: 釜底残余物通过管路放入低位离心机, 离心分离 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 甩干后, 用 10kg 异丙醇冲洗物料, 离心淋洗产生少量废气 (G2-19: 异丙醇), 残余物料作为粗品套用至精制工序, 滤液 (S2-3: 茶苯海明、苯拉海明、异丙醇) 作为危废交有资质单位处置。



茶苯海明氯化工序产污节点图





茶苯海明母液处理工序产污节点图

图 3.5.2-1 茶苯海明产污节点图

表 3.5.2-1 茶苯海明产污节点表

类别	序号	污染源	主要污染物或成份	产生特征	治理措施或去向		
					收集	治理	排放
废气	G2-1	投料废气	颗粒物；乙酸乙酯	间歇	管道	1套“碱喷淋+UV光氧催化净化器+活性炭吸附”（1号）	25m高排气筒（1号）
	G2-2	氯化反应废气	乙酸乙酯	间歇	管道		
	G2-3	离心1废气	乙酸乙酯	间歇	集气罩		
	G2-4	二级冷凝1废气	乙酸乙酯	间歇	管道		
	G2-5	水洗1	乙酸乙酯	间歇	管道		
	G2-6	离心2	乙酸乙酯	间歇	集气罩		
	G2-7	水洗2	乙酸乙酯	间歇	管道		
	G2-8	离心3	乙酸乙酯	间歇	集气罩		
	G2-9	干燥1废气	水蒸汽	间歇	管道		
	G2-10	投料废气	颗粒物、异丙醇	间歇	管道		
	G2-11	成盐反应废气	异丙醇	间歇	管道		
	G2-12	压滤废气	异丙醇	间歇	管道		
	G2-13	结晶	异丙醇	间歇	管道		
	G2-14	离心/淋洗	异丙醇、乙醚	间歇	管道		
	G2-15	二级冷凝3	异丙醇	间歇	管道		
	G2-16	粉碎包装	颗粒物	间歇	--		
	G2-17	投料	异丙醇、乙醚	间歇	管道		
	G2-18	二级冷凝4	异丙醇、乙醚	间歇	管道		
	G2-19	离心	异丙醇	间歇	管道		
废水	W2-1	离心2滤液	8-氯茶碱；8-氯茶碱副产物；乙酸乙酯；N-氯代琥珀酰亚胺；琥珀酰亚胺；水	间歇	排入蒸盐系统处理		
	W2-2	离心3滤液	8-氯茶碱；8-氯茶碱副产物；	间歇			

		乙酸乙酯；琥珀酰亚胺；水		
W2-3	二级冷凝 2 冷凝液	水	间歇	
固废	S2-1	蒸馏釜残	8-氯茶碱；8-氯茶碱副产物；茶碱；乙酸乙酯；N-氯代琥珀酰亚胺；琥珀酰亚胺	间歇
	S2-2	压滤滤渣	异丙醇；活性炭；苯海拉明；茶苯海明	间歇
	S2-3	离心 5 滤液	异丙醇；苯海拉明；茶苯海明	间歇

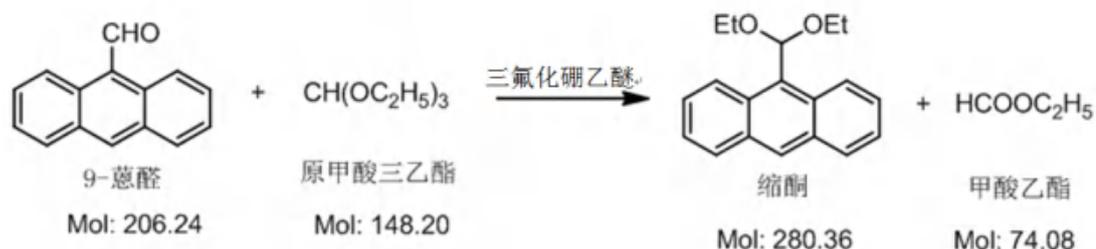
交有资质单位处理

3.5.3 盐酸马普替林工程分析

盐酸马普替林生产线位于 1 号车间，年产量为 500kg。此工艺以 9-蒽醛为原料，在三氟化硼乙醚催化下，与原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚经加成重排反应后得 9-蒽丙烯醛，再与乙烯经加成环合、在 RancyNi 催化下，氢化还原、成盐后得盐酸马普替林粗品，最后经无水乙醇重结晶后得盐酸马普替林。本项目共分 9-蒽丙烯醛工序、RancyNi 制备工序、粗品工序、精制工序，生产周期 15 天，总收率 62%。

1、9-蒽丙烯醛工序：

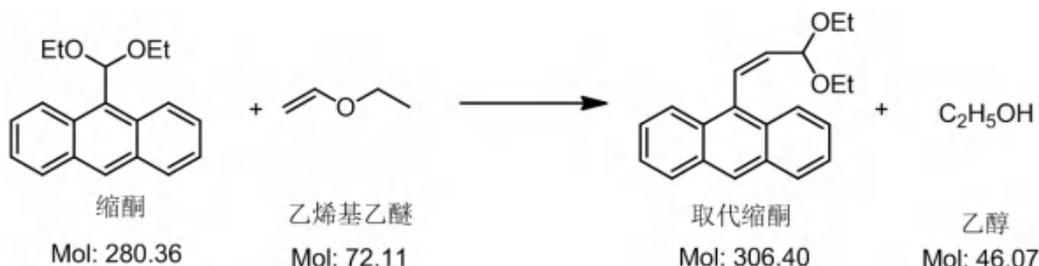
(1) 加成重排反应 1：在溶解反应釜中通过水冲泵真空吸入原甲酸三乙酯 35kg，搅拌下，人工加入 9-蒽醛 40kg，常温搅拌 5 分钟，再人工加入三氟化硼乙醚 0.24kg（此过程产生少量投料废气 G3-1：原甲酸三乙酯、9-蒽醛颗粒物、三氟化硼乙醚），溶解反应釜夹层通蒸汽缓慢加热使丙烯醛反应罐罐内温度至 50~60℃，保温搅拌一小时，使罐内物料全部溶解(此过程产生少量不凝废气 G3-2：原甲酸三乙酯、三氟化硼乙醚、甲酸乙酯、缩酮)。



(2) 配料 1：在 20L 乙烯基乙醚计量罐中，通过水冲泵真空吸入 16.5kg 乙烯基乙醚（此过程产生少量投料废气 G3-3：乙烯基乙醚），备用。

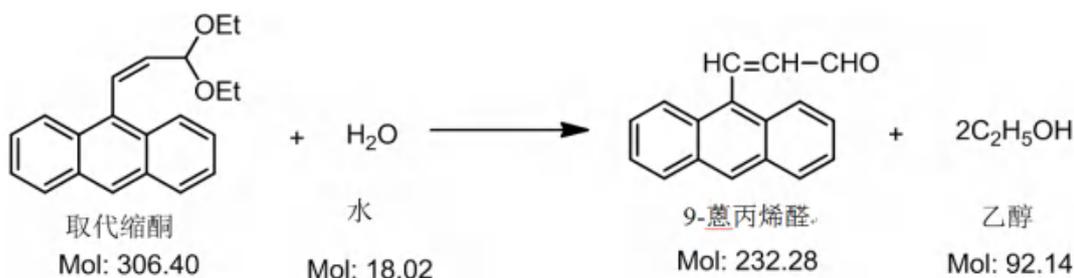
(3) 加成重排反应 2：将上述产品通过管路放入加成反应釜，夹层通入冰盐水使罐内物料降温至 25℃ 以下，将乙烯基乙醚计量罐中全量乙烯基乙醚通过管

路缓慢滴加至低位的加成反应釜内，控制釜内反应温度不高于 25℃，滴加完毕后，保持温度在 25℃ 以下，继续搅拌 1 小时(此过程产生反应废气 G3-4：原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、乙醇、甲酸乙酯、缩酮)。



(4) 配料 2: 在 50L 盐酸配制罐中加入新鲜水 24kg，通过水冲泵真空吸入 30% 盐酸 8kg，混合均匀（此过程产生少量投料废气 G3-5：氯化氢），备用。

(5) 加成重排反应 3: 将加成反应釜中产物转移至酸化反应釜，通过水冲泵真空吸入异丙醇 45kg，将盐酸配制罐中全量盐酸通过管路缓慢滴加至低位的酸化反应釜内调 pH=1~2（此过程产生少量投料废气 G3-6：原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、水、氯化氢、异丙醇、乙醇、甲酸乙酯），罐夹层通入蒸汽使罐内物料升温至 88~90℃，回流，保持该温度搅拌反应 2 小时(此过程产生少量不凝废气 G3-7：原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、水、氯化氢、异丙醇、乙醇、甲酸乙酯)。反应结束，罐夹层通入冰盐水使罐内物料降温至 20℃ 以下。



(6) 分离 1: 将上述物料通过管路放入低位离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），产生母液 S3-1（主要成分为原甲酸三乙酯、三氟化硼乙醚、乙烯基乙醚、9-蒽丙烯醛、乙醇、甲酸乙酯、异丙醇、盐酸、水等），离心产生少量废气 G3-8（原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、水、氯化氢、异丙醇、乙醇、甲酸乙酯），甩干后，用 10kg 异丙醇冲洗物料，离心产生少量废气 G3-8（原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、水、氯化氢、异丙醇、乙醇、甲酸乙酯），产生母液 S3-1（主要成分为原甲酸三乙酯、三氟化硼乙醚、乙烯基乙醚、9-蒽丙烯醛、乙醇、甲酸乙酯、异丙醇、盐酸、水等），再用 200kg 新鲜水边冲洗物料边离心，

产生废水 W3-1（主要成分为 9-蒎丙烯醛、乙醇、甲酸乙酯、异丙醇、盐酸、水，进污水处理池），甩干后收集于密闭周转桶内。

(7) 烘干 1: 上述湿品进行烘干，烘干在密闭烘箱内进行，烘干温度为 80~85℃，烘干时间为 6—8 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝，产生不凝气 G3-9（主要为水蒸气），烘干冷凝液 W3-2 作为废水处理进污水处理池。

(8) 包装: 将上述烘干物料人工装入塑料袋内，扎口，称重。此过程产生少量废气 G3-10(颗粒物)

2、RancyNi 制备工序:



(1) 反应:（用氢氧化钠反应掉镍铝合金中的铝，以得到兰尼镍催化剂）在反应釜中加入新鲜水 304kg，搅拌下，人工加入氢氧化钠 30.4kg（此过程产生少量投料废气 G3-11：氢氧化钠颗粒物），反应釜夹层通蒸汽缓慢加热使罐内温度至 90~95℃，该温度下，人工缓慢加入镍铝合金 24.3kg（镍含量 47.27%），加毕，保持罐内温度为 90~95℃，搅拌反应 4 小时（此过程产生反应废气 G3-12: 氢气）。

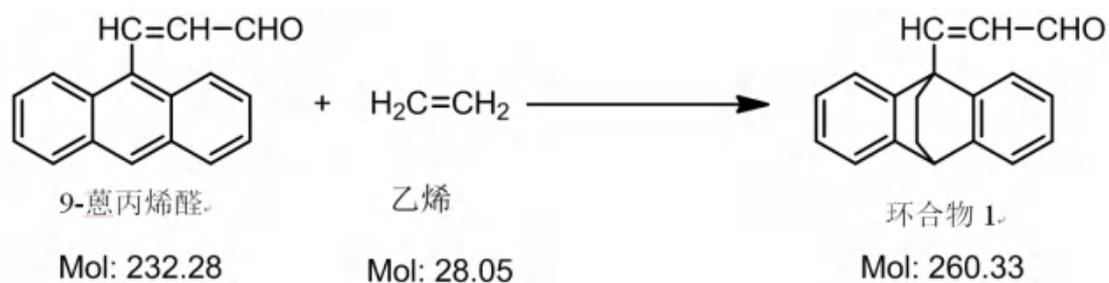
(2) 水洗: 将上述物料通过管路分次放入低位带溢流口的清洗桶中，沉降后，将上层液体溢流（此过程产生废水 W3-3：水、氢氧化钠、偏铝酸钠），用 40~50℃ 新鲜水 50kg 浸泡物料，人工搅拌 5 分钟，静置 5 分钟，沉降后，将洗水溢流（此过程产生废水 W3-3：水、氢氧化钠、偏铝酸钠），此过程重复五次，产出废水排入污水处理池。

(3) 醇洗: 用 30kg 无水乙醇浸泡物料，人工搅拌 5 分钟，静置 5 分钟，沉降后，将洗液溢流（此过程产生废液 S3-2：水、乙醇），此过程重复五次，产生废气 G3-13：主要为乙醇，产出废液 S3-2 收集入乙醇废液桶，交有资质公司处理。制备好的 RancyNi 以无水乙醇浸泡，专用桶内密封，备用。

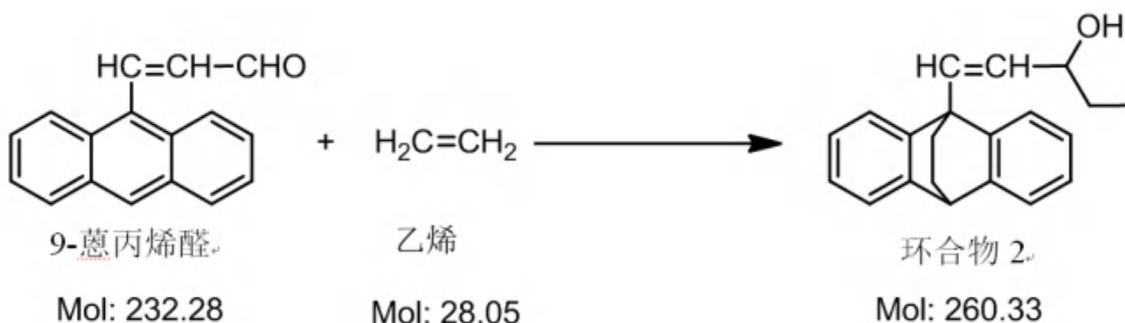
3、粗品工序:

(1) 加成环合反应:

主反应:



副反应:



在高压反应釜中通过水冲泵真空依次吸入 36kg 9-萘丙烯醛、135kg 甲苯，密封投料口。将乙烯钢瓶输气管接到高压反应釜进气口，通过高压反应内伸长管向釜内通气（开钢瓶→进气阀）至釜内压力 2.0MPa，搅拌 10 分钟，停搅拌，打开发出气口排气，反复通排气 3 次，洗出釜内空气（此过程产生少量投料废气 G3-14：甲苯、乙烯）。关好出气阀，通过高压反应釜内伸长管向罐内通乙烯气至高压反应釜内压力 2.5—3.0MPa，关通气阀，开动搅拌，检查是否漏气，釜内压力降至 1.0MPa 时，再加乙烯气，反复几次，直至釜内压力随温度的升高而加大，温度控制在 180-190℃ 之间，釜内压力 7.5—10.0MPa，反应 24 小时。停止加热，搅拌降温至室温，压力在 0.2 MPa 以下，缓缓开起排气阀，排出余气（此过程产生废气 G3-15：甲苯、乙烯）。

(2) 氢化还原反应:



在高压反应釜中通过水冲泵真空吸入 56.25kg 甲胺醇溶液，步骤 2 所述制备的 Raney Ni 一批全量，密封加料口，通过高压反应釜内伸长管向釜内通氢气，

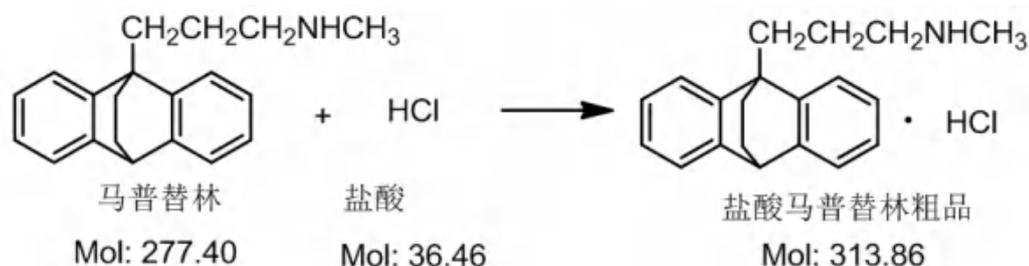
排气，反复 3 次，洗出罐内空气（此过程产生少量投料废气 G3-16：甲胺、乙醇、甲苯、氢气），通过高压反应釜内伸长管向釜内通入氢气至罐内压力 4~4.5MPa，最高不超过 5MPa，关通气阀，开搅拌，开始时釜内的物料吸收较快，压力下降快，再通氢气，使罐内压力总保持在 4~4.5 MPa，约 3 小时，罐内压力下降慢，开始加热到 50~55℃ 反应 6 小时，停止加热，搅拌至室温，压力在 0.1 MPa 左右，通氮气置换出罐内气体（此过程产生少量投料废气 G3-17：甲胺、乙醇、甲苯、氢气）。

(3) 抽滤：将上述反应液通过一铺有两层滤纸一层滤布的过滤器，通过水冲泵真空抽滤至蒸馏反应釜，此过程产生少量废气 G3-18（甲胺、乙醇、甲苯）和滤渣 S3-3(废 Rancy Ni，交有资质公司处理)

(4) 蒸馏：通过水冲泵进行负压蒸馏，控制真空度-0.06~-0.08Mpa,温度 80~90℃，蒸馏出甲苯约 130kg 至 300L 甲苯接收罐（S3-4 主要成分为甲苯、乙醇、水），蒸出的甲苯经二级冷凝回收（一级循环水，二级冰盐水），产生少量蒸馏不凝气 G3-19（甲苯、甲胺、乙醇、水）。蒸毕，向蒸馏反应釜中通过水冲泵真空吸入 30kg 无水乙醇，搅拌 30 分钟，蒸馏反应釜夹层通冷却水使罐内物料降温至 30℃（此过程产生少量投料废气 G3-20：甲苯、乙醇）。通过管路放入低位成盐反应釜（此过程产生少量倒罐废气 G3-21：甲苯、乙醇）。

(5) 配料 3：在 50L 盐酸乙醇溶液配制罐内，通过水冲泵真空依次吸入 12kg 无水乙醇、17kg36% 盐酸，混匀（此过程产生少量投料废气 G3-22：乙醇、氯化氢），备用。

(6) 成盐反应：



开启成盐反应釜搅拌，将盐酸乙醇溶液配制罐内盐酸乙醇溶液全量通过管路放入低位成盐反应釜，调 pH2~3，通过水冲泵真空依次吸入 225kg 无水乙醇、450kg 乙醚，搅拌析晶（此过程产生少量投料废气 G3-23：甲苯、乙醇、氯化氢、乙醚）。

(7) 分离 2: 将上述成盐后的物料通过管路放入低位离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），母液主要为乙醇、乙醚，收集入 1000L 马普替林粗品母液罐，（离心产生少量废气 G3-25 甲苯、乙醇、氯化氢、乙醚），甩干。向成盐罐内通过水冲泵真空依次吸入 5kg 无水乙醇、15kg 乙醚（此过程产生少量投料废气 G3-24：乙醇、乙醚），将上述混合好的乙醇乙醚溶液通过管路放入低位离心机，冲洗物料，离心分离，母液主要为乙醇、乙醚，收集入 1000L 马普替林粗品母液罐，离心产生少量废气 G3-25（甲苯、乙醇、氯化氢、乙醚），甩干。

(8) 母液蒸馏: 开启搅拌，缓慢升温至 40℃-90℃，常压蒸馏出乙醚乙醇混合液约 650kg 至 1000L 乙醚乙醇回收罐（S3-6：乙醚、乙醇），蒸出的乙醚乙醇经二级冷凝回收（一级循环水，二级冰盐水），产生少量蒸馏不凝气（G3-26 甲苯、乙醇、氯化氢、乙醚），釜底残余物（S3-5：乙醇、甲苯、盐酸、乙醚、水、马普替林、原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、环合物 1、环合物 2、盐酸马普替林）作为危废交有资质公司处理。

(9) 烘干 2: 上述湿品进行烘干，烘干在密闭烘箱内进行，烘干温度为 40~50℃，烘干时间为 3—4 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝，产生不凝气（G3-27 乙醇、乙醚、水），烘干冷凝液（S3-7：乙醚、乙醇、水）作为危废交有资质公司处理。

(10) 包装: 将上述烘干物料人工装入塑料袋内，扎口，称重。此过程产生少量废气(G3-28，主要为盐酸马普替林颗粒物)。

4、精制工序:

(1) 精制:（目的：对产品进行精制，去除杂质）脱色反应釜中，通过水冲泵真空吸入 400kg 无水乙醇（含回收部分），此过程产生少量投料废气（G3-29：乙醇），人工加入 0.8kg 活性炭，搅拌下人工加入上一步所得 80kg 盐酸马普替林粗品（含回收部分），此过程产生少量投料废气（G3-30：乙醇，环合物 1、环合物 2、马普替林、盐酸马普替林颗粒物），缓慢加热至 75~80℃，回流，保持此温度搅拌一个小时，停止加热，此过程产生少量挥发废气 G3-31（乙醇）。

(2) 压滤:（去除活性炭及少量杂质）密闭脱色反应釜，通入压缩空气使脱色反应釜内压力达到 0.25~0.3Mpa，将反应液通过密闭过滤器压滤至结晶反应釜

中，此过程产生少量滤渣(S3-8: 环合物 1、环合物 2、马普替林、盐酸马普替林、乙醇、活性炭，交有资质单位处理)。

(3) **结晶**: 结晶反应釜中开动搅拌，结晶反应釜夹层通入冰盐水使结晶罐内物料冷却至 10℃，继续保温搅拌 2 个小时，此过程产生少量挥发废气(G3-32: 乙醇)。

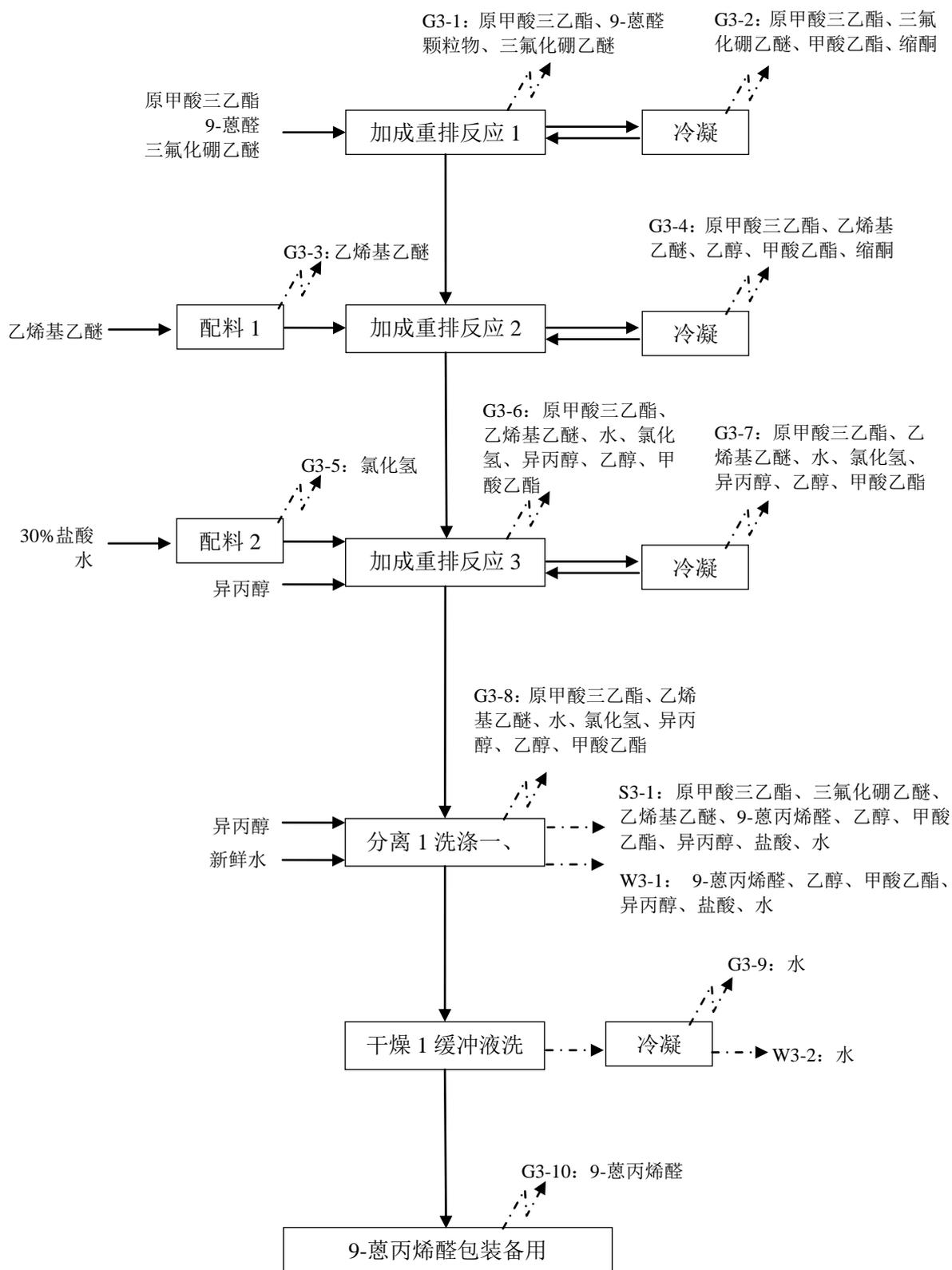
(4) **分离 3**: 将上述物料通过管路放入低位离心机，离心分离(离心机为密闭离心机，上方有集气罩)，母液主要为乙醇、盐酸马普替林等，进精制母液罐，离心产生少量废气(G3-33: 乙醇); 甩干后，用 20kg 乙醚冲洗物料，离心产生少量废气(G3-33: 乙醇、乙醚)，废液主要为乙醚、乙醇，进精制母液罐，甩干。不含乙醚的分离母液直接套用至精制溶解工序，套用四次后进行蒸馏回收。离心分离的滤饼进行烘干 3。

(5) **母液蒸馏 3**: 开启搅拌，缓慢升温至 40℃-50℃，常压蒸馏出乙醚至回收罐，此过程产生少量蒸馏不凝气(G3-34: 乙醇、乙醚)，产生冷凝液(S3-9: 乙醇、乙醚)作为危废交由有资质单位处理。缓慢升温至 80℃-90℃，常压蒸馏出乙醇约 350kg 至乙醇回收罐，蒸出的乙醇经二级冷凝回收(一级循环水，二级冰盐水)，套用至精制工序，产生少量蒸馏不凝气(G3-34: 乙醇)，釜底残余物通过管路放入低位离心机，离心分离(离心机为密闭离心机，上方有集气罩)，离心产生少量废气(G3-35: 乙醇); 甩干后，用 2.5kg 乙醇冲洗物料，离心产生少量废气(G3-35: 乙醇)，物料作为粗品套用至精制工序，滤液(S3-10: 环合物 1、环合物 2、马普替林、盐酸马普替林、乙醇作为危废交有资质单位处理)。

(6) **烘干 3**: 对分离 3 的物料进行烘干，烘干在干燥箱内进行，控制温度 50~60℃，烘干 2 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝，产生不凝气(G3-36: 乙醇、乙醚)，烘干冷凝液(S3-11: 乙醇、乙醚，作为危废交有资质单位处理)，出料产生废气(G3-37: 盐酸马普替林颗粒物)。

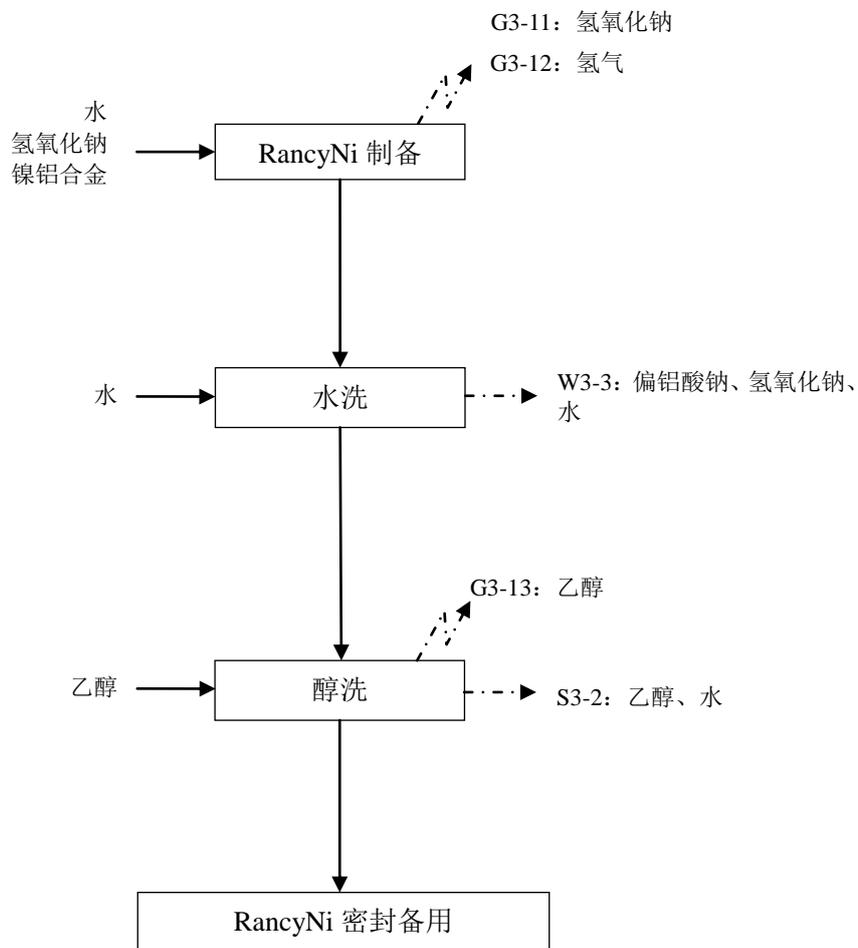
(7) **粉碎**: 将上述物料用 F-20B 万能粉碎机进行粉碎(80 目)，此过程产生少量废气(G3-38: 盐酸马普替林颗粒物)。

(8) **包装**: 称量包装，25kg/桶。此过程产生少量废气(G3-38: 盐酸马普替林颗粒物)。



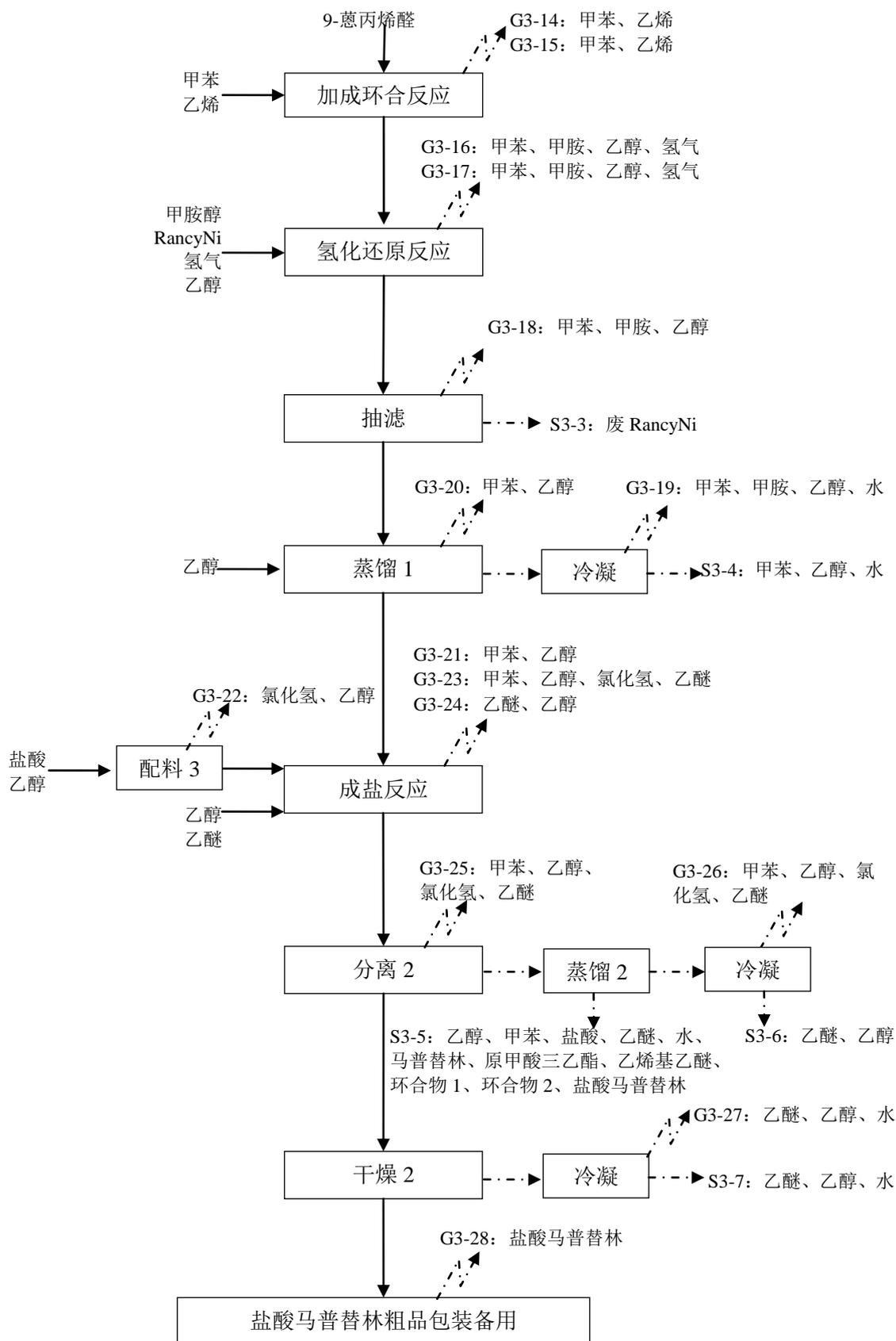
注：G：废气、W：废水、S：固废（废液）；单位：kg/批

图 3.5.3-1 盐酸马普替林丙烯醛工序工艺流程图



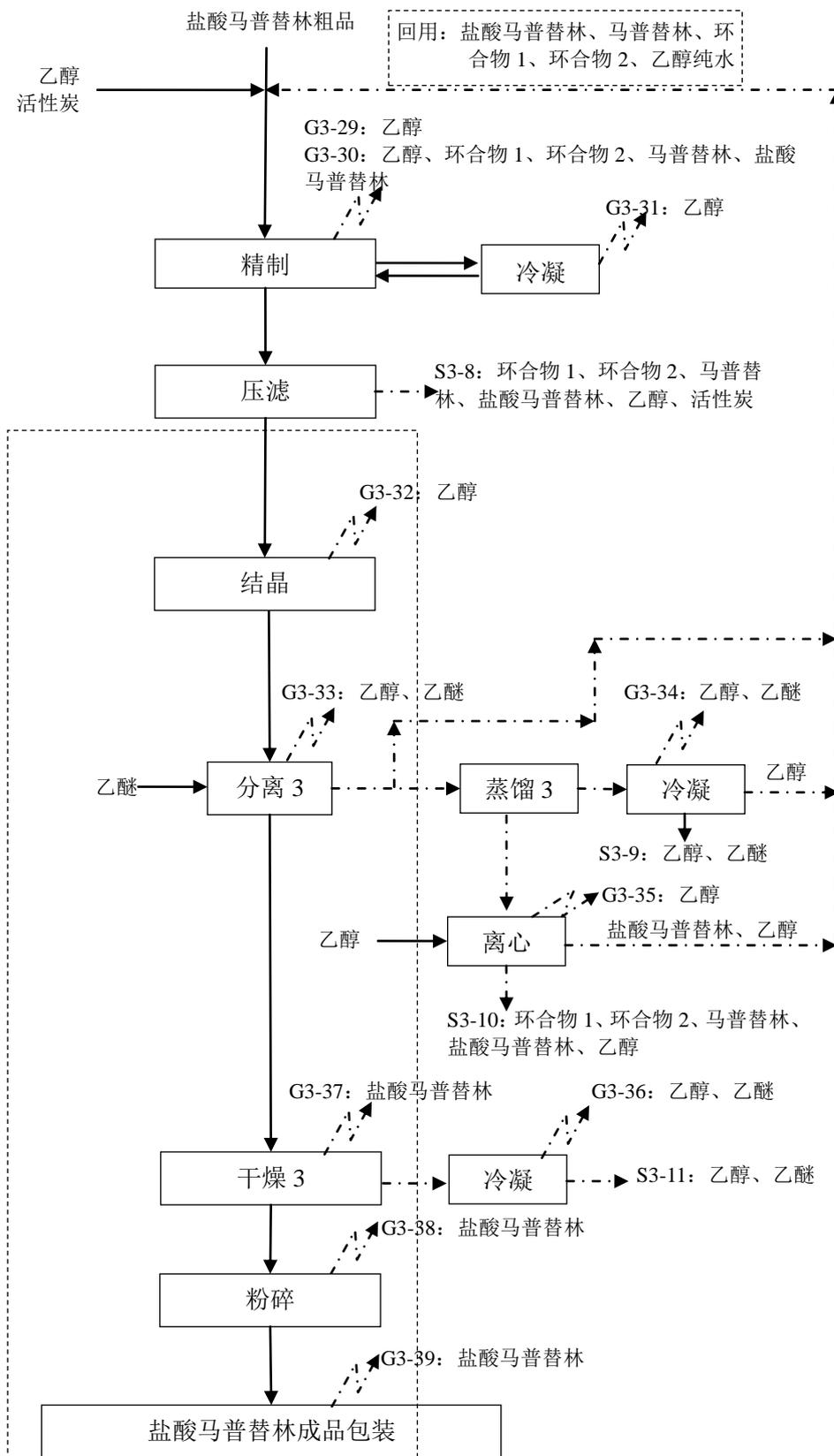
注：G：废气、W：废水、S：固废（废液）；单位：kg/批

图 3.5.3-2 盐酸马普替林 RancyNi 制备工序工艺流程图



注: G: 废气、W: 废水、S: 固废(废液); 单位: kg/批

图 3.5.3-3 盐酸马普替林粗品工序工艺流程图



注：G：废气、W：废水、S：固废（废液）；单位：kg/批；：洁净区

图 3.5.3-4 盐酸马普替林精制工序工艺流程图

表 3.5.3-1 盐酸马普替林产排物节点表

类别	序号	污染源	主要污染物	产生特征	治理措施或去向		
					收集	治理	排放
废气	G3-1	加成重排反应 1 投料废气	原甲酸三乙酯、9-蒽醛颗粒物、三氯化硼乙醚	间歇	管道	“碱喷淋+UV 光氧催化净化器+活性炭吸附”（1号）	25m 高排气筒（1号）
	G3-2	加成重排反应 1 反应废气	原甲酸三乙酯、三氯化硼乙醚、甲酸乙酯、缩酮	间歇	管道		
	G3-3	配料 1 废气	乙烯基乙醚	间歇	管道		
	G3-4	加成重排反应 2 反应废气	原甲酸三乙酯、甲酸乙酯、缩酮、乙烯基乙醚、乙醇	间歇	管道		
	G3-5	配料 2 废气	氯化氢	间歇	管道		
	G3-6	加成重排反应 3 投料废气	原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、水、氯化氢、异丙醇、乙醇、甲酸乙酯	间歇	管道		
	G3-7	加成重排反应 3 反应废气	原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、水、氯化氢、异丙醇、乙醇、甲酸乙酯	间歇	管道		
	G3-8	分离 1 废气	原甲酸三乙酯、乙烯基乙醚、水、氯化氢、异丙醇、乙醇、甲酸乙酯	间歇	集气罩		
	G3-9	烘干 1 废气	水	间歇	管道		
	G3-10	9-蒽丙烯醛包装废气	9-蒽丙烯醛颗粒物	间歇	管道		
	G3-11	RancyNi 制备投料废气	氢氧化钠颗粒物	间歇	管道		
	G3-12	RancyNi 制备反应废气	氢气	间歇	管道		
	G3-13	RancyNi 制备醇洗废气	乙醇	间歇	管道		
	G3-14	加成环合反应投料废气	甲苯、乙烯	间歇	管道		
	G3-15	加成环合反应废气	甲苯、乙烯	间歇	管道		
	G3-16	氢化还原反应投料废气	甲苯、甲胺、乙醇、氢气	间歇	管道		
	G3-17	氢化还原反应废气	甲苯、甲胺、乙醇、氢气	间歇	管道		

	G3-18	抽滤过程废气	甲苯、甲胺、乙醇	间歇	管道	
	G3-19	蒸馏 1 不凝废气	甲苯、乙醇、水、甲胺	间歇	管道	
	G3-20	蒸馏 1 投料废气	乙醇、甲苯	间歇	管道	
	G3-21	成盐反应倒罐废气	乙醇、甲苯	间歇	管道	
	G3-22	配料 3 废气	氯化氢、乙醇	间歇	管道	
	G3-23	成盐反应投料废气	乙醇、甲苯、氯化氢、乙醚	间歇	管道	
	G3-24	成盐反应分离投料废气	乙醇、乙醚	间歇	管道	
	G3-25	分离 2 废气	乙醇、甲苯、盐酸、乙醚	间歇	集气罩	
	G3-26	蒸馏 1 不凝废气	乙醇、甲苯、盐酸、乙醚	间歇	管道	
	G3-27	干燥 2 废气	乙醇、水、乙醚	间歇	管道	
	G3-28	盐酸马普替林包装废气	盐酸马普替林颗粒物	间歇	管道	
	G3-29	精制乙醇投料废气	乙醇	间歇	管道	
	G3-30	精制盐酸马普替林投料废气	乙醇、盐酸马普替林粗品颗粒物	间歇	管道	
	G3-31	精制加热回流废气	乙醇	间歇	管道	
	G3-32	结晶废气	乙醇	间歇	管道	
	G3-33	分离 3 废气	乙醇、乙醚	间歇	集气罩	
	G3-34	蒸馏 3 废气	乙醇、乙醚	间歇	管道	
	G3-35	母液离心废气	乙醇	间歇	集气罩	
	G3-36	干燥 3 不凝废气	乙醇、乙醚	间歇	管道	
	G3-37	干燥 3 出料废气	盐酸马普替林颗粒物	间歇	管道	
	G3-38	粉碎废气	盐酸马普替林颗粒物	间歇	--	
	G3-39	成品包装废气	盐酸马普替林颗粒物	间歇	--	
废水	W3-1	分离 1 废水	9-蒎烯醛、乙醇、甲酸乙酯、异丙醇、氯化氢、水	间歇	排入厂区污水处理系统处理	
	W3-2	干燥 1 冷凝废水	水	间歇		
	W3-3	RancyNi 水洗废水	偏铝酸钠、氢氧化钠、水	间歇		
固	S3-1	分离 1 废液	原甲酸三乙酯、	间歇	交有资质单位处理	

废			三氟化硼乙醚、 乙烯基乙醚、9- 蒎丙烯醛、乙 醇、甲酸乙酯、 异丙醇、氯化 氢、水		
S3-2	RancyNi 醇洗废液		水、乙醇	间歇	
S3-3	抽滤固废		废 RancyNi	间歇	
S3-4	蒸馏 1 冷凝液		甲苯、乙醇、水	间歇	
S3-5	蒸馏 2 釜残		乙醇、甲苯、盐 酸、乙醚、水、 马普替林、原甲 酸三乙酯、乙烯 基乙醚、环合物 1、环合物 2、盐 酸马普替林	间歇	
S3-6	蒸馏 2 冷凝液		乙醇、乙醚	间歇	
S3-7	干燥 2 冷凝液		乙醇、水、乙醚	间歇	
S3-8	压滤固废		盐酸马普替林、 马普替林、环合 物 1、环合物 2、 乙醇、活性炭	间歇	
S3-9	蒸馏 3 冷凝液		乙醇、乙醚	间歇	
S3-10	母液离心废液		盐酸马普替林、 马普替林、环合 物 1、环合物 2、 乙醇	间歇	
S3-11	干燥 3 冷凝液		乙醇、乙醚	间歇	

3.5.4 戊四硝酯粉工程分析

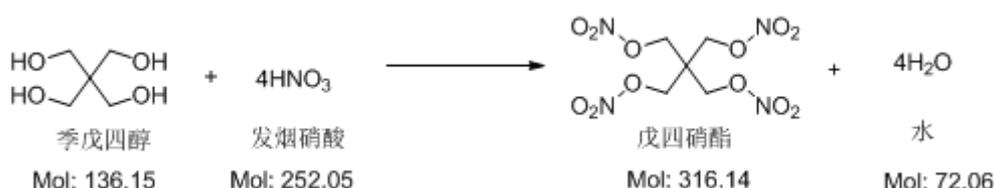
戊四硝酯粉生产线位于 1 号车间，年产量为 1.5 吨。此工艺以季戊四醇和发烟硝酸经硝化反应得到戊四硝酯粗品，再将粗品精制纯化得到戊四硝酯，最后与淀粉、乳糖混合后得到戊四硝酯粉。本项目共分硝化工序（132 批/a），精制工序（38 批/a）、混粉工序（5 批/a）三个工序，总生产周期 67h，总收率 86.2%。

1、硝化工序

（1）**备料：**人工量取 1kg 季戊四醇，备用（一次平行备料四批）；在 100L 水析罐中加入新鲜水 60kg，冰水浴冷却降温至 0℃，备用。此过程产生废气(G4-1：颗粒物)。

(2) 反应: 在 5L 的硝化反应瓶中, 人工加入 98% 硝酸 6kg, 冰水浴冷却降温至 0~5℃, 利用季戊四醇固体加料器将季戊四醇缓慢放入硝化反应瓶中, 反应温度控制在 5~15℃, 加毕, 在该温度下继续保温, 机械搅拌反应 20 分钟 (以上反应一次四批平行进行)。此过程产生投料、反应废气 (G4-2: 颗粒物、氮氧化物)。

第一步反应方程式:



2、精制工序

(1) 析晶 1: 将四个小批反应物人工倒入备用稀释清洗缸中析晶。此过程产生废气 (G4-3: 氮氧化物)。

(2) 抽滤 1: 将稀释清洗缸中物质通过铺有一层滤布的布氏漏斗抽滤, 得到滤饼。此过程产生废气 (G4-4: 氮氧化物), 废水 (W4-1: 发烟硝酸、戊四硝酸酯、水)。

(3) 淋洗抽滤 1: 将抽滤得到滤饼用 60kg 新鲜水充分淋洗, 后真空抽干得到滤饼。此过程产生废水 (W4-2: 发烟硝酸、戊四硝酸酯、水)。

(4) 热水水洗抽滤: 在 200L 的热水罐中加入 80kg 新鲜水, 水浴加热至 80~90℃, 人工将滤饼投入热水罐中, 机械搅拌十分钟, 趁热通过铺有一层滤布的布氏漏斗抽滤, 真空抽干, 得到戊四硝酸酯粗品。此过程产生废气 (G4-5: 水蒸汽), 废水 (W4-3: 戊四硝酸酯、水)。

(5) 溶解抽滤: 在溶解桶中, 人工加入丙酮 20kg, 将粗品放入丙酮液中, 水浴加热至 40℃, 机械搅拌溶液, 使粗品全部溶解。后将液体通过铺有一层滤布的布氏漏斗, 抽滤至 50L 滤瓶中, 此过程产生废气 (G4-6: 丙酮)、固废 ((S4-1: 戊四硝酸酯、丙酮、水))。

(6) 析晶 2: 本工序及以后工序在洁净区进行。在 100L 反应罐中, 人工加入 40kg 纯化水, 人工将 50L 滤瓶中滤液倒入反应罐中, 机械搅拌析晶。此过程产生废气 (G4-7: 丙酮)

(7) **抽滤 2:** 将桶中丙酮、水混合液通过铺有一层滤布的布氏漏斗抽滤, 得到滤饼。此过程产生废气 (G4-8 丙酮), 废液 ((S4-2: 戊四硝酯、丙酮、水))。

(8) **淋洗抽滤 2:** 抽滤后的滤饼用 8kg 纯水淋洗, 后真空抽干, 得到戊四硝酯湿品。此过程产生废水 (W4-4: 戊四硝酯、丙酮、水)。

(9) **烘干包装:** 将戊四硝酯湿品在密闭烘箱内进行烘干, 温度为 50~55℃, 时间为 6—8 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝, 产生不凝气 (水蒸汽)。将上述烘干物料人工装入塑料袋内, 扎口, 称重。此过程产生废气 (G4-9: 颗粒物、水蒸汽)。

3、混粉工序

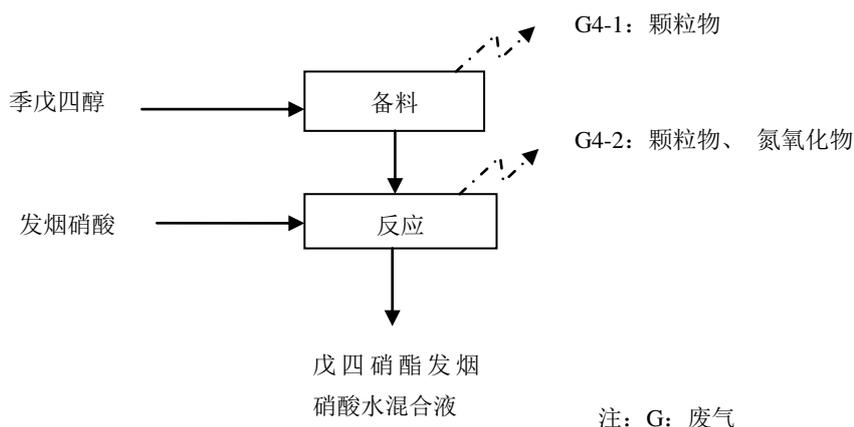
(1) **过筛:** 将戊四硝酯 60kg 过 100 目筛, 此过程产生废气 (G4-10: 颗粒物)。

(2) **混合 1:** 将过筛后的戊四硝酯和淀粉 180kg 投放在高速混合机上充分混合 30 分钟, 此过程产生废气 (G4-11: 颗粒物)。

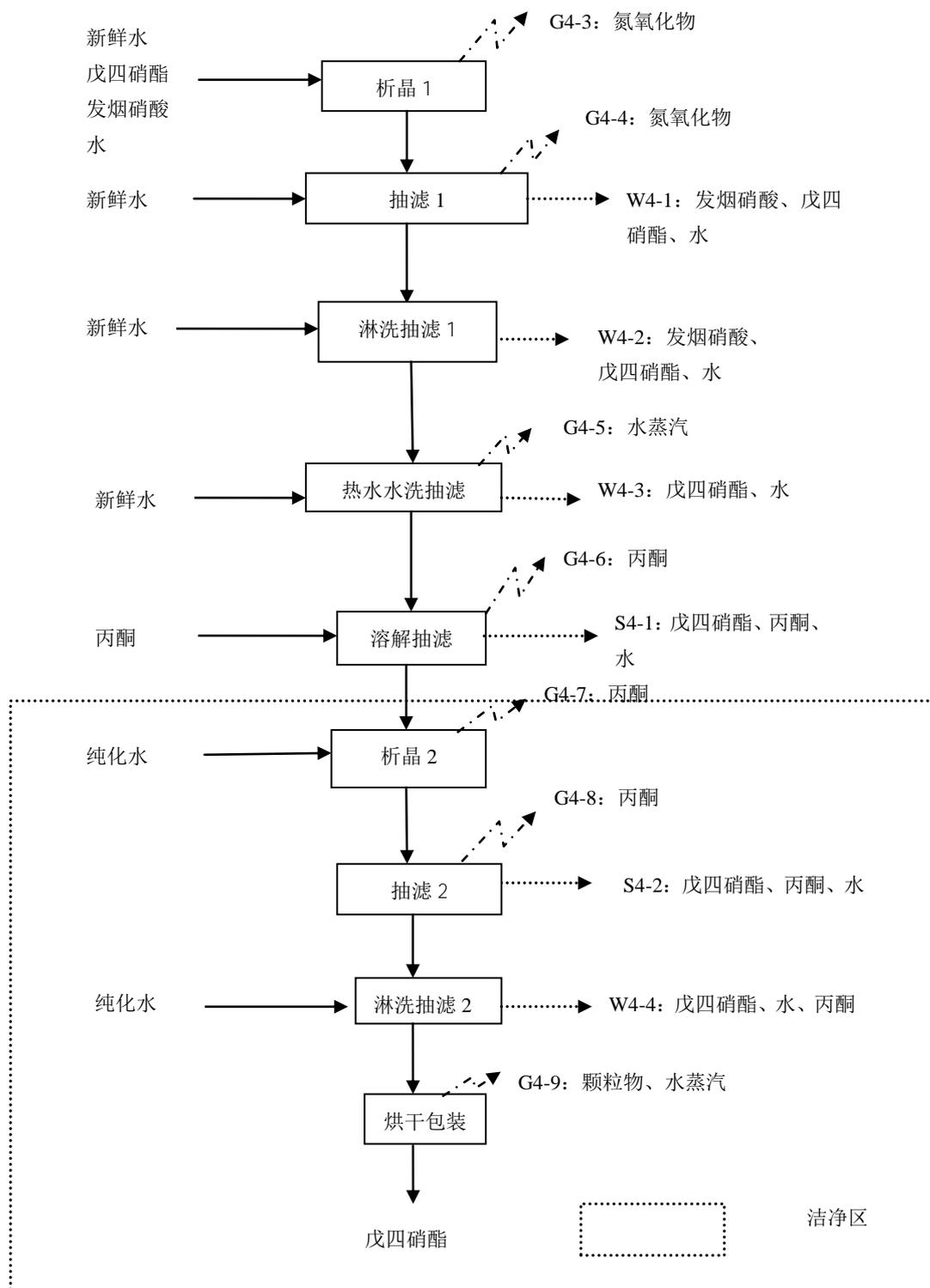
(3) **混合 2:** 戊四硝酯和淀粉高速混合后, 加入乳糖 60kg, 再充分混合 30 分钟, 此过程产生废气 (G4-12: 颗粒物)。

(4) **包装:** 将上述混合后物料称量包装, 25kg/桶, 此过程产生废气 (G4-13: 颗粒物)。

戊四硝酯粉产污节点见图 3.5.4-1 和表 3.5.4-1。

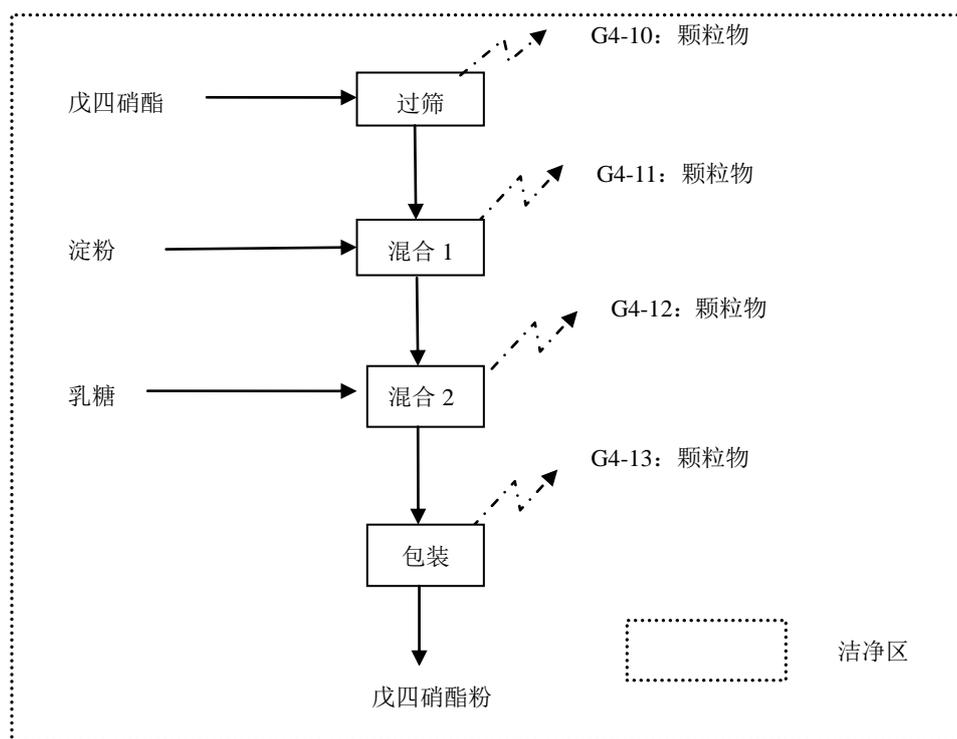


戊四硝酯粉硝化工序产污节点图



注：G：废气、W：废水 S：固废

戊四硝酸酯粉精制工序产污节点



注：G：废气

戊四硝酯粉混粉工序产污节点图

图 3.5.4-1 戊四硝酯粉产污节点图

表 3.5.4-1 戊四硝酯粉产排污节点表

类别	序号	污染源	主要污染物或成份	产生特征	治理措施或去向		
					收集	治理	排放
废气	G4-1	备料	颗粒物	间歇	管道	“碱喷淋+UV光氧催化净化器+活性炭吸附”（1号）	25m高排气筒（1号）
	G4-2	反应	氮氧化物、颗粒物	间歇	管道		
	G4-3	析晶 1	氮氧化物	间歇	管道		
	G4-4	抽滤 1	氮氧化物	间歇	管道		
	G4-5	热水水洗抽滤	水蒸汽	间歇	管道		
	G4-6	溶解抽滤	丙酮	间歇	管道		
	G4-7	析晶 2	丙酮	间歇	管道		
	G4-8	抽滤 2	丙酮	间歇	管道		
	G4-9	烘干包装	颗粒物、水蒸汽	间歇	管道		
	G4-10	过筛	颗粒物	间歇	管道		
	G4-11	混合 1	颗粒物	间歇	管道		
	G4-12	混合 2	颗粒物	间歇	管道		
	G4-13	包装	颗粒物	间歇	--		
废水	W4-1	抽滤 1	发烟硝酸、戊四硝酯、水	间歇	排入厂区污水处理系统处理		
	W4-2	淋洗抽滤 1	发烟硝酸、戊四硝酯、水	间歇			
	W4-3	热水水洗抽滤	戊四硝酯、水	间歇			
	W4-4	淋洗抽滤 2	戊四硝酯、丙酮、水	间歇			

固废	S4-1	溶解抽滤	戊四硝酯、丙酮、水	间歇	交有资质单位处理
	S4-1	抽滤 2	戊四硝酯、丙酮、水	间歇	

3.5.5 奥沙西洋工程分析

奥沙西洋生产线位于 2 号车间，年产量为 2000kg。此工艺以 2-氨基 5-氯二苯甲酮（以下简称氨基酮）和盐酸羟胺在乙醇溶剂下发生肟化反应，后经过中和反应得 2-氨基-5-氯二苯甲酮肟（以下简称酮肟），再与氯乙酰氯进行环合反应得 3-氧化物，不经分离直接进行扩环反应得 4-氧化物，再以醋酸为溶剂，醋酸酐为酰化剂进行酰化反应得酰化物，在乙醇溶剂下，由氢氧化钠进行水解反应得产品奥沙西洋粗品，最后经乙醇重结晶后得精品奥沙西洋。本项目共分肟化反应，环合、扩环反应，酰化反应，水解反应和精制五个工序。

1、肟化工序

(1) 肟化反应：在肟化罐中通过真空泵吸入 650kg 乙醇溶剂，搅拌下，人工加入 125kg 氨基酮和 117.5kg 盐酸羟胺，密封投料口（此过程产生投料废气 G5-1：乙醇）。搅拌下，缓慢加热 1 小时左右，温度升至 75~80℃，停止搅拌，回流 10 小时，冷凝器通循环水保持该温度。（此过程产生反应废气 G5-2：乙醇）。

反应方程式：

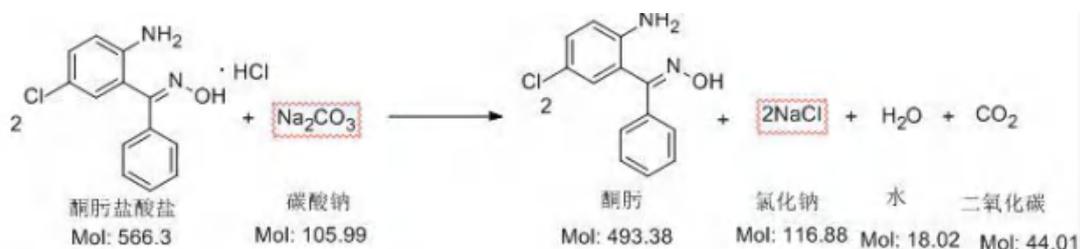


(2) 蒸馏：（目的：回收乙醇溶剂）。开启搅拌器，缓慢升温至 80℃-90℃，常压蒸出乙醇，经二级冷凝（一级循环水，二级冰盐水）回收约 485kg 乙醇（此过程产生不凝气 G5-3，乙醇），釜底残余物不经处理进入下一步骤。

(3) 中和：在碳酸钠溶液配制罐中加入新鲜水 300kg，搅拌下，人工投入 115kg 无水碳酸钠，搅拌溶清，备用。（此过程产生投料粉尘 G5-4：颗粒物）

蒸馏结束后，脞化罐夹层通循环水降温，待脞化罐罐内温度降至 50℃左右时，向脞化罐内加入新鲜水 200kg，当脞化罐罐内温度降至 40℃~45℃后，将预先配制好的碳酸钠水溶液通过配制罐罐底管路高位滴加至脞化罐内，并控制滴加速度，保证滴加过程中反应液温度不超过 50℃，调节 pH 值至 9~10。调节完毕后控温不超过 50℃，搅拌 30 分钟。（此过程产生少量反应废气 G5-5 乙醇、二氧化碳）。

反应方程式：



(4) **离心**：将上述中和好的物料通过管路放入低位离心机，离心分离，甩干物料，离心母液（S5-1：脞化、羟胺、氯化钠、水、乙醇、碳酸钠）为危险废物，交有资质单位处理。（离心过程中产生少量废气 G5-6：乙醇）。

(5) **洗涤**：在用 1000kg 温度为 75~80℃ 的新鲜水，边冲洗物料边离心，物料甩干，洗涤废水进污水处理站。（洗涤过程中产生少量废气 G5-7：乙醇；洗涤废水 W5-1，主要为水、脞化、乙醇）。

(6) **烘干**：上述湿品进行烘干，烘干在密闭烘箱内进行，烘干温度为 80~85℃，烘干时间为 6~8 小时（此过程产生烘干废气 G5-8，乙醇和水蒸气）

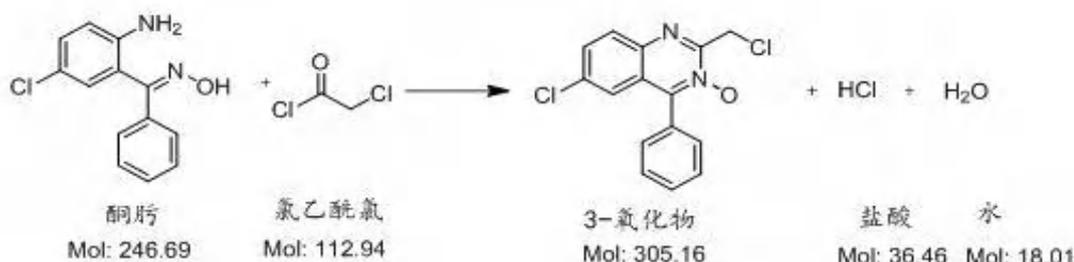
(7) **包装**：将上述烘干物料约 125kg 装入塑料袋内，扎口，称重。

2、环合扩环工序

(1) **环合反应**：在环合反应罐中通过真空泵吸入醋酸溶剂 147kg，搅拌条件下，人工加入脞化 70kg，夹层通蒸汽缓慢加热至 55℃，将抽至到高位槽中的氯乙酰氯 63.04kg，（此过程产生投料废气 G5-9：醋酸，氯乙酰氯）缓慢滴加至环合反应罐内，控制环合反应罐内反应温度不高于 60℃，滴加完毕后，保持温

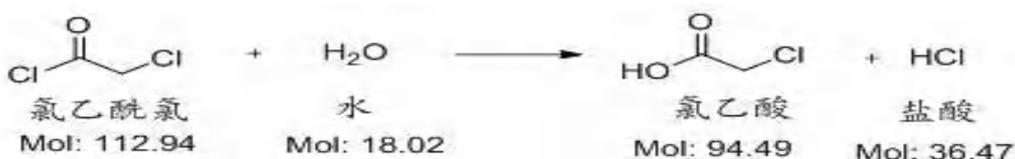
度在 50°C 左右，继续搅拌反应 1 小时。（此过程产生反应废气 G5-10：醋酸，氯乙酰氯，氯化氢）。

反应方程式：



过量的氯乙酰氯与生成的水进行反应，生成氯乙酸和盐酸。

反应方程式：

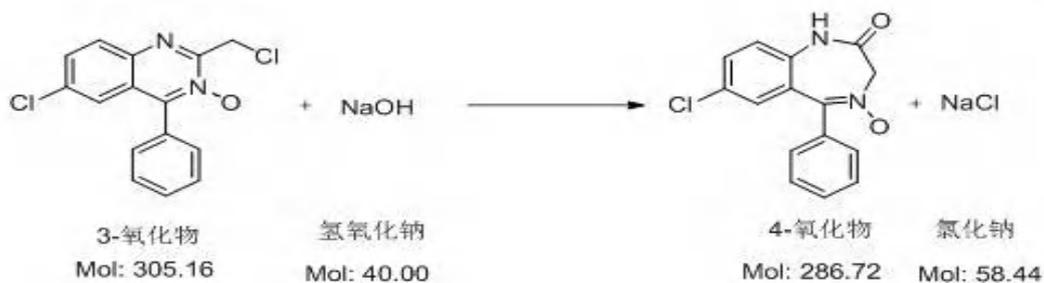


(2) 蒸馏：（目的：回收醋酸溶剂）进行负压蒸馏，控制真空度-0.06~-0.08Mpa，温度 60~80°C，蒸馏出醋酸经二级冷凝（一级循环水，二级冰盐水）回收约 105kg，蒸毕，环合反应罐夹层通冷却水使罐内物料降温至 50°C，罐底残余物为 3-氧化物，不经处理用于下一步骤。（此过程产生不凝气 G5-11，醋酸）

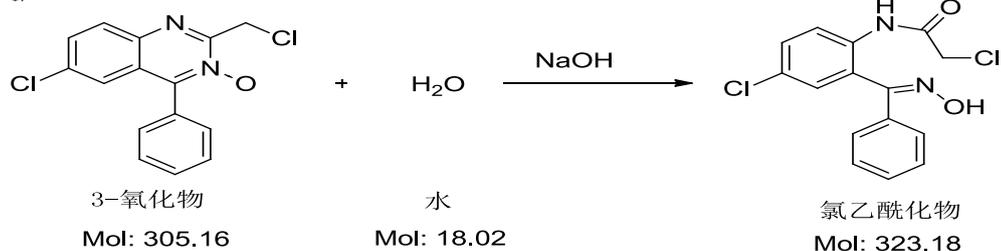
(3) 扩环反应：在盐酸计量罐中通过水冲泵真空吸入 200kg36%的盐酸，备用。

在扩环罐中，通过真空泵吸入乙醇 401kg，（此过程产生投料废气 G5-12，乙醇、氯化氢），在将 50%氢氧化钠溶液 140kg 通过管路放入低位扩环罐内，夹层中通入冰盐水使扩环罐内物料降温至 10-20°C，将上述所得 3-氧化物溶液滴加至低位扩环罐内反应液中，控制滴加速度，保持反应液温度低于 20°C。（此过程产生投料废气 G5-12：乙醇和氯化氢；反应废气 G5-13，乙醇、氯化氢和醋酸）。

反应方程式：



副反应



滴加完毕后，保持温度继续搅拌 30min 后，将盐酸高位罐中盐酸通过管路将盐酸全量滴加至低位扩环反应罐内反应液中，控制反应温度在 10-25℃，滴加至反应液 pH=3 时，停止滴加盐酸溶液，继续搅拌反应液 1 小时。



(4) **离心洗涤**: 将上述物料放料至低位离心机，离心分离，甩干。在用 66kg 乙醇冲洗物料，离心分离，甩干。离心母液 (S5-2: 4-氧化物、氯乙酸、氯化钠、氯乙酰化物、水、乙醇、醋酸) 为危险废物，交有资质单位处理。(此过程中产生少量投料废气 G5-14: 乙醇; 离心废气 G5-15: 乙醇、氯化氢和醋酸)。

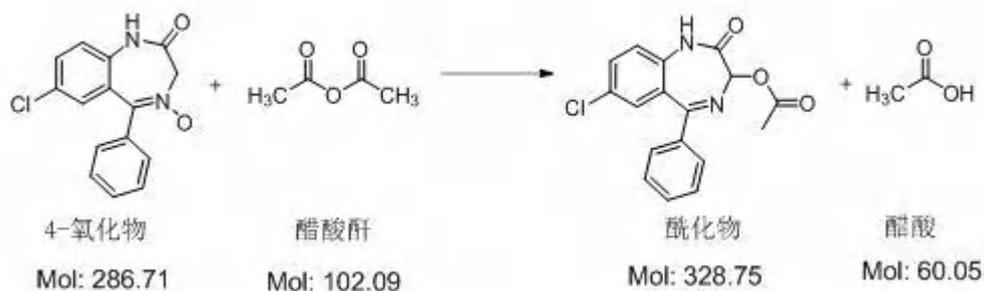
(5) **洗涤**: 再用 1000kg 新鲜水边冲洗物料边离心，废水 (W5-2: 酮肟、水、乙醇) 进污水处理池，甩干。(此过程中产生少量洗涤废气 G5-16: 乙醇、氯化氢和醋酸)。

(6) **烘干**: 上述湿品进行烘干，烘干在密闭烘箱内进行，烘干温度为 80~85℃，烘干时间为 6~8 小时 (此过程产生烘干废气 G5-17, 乙醇、氯化氢、醋酸和水蒸气)。

(7) **包装**: 将上述烘干物料人工装入塑料袋内，扎口，称重。

3、酰化工序

(1) **酰化反应**：在酰化罐中通过真空泵吸入醋酸 262.5kg，搅拌下，人工加入 50kg 4-氧化物，夹层通蒸汽缓慢加热至 30~35°C，待酰化罐内物料全部溶解，通过真空泵吸入醋酸酐 162.5kg，保温搅拌 6 小时后，夹层通循环水使酰化罐内物料降温至常温。（此过程产生投料废气 G5-18：醋酸；反应废气 G5-19：醋酸）。



(2) **离心**：放料至低位离心机，离心分离，甩干物料，离心母液（S5-3：酰化物、酰化物副产物、醋酸、醋酸酐和水）为危险废物，交由有资质单位处理。（此过程产生离心废气：G5-20：醋酸）。

(3) **洗涤**：再用 1000kg 新鲜水边冲洗物料边离心，甩干物料。废水进污水处理站。（此过程产生离心废气 G5-21：醋酸；洗涤废水 W5-3，水、醋酸）。

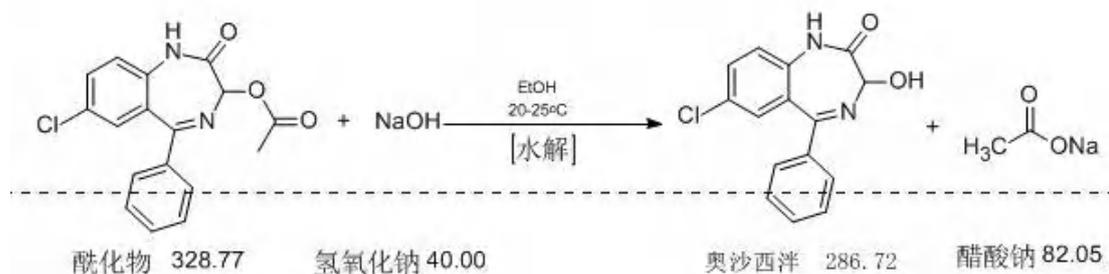
(3) **烘干**：上述湿品进行烘干，烘干在密闭烘箱内进行，烘干温度为 80~85°C，烘干时间为 6—8 小时。（此过程产生烘干废气 G5-22，醋酸和水蒸气）。

(4) **包装**：将上述烘干物料人工装入塑料袋内，扎口，称重。

4、水解工序

(1) **水解反应**：在氢氧化钠配制罐中加入 67.2kg 新鲜水，人工加入 12.8kg 氢氧化钠，搅拌溶解至溶清。

在水解反应罐中，通过水冲泵真空吸入乙醇 664kg，搅拌下人工投入酰化物 40kg，在 20~25°C，将氢氧化钠配制罐中氢氧化钠水溶液全量通过管路缓慢加入低位水解反应罐中，此时反应液的 pH 在 12 以上，析出大量钠盐，该温度下继续搅拌 30 分钟。向水解反应罐内加入 840kg 新鲜水，20~25°C 下搅拌 30 分钟，使大部分钠盐溶解。（此过程产生投料废气 G5-23，乙醇；反应废气 G5-24，乙醇）。



(2) **中和反应:** 醋酸配制罐中加入 48kg 新鲜水, 通过水冲泵真空吸入醋酸 48kg, 搅拌均匀, 备用。(此过程产生投料废气 G5-25, 醋酸)。

将醋酸配制罐中醋酸水溶液全量通过管路缓慢加入低位水解反应罐中, 此时反应液的 pH=5。温度控制在 20°C~25°C, 再搅拌 60 分钟。水解反应罐夹层通冰盐水, 使水解反应罐罐内物料降温至 5~10°C。(此过程产生反应废气 G5-26, 乙醇、醋酸)。



(3) **离心洗涤:** 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离, 甩干物料。在用 80kg 乙醇冲洗物料, 离心分离, 甩干物料进入下一工序。(此过程产生投料废气 G5-27: 乙醇; 离心废气 G5-28: 乙醇和醋酸)

(4) **蒸馏:** 离心母液进行蒸馏回收乙醇溶剂, 缓慢升温至 80°C-90°C, 常压蒸馏出乙醇经二级冷凝回收约 350kg 回用, 釜底残余物 (S5-4: 奥沙西洋、酰化物、醋酸钠、水、乙醇、醋酸) 为危险废物, 交由有资质单位处理。(此过程产生蒸馏不凝气 G5-29: 乙醇)。

(5) **洗涤:** 用 1000kg 新鲜水边冲洗物料边离心, 洗涤废水进入污水处理站。(此过程产生离心废气 G5-30, 乙醇和醋酸; 洗涤废水 W5-4: 奥沙西洋、乙醇、水、醋酸等)。

(6) **烘干:** 上述湿品进行烘干, 烘干在密闭烘箱内进行, 烘干温度为 80~85°C, 烘干时间为 6—8 小时。(此过程产生烘干废气 G5-31: 乙醇、水蒸气和醋酸)。

(7) **包装:** 将上述烘干物料人工装入塑料袋内, 扎口, 称重。

5、精制工序

(1) **溶解**: 在脱色反应釜中, 通过真空泵吸入 1200kg 乙醇, 人工加入 3kg 活性炭, 搅拌下人工加入上一步所得 30kg 奥沙西洋粗品, 缓慢加热至 75~80℃, 回流, 保持此温度搅拌半个小时, 停止加热。(此过程产生投料废气 G5-32, 乙醇; 溶解废气 G5-33, 乙醇)。

(2) **压滤**: (目的: 去除活性炭及少量杂质) 滤芯过滤机, 通入压缩空气使精制罐内压力达到 0.25~0.3Mpa, 将反应液通过密闭过滤机压滤至结晶罐中。(此过程产生少量废气 G5-34, 乙醇和滤渣 S5-5, 废活性炭)。

(3) **结晶**: 结晶罐中开动搅拌, 结晶罐夹层通入冰盐水使结晶罐内物料冷却至 10℃, 继续保温搅拌 2 小时。(此过程产生少量废气 G5-35: 乙醇)。

(4) **离心洗涤**: 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离, 甩干; 在用 10kg 乙醇冲洗物料, 离心甩干; 在用 20kg 乙醇冲洗物料, 离心甩干。(此过程产生投料废气 G5-36: 乙醇; 离心废气 G5-37: 乙醇)

(5) **蒸馏**: 离心物料进入下一个工序, 母液进行蒸馏回收乙醇溶剂, 开启搅拌, 缓慢升温至 80℃-90℃, 常压蒸馏出乙醇约 1150kg, 回用至精制工序。釜底残余物 S5-6 为危险废物, 交由有资质单位处理。(此过程产生蒸馏不凝气 G5-38, 乙醇)。

(6) **烘干**: 对物料进行烘干, 烘干在烘箱内进行, 温度 45~50℃, 烘干 3 小时(此过程产生烘干废气 G5-39, 乙醇)。

(7) **粉碎包装**: 将上述物料用 F-20B 万能粉碎机进行粉碎 (80 目), 称量包装, 25kg/桶。(此过程产生少量粉尘 G5-40, 颗粒物)。

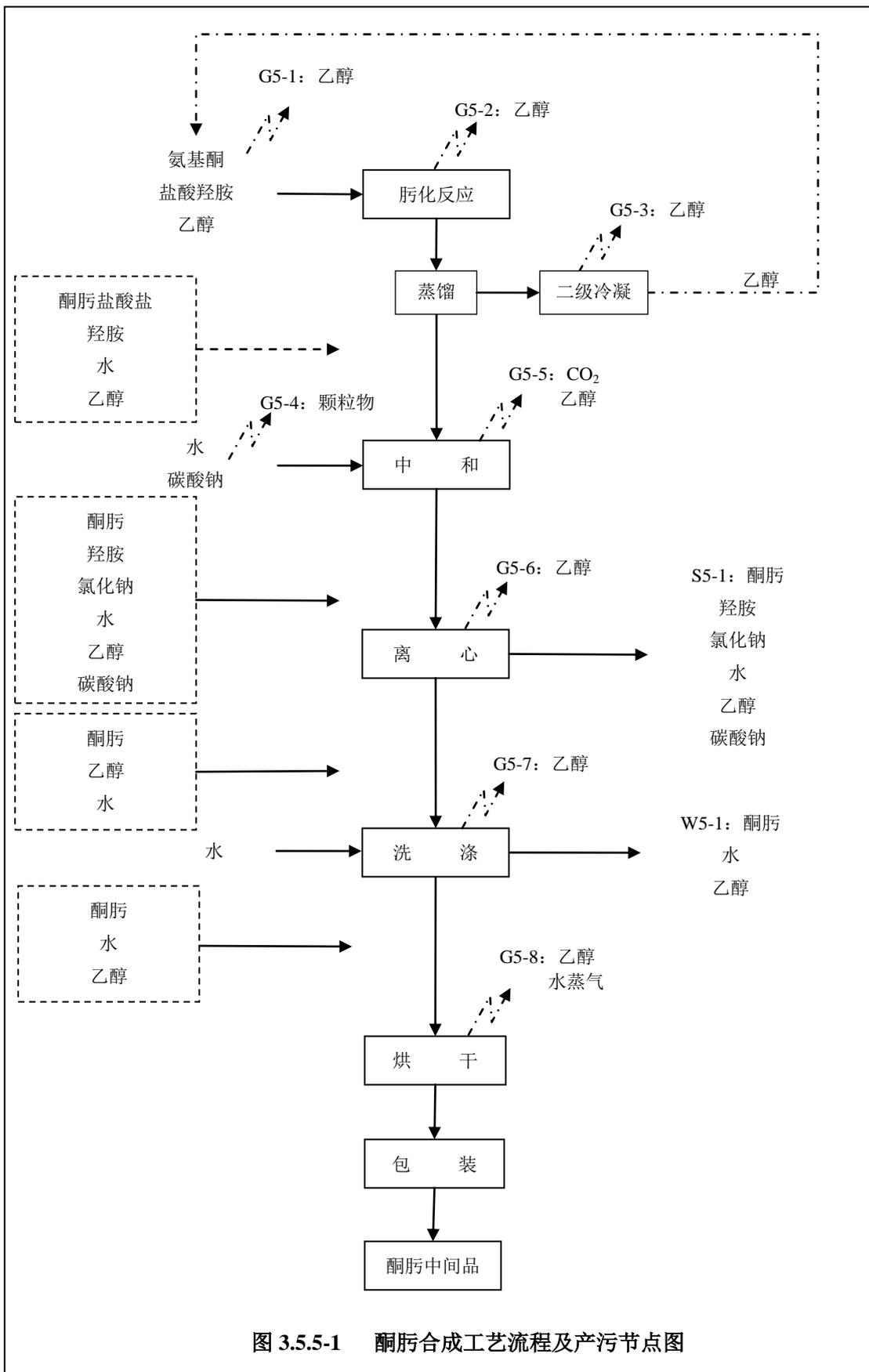
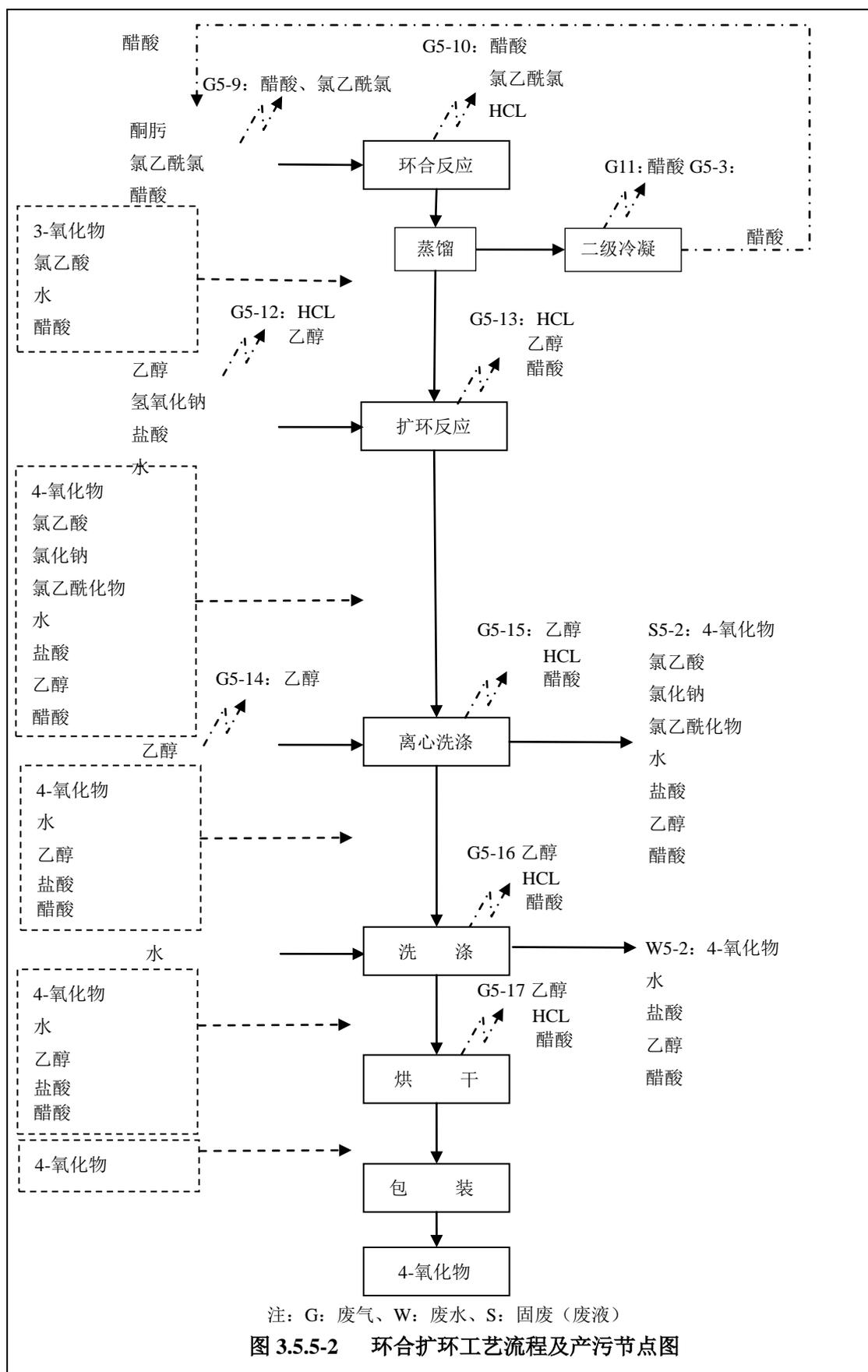
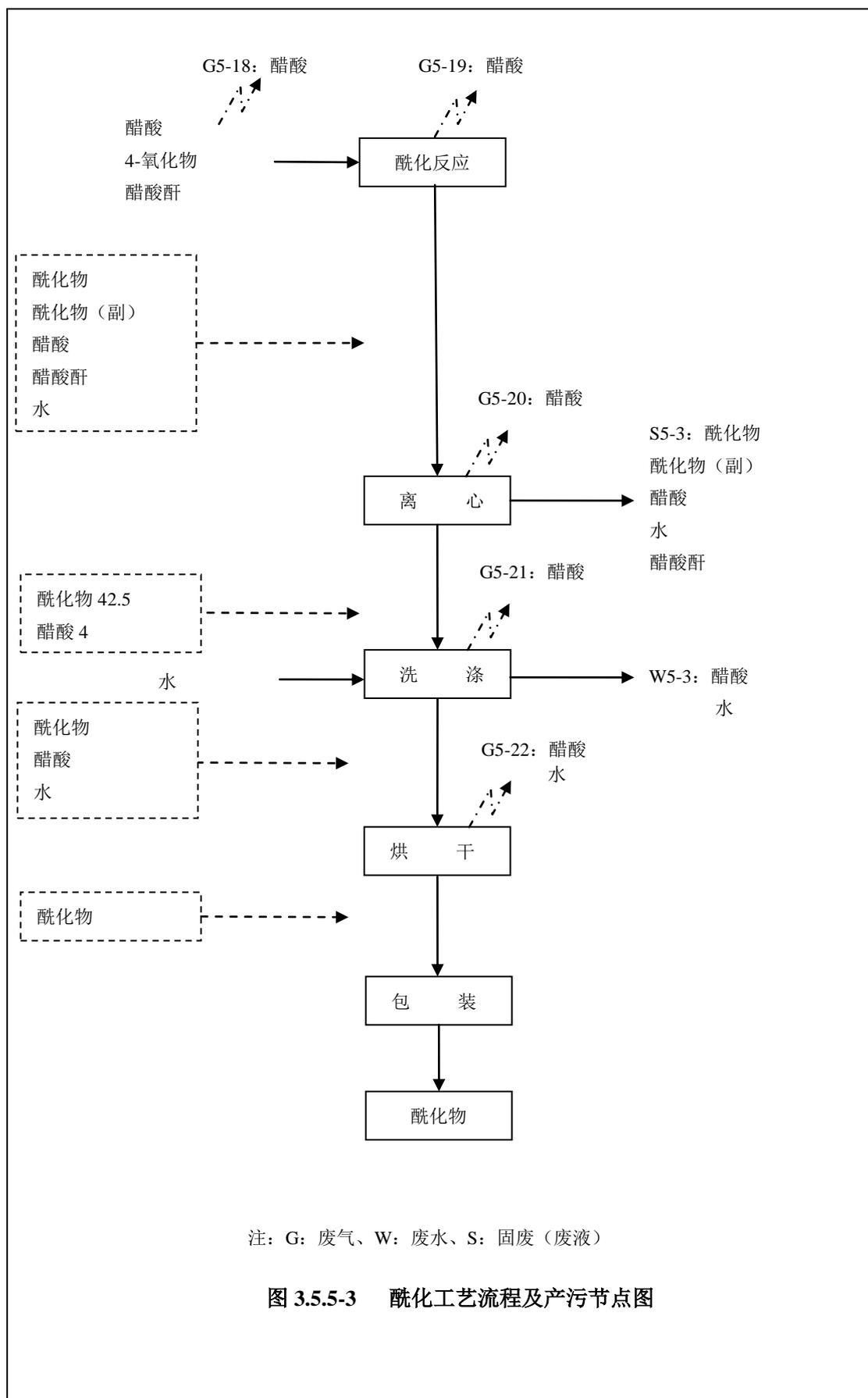
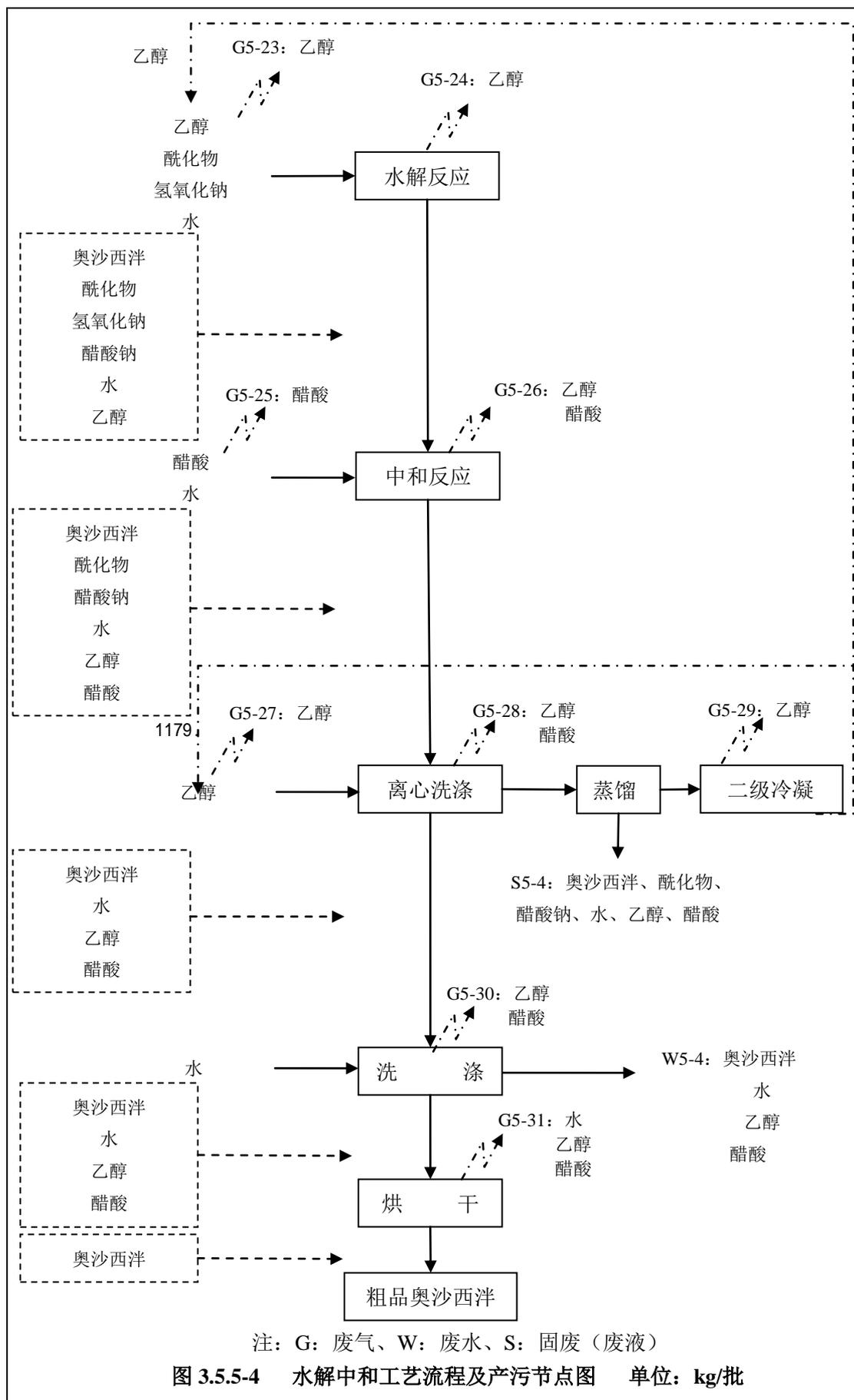


图 3.5.5-1 酮肟合成工艺流程及产污节点图







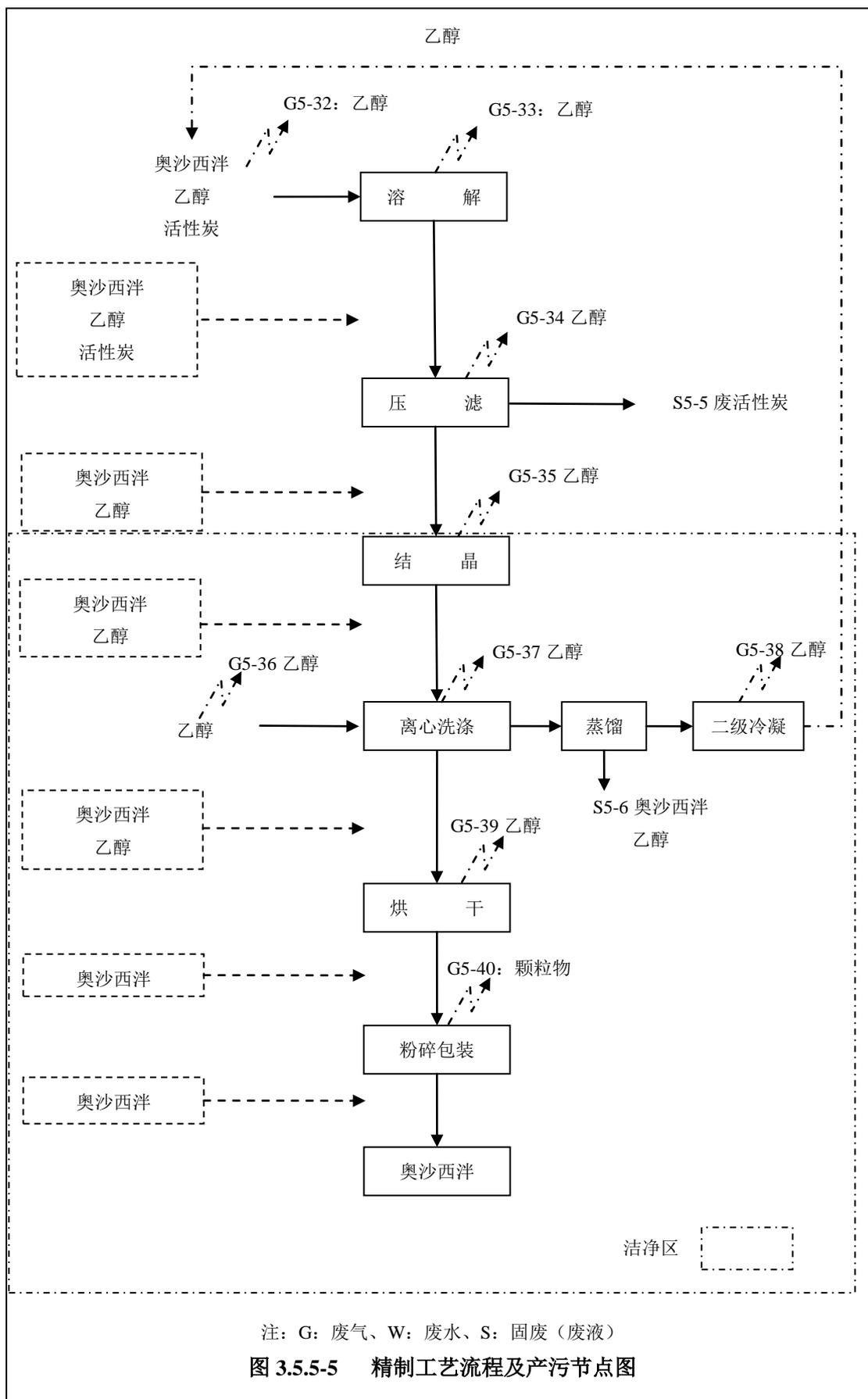


表 3.5.5-2 奥沙西洋产品工艺产污节点汇总表

类别	序号	污染源	主要污染物	产生特征	治理措施或去向		
					收集	治理	排放
废气	G5-1	加料废气	乙醇	间歇	管道	“碱喷淋+UV 光氧催化净化器+活性炭吸附”（2号）	25m 高排气筒（2号）
	G5-2	反应废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-3	蒸馏废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-4	加料废气	颗粒物	间歇	管道		
	G5-5	中和废气	二氧化碳、乙醇	间歇	管道		
	G5-6	离心废气	乙醇	间歇	集气罩		
	G5-7	洗涤废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-8	烘干废气	乙醇、水蒸气	间歇	管道		
	G5-9	加料废气	醋酸、氯乙酰氯	间歇	管道		
	G5-10	反应废气	醋酸、氯乙酰氯、氯化氢	间歇	管道		
	G5-11	蒸馏废气	醋酸	间歇	管道		
	G5-12	加料废气	氯化氢、乙醇	间歇	管道		
	G5-13	扩环废气	氯化氢、乙醇、醋酸	间歇	管道		
	G5-14	投料废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-15	离心废气	氯化氢、乙醇、醋酸	间歇	集气罩		
	G5-16	洗涤废气	氯化氢、乙醇、醋酸	间歇	管道		
	G5-17	烘干废气	氯化氢、乙醇、醋酸、水蒸气	间歇	管道		
	G5-18	投料废气	醋酸	间歇	管道		
	G5-19	反应废气	醋酸	间歇	管道		
	G5-20	离心废气	醋酸	间歇	集气罩		
	G5-21	洗涤废气	醋酸	间歇	管道		
	G5-22	烘干废气	醋酸、水蒸气	间歇	管道		
	G5-23	加料废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-24	反应废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-25	加料废气	醋酸	间歇	管道		
	G5-26	中和废气	醋酸、乙醇	间歇	管道		
	G5-27	加料废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-28	离心废气	乙醇、醋酸	间歇	集气罩		
	G5-29	蒸馏废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-30	洗涤废气	乙醇、醋酸	间歇	管道		
	G5-31	烘干废气	乙醇、醋酸、水蒸气	间歇	管道		
	G5-32	加料废气	乙醇	间歇	管道		
	G5-33	溶解废气	乙醇	间歇	管道		

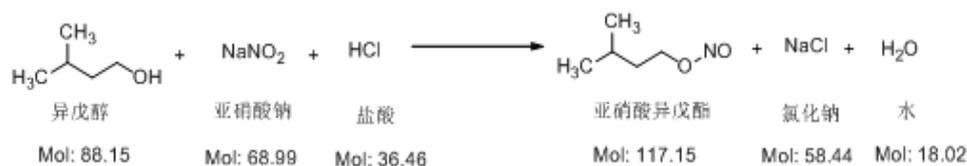
	G5-34	压滤废气	乙醇	间歇	管道	
	G5-35	结晶废气	乙醇	间歇	管道	
	G5-36	加料废气	乙醇	间歇	管道	
	G5-37	离心废气	乙醇	间歇	集气罩	
	G5-38	蒸馏废气	乙醇	间歇	管道	
	G5-39	烘干废气	乙醇	间歇	管道	
	G5-40	粉碎包装废气	颗粒物	间歇	--	
废水	W5-1	洗涤废水	酮肟、水、乙醇	间歇	排入蒸盐系统处理	
	W5-2	洗涤废水	4-氧化物、水、盐酸、乙醇、醋酸	间歇		
	W5-3	洗涤废水	醋酸、水	间歇		
	W5-4	洗涤废水	奥沙西洋、水、乙醇、醋酸	间歇		
固废	S5-1	离心母液	酮肟、羟胺、氯化钠、水、乙醇、碳酸钠	间歇	交有资质单位处理	
	S5-2	离心母液	4-氧化物、氯乙酸、氯化钠、氯乙酰化物、水、盐酸、乙醇、醋酸	间歇		
	S5-3	离心母液	酰化物、酰化物(副)、醋酸、水、醋酸酐	间歇		
	S5-4	蒸馏釜残	奥沙西洋、酰化物、醋酸钠、水、乙醇、醋酸	间歇		
	S5-5	压滤残渣	废活性炭	间歇		
	S5-6	蒸馏釜残	奥沙西洋乙醇	间歇		

3.5.6 亚硝酸异戊酯工程分析

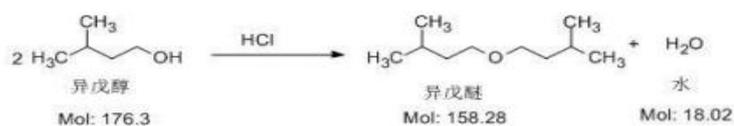
亚硝酸异戊酯生产线位于 1 号车间，年产量为 40kg。此工艺以异戊醇和亚硝酸钠经盐酸催化后得亚硝酸异戊酯粗品，再经蒸馏纯化得亚硝酸异戊酯。本项目共分硝化，纯化两个工序，生产周期 14.5 小时，年产 2 批，批产量 22.42kg，收率 96.5%，生产情况如下：

(1) **备料：**人工量取 28kg30% 盐酸加入 50L 高位罐中，（此过程产生少量投料废气 G6-1：氯化氢），备用；在 50L 高位罐中人工加入新鲜水 38kg，无水碳酸钠 2kg，搅拌溶清，配制成 5% 碳酸钠溶液，以备洗涤分液工序使用。

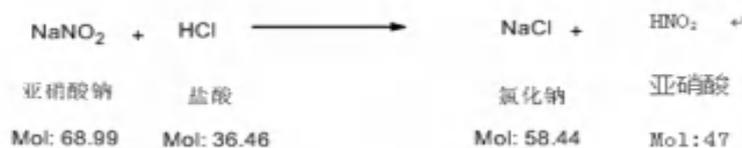
(2) **硝化反应**: 在 100L 的硝化反应罐中, 人工加入亚硝酸钠 16kg、新鲜水 24kg, 搅拌溶解后, 人工加入异戊醇 20kg (此过程产生少量投料废气 G6-1: 异戊醇), 搅拌降温至 0~5℃, 将 50L 高位罐中盐酸缓慢滴加入硝化反应罐中, 控制温度在 5~10℃, 约 1.2~1.5 小时加毕, 在该温度下继续保温搅拌反应 1 小时 (此过程产生少量反应废气 G6-2: 氯化氢、亚硝酸)。



副反应 1



副反应 2



(3) **分层**: 上述物料在罐内静置 15 分钟后, 将下层水层 (W6-1: 主要为亚硝酸钠、氯化钠、亚硝酸等) 由瓶底低位分出至污水桶, 转移至厂区污水处理站;

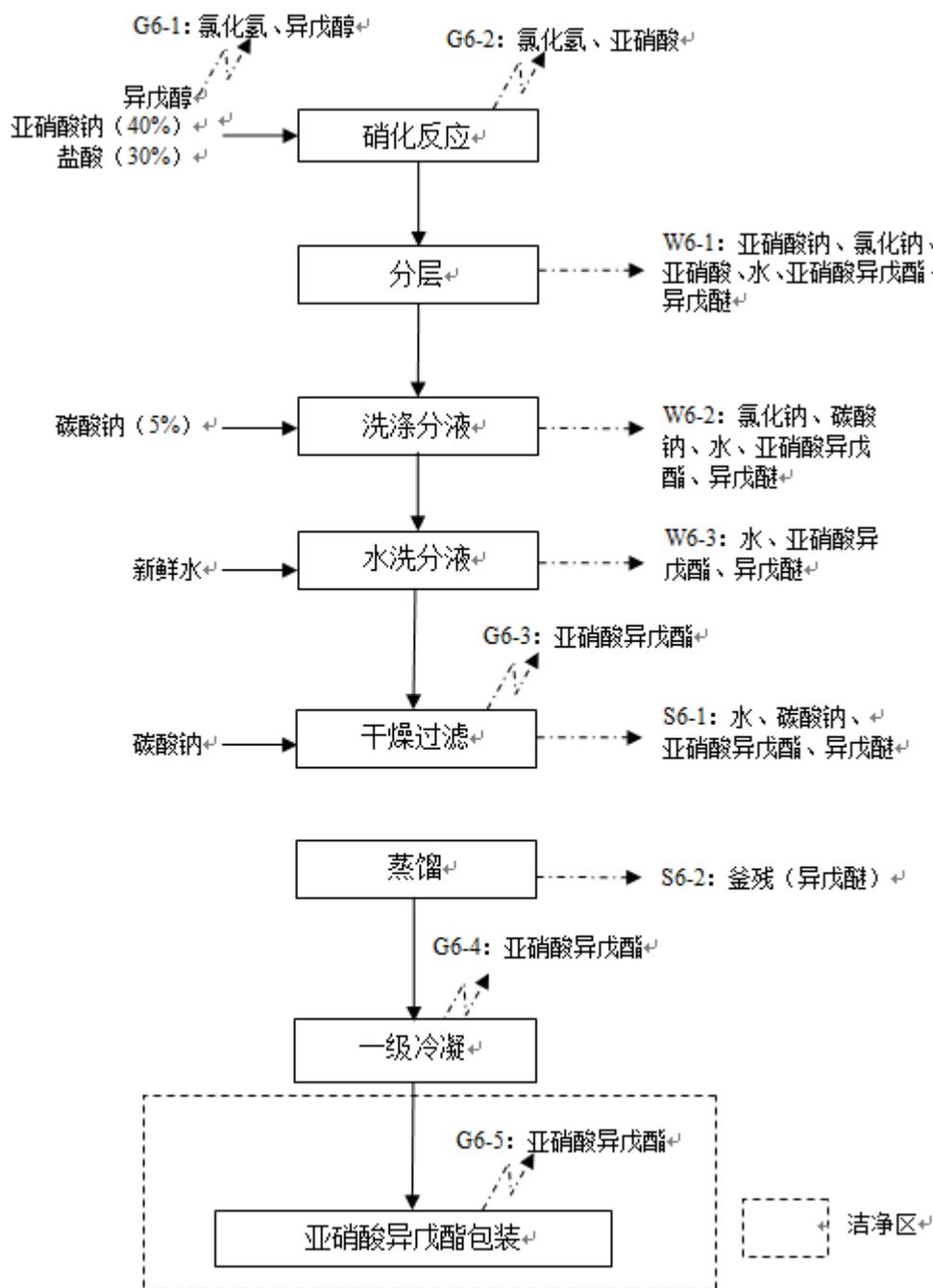
(4) **洗涤分液**: 将碳酸钠溶液配制瓶中 5% 碳酸钠水溶液全量人工倒入硝化反应罐中, 搅拌 15 分钟, 停止搅拌后静置 15 分钟, 将下层水层 (W6-2: 主要为氯化钠、碳酸钠、水等) 由瓶底低位分出至污水桶, 转移至厂区污水处理站;

(5) **水洗分液**: 搅拌下加入新鲜水 50kg, 搅拌 15 分钟, 停止搅拌后静置 15 分钟, 将下层水层 (W6-3: 主要为水) 由瓶底低位分出至污水桶, 转移至厂区污水处理站。

(6) **干燥过滤**: 将油层由瓶底放入波塞瓶中, 人工加入 2.4kg 无水碳酸钠, 干燥。将上述物料通过铺有一层滤布的布氏漏斗抽滤至 10L 抽滤瓶中, 此过程产生少量废气 (G6-3 亚硝酸异戊酯) 和滤渣 (S6-1: 碳酸钠等)。

(7) **蒸馏:** 将上述物料人工倒入 100L 蒸馏罐中, 开启搅拌, 缓慢升温至 97°C-99°C, 待有少量馏分馏出时开始收集亚硝酸异戊酯约 22.54kg, 蒸出的亚硝酸异戊酯经一级冷凝回收 (一级循环水), 产生少量蒸馏不凝气 (G6-4: 亚硝酸异戊酯), 瓶底残余物 (S6-2: 异戊醚、亚硝酸异戊酯) 交有资质公司处理。

(8) **包装:** 称量包装, 2kg/瓶。此过程产生少量废气(G6-5: 亚硝酸异戊酯)。



注：G：废气、W：废水、S：固废（废液）；单位：kg/批

图 3.5.6-1 亚硝酸异戊酯工艺流程及排污节点图

表 3.5.6-1 亚硝酸异戊酯产排污节点表

类别	序号	污染源	主要污染物	产生特征	治理措施或去向		
					收集	治理	排放
废气	G6-1	加料废气	氯化氢、异戊醇	间歇	管道	“碱喷淋+UV”	25m 高排气

	G6-2	反应废气	氯化氢、亚硝酸	间歇	管道	光氧催化净化器+活性炭吸附”（1号）	筒（1号）
	G6-3	过滤废气	亚硝酸异戊酯	间歇	管道		
	G6-4	蒸馏废气	亚硝酸异戊酯	间歇	管道		
	G6-5	包装废气	亚硝酸异戊酯	间歇	管道		
废水	W6-1	分层废水	亚硝酸钠、氯化钠、亚硝酸、水、亚硝酸异戊酯、异戊醚	间歇	排入蒸盐系统处理		
	W6-2	洗涤废水	氯化钠、碳酸钠、水、亚硝酸异戊酯、异戊醚	间歇			
	W6-3	水洗废水	水、亚硝酸异戊酯、异戊醚	间歇			
固废	S6-1	过滤残渣	水、碳酸钠、亚硝酸异戊酯、异戊醚	间歇	交有资质单位处理		
	S6-2	蒸馏釜残	异戊醚	间歇			

3.5.7 司可巴比妥钠工程分析

司可巴比妥钠生产线位于 2 号车间，年产量为 60kg。此工艺以丙二酸二乙酯和 2-溴戊烷经缩合反应后得 1-甲丁基丙二酸二乙酯，再与尿素经环合反应后得 5-(1-甲丁基)巴比妥酸，经 3-溴丙烯缩合得司可巴比妥酸，最后经醇制氢氧化钠成盐后得司可巴比妥钠。本项目共分一缩反应，环合反应，三缩反应，成盐反应四个工序，生产周期 88h，年生产 5.5 批，批产量 11kg，总收率 21.6%。

1、一缩工序：

(1) 备料：在 100L 溴戊烷高位罐中，通过水冲泵真空吸入 62.2kg 溴戊烷（此过程产生少量投料废气 G7-1：溴戊烷），备用。在 20L 盐酸高位罐中，通过水冲泵真空吸入新鲜水 9.4kg、30% 盐酸 3.3kg，混合均匀（此过程产生少量投料废气 G7-8：氯化氢），备用；在 100L 氯化钠配制罐中放入新鲜水 56kg，人工投入氯化钠 4kg，搅拌溶清，备用。

(2) 蒸醇：在 300L 一缩反应罐中，通过水冲泵真空吸入 16% 乙醇钠 185.6kg（含乙醇钠 29.7 kg、乙醇 155.9kg），乙酸乙酯 4kg（此过程产生少量投料废气 G7-2：乙醇、乙酸乙酯），开启搅拌，缓慢升温至 80℃-90℃，回流 15 分钟后，常压蒸馏乙醇至罐内温度达到 105℃，蒸出乙醇（含少量乙酸乙酯被蒸出）至 200L 乙醇回收罐。蒸出的乙醇经二级冷凝回收（一级循环水，二级冰盐水）（S7-1：乙

醇、乙酸乙醇)交由有资质单位处置,产生少量蒸馏不凝气(G7-3:乙醇、乙酸乙酯)。釜底残余物用于下一步骤。

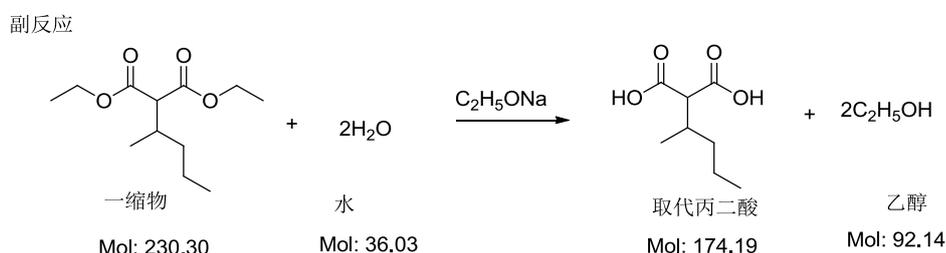
(3) **一缩反应:** 蒸醇结束后,待罐内温度降至 78℃时,通过水冲泵真空吸入丙二酸二乙酯 66kg,产生少量加料废气(G7-4:丙二酸二乙酯),将溴戊烷高位罐中的溴戊烷全量通过管路缓慢加入低位一缩反应罐内,并控制滴加时间为 30 分钟,加毕,搅拌升温至 90-100℃,保持该温度,搅拌反应 3 小时(此过程产生少量反应不凝气(G7-5:乙醇、丙二酸二乙酯、溴戊烷))。

反应方程式:



(4) **常压蒸馏:** 将上述物料常压蒸馏乙醇,至一缩反应罐罐内温度达到 110℃,蒸出乙醇至 200L 乙醇回收罐,蒸出的乙醇经二级冷凝回收(一级循环水,二级冰盐水),产生少量蒸馏不凝气(G7-6:乙醇)。蒸馏出的乙醇(S7-2:乙醇、乙酸乙酯)交由有资质公司处置。

(5) **水洗分液:** 待罐内温度降至 70℃时,搅拌下加入新鲜水 150kg,搅拌 15 分钟,停止搅拌后静置 15 分钟,此过程产生少量挥发废气(G7-7:乙醇),将下层水层(W7-1:主要为溴化钠、乙醇、取代丙二酸)由罐底低位分出至污水处理池,上层物料进入酸洗工序。



(6) **酸洗分液:** 将盐酸高位罐中盐酸全量通过罐底管路加入低位一缩反应罐内,搅拌 15 分钟,停止搅拌后静置 15 分钟,此过程产生少量挥发废气(G7-9:

氯化氢)，将下层水层（W7-2：主要为氯化钠、乙醇）由罐底低位分出至污水处理池；

(7) **水洗分液 2**：将氯化钠溶液（20kg）通过罐底管路加入低位一缩反应罐内，搅拌 15 分钟，停止搅拌后静置 15 分钟，将下层水层（W7-3：主要为氯化钠、乙醇）由罐底低位分出至污水处理池，重复此操作 3 次；

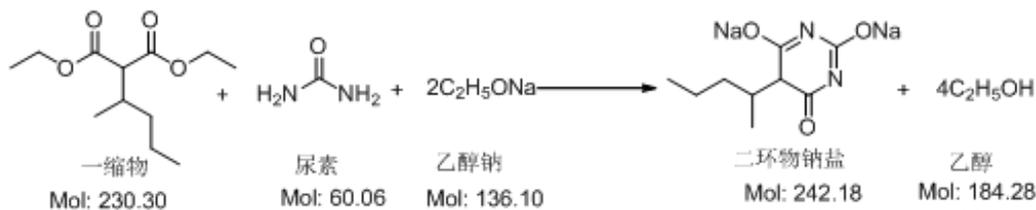
(8) **干燥过滤**：人工投入无水硫酸钠 1kg，干燥 8 小时。将反应液通过包有一层滤布两层滤纸的莲蓬漏斗抽滤至一缩物储罐中，此过程产生滤渣（S7-3：硫酸钠），交有资质公司处理，备用。

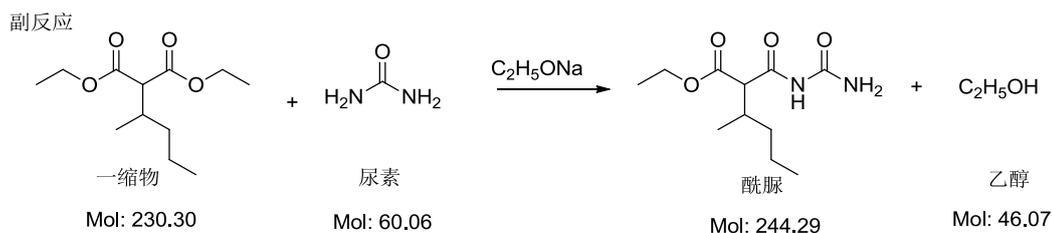
2、环合工序：

(1) **备料**：在 200L 盐酸配制罐中加入新鲜水 90kg，通过水冲泵真空吸入 30% 盐酸 50kg，搅拌均匀，此过程产生少量投料废气（G7-14：氯化氢），备用；在 500L 酸析罐中加入新鲜水 300kg，搅拌降温至 0℃，备用。

(2) **蒸醇**：在 300L 环合反应罐中，通过水冲泵真空吸入 16% 乙醇钠 162kg，乙酸乙酯 4kg（此过程产生少量投料废气（G7-10：乙醇、乙酸乙酯），开启搅拌，缓慢升温至 80℃-90℃，回流 15 分钟后，常压蒸馏乙醇至罐内温度达到 105℃，蒸出乙醇、乙酸乙酯（S7-4：乙醇、乙酸乙酯）至 200L 乙醇回收罐，交由有资质单位处。蒸出的乙醇经二级冷凝回收（一级循环水，二级冰盐水），产生少量蒸馏不凝气（G7-11：乙醇、乙酸乙酯）。釜底残余物不经处理经管道用于下一步骤。

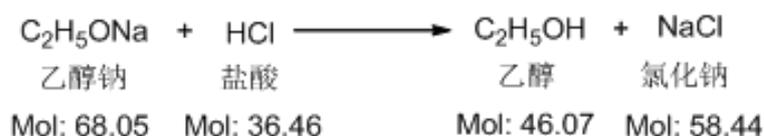
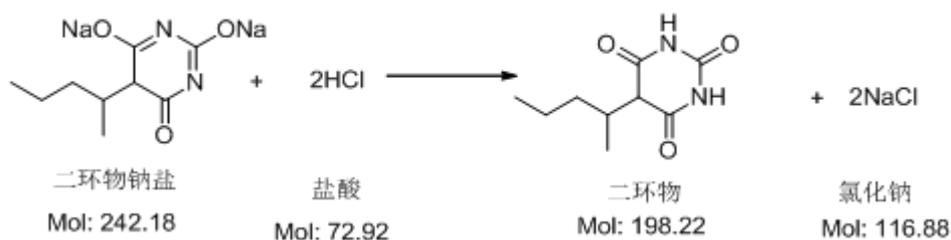
(3) **环合反应**：待罐内温度降至 78℃ 时，人工投入尿素 21.9kg，将一缩物储罐中一批一缩物 42kg 通过管路低位放入环合罐。开启搅拌，升温至 78℃-80℃，该温度下保温搅拌反应 3 小时，此过程产生少量反应废气（G7-12：乙醇）。





(4) **常压蒸馏**: 将上述物料常压蒸馏乙醇至一缩反应罐罐内温度达到 105℃, 蒸出乙醇至 200L 乙醇回收罐, 蒸出的乙醇经二级冷凝回收 (一级循环水, 二级冰盐水), 产生少量蒸馏不凝气 (G7-13: 乙醇)。回收乙醇 (S7-5: 乙醇) 交有资质公司处理。

(5) **酸化**: 待罐内温度降至 60℃时, 搅拌下加入新鲜水 25kg, 搅拌 20 分钟, 使物料全部溶解。通过管路将物料全部放入低位酸析罐内, 开启搅拌, 控制温度不超过 20℃, 将盐酸高位罐中盐酸缓慢滴加至低位酸析罐内, 调 pH=8.8, 人工加入活性炭 1kg, 保险粉 1kg, 搅拌 20 分钟。此过程产生少量酸化废气 (G7-15: 氯化氢、乙醇)



(6) **压滤**: 密闭酸析罐, 通入压缩空气使酸析罐内压力达到 0.25~0.3Mpa, 将反应液通过密闭过滤器压滤至环合结晶罐中, 此过程产生少量压滤废气 (G7-16: 乙醇) 和滤渣 (S7-6: 活性炭、保险粉), 交有资质单位处理。

(7) **结晶**: 将盐酸高位罐中盐酸部分量缓慢滴加至低位环合结晶罐内, 调 pH=3.8, 搅拌结晶, 此过程产生少量结晶废气 (G7-17: 乙醇、氯化氢)

(8) **离心淋洗**: 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 产生少量离心废气 (G7-18: 乙醇、氯化氢),

甩干后，用 500kg 新鲜水冲洗物料，离心淋洗废水（W7-4：水、乙醇、氯化钠、盐酸、酰尿、尿素），排入污水处理站。

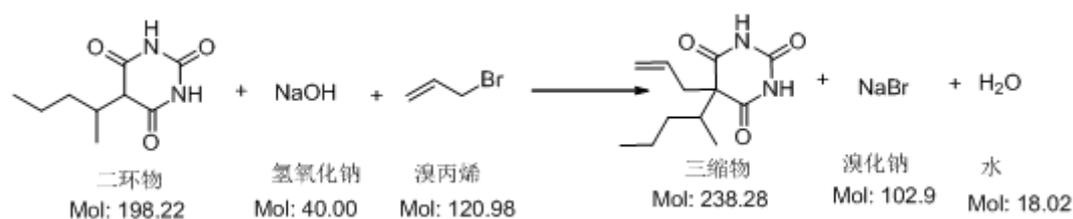
3、三缩工序：

(1) 备料：在氢氧化钠配制罐中加入新鲜水 90kg，搅拌下，人工加入氢氧化钠 10kg，搅拌溶清，配两批备用；在溴丙烯高位罐中通过水冲泵真空吸入 50.4kg 溴丙烯，备用，吸入过程产生少量上料挥发废气（G7-19：溴丙烯）；在 200L 盐酸配制罐中加入新鲜水 100kg，通过水冲泵真空吸入 30% 盐酸 34kg，搅拌均匀，此过程产生少量废气（G7-20：氯化氢），备用。

(2) 溶解：在溶解罐中，人工投入二环物 50kg，将氢氧化钠配制罐中氢氧化钠水溶液的一半通过管路缓慢加入低位溶解罐中，搅拌溶解，人工投入活性炭 1kg、白陶土 1kg，搅拌 1 小时，放置 12 小时。

(3) 压滤：密闭溶解罐，通入压缩空气使溶解罐内压力达到 0.25~0.3Mpa，将反应液通过密闭过滤器压滤至三缩反应罐中，此过程产生少量滤渣(S7-7：活性炭、白陶土)，交有资质单位处理。

(4) 三缩 2：搅拌加热至 50℃，将溴丙烯高位罐中溴丙烯缓慢滴加至低位二缩反应罐内，控制滴加时间 2~3 小时，温度 50℃-53℃；加毕，升温至 60℃，保温搅拌反应 3 小时；再升温至 78℃，于 78-79℃ 保温搅拌反应 1 小时。此过程产生少量反应废气（G7-21：溴丙烯）。

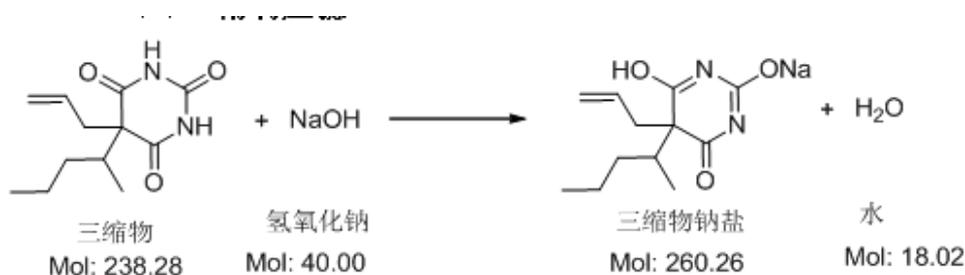


(5) 减压蒸馏：将上述物料负压蒸馏溴丙烯至二缩反应罐罐内温度达到 80℃ 真空度-0.06~-0.08Mpa，蒸出的溴丙烯经二级冷凝回收（一级循环水，二级冰盐水），产生少量蒸馏不凝气（G7-22：溴丙烯）。蒸出溴丙烯约 15kg 至 100L 溴丙烯回收罐，回收溴丙烯（S7-8：溴丙烯）交有资质公司处理。

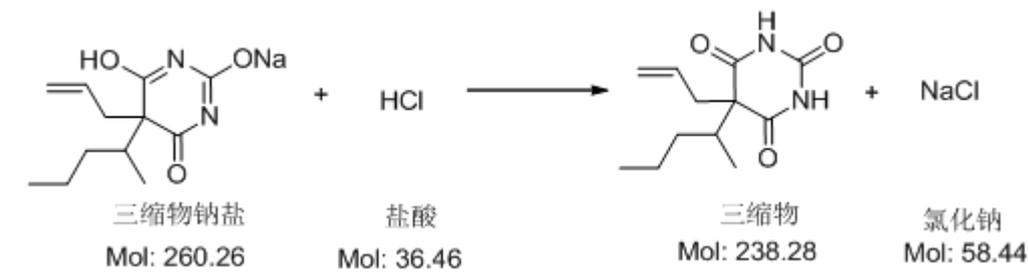
(6) 静置分液：蒸馏后停止搅拌后静置 15 分钟，将下层水层（W7-5：水、溴化钠、三缩物钠盐）由罐底低位分出至污水处理池。

(7) **水洗分液**: 向三缩反应罐罐内加入 80-90℃热水 10kg, 搅拌 15 分钟, 停止搅拌后静置 15 分钟, 将下层水层 (W7-6: 水、溴化钠、三缩物钠盐) 由罐底低位分出至污水处理池。

(8) **精制压滤**: 通过管路将氢氧化钠配制罐中第二批氢氧化钠水溶液通过管路缓慢加入低位三缩反应罐中, 搅拌溶解, 人工投入活性炭 0.5kg、白陶土 0.5kg, 搅拌 1 小时。密闭三缩反应罐, 通入压缩空气使三缩反应罐内压力达到 0.25~0.3Mpa, 将反应液通过密闭过滤器压滤至 200L 二缩结晶罐中, 此过程产生少量滤渣 (S7-9: 活性炭、白陶土), 交有资质单位处理)。



(9) **酸化**: 通过管路将盐酸配制罐中盐酸水溶液通过管路缓慢加入低位二缩结晶罐中, 搅拌结晶。此过程产生少量酸化废气 (G7-23: 氯化氢)。



(10) **离心淋洗**: 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 滤液甩干后, 用 500kg 新鲜水边冲洗物料边离心, 离心淋洗废水 (W7-7: 水、氯化钠、三缩物钠盐), 排入污水处理站。

(11) **烘干**: 上述湿品进行烘干, 烘干在密闭烘箱内进行, 烘干温度为 65~70℃, 烘干时间为 6—8 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝, 产生不凝气 (G7-24: 水蒸气), 烘干冷凝废水 (W7-8: 水) 进入污水处理站处理。将上述烘干物料装入塑料袋内, 扎口, 称重。

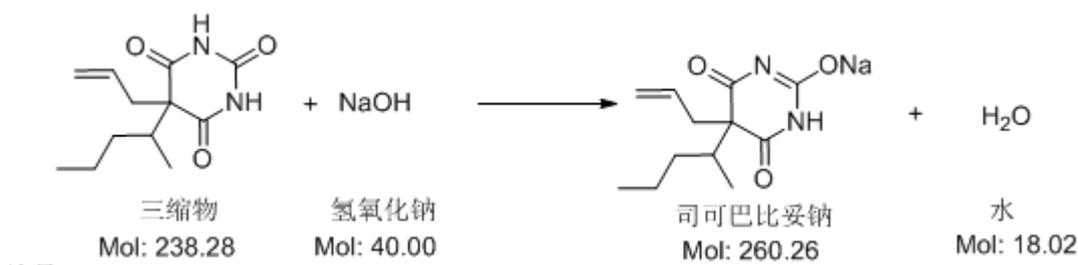
4、成盐工序：

(1) **备料：**在 50L 氢氧化钠乙醇溶液配制罐中，通过水冲泵真空吸入乙醇 14kg，人工投入氢氧化钠 3.5kg，搅拌溶清，此过程产生少量投料废气(G7-25：乙醇)，备用。

(2) **精制：**(目的：对上步三缩物进行精制，去除杂质) 300L 精制罐中，通过水冲泵真空吸入 140kg 丙酮，人工加入 1kg 活性炭、1kg 白陶土，搅拌下人工加入上一步所得 15kg 三缩物，常温搅拌一个小时，此过程产生少量挥发废气(含加料废气)(G7-26：丙酮)。

(3) **压滤：**(目的：去除活性炭及少量杂质) 密闭精制罐，通入压缩空气使精制罐内压力达到 0.25~0.3Mpa，将反应液通过密闭过滤器压滤至 300L 结晶罐中，此过程产生少量废气(G7-27：丙酮)和滤渣(S7-10：活性炭、白陶土、杂质)。

(4) **成盐结晶：**结晶罐中开动搅拌，缓慢升温至 35-40℃，将氢氧化钠乙醇溶液配制罐中的氢氧化钠乙醇溶液全量通过管路缓慢加入低位结晶罐内，搅拌至结晶析出，停搅拌，静置过夜，此过程产生少量挥发废气(G7-28：乙醇、丙酮)。

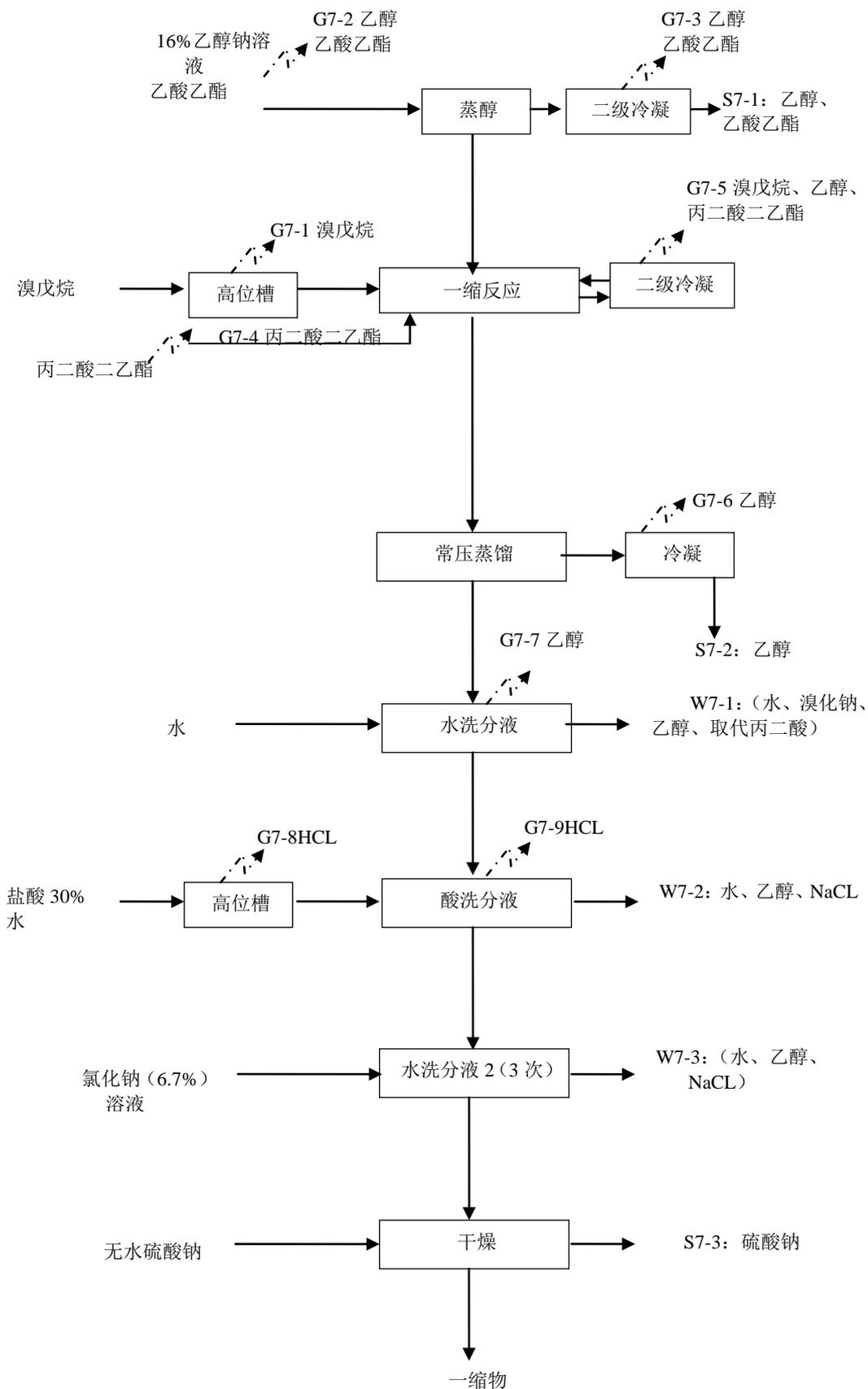


(5) **离心淋洗：**将上述物料通过管路放入低位离心机，离心分离(离心机为密闭离心机，上方有集气罩)，母液主要为乙醇、丙酮，进 200L 精制母液罐；甩干后，用 10kg 丙酮分两次冲洗物料，离心淋洗产生少量废气(G7-29：乙醇、丙酮)，废液主要为丙酮，进 300L 精制母液罐。

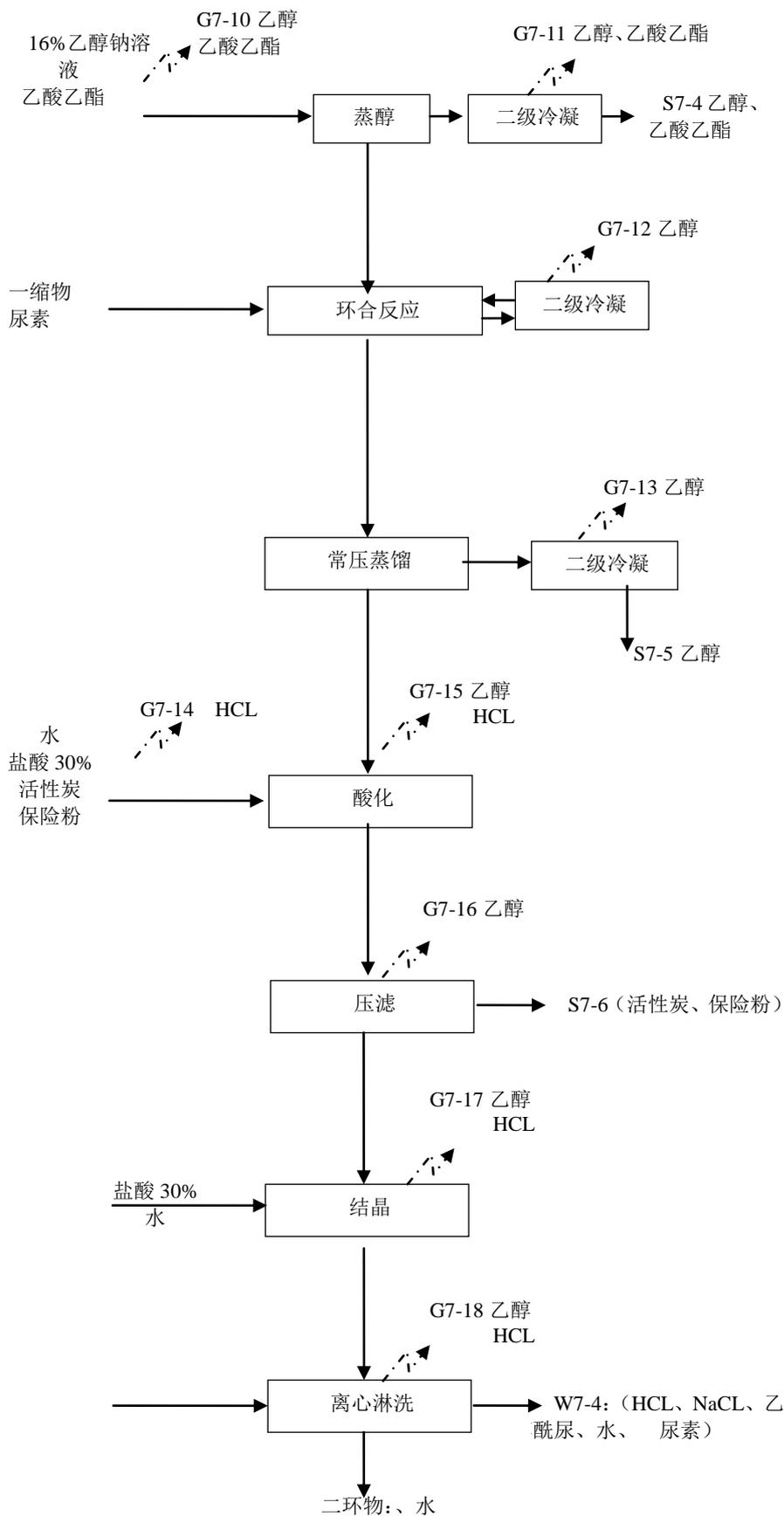
(6) **蒸馏：**开启搅拌，缓慢升温至 55℃-58℃，常压蒸馏出丙酮约 135kg 至 300L 丙酮回收罐，蒸出的丙酮经二级冷凝回收(一级循环水，二级冰盐水)，产生少量蒸馏不凝气(G7-30：乙醇、丙酮)，罐底残余物作为危废(S7-11：三缩物、氢氧化钠、水、丙酮、乙醇)。

(7) **烘干:** 对(5)物料进行烘干,烘干在干燥箱内进行,烘干3小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝,产生不凝气(G7-31:丙酮、乙醇),烘干冷凝液作为废液(S7-12:丙酮、乙醇)交由有资质单位处置。

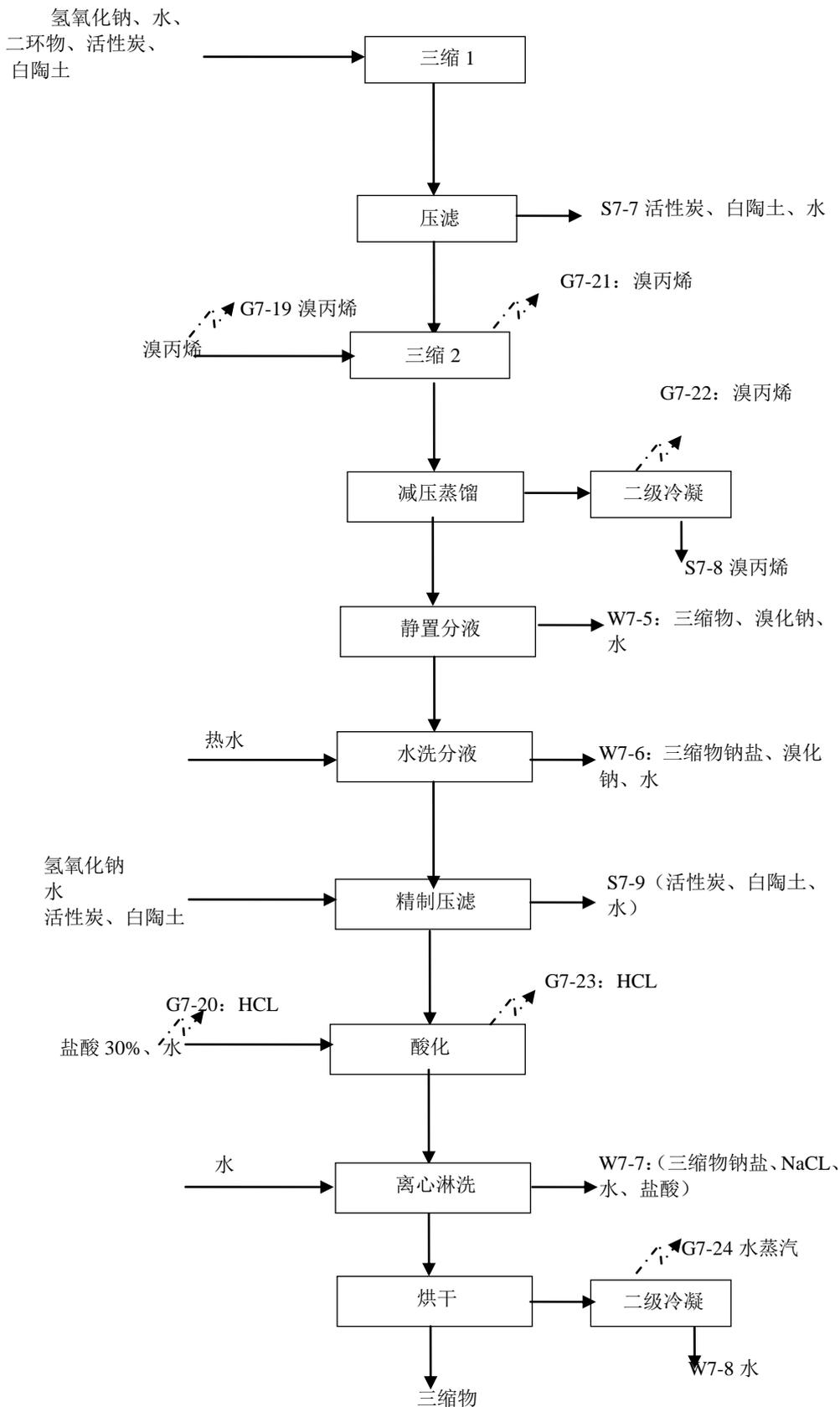
(8) **粉碎包装:** 将上述物料用F-20B万能粉碎机进行粉碎(80目),称量包装,25kg/桶。粉碎机自带除尘系统,收集的产品尘回收至产品,未收集的废气(G7-32:颗粒物)外排。



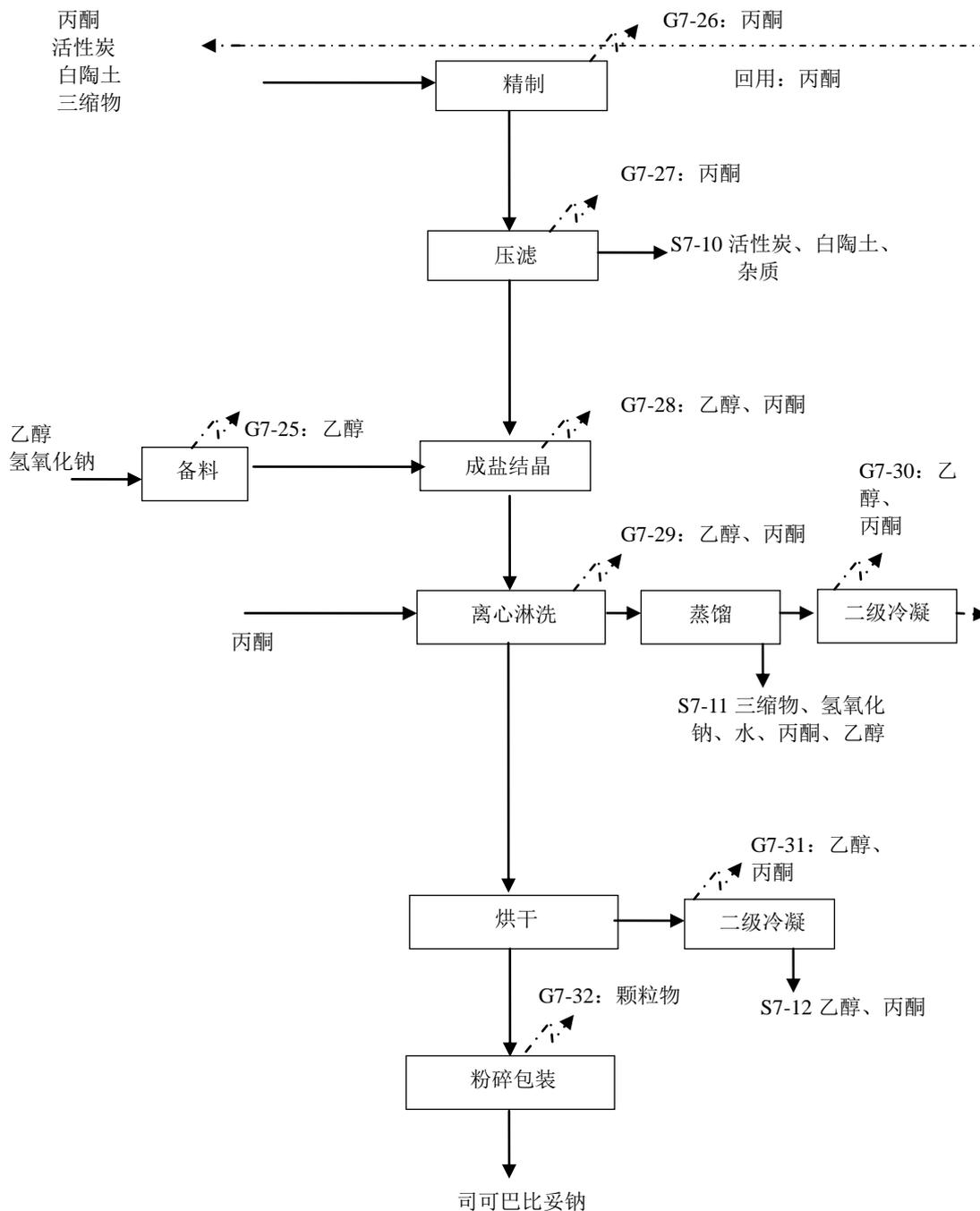
注: G: 废气、W: 废水、S: 固废(废液)
司可巴比妥钠一缩工序产污节点图



注：G：废气、W：废水、S：固废（废液）
司可巴比妥钠环合工序产污节点图



注：G：废气、W：废水、S：固废（废液）
司可巴比妥钠三缩工序产污节点图



注: G: 废气、W: 废水、S: 固废(废液)
司可巴比妥钠成盐工序产污节点图

3.5.7-1 司可巴比妥钠产污节点图

表 3.5.7-1 司可巴比妥钠产排污节点表

类别	序号	污染源	主要污染物	产生特征	治理措施及去向		
					收集	治理	排放
废气	G7-1	高位槽加料废气	溴戊烷	间歇	管道	“碱喷淋+UV光氧催化净化器+活性炭吸附”（2号）	25m 高排气筒（2号）
	G7-2	加料废气	乙醇、乙酸乙酯	间歇	管道		
	G7-3	蒸醇废气	乙醇、乙酸乙酯	间歇	管道		
	G7-4	加料废气	丙二酸二乙酯	间歇	管道		
	G7-5	一缩反应废气	溴戊烷、乙醇、丙二酸二乙酯	间歇	管道		
	G7-6	常压蒸馏废气	乙醇	间歇	管道		
	G7-7	水洗分液废气	乙醇	间歇	管道		
	G7-8	高位槽废气	氯化氢	间歇	管道		
	G7-9	酸洗废气	氯化氢	间歇	管道		
	G7-10	加料废气	乙醇、乙酸乙酯	间歇	管道		
	G7-11	蒸醇	乙醇、乙酸乙酯	间歇	管道		
	G7-12	环合反应废气	乙醇	间歇	管道		
	G7-13	常压蒸馏废气	乙醇	间歇	管道		
	G7-14	加料废气	氯化氢	间歇	管道		
	G7-15	酸化废气	乙醇、氯化氢	间歇	管道		
	G7-16	压滤废气	乙醇	间歇	管道		
	G7-17	结晶废气	乙醇、氯化氢	间歇	管道		
	G7-18	离心淋洗废气	乙醇、氯化氢	间歇	集气罩		
	G7-19	加料废气	溴丙烯	间歇	管道		
	G7-20	加料废气	氯化氢	间歇	管道		
	G7-21	三缩废气	溴丙烯	间歇	管道		
	G7-22	减压蒸馏废气	溴丙烯	间歇	管道		
	G7-23	酸化废气	氯化氢	间歇	管道		
	G7-24	烘干废气	水蒸气	间歇	管道		
	G7-25	备料废气	乙醇	间歇	管道		
	G7-26	精制废气	丙酮	间歇	管道		
	G7-27	压滤废气	丙酮	间歇	管道		
	G7-28	成盐结晶废气	乙醇、丙酮	间歇	管道		
	G7-29	离心淋洗废气	乙醇、丙酮	间歇	管道		
	G7-30	蒸馏废气	乙醇、丙酮	间歇	管道		
	G7-31	烘干废气	乙醇、丙酮	间歇	管道		
	G7-32	粉碎包装废气	颗粒物	间歇	--		
	废水	W7-1	水洗分液	溴化钠、乙醇、取代丙二酸	间歇		
W7-2		酸洗分液	乙醇、氯化钠	间歇			
W7-3		水洗分液 2	乙醇、氯化钠	间歇			
W7-4		离心淋洗	盐酸、氯化钠、	间歇			

			乙酰尿、尿素		
	W7-5	静置分液	三缩物、溴化钠	间歇	
	W7-6	水洗分液	三缩物、溴化钠	间歇	
	W7-7	离心淋洗	三缩物钠盐、氯化钠、盐酸	间歇	
	W7-8	烘干冷凝	水	间歇	
固废	S7-1	蒸醇	乙酸乙酯、乙醇	间歇	交有资质单位处理
	S7-2	常压蒸馏	乙醇	间歇	
	S7-3	干燥	硫酸钠	间歇	
	S7-4	蒸醇	乙酸乙酯、乙醇	间歇	
	S7-5	常压蒸馏	乙醇	间歇	
	S7-6	压滤	活性炭、保险粉	间歇	
	S7-7	压滤	活性炭、白陶土	间歇	
	S7-8	减压蒸馏	溴丙烯	间歇	
	S7-9	精制压滤	活性炭、白陶土	间歇	
	S7-10	压滤	活性炭、白陶土	间歇	
	S7-11	蒸馏釜残	三缩物、氢氧化钠、水、丙酮、乙醇	间歇	
	S7-12	烘干冷凝液	丙酮、乙醇	间歇	

3.5.8 地西洋工程分析

地西洋生产线位于 2 号车间，年产量为 300kg。此工艺以 2-氨基 5-氯二苯甲酮和氯乙酰氯进行酰化反应得氯乙酰化物，再与乌托品进行环合反应得地西洋粗品，最后经乙醇重结晶后得地西洋。本项目生产周期为 71h，酰化工序年生产 15 批，每批产量 35.3kg，环合工序年产 30 批，每批产量 13.3kg，精制工序年生产 10 批，每批产量为 30kg，总收率为 63.5%。

工艺描述：

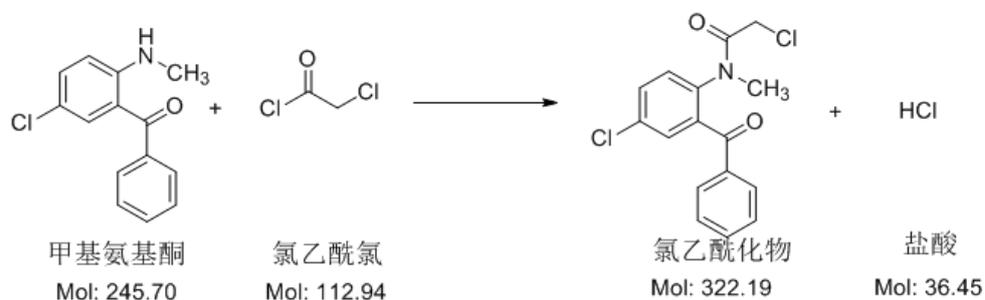
1、酰化：

(1) **备料：**在 20L 氯乙酰氯高位罐中通过水冲泵真空吸入 18kg 氯乙酰氯，备用；在 300L 水析罐中加入新鲜水 140kg，搅拌降温至 10℃，备用。此过程产生投料废气 G8-1（氯乙酰氯）。

(2) **酰化：**在 100L 酰化反应罐中通过水冲泵真空吸入甲苯 60kg，搅拌下，人工加入 2-氨基-5-氯二苯甲酮 30kg，此过程产生少量投料废气 G8-2（甲苯、粉尘）。酰化反应罐夹层通蒸汽缓慢加热至 55℃，搅拌至全部溶解，然后降温至 30℃，将氯乙酰氯高位罐中全量氯乙酰氯缓慢滴加至酰化反应罐内，控制滴加速

度，于半小时内滴完，加毕，缓慢升温至 80℃，保持温度在 80℃ 左右，继续搅拌反应 1 小时。此过程产生投料及反应废气 G8-3（氯乙酰氯、甲苯、氯化氢）。

反应方程式：单位：kg/批



(3) **水析**：将上述反应完毕后的物料通过罐底管路放入低位水析罐中，搅拌降温至 15~20℃，静置析晶。此过程产生少量投料废气 G8-4（甲苯）。

(4) **离心**：将上述物料通过管路放入低位密闭离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），此过程产生离心废气 G8-5（甲苯）。

(5) **洗涤、离心**：母液收集进酰化母液罐，甩干后，用 1000kg 新鲜水边洗涤边离心，离心废水 W8-1（水、氯乙酰氯、盐酸、甲苯、氯乙酰化物）。

(6) **烘干**：上述湿品进行烘干，烘干在密闭烘箱内进行，烘干温度为 70~80℃，烘干时间为 6-8 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝，产生不凝气 G8-6（甲苯、水蒸气），烘干冷凝液 W8-2（水、甲苯）排入厂区污水处理站。

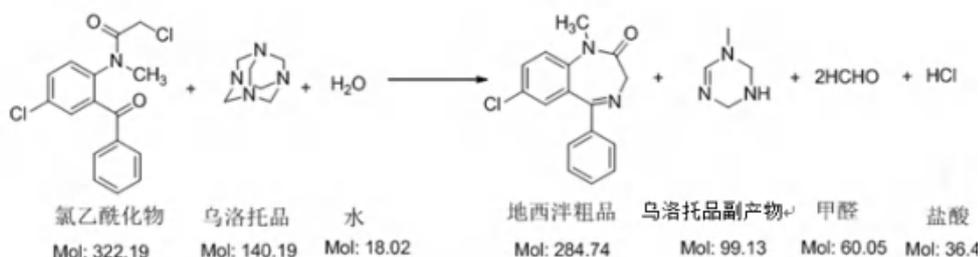
(7) **包装**：将上述烘干后的物料人工进行包装。

(8) **母液处理**：将酰化母液罐中废液静置 8 小时以上，分去下层废水 W8-3（水、氯乙酰氯、盐酸、甲苯），排入厂区污水处理站，上层为甲苯层，启动搅拌，缓慢升温至 80~95℃，常压蒸馏甲苯约 55kg，放至 100L 甲苯回收罐，此过程产生蒸馏不凝气 G8-7（甲苯）及釜残 S8-1（水、甲苯、氯乙酰化物）。

2、环合：

(1) **环合反应**：在 300L 环合罐中通过水冲泵正空吸入 175kg95%乙醇，搅拌下，人工加入 16kg 酰化物、16kg 乌洛托品、3.7kg 氯化铵，密封投料口，此过程产生投料废气 G8-8（乙醇、粉尘）。在搅拌下，缓慢加热至 75~80℃，保持回流 7.5 小时，此过程产生的废气经冷凝处理，产生反应不凝气 G8-9（乙醇、氨、氯化氢、甲醛、乌洛托品副产物）。

反应方程式：



(2) **蒸馏**：回流结束后开启搅拌，缓慢升温至 80~90℃，常压蒸馏乙醇约 160kg 至 300L 乙醇回收罐内，蒸出的乙醇经二级冷凝回收（一级循环水、二级冰盐水），此过程产生蒸馏不凝气 G8-10（乙醇），釜底残余物搅拌降温至 10℃，在该温度下搅拌 2 个小时。

(3) **离心、洗涤**：将上述物料通过管路放入低位离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），此过程产生离心废气 G8-11（乙醇、乌洛托品副产物、甲醛），母液 W8-4（水、地西洋、乌洛托品副产物、甲醛、盐酸、乌洛托品）收集进浓污水池，甩干后用 500kg 新鲜水洗涤、离心，此过程产生离心废水 W8-5（水、地西洋、乌洛托品副产物、甲醛、盐酸、乌洛托品）。

(4) **烘干**：上述湿品进行烘干，烘干在密闭烘箱内进行，烘干温度为 60~80℃，烘干时间为 6-8 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝，产生不凝气 G8-12（甲醛、乌洛托品副产物、水蒸气），烘干冷凝液 W8-6（水、甲醛、乌洛托品副产物）排入厂区污水处理站。

(5) **包装**：将上述烘干后的物料人工进行包装。

3、精制

(1) **脱色**：在 200L 精制罐中，通过水冲泵真空吸入 128kg 95% 乙醇，人工加入 2kg 活性炭，搅拌下人工加入上一步所得 40kg 地西洋粗品，此过程产生投料废气 G8-13（乙醇、粉尘），缓慢加热至 75~80℃，回流，保持此温度搅拌半个小时，停止加热，此过程产生少量挥发废气 G8-14（乙醇）。

(2) **压滤**：密闭一次精制罐，通入压缩空气使精制罐内压力达到 0.25~0.3Mpa，将反应液通过密闭过滤器压滤至一次结晶罐中，此过程产生少量压滤废气 G8-15（乙醇）和滤渣 S8-2（废活性炭）。

(3) **结晶**：结晶罐中开动搅拌，结晶罐夹层通入冰盐水使结晶罐内物料冷却至 5℃，静置 2 个小时，此过程产生少量结晶废气 G8-16（乙醇）。

(4) **离心**：将上述物料通过管路放入低位离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），精制母液主要为乙醇、地西洋，进 200L 精制母液罐，离心产生少量离心废气 G8-17（乙醇），甩干。

(5) **烘干**：将上述物料进行烘干，烘干在干燥箱内进行，温度 45~50℃，烘干 3 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝，产生烘干不凝气 G8-18（乙醇、水蒸气），烘干冷凝液 W8-7（乙醇、水）进入污水处理站。

(6) **粉碎**：将上述物料用 F-20B 万能粉碎机进行粉碎（80 目），此过程产生粉碎废气 G8-19（粉尘）。

(7) **包装**：称量包装，25kg/桶。

(8) **母液处理**：一次精制母液罐开启搅拌，缓慢升温至 80℃-90℃，常压蒸馏出乙醇约 100kg 至 200L 乙醇回收罐，套用至精制工序，蒸出的乙醇经二级冷凝回收（一级循环水，二级冰盐水），产生少量蒸馏不凝气 G8-20（乙醇），釜底残余物通过管路放入低位离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），甩干后，用 5kg 乙醇冲洗物料，离心产生少量离心废气 G8-21、G8-22（乙醇），物料作为粗品套用至精制工序，滤液 S8-3、S8-4 作为危废交有资质单位处理。

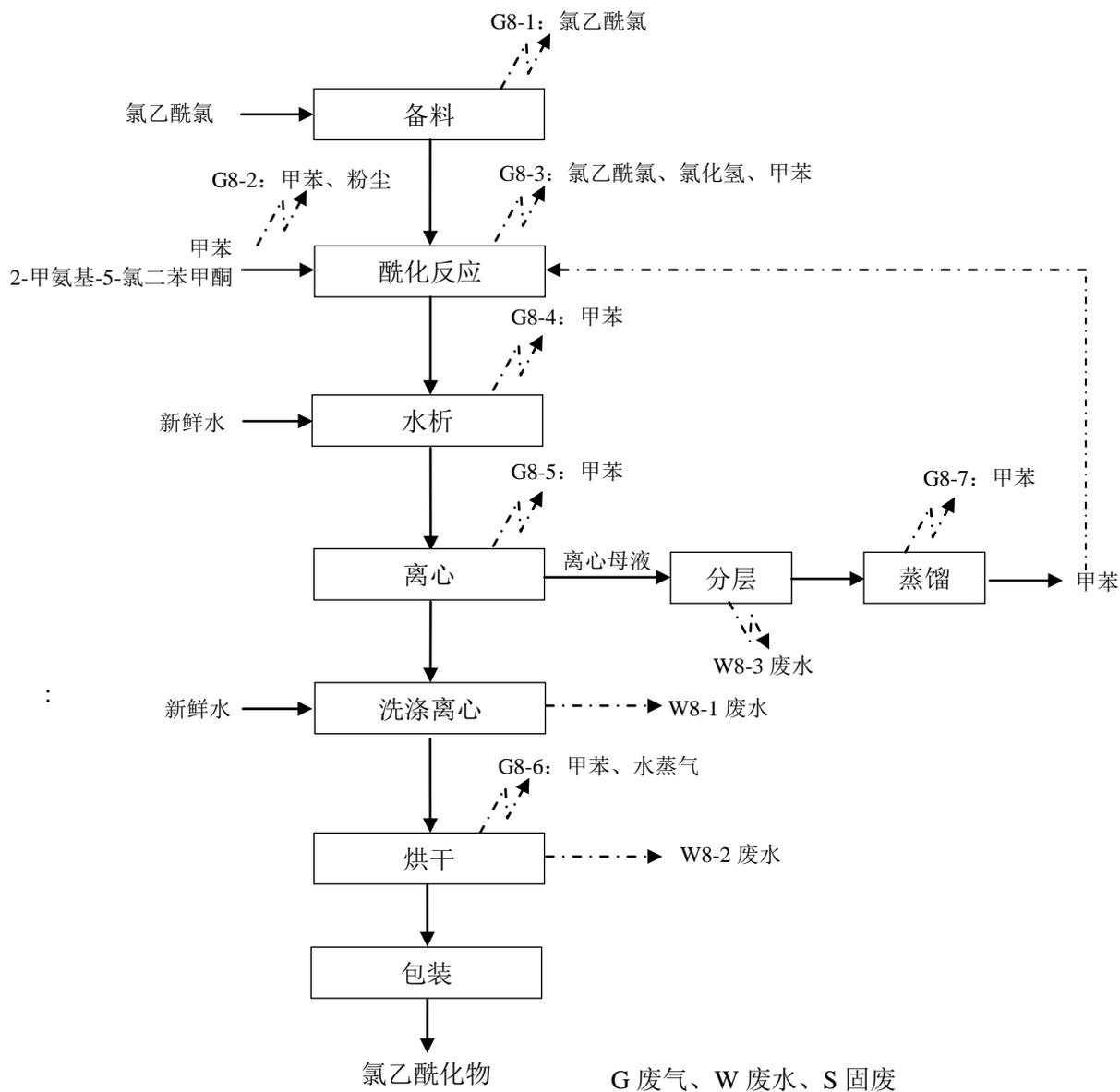


图 3.5.8-1 酰化工序工艺流程及产污节点

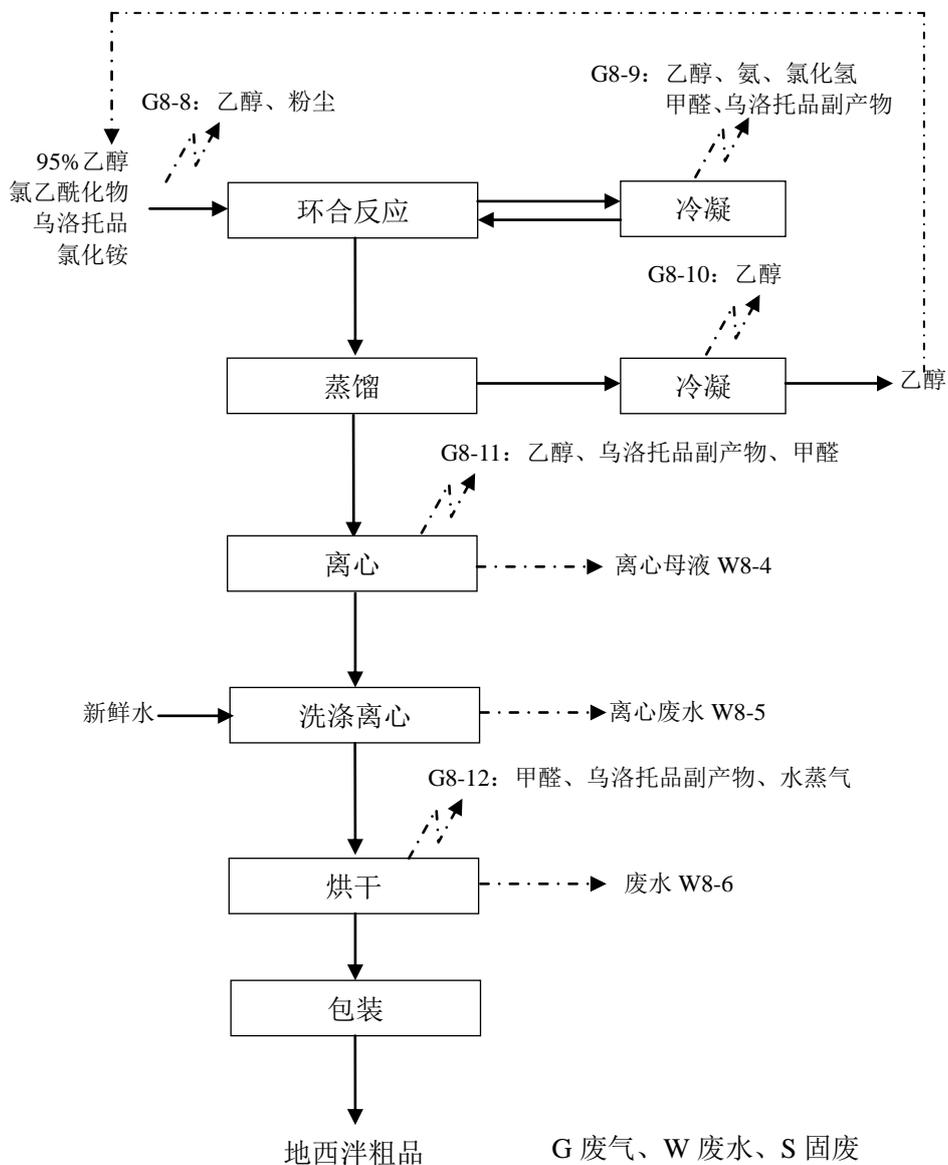


图 3.5.8-2 环合工序工艺流程及产污节点

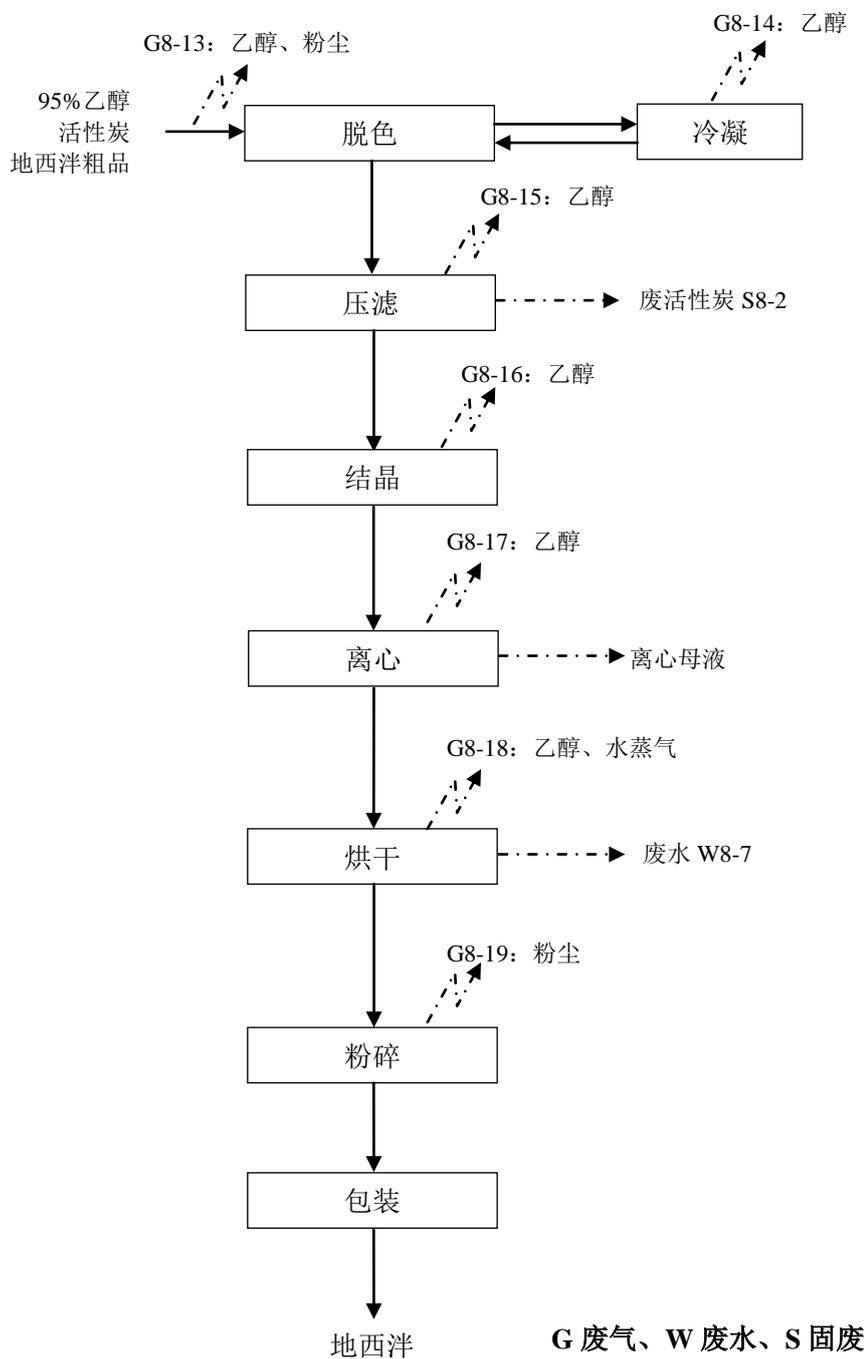


图 3.5.8-3 精制工序工艺流程及产污节点

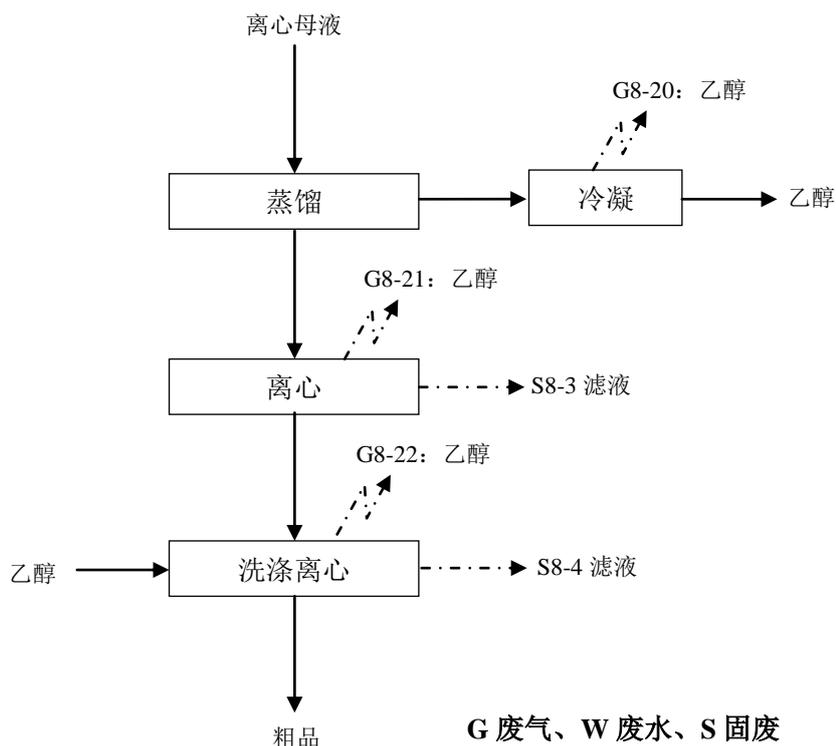


图 3.5.8-4 离心母液处理工艺流程及产污节点

表 3.5.8-1 地西洋产排污节点表

污染因素	序号	产生环节	主要污染物	产生特征	收集方式	处理措施及去向	
						治理	排放
废气	G8-1	高位槽	氯乙酰氯	间歇	管道	“碱喷淋+UV 光氧催化净化器+活性炭吸附”（2号）	25m 高排气筒（2号）
	G8-2	投料	甲苯、粉尘	间歇	管道		
	G8-3	投料及反应	氯乙酰氯、甲苯、氯化氢	间歇	管道		
	G8-4	投料	甲苯	间歇	管道		
	G8-5	离心	甲苯	间歇	集气罩		
	G8-6	烘干	甲苯、水蒸气	间歇	管道		
	G8-7	蒸馏	甲苯	间歇	管道		
	G8-8	投料	乙醇、颗粒物	间歇	管道		
	G8-9	反应不凝气	乙醇、氨、氯化氢、甲醛、乌洛托品副产物	间歇	管道		
	G8-10	蒸馏	乙醇	间歇	管道		
	G8-11	离心	乙醇、乌洛托品副产物、甲醛	间歇	集气罩		
	G8-12	烘干	甲醛、乌洛托品副产物、水蒸气	间歇	管道		

	G8-13	投料	乙醇、颗粒物	间歇	管道		
	G8-14	挥发废气	乙醇	间歇	管道		
	G8-15	压滤	乙醇	间歇	管道		
	G8-16	结晶废气	乙醇	间歇	管道		
	G8-17	离心	乙醇	间歇	集气罩		
	G8-18	烘干	乙醇、水蒸气	间歇	管道		
	G8-19	粉碎	颗粒物	间歇	--		
	G8-20	母液蒸馏	乙醇	间歇	管道		
	G8-21	离心	乙醇	间歇	管道		
	G8-22			间歇	管道		
废水	W8-1	离心	水、氯乙酰氯、盐酸、甲苯、氯乙酰化合物	间歇		排入厂区污水处理系统处理	
	W8-2	烘干	冷凝液（水、甲苯）	间歇			
	W8-3	分层	水、氯乙酰氯、盐酸、甲苯	间歇			
	W8-4	离心母液	水、地西洋、乌洛托品副产物、甲醛、盐酸、乌洛托品	间歇			
	W8-5	离心废水	水、地西洋、乌洛托品副产物、甲醛、盐酸、乌洛托品	间歇			
	W8-6	烘干冷凝液	水、甲醛、乌洛托品副产物	间歇			
	W8-7	烘干冷凝液	乙醇、水	间歇			
固废	S8-1	蒸馏	釜残（水、甲苯、氯乙酰化合物）	间歇		交有资质单位处理	
	S8-2	压滤	滤渣（废活性炭）	间歇			
	S8-3	离心	滤液（乙醇、地西洋、水）	间歇			
	S8-4	离心	滤液（乙醇、地西洋、水）	间歇			

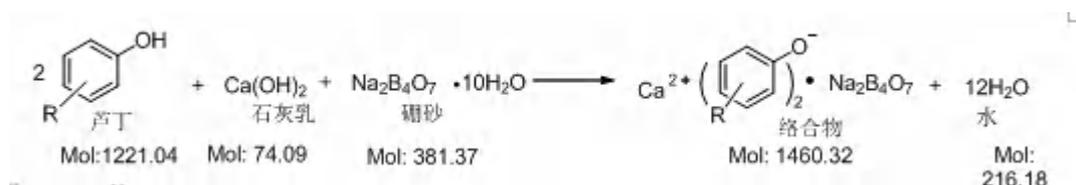
3.5.9 芦丁工程分析

芦丁生产线位于 1 号车间，年产量为 800kg。此工艺以槐米花为原料通过碱溶酸沉得芦丁粗品，再以甲醇重结晶得芦丁。本项目生产周期 48h，年生产 67 批，批产量 12kg，总收率 80%。

1、提取

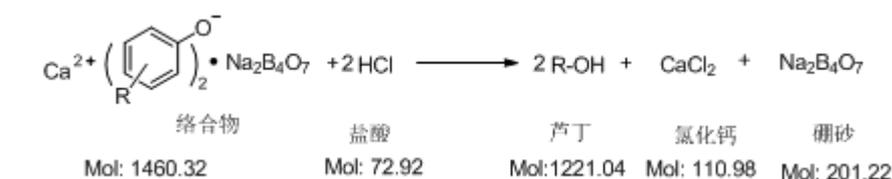
(1) **备料:** 在 20L 的盐酸高位罐中, 通过水冲泵真空吸入 8kg30% 盐酸, 此过程产生少量投料废气 (G9-1: 氯化氢), 备用。

(2) **提取:** 在 200L 提取罐中加入新鲜水 15kg, 人工投入 8kg 槐米花 (芦丁 4.62、槐花素 1.28、花瓣等固杂: 2.1), 搅拌 15 分钟, 将水从下口排入污水池, 再向罐中加入新鲜水 15kg, 搅拌加热至 40~50℃, 搅拌 15 分钟, 将水从下口排入污水池, 再向罐中加入新鲜水 80kg, 搅拌加热至 95~100℃, 人工加入 1kg 石灰乳, 搅拌 20 分钟, 人工加入 3kg 硼砂, 保温搅拌 30 分钟。



(3) **分离:** 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 滤液通过水冲泵真空吸入 300L 粗品结晶罐, 离心产生少量废气; 滤渣 (S9-1:槐花素) 作为危废交有资质公司处理。

(4) **结晶:** 结晶罐中开动搅拌, 将盐酸高位罐中的盐酸全量通过管路缓慢加入低位结晶罐内, 搅拌降温至 30℃, 静置 8 小时以上。此过程产生少量挥发废气 ((G9-2: 氯化氢))



(5) **分离:** 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 母液主要为水、氯化钙、氯化钠, 排入污水处理池, 甩干, 得约 5.72kg 芦丁粗品。

(6) **干燥:** 将上述物料经烘箱进行干燥, 产生少量干燥废气 (G9-3:水蒸汽), 得芦丁粗品 4.62kg。

2、精制:

(1) **精制:** 300L 精制罐中, 通过水冲泵真空吸入 75kg 甲醇, 人工加入 1kg 活性炭, 搅拌下人工加入 15kg 芦丁粗品 (此过程产生少量投料废气 (G9-4:

甲醇、颗粒物)，缓慢加热至 64~66℃，回流，保持此温度搅拌两个小时，停止加热，此过程产生少量挥发废气（G9-5：甲醇）。

（2）**压滤**：密闭精制罐，通入压缩空气使精制罐内压力达到 0.25~0.3Mpa，将反应液通过密闭过滤器压滤至结晶罐中，此过程产生少量废气（G9-6：甲醇）和滤渣(S9-2：活性炭、甲醇)，交有资质单位处置。

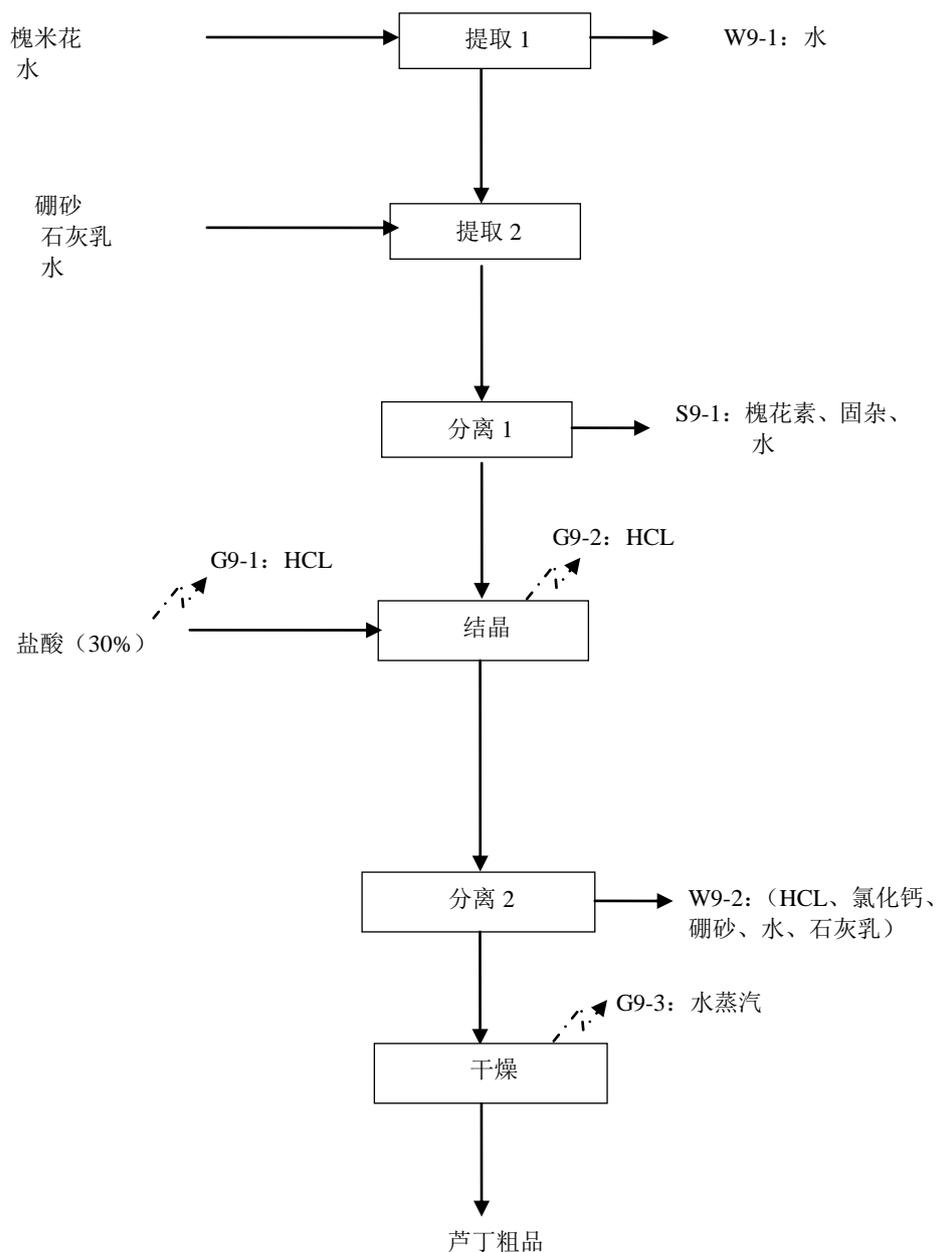
（3）**结晶**：结晶罐中开动搅拌，结晶罐夹层通入冰盐水使结晶罐内物料冷却至 10℃，继续保温搅拌 5 个小时，此过程产生少量挥发废气（G9-7：甲醇）。

（4）**分离**：将上述物料通过管路放入低位离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），母液主要为甲醇，进 200L 精制母液罐，离心产生少量废气（G9-8：甲醇），甩干。

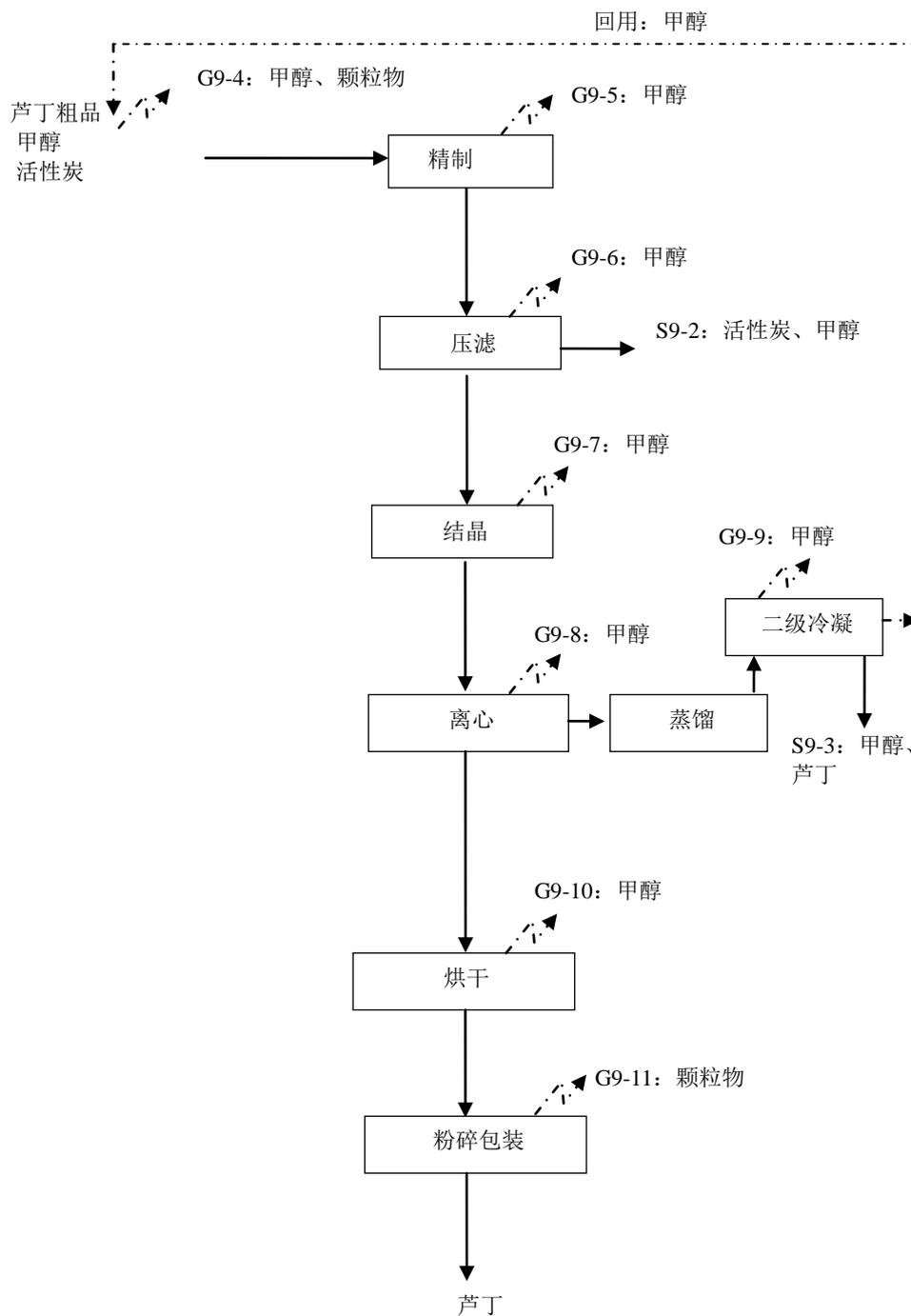
（5）**母液蒸馏**：开启搅拌，缓慢升温至 64℃-66℃，常压蒸馏出甲醇约 65kg 至 200L 甲醇回收罐，套用至精制工序，蒸出的甲醇经二级冷凝回收（一级循环水，二级冰盐水），产生少量蒸馏不凝气（G9-9：甲醇），罐底残余物（S9-3：甲醇、芦丁）作为危废交有资质单位处理。

（6）**烘干**：对（4）物料进行烘干，烘干在烘箱内进行，控制真空度 -0.09~-0.096Mpa，温度 45~55℃，烘干 3 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝，产生不凝气（G9-10：甲醇）进入废气处理措施。

粉碎包装：将上述物料用 SD-250 涡轮式粉碎机进行粉碎（80 目），称量包装，25kg/桶。此过程产生少量废气（G9-11：颗粒物）。



注：G：废气、W：废水、S：固废（废液）；单位：kg/批
芦丁提取工序产污节点图



注：G：废气、W：废水、S：固废（废液）
 芦丁精制工序产污节点图

图 3.5.9-1 芦丁工艺流程及产污节点图

表 3.6.9-1 芦丁产排污节点表

类别	序号	污染源	主要污染物	产生特征	治理措施或去向		
					收集	治理	排放
废气	G9-1	加料废气	氯化氢	间歇	管道	“碱喷淋+UV 光氧催化净化器+活性炭吸附”(1号)	25m 高排气筒 (1号)
	G9-2	结晶废气	氯化氢	间歇	管道		
	G9-3	干燥废气	水蒸汽	间歇	管道		
	G9-4	加料废气	甲醇、颗粒物	间歇	管道		
	G9-5	精制废气	甲醇	间歇	管道		
	G9-6	压滤废气	甲醇	间歇	管道		
	G9-7	结晶废气	甲醇	间歇	集气罩		
	G9-8	离心废气	甲醇	间歇	管道		
	G9-9	蒸馏不凝气	甲醇	间歇	管道		
	G9-10	烘干废气	甲醇	间歇	管道		
	G9-11	粉碎包装废气	颗粒物	间歇	--		
废水	W9-1	提取 1 排水	水	间歇	排入蒸盐系统处理		
	W9-2	分离 2 废水	氯化氢、氯化钙、硼砂、水、石灰乳	间歇			
固废	S9-1	离心滤渣	槐花素、固杂、水	间歇	交有资质单位处理		
	S9-2	压滤滤渣	活性炭、甲醇	间歇			
	S9-3	蒸馏釜残	甲醇、芦丁	间歇			

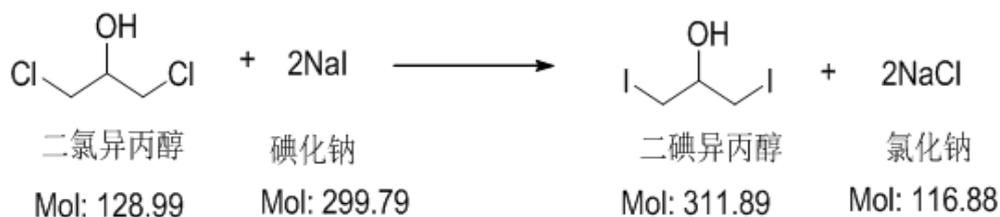
3.5.10 普罗碘铵工程分析

普罗碘铵生产线位于 1 车间，年产量为 200kg/a，生产周期为 30 小时，此工艺以 1,3-二氯异丙醇经碘化钠取代反应后得二碘异丙醇，再与三甲胺经缩合得普罗碘铵粗品，最后经无水甲醇重结晶后得普罗碘铵。本项目共分碘代反应(6 批)，缩合反应(6 批)，精制(6 批)三个工序，生产情况如下：

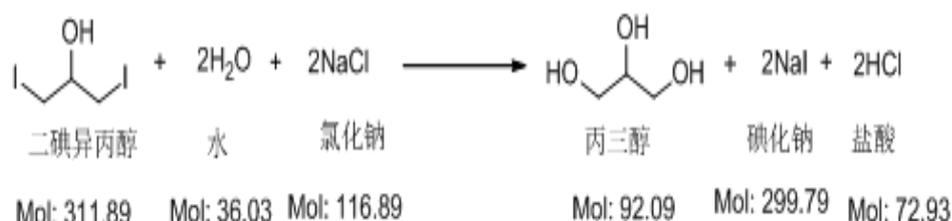
1、碘代反应：

(1) 反应：在 100L 碘代反应罐中，通过水冲泵真空吸入二氯异丙醇 20kg (废气 G10-1：二氯异丙醇)、纯水 3kg，搅拌升温至 90~100℃，保温搅拌 30 分钟，人工缓慢加入无水碘化钠 56.6kg，加毕，搅拌升温至 135~140℃，该温度下，搅拌反应 2.5 小时，发生碘代反应，(废气 G10-2：加料废气及反应废气，主要为粉尘、二氯异丙醇、氯化氢、丙三醇)。

主反应：



副反应:

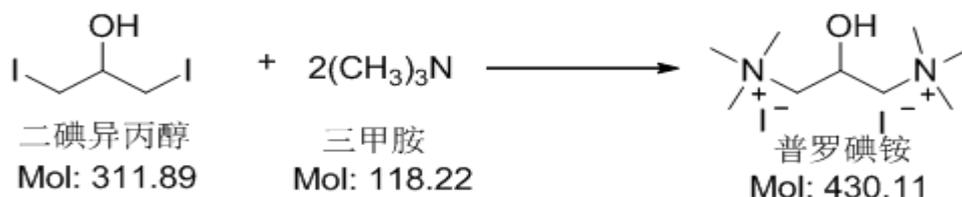


(2) **降温、分层 1:** 将上述物料降温至 100℃ 以下, 停止搅拌后静置 15 分钟, 将下层水层 (S10-1, 主要为氯化钠、水、二碘异丙醇、丙三醇、碘化钠等), 交由有资质的危废处理单位处理。

(3) **洗涤:** 将 14kg 硫代硫酸钠晶体和 136kg 水在溶液配制罐中进行配置, 硫代硫酸钠溶液储罐中硫代硫酸钠溶液三分之一量通过罐底管路加入低位碘代反应罐内, 搅拌 15 分钟, 停止搅拌后静置 15 分钟, 将下层水层 (W10-1: 主要为水、硫代硫酸钠、碘化钠、丙三醇、氯化钠等) 由罐底低位分出至污水处理池, 重复此操作三次; 搅拌下加入纯水 50kg。搅拌 15 分钟, 停止搅拌后静置 15 分钟, 将下层水层 (W10-2 主要为水、硫代硫酸钠、二碘异丙醇) 由罐底低位分出至污水处理池, 重复此操作三次。分净水层, 直接用于下步反应。

2、缩合反应:

反应: 在 200L 缩合反应罐中, 通过水冲泵真空吸入 30% 三甲胺甲醇溶液 93.5kg, 将碘代反应罐中二碘异丙醇一批全量通过管路放入低位缩合罐 (此过程产生少量投料及反应废气 G10-3: 甲醇、三甲胺), 搅拌升温至 40℃, 保温搅拌反应 2 小时, 降温至 10℃。



(1) **离心 1:** 将上述降温好的物料通过管路放入低位离心机, 离心分离 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 母液 S10-2 主要为甲醇、三甲胺、普罗碘铵等, 交由有资质的单位处理, 离心产生少量废气 (G10-4, 主要污染物为三甲胺、甲醇), 甩干。

(2) **烘干:** 上述湿品进行烘干, 烘干在密闭烘箱内进行, 烘干温度为 50~60℃, 烘干时间为 6—8 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝, 产生不凝气 (G10-5, 主要污染物为三甲胺、甲醇)。

(3) **包装:** 将上述烘干物料人工装入塑料袋内, 扎口, 称重。此过程产生少量废气(G10-6: 粉尘)。

3、精制:

(1) **溶解、压滤:** 300L 精制罐中, 通过水冲泵真空吸入 180kg 甲醇, 人工加入 3kg 活性炭, 搅拌下人工加入上一步所得 40kg 普罗碘铵粗品, 缓慢加热至 60~66℃, 回流, 保持此温度搅拌 1 个小时, 停止加热, 通入压缩空气使精制罐内压力达到 0.25~0.3Mpa,将反应液通过密闭过滤器压滤至 300L 结晶罐中, 此过程产生少量废气 (G10-7, 主要污染物为甲醇) 和滤渣(S10-3 废活性炭、甲醇, 交有资质单位处理)。

(2) **结晶:** 结晶罐中开动搅拌, 结晶罐夹层通入冰盐水使结晶罐内物料冷却至 10℃, 继续保温搅拌 2 个小时。

(3) **离心 2:** 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离 (离心机为密闭离心机, 上方有集气罩), 母液主要为甲醇、普罗碘铵, 进 300L 精制母液罐, 离心产生少量废气 (G10-8, 主要污染物为甲醇)。

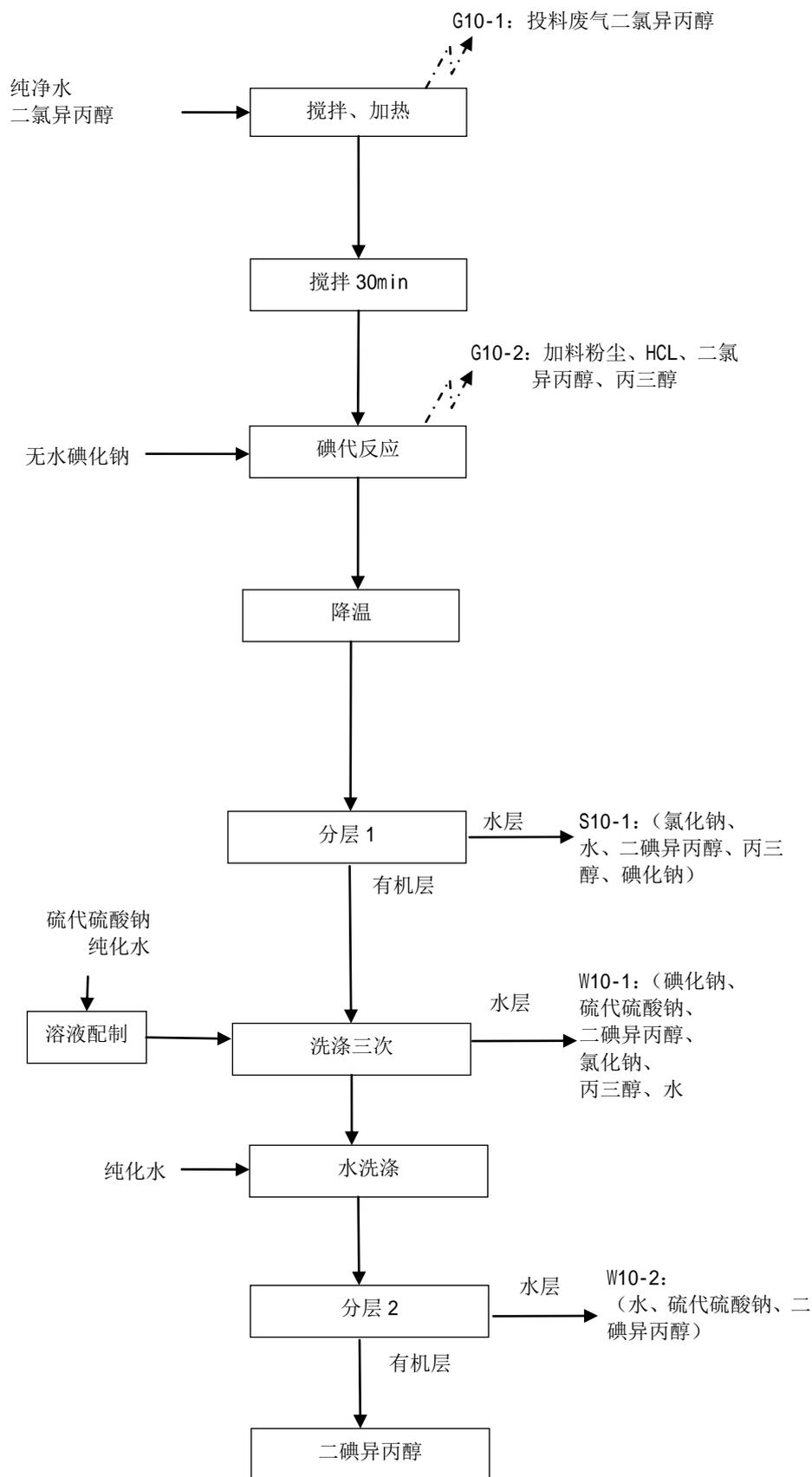
(4) **冲洗:** 用 10kg 甲醇冲洗物料, 产生少量废气 (G10-9, 主要污染物为甲醇)。

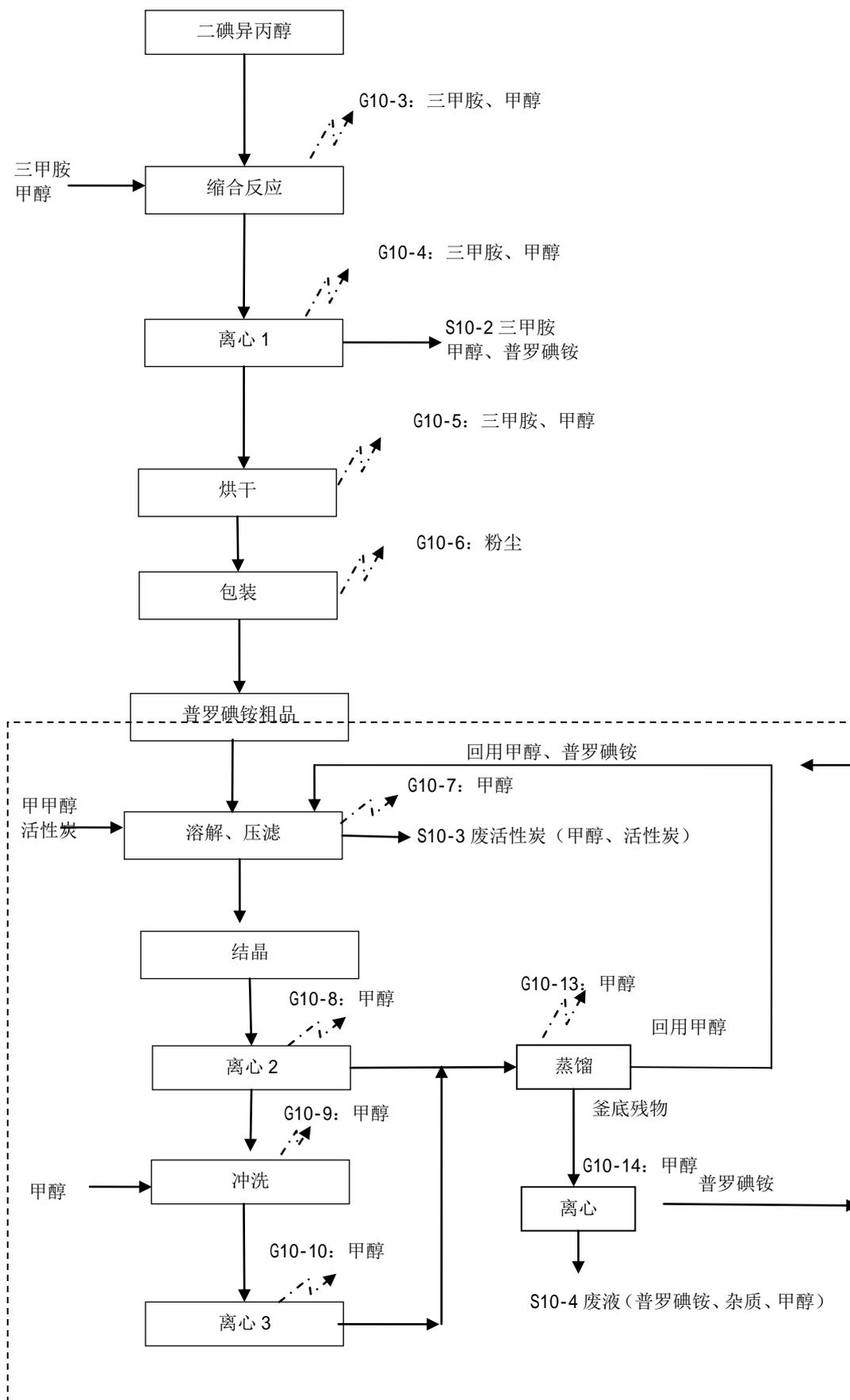
(5) **离心 3:** 冲洗完成后进行离心, 离心产生少量废气 (G10-10, 主要污染物为甲醇)。

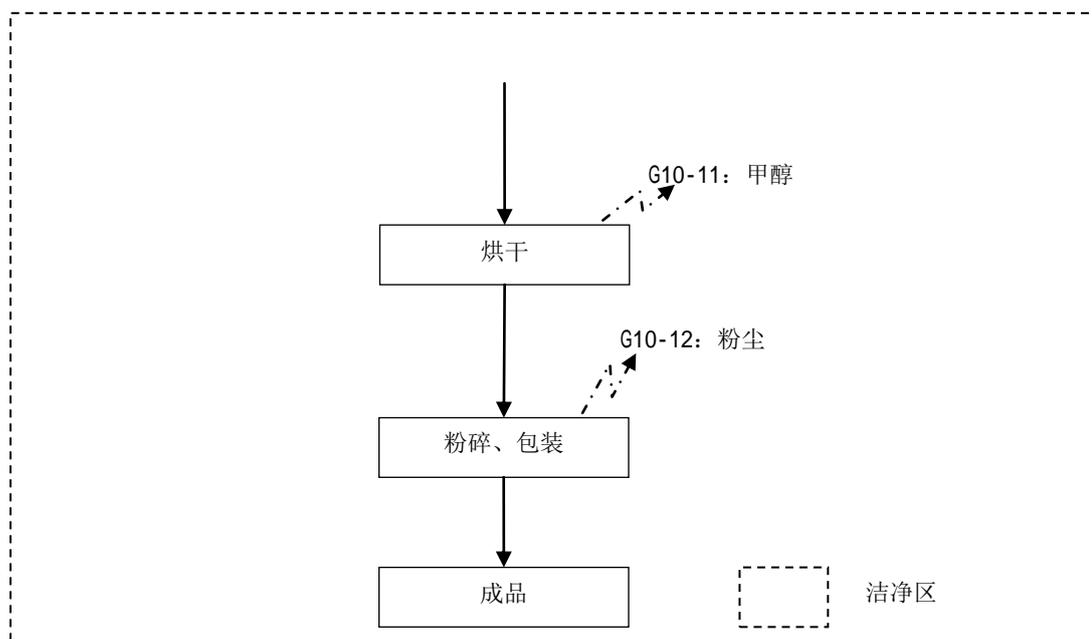
(6) **烘干:** 对物料进行烘干, 烘干在干燥箱中进行, 控制真空度 -0.09~-0.096Mpa,温度 45~55℃, 烘干 2 小时。烘干废气 (G10-11, 主要污染物为甲醇)。

(7) **粉碎、包装**：将上述物料用 SD-250 涡轮式粉碎机进行粉碎（80 目），此过程产生少量废气（G10-12：主要污染物为粉尘）、称量包装，25kg/桶。

母液处理：离心 2 及离心 3 产生废液进行常压蒸馏，缓慢升温至 64℃-66℃，常压蒸馏出甲醇约 170kg 至 200L 甲醇回收罐，套用至精制工序，蒸出的甲醇经二级冷凝回收（一级循环水，二级冰盐水），产生少量蒸馏不凝气（G10-13，主要污染物为甲醇），釜底残余物通过管路放入低位离心机，离心分离（离心机为密闭离心机，上方有集气罩），离心产生少量废气（G10-14，主要污染物为甲醇），离心的固态物质约为 5kg，回用于精制过程，离心废液作为 S10-4，主要污染物为普罗碘铵、杂质、甲醇，属于危险废物，交由有资质的单位处理。







3.5.10-1 普罗碘铵产污节点图

表 3.5.10-1 普罗碘铵产排污节点表

类别	序号	污染源	主要污染物	产生特征	治理措施或去向		
					收集	治理	排放
废气	G10-1	加料废气	二氯异丙醇	间歇	管道	“碱喷淋+UV光氧净化器+活性炭吸附”（1号）	25m高排气筒（1号）
	G10-2	碘代反应加料及反应废气	颗粒物、氯化氢、二氯异丙醇、丙三醇	间歇	管道		
	G10-3	缩合反应加料及反应废气	三甲胺、甲醇	间歇	管道		
	G10-4	离心1废气	三甲胺、甲醇	间歇	集气罩		
	G10-5	烘干废气	三甲胺、甲醇	间歇	管道		
	G10-6	包装粉尘	颗粒物	间歇	管道		
	G10-7	压滤废气	甲醇	间歇	管道		
	G10-8	离心2废气	甲醇	间歇	集气罩		
	G10-9	冲洗废气	甲醇	间歇	管道		
	G10-10	离心3废气	甲醇	间歇	集气罩		
	G10-11	烘干废气	甲醇	间歇	管道		
	G10-12	粉碎、包装粉尘	颗粒物	间歇	--		
	G10-13	蒸馏废气	甲醇	间歇	管道		
	G10-14	离心4废气	甲醇	间歇	集气罩		
废水	W10-1	洗涤废水	水、碘化钠、硫代硫酸钠、二碘异丙醇、丙三醇、氯化钠	间歇	排入蒸盐系统处理		

	W10-2	分层 2 废水	水、硫代硫酸钠、二碘异丙醇	间歇	
固废	S10-1	分层 1 废液	氯化钠、水、二碘异丙醇、丙三醇、碘化钠	间歇	交有资质单位处理
	S10-2	离心 1 废液	三甲胺、普罗碘铵、甲醇	间歇	
	S10-3	压滤废渣	废活性炭	间歇	
	S10-4	离心 4 废液	普罗碘铵、杂志、甲醇	间歇	

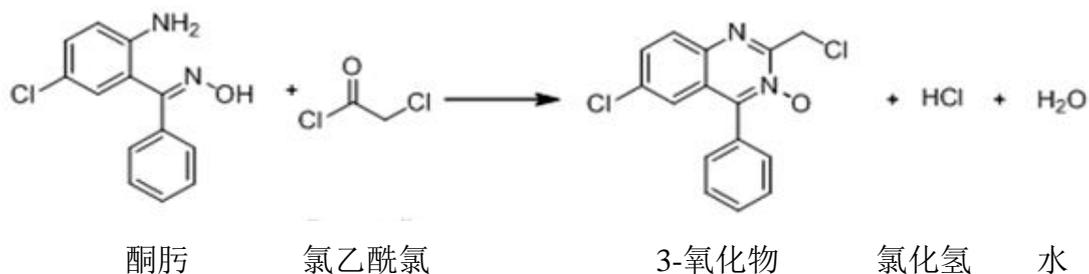
3.5.11 氯氮卓工程分析

氯氮卓生产线位于 2 号车间，年产量为 0.3 吨。此工艺以酮肟和氯乙酰氯经环合反应后得 3-氧化物，再与甲胺经扩环后得氯氮卓粗品，最后经精制后得氯氮卓。本项目生产周期为 32.5h，其中氯氮卓粗品生产工序年生产 8 批，每批产量 50kg，精制后最终产品年生产 20 批，每批产量为 15kg，总收率 65%。

工艺描述：

(1) 环合：在 30L 氯乙酰氯高位罐中通过水冲泵真空吸入 38.11kg 氯乙酰氯备用（此过程产生少量投料废气 G11-1：氯乙酰氯），在 100L 环合反应罐中通过水冲泵真空吸入醋酸 67.8kg，搅拌下，人工加入酮肟 41.55kg（此过程产生少量投料废气 G11-2：酮肟、醋酸），环合反应罐夹层通蒸汽缓慢加热环合反应罐使罐内温度至 45~50℃，将氯乙酰氯高位罐中全量氯乙酰氯通过高位管路缓慢滴加至环合反应罐内，控制环合反应罐内反应温度不高于 60℃（此过程产生反应废气 G11-3：氯化氢、醋酸）。滴加完毕后，保持温度在 45~50℃ 左右，继续搅拌反应 3.5 小时，室温静置 3 小时。

环合反应方程式：



副反应反应方程式：

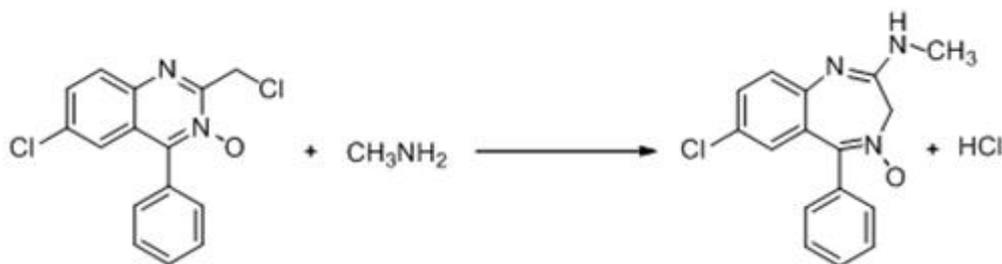


氯乙酰氯 水 氯乙酸 氯化氢

(2) **醋酸回收**: 静置完毕后环合反应罐夹层通蒸汽缓慢加热环合反应罐并通过水冲泵抽真空进行负压蒸馏, 控制真空度-0.06~-0.08Mpa, 温度 60~80℃, 蒸馏出的醋酸(产生少量蒸馏不凝气 G11-4: 醋酸)经一级冷凝回收约 60kg 至 100L 醋酸接收罐作为危废处理(S11-1: 醋酸)。蒸毕, 环合反应罐夹层通冷却水使罐内物料降温至 50℃, 罐底残余物为 3-氧化物, 不经处理用于下一步骤。

(3) **扩环**: 在 300L 扩环罐中, 水冲泵真空吸入 140kg40% 甲胺溶液(溶剂为乙醇)(此过程产生加料废气 G11-5: 甲胺、乙醇), 搅拌降温至 10~15℃, 将整批 3-氧化物通过环合罐罐底管路放入低位扩环罐中, 搅拌升温至 35℃, 保温搅拌反应一小时, 搅拌降温至 25℃, 保温搅拌反应二小时, 搅拌降温至 5℃, (此过程产生反应废气 G11-6: 乙醇、甲胺、氯化氢)。

扩环反应方程式:



3-氧化物 甲胺 氯氮卓粗品 氯化氢

(4) **分离 1**: 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离(此过程产生离心废气 G11-7: 甲胺、乙醇、氯化氢, 产生离心母液 S11-2: 乙醇、氯乙酸、甲胺、氯氮卓、氯化氢)。

(5) **分离 2**: 甩干后的物料用 20kg 乙醇冲洗, 并再次离心甩干。(此过程产生离心废气 G11-8: 甲胺、乙醇、氯化氢, 产生离心母液 S11-3 乙醇、氯乙酸、甲胺、氯氮卓、氯化氢)。

(6) **烘干 1**: 甩干后所得湿品进行烘干, 烘干在密闭烘箱内进行, 烘干温度为 70~80℃, 烘干时间为 6—8 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝, 产生不凝气(G11-9: 乙醇), 烘干冷凝液(S11-4 乙醇)作为危废处理。

(7) **粗品包装**: 将上述烘干物料人工装入塑料袋内, 扎口, 称重。(此过程产生包装废气 G11-10 氯氮卓)。

(8) **精制**: 300L 精制罐中, 通过水冲泵真空吸入 180kg 无水乙醇, 人工加入 2kg 活性炭, 搅拌下人工加入上一步所得 20kg 氯氮卓粗品 (此过程产生少量投料废气 G11-11: 乙醇, G11-12: 氯氮卓), 缓慢加热至 75~80℃, 回流, 保持此温度搅拌一个小时, 停止加热。

(9) **压滤**: 密闭精制罐, 通入压缩空气使精制罐内压力达到 0.25~0.3Mpa, 将反应液通过密闭过滤器压滤至 300L 结晶罐中, (此过程产生少量废气 G11-13: 乙醇, 产生滤渣 S11-5: 活性炭、氯氮卓)。

(10) **结晶**: 结晶罐中开动搅拌, 结晶罐夹层通入冰盐水使结晶罐内物料冷却至 10℃~15℃, 继续保温搅拌 5 个小时 (此过程产生少量废气 G11-14: 乙醇)。

(11) **分离 3**: 将上述物料通过管路放入低位离心机, 离心分离 (此工序产生离心废气 G11-15: 乙醇), 母液主要为乙醇、氯氮卓, 进 300L 精制母液罐。

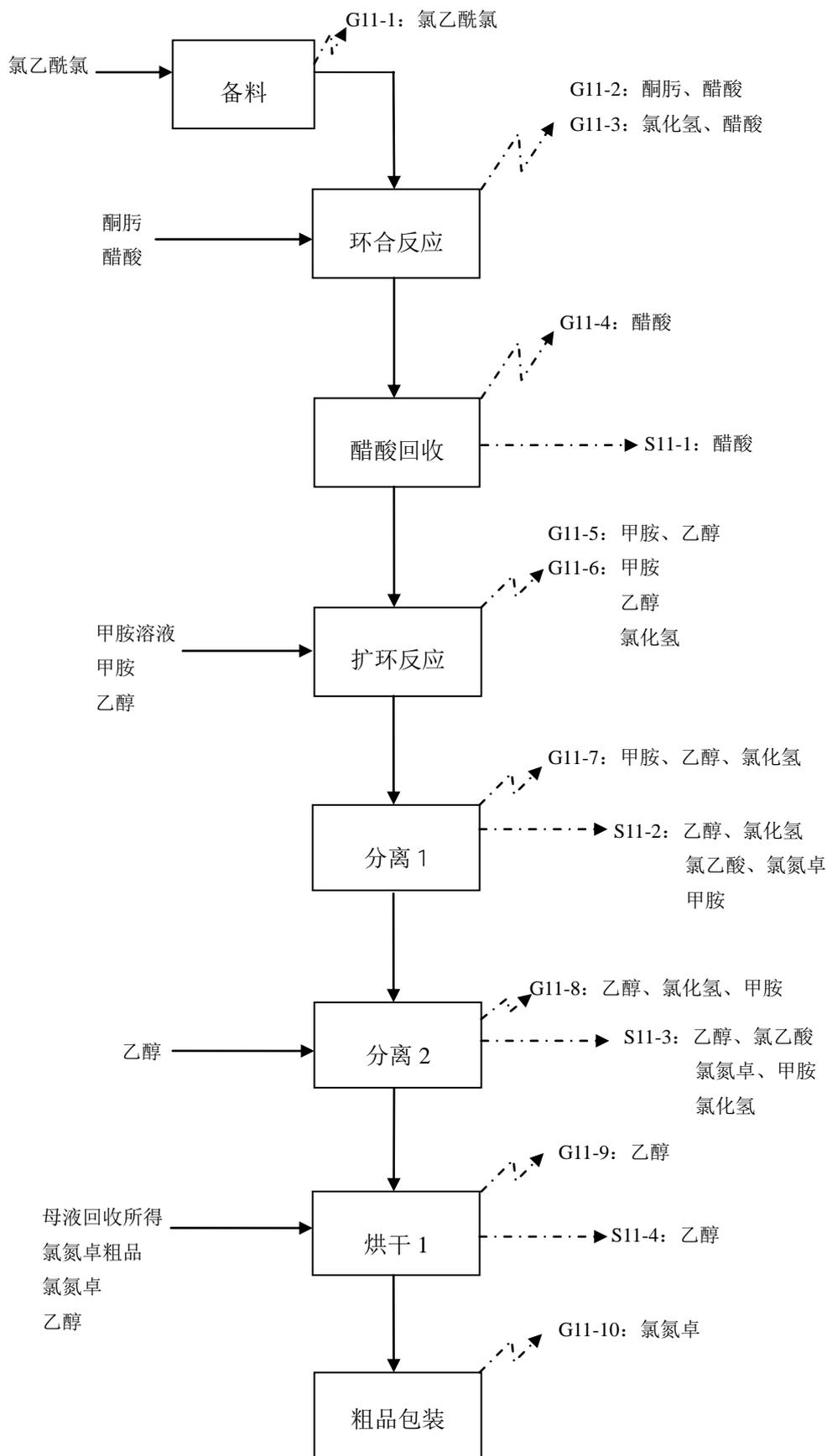
(12) **分离 4**: 甩干后的物料用 20kg 乙醇冲洗, 并再次离心甩干。(此工序产生离心废气 G11-16: 乙醇), 母液主要为乙醇, 进 300L 精制母液罐。

(13) **母液处理**: 开启搅拌, 缓慢升温至 80℃-90℃, 常压蒸馏出乙醇约 170kg 至 300L 乙醇接收罐, 套用至精制工序, 蒸出的乙醇经二级冷凝回收 (一级循环水, 二级冰盐水), 产生少量蒸馏不凝气 (G11-20: 乙醇), 釜底残余物通过管路放入低位离心机, 离心分离 (此过程产生离心废气 G11-21 乙醇, 产生离心母液 S11-7 乙醇、氯氮卓); 甩干后, 用 5kg 乙醇冲洗物料, 离心分离 (此过程产生离心废气 G11-22 乙醇, 产生离心母液 S11-8 乙醇、氯氮卓), 物料作为粗品套用至烘干 1 工序。

(14) **烘干 2**: 对分离 4 所得物料进行烘干, 烘干在 300L 双锥真空干燥机内进行, 控制真空度-0.09~-0.096Mpa, 温度 45~55℃, 烘干 2 小时。烘干废气管道收集后经二级冷凝, 产生不凝气 (G11-17: 乙醇), 烘干冷凝液 (S11-6: 乙醇) 作为危废处理。

(15) **粉碎**: 将上述物料用 F-20B 万能粉碎机进行粉碎 (80 目) (此过程产生粉碎废气 G11-18: 氯氮卓)。

(16) **成品包装**: 称量包装, 25kg/桶。(此过程产生包装废气 G11-19 氯氮卓)



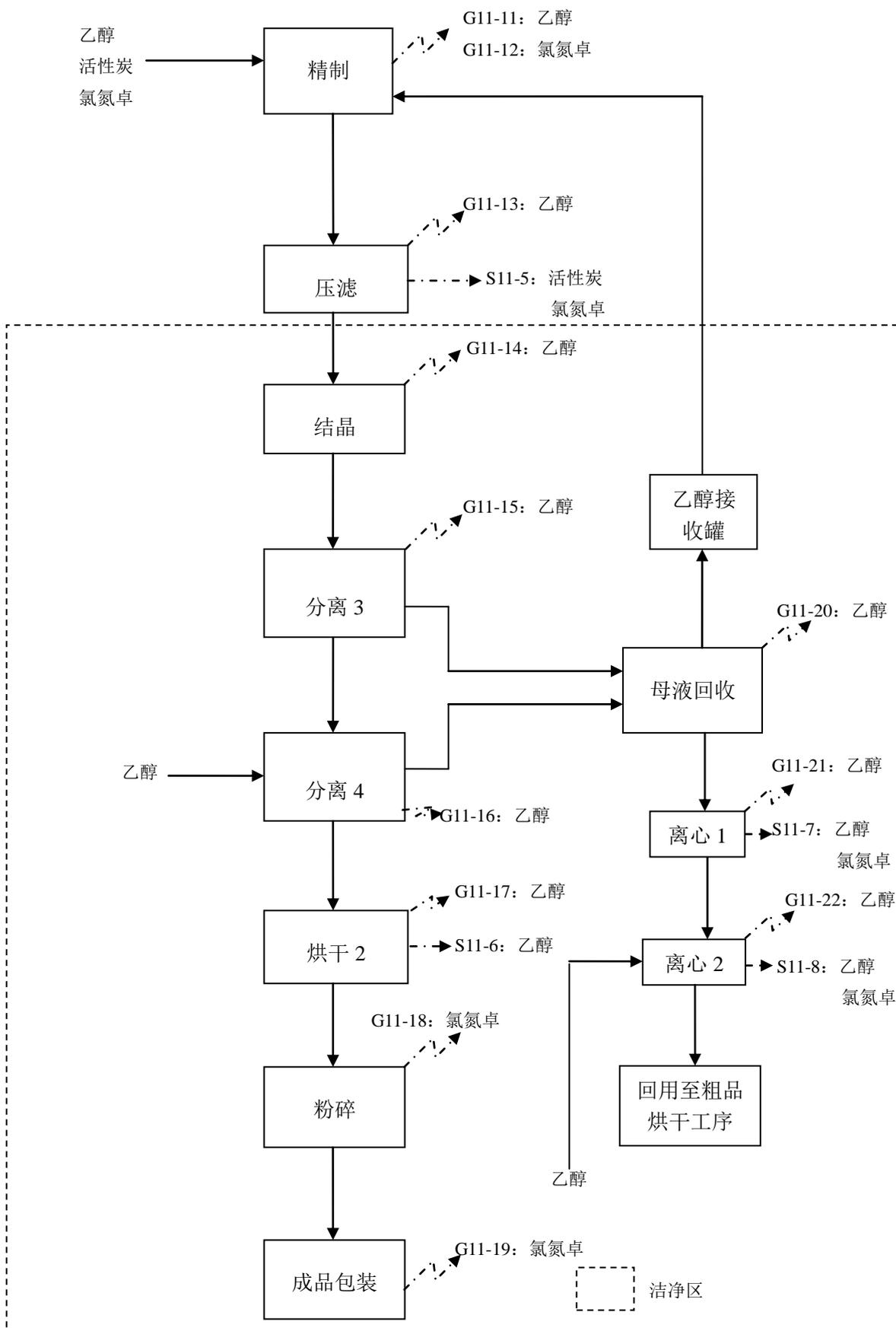


图 3.5.11-1 氯氮卓产污节点图